



Thèse de Doctorat de l'Université de Reims Champagne-Ardenne

Pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITE

Spécialité : Mécanique

Présentée par

Abdelmonem ELOUAER

Titre de la thèse

**Contribution à la compréhension et à la modélisation
du comportement mécanique de matériaux
composites à renfort en fibres végétales**

Soutenue publiquement le 31 Janvier 2011, devant le jury composé de :

Mme Michèle T'KINT	Professeur, Université de Picardie Jules Verne	Rapporteur
M. Xiao-Lu GONG	Professeur, Université de Technologie de Troyes	Rapporteur
M. Malk BENZEGGAGH	Professeur, Université de Technologie de Compiègne	Examineur
M. Alain LODINI	Professeur, Université de Reims Champagne-Ardenne	Examineur
M. Rezak AYAD	Professeur, Université de Reims Champagne-Ardenne	Directeur de thèse
M. Zoheir ABOURA	Professeur, Université de Technologie de Compiègne	Co-directeur de thèse
M. Hamid SABHI	Maitre de Conférences, Université de Reims Champagne-Ardenne	Co-encadrant
M. Gérard Mougin	Président de la société AFT Plasturgie	Invité

Remerciements

« *Contribution à la compréhension et à la modélisation du comportement mécanique de matériaux composites à renfort fibres végétales* », comme tous les sujets de thèse, le mien était à la fois attirant et intrigant. C'est grâce à ce sujet que j'ai pu découvrir le monde des composites.

Trois années de travail acharné, d'engagement et d'aventure, au cours desquelles j'ai pu découvrir cet univers mystérieux. Ce manuscrit de thèse est le fruit d'une collaboration entre le Laboratoire d'Analyse des Contraintes Mécaniques/Dynamique des Transferts aux Interfaces (LACM/DTI) à l'IFTS Charleville-Mezières, de l'Université de Reims Champagne-Ardenne (URCA), et le Laboratoire Roberval de l'Université de Technologie de Compiègne (UTC).

En premier lieu, je tiens à remercier Monsieur **Hamid Sabhi**, mon encadreur du LACM/DTI qui m'a recruté pour travailler sur ce sujet de thèse. Je tiens à remercier tout particulièrement le Conseil Général des Ardennes qui a financé mes travaux de recherche et a rendu possible cette thèse.

Je voudrais exprimer toute ma gratitude et mes remerciements à :

- Mon co-directeur de thèse, Monsieur **Zoheir Aboura**, Professeur à l'UTC, je le remercie pour le soutien et la confiance qu'il m'a témoignés. Son expérience et son sens critique m'ont permis d'aller plus loin et découvrir davantage cette nouvelle partie des matériaux composites à bases de fibres végétales.

- Mon directeur de thèse Monsieur **Rezak Ayad**, Professeur à l'URCA, je le remercie pour sa constance ; toujours disponible, rassurant, mesuré ; sa présence m'a permis de traverser les instants de doute ou les avis de tempête avec plus de sérénité.

Je remercie tout particulièrement :

- Monsieur **Malk Benzeggagh** : Professeur à l'UTC et chef d'équipe du groupe matériaux composites au département de génie mécanique.
- Madame **Michèle Guigon** : Professeur à l'UTC et directrice du département de génie mécanique.

Mes remerciements vont aussi aux techniciens pour l'intérêt qu'ils ont porté à l'étude et le climat de confiance qu'ils ont bien voulu établir:

- **Stéphane Buet** Technicien à l'IFTS qui a assuré toute la partie injection-moulage des mes échantillons d'essais, ainsi que ses conseils et son soutien prononcé.
- Monsieur **Bruno Maingaint** de Rotoplus Ardennes
- **Gérard Marichal** Technicien à l'UTC à Roberval, qui a assuré la partie contrôle et suivi des machines d'essais mécaniques.

- **Jean Pierre Wtyklo** Technicien à l'UTC, qui a assuré la partie observation microscopique au MEB.

Je remercie également, Monsieur **Gérard Mougin**, Président de la société **AFT Plasturgie**, qui nous a fourni les matériaux nécessaires pour démarrer la thèse.

Pendant ces trois années passées, j'ai eu la chance de travailler dans un environnement exceptionnel, tant sur les plans scientifique qu'humain.

En second lieu, je souhaiterais adresser mes sincères remerciements aux membres du jury qui ont accepté de lire, examiner, rapporter, annoter, ... bref, de se pencher attentivement sur les pages de ce mémoire. Leurs observations et regards critiques ont été encourageants et ont contribué à la publication de ce mémoire. Merci donc à Mme **Michèle T'kint**, M. **Xiao-Lu Gong** et M. **Alain Lodini**.

Un remerciement particulier pour Mr. **Fodil Meraghni**, Professeur à l'ENSAM de Metz pour son aide et son soutien dans la Partie calcul et modélisation analytique.

Pour finir, je ne peux m'empêcher d'avoir une pensée pour tous mes amis, rencontrés dans le cadre travail (mes collègues doctorants) et je précise surtout, mon cher collègue **Fethi Dahmen**, à qui ce manuscrit doit beaucoup. Grâce à eux, j'ai pu oublier un peu la thèse dans les moments difficiles, me changer les idées et me confier... Nous avons partagé de nombreux moments ensemble, merci !

Pour finir, je remercie mes parents **Néjib** et **Essia**, ainsi que mon frère et mes sœurs, **Mohamed**, **Soumaya** et **Khaoula** pour leur soutien depuis de nombreuses années.

C'est pour moi une page pleine d'expériences qui se tourne, alors tournons-la ensemble et encore un grand MERCI à toutes et tous.

RESUME

L'industrie des matériaux composites ne cesse d'évoluer et de croître en mettant en place de nouveaux matériaux et de nouvelles technologies. En substitution des matériaux d'origine fossile que les matériaux d'origine naturelles (et surtout végétales) commencent à voir le jour. C'est dans ce contexte que notre travail de recherche est proposé. Il s'intéresse à la caractérisation du comportement mécanique d'un composite à matrice Polypropylène, renforcé avec des fibres de Chanvre et du bois de Chanvre (Chènevotte). Les différents moyens et techniques de caractérisation, utilisés par la présente étude, ont montré que ces nouveaux matériaux sont dotés de propriétés, en particulier mécaniques, de haut niveau, qui viennent rivaliser avec celles des autres composites classiques à base de fibres de verre et de carbone.

Les essais expérimentaux en statique et de fatigue, ont révélé beaucoup de détails en comparaison avec d'autres matériaux composites. Ces informations ont permis de créer une sorte de base de données qui pourra servir de référence pour d'autres composites de la même famille à base de fibres végétales. Ainsi, des mécanismes d'endommagement ont été mis en évidence grâce aux essais mécaniques (traction monotone, charge-décharge, ...) associés à des observations microscopiques (Microscope Electronique à Balayage), et à des outils de détection du dommage basés sur l'émission acoustique. Par le biais de cette technique, nous avons pu apprécier la qualité et l'importance de l'interface fibre/matrice qui est un paramètre fondamental pour la présente étude et pour la détermination de la loi de comportement du composite.

La modélisation micromécanique a été intégrée dans ce travail de thèse, grâce au modèle de Mori-Tanaka. Le comportement des matériaux à l'endommagement n'a pas été pris en considération ; seule l'élasticité a été étudiée. A l'aide de ce modèle, nous avons pu remonter aux propriétés intrinsèques des constituants (le module d'élasticité longitudinale des renforts: Chanvre et Chènevotte).

MOTS-CLES :

Matériaux composites	Comportement mécanique
Emission Acoustique	Fatigue de composite
Interface fibre/matrice	Loi de comportement
Fibres de Chanvre /Chènevotte	Micromécanique

ABSTRACT

The composites industry continues to evolve and grow by developing new materials and new technologies. Replacing fossil materials by materials with natural origin (especially vegetable) seems to be one of the most promising. In this context our research is proposed. It is interested to characterize the mechanical behavior of a polypropylene matrix composite reinforced with fibers of Hemp and Wood of Hemp (Chenevotte). The various means and characterization techniques used in this study showed that these new materials have interesting mechanical properties, coming rival those of other conventional composites based on carbon and glass fibers.

The experimental static and fatigue tests have revealed many details in comparison with other composite materials. The information help creates a database that can serve as reference for other composites of the same family and vegetable fibers. Mechanisms of damage have been highlighted through mechanical tests (tensile monotonous charge-discharge ...) associated with microscopic observations (Scanning Electron Microscope), and tools for damage detection based on emission acoustics. Thanks to this technique, we could improve the quality of the interface fiber / matrix which is a basic parameter for this study and for determining the behavior of composite.

Micromechanical modeling has been integrated in this thesis, through the Mori-Tanaka model. The behavior of materials during damage has not been taken into account: only the elasticity has been studied. Using this model, we were able to trace the intrinsic properties of the constituents (the longitudinal modulus of elasticity of the reinforcements: Hemp and Chenevotte).

KEYWORDS:

Composite materials

Acoustic Emission

Fiber/matrix interface

Hemp fibers / Straw (Chenevotte)

Mechanical behavior

Fatigue of composite

Constitutive law

Micromechanics

Table des matières

ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

I. Les matériaux composites :	3
I.1. Introduction :	3
I.2. Composites à base de fibres végétales	5
I.2.1. Renforts à fibres végétales :	6
I.2.2. Mécanismes d'adhésion :	10
I.2.3. Influence du traitement sur le comportement des composites à renforts fibres végétales :	11
II. Caractérisation de la fibre	12
II.1. Techniques micromécaniques :	12
II.2. Mesure des propriétés mécaniques de la fibre	14
II.3. Comportement d'une fibre végétale soumise à des sollicitations cycliques	18
III. Effet des compatibilisants sur les propriétés mécaniques	18
IV. Les différentes combinaisons possibles	22
V. Evolution des propriétés mécaniques des composites à renforts fibres végétales	23
VI. Etude de la recyclabilité	25
VII. Applications	28
VIII. Conclusion	28

ETUDE EXPERIMENTALE

Partie 1: Comportement en Statique

I. Propriétés du polymère : Le Polypropylène	42
II. Matériaux de l'étude	42
II.1. Mise en forme par Injection-Moulage des éprouvettes	43
II.2. Paramètres d'injection	45
II.3. Isotropie des propriétés des composites injectés	46
II.4. Mesures d'absorption d'eau	49
III. Essais de traction à vitesse constante	50
III.1. Propriétés intrinsèques en traction monotone uniaxiale à vitesse constante	51
III.1.1. Dispositif expérimental	51
III.1.2. Procédure expérimentale	52
III.1.3. Résultats et Interprétations	52
III.2. Traction monotone à différentes vitesses	54
III.2.1. Polypropylène Copolymère	54

III.2.2. Polypropylène/Chanvre Blanc.....	56
III.2.3. Polypropylène/Chènevotte	58
IV. Essais de charge-décharge	60
IV.1. Polypropylène Copolymère vierge.....	60
IV.2. Polypropylène/Chanvre Blanc	62
IV.3. Polypropylène/Chènevotte.....	63
VI. Emission Acoustique (EA).....	69
VI.1. Définition.....	69
VI.2. Identification des signaux d'Emission Acoustique	71
1. Par le contenu fréquentiel	71
2. Par l'étude des salves	71
VI.3. Acquisition de l'Emission Acoustique	72
VI.3.1. Capteur et chaîne d'acquisition.....	72
VI.3.2. Paramètres d'acquisition des salves	73
VI.3.3. Résultats d'essai	75
VII. Analyse de l'endommagement par Microscopie Electronique à Balayage (MEB).....	80
VIII. Analyse de l'endommagement des fibres de Chanvre.....	82
VII.1. Matériaux et méthodes d'essais.....	82
VII.2. Résultats et discussions	83
IX. Influence de la nouvelle formulation sur le comportement mécanique des composites	84
VIII.1. Moyens d'essai.....	86
VIII.2. Expérimentation et résultats.....	86
VIII.2.1. Essais de traction monotone	86
VIII.2.2. Essais de charge-décharge	88
VIII.2.3. Emission Acoustique	92
VIII.2.4. Observation microscopique au MEB.....	96
X. Détermination des constantes élastiques par imagerie numérique	98
IX.1. Définition	98
IX.2. Principe de la technique	100
IX.3. Traitement des résultats de CIN.....	100
IX.4. Résultats d'essai	101
X. Analyse morphologique des fibres unitaires	105
X.1. Détermination des dimensions géométriques de la fibre de Chanvre.....	105
X.2. Rigidité de la fibre de Chanvre : Essai de traction longitudinale sur fibres de Chanvre ...	107
XI. Evolution de module de cisaillement plan G_{12} en fonction de la vitesse.....	115

XI.1. Essai de torsion.....	115
XI.2. Résultats.....	117
Partie 2: <u>Comportement en Fatigue</u>	
I. Moyens d’essai	127
II. Durée de vie.....	129
III. Dépouillement des essais de fatigue	129
IV. Mécanisme de la fatigue.....	133
IV.1. Méthode d’évolution du module de rigidité.....	133
IV.2. Méthode énergétique	137
IV.2.1. PP/Chanvre Blanc	139
IV.2.2. PP/Chènevotte	144
IV.3. Boucles d’hystérésis	148
V. Emission Acoustique.....	151
VI. Micrographies MEB	156
ETUDE MICROMECHANIQUE & HOMOGENEISATION	
Introduction	168
I. Principe de base en homogénéisation	170
I.1. Méthodologie de l’homogénéisation	170
I.1.1. La représentation.....	170
I.1.2. La localisation	170
I.1.3. L’homogénéisation.....	170
II. Modèle micromécanique : modèle de Mori-Tanaka :.....	171
III. Application du modèle de Mori-Tanaka pour l’évaluation numérique du tenseur de rigidité du composite	173
1. Tenseur d’Eshelby	173
2. Matrice de rigidité de la résine Polypropylène	175
3. Matrice de rigidité de la fibre de Chanvre.....	176
4. Détermination du tenseur de rigidité homogénéisé	176
VI. Orientation des fibres	177
V. Estimation des modules de rigidités des renforts	179
1. Propriétés du Chanvre Blanc	179
2. Propriétés de la Chènevotte.....	180
VI. Etude paramétrique et sensibilité du modèle proposé	181
1. Influence de la fraction volumique du renfort.....	181
2. Influence du rapport d’aspect du renfort (L/D).....	183

CONCLUSIONS & PERSPECTIVES	189
ANNEXES	214

Matériaux composites et agro-composites : Etat de l'Art

A l'image des technologies qui ont caractérisé l'évolution rapide de la science durant la dernière moitié du XX^e siècle, les matériaux, voire même le concept de matériau, ont été marqués par des évolutions fondamentales. Pendant longtemps, le tout métallique, caractérisé par le développement de l'industrie sidérurgique, a rempli le cahier des charges de toutes les applications industrielles sans que les technologies utilisées pour l'élaboration et la conception des pièces évoluent beaucoup. L'introduction de nouvelles familles de matériaux à partir des années 1970 a non seulement occasionné l'utilisation d'autres matériaux dans un espace initialement réservé aux matériaux métalliques, mais a surtout amené à penser différemment les concepts associés aux choix des matériaux.

Par comparaison avec les matériaux métalliques, ces nouveaux matériaux, qu'ils soient polymères, composites ou céramiques, etc., nécessitent de la part des constructeurs une meilleure maîtrise des différentes étapes qui vont de la conception du matériau à son utilisation industrielle en passant par sa réalisation. D'abord, en amont, ces matériaux sont inséparables de la technologie qui permet de les produire. Dans le domaine des matériaux composites, le domaine d'application dépend étroitement du choix de la technique de mise en œuvre (injection-moulage, RTM, formage, ...). En aval, la maîtrise d'emploi des matériaux est fondée sur l'optimisation de plusieurs paramètres tels que la connaissance du coût des éléments de la structure que l'on produit, des outils de production, etc...

Un matériau ne se présente plus seulement en tant qu'entité chimique mais comme le fruit d'une technologie d'élaboration qui lui confère une microstructure particulière qui va induire des propriétés non seulement chimiques mais aussi physiques, mécaniques, etc., dans le but de répondre, sous forme structurale ou dans un assemblage, aux qualités requises pour l'application souhaitée.

L'utilisation des nouveaux matériaux revient à utiliser des concepts nouveaux et des méthodes nouvelles de calcul. Dans le cas des matériaux composites, chaque constituant contribue à la tenue mécanique et aux propriétés physiques de l'ensemble du matériau. A titre d'exemple, considérons le cas d'une matrice dans un environnement composite. Lors des applications en température, isolée, elle perd rapidement ses propriétés mécaniques. Par contre, pour la même température, mais dans l'environnement composite, elle garde sa fonction de transfert de charge moyennant des propriétés mécaniques bien supérieures à celles qu'elle aurait en étant isolée.

Ainsi, l'étude d'un nouveau matériau exige la connaissance de certains critères et conditions. En effet, en dehors de la tenue mécanique caractérisée par différents paramètres tels que la rigidité, l'écrouissage, la ductilité, la viscosité, l'amortissement, la rupture en statique, la résistance en fatigue, etc., on peut attendre d'un matériau qu'il soit thermochimiquement stable avec l'environnement (résistance à la corrosion et à l'oxydation),

doté de propriétés physiques particulières (conductibilités électrique, magnétique, thermique, etc.) et de capacités de recyclage, etc., adaptées à l'application souhaitée.

Enfin, le choix d'un matériau doit obéir à des exigences (techniques, scientifiques, technologiques, environnementales, ...). Et comme pour tout matériau, un nouveau matériau composite, avant d'être commercialisé, doit répondre à des normes qui sont traduites par des essais. Le but est de garantir une certaine fiabilité aux futurs utilisateurs dans différents domaines tels que les biomatériaux à usages sanitaire (prothèses), de loisir (articles de sport) ou en bâtiment, etc.

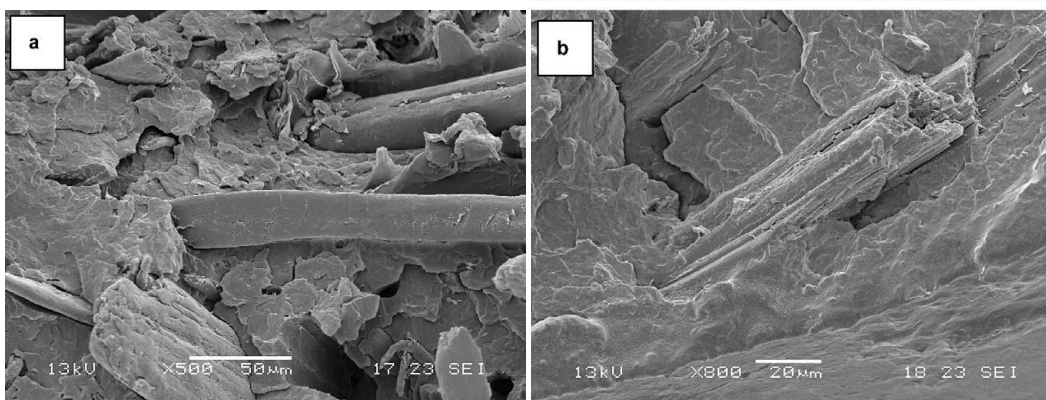
INTRODUCTION

GENERALE

Le développement technologique couplé avec les attentes des consommateurs continue d'augmenter au détriment des ressources terrestres, conduisant à d'importants problèmes liés à la disponibilité matérielle et la durabilité environnementale. Récemment, l'unanimité générale concernant la contribution importante de l'homme au réchauffement de la planète a été atteinte. Cette prise de conscience a également conduit à manifester un intérêt aux matériaux issus de ressources durables qui n'exigent qu'une faible énergie pour sa production, ainsi que des matériaux recyclables, y compris ceux dont l'énergie peut être récupérée, que l'on trouve par exemple dans les composites à renforts fibres naturelles. Bien que l'utilisation de ces matériaux ne soit pas nouvelle (leur utilisation date depuis des civilisations), ces mesures plus récentes ont encouragé l'extension de leur utilisation.

Un domaine important en cours de développement depuis la dernière décennie est l'utilisation des panneaux thermoplastiques, obtenus par moulage-compression et renforcés des fibres naturelles, qui ont été largement adoptés dans l'industrie automobile européenne pour des pièces telles que les panneaux de portes, les intérieurs automobiles, les tableaux de bord et les revêtements de coffres de voitures.

En effet, un effort considérable a porté sur l'amélioration de la performance mécanique des composites thermoplastiques à renforts en fibres naturelles, pour permettre l'extension de leur application. Une grande partie de cette attention a été destinée à l'amélioration de la résistance interfaciale, pour laquelle une gamme de traitements de fibres et d'agents de couplage a été évaluée. Le plus grand succès en termes d'avantages mécaniques et de facilité d'utilisation a été obtenu avec l'ajout de compatibilisants tels que le propylène maléique (MAPP) comme agent de couplage, ce qui donne une résistance et une rigidité nettement améliorées par rapport aux composites non traités. L'examen des faciès de rupture, de composites polypropylène renforcés de fibres naturelles, montre le mécanisme de rupture des composites et élucide l'amélioration spectaculaire des propriétés dans ce cas particulier dû à la présence de l'agent de couplage. Peu de fibres déchaussées ont pu être observées (**Fig. (b)**) ; le contraste est fort dans le cas de composites sans agent de couplage PP-g-GMA (**Fig. (a)**). En outre, ceci suggère que l'amélioration des performances mécaniques n'est pas limitée qu'à la résistance interfaciale. En effet, le choix d'une orientation privilégiée, l'augmentation de la longueur des fibres ou l'utilisation d'une autre matrice, qui sont entre autres des domaines de recherche actuels, peuvent affecter les propriétés mécaniques du composite. Une nouvelle application qui présente une alternative des matrices polymères est l'application des polymères biodégradables qui sont à leurs tours d'important intérêt où la biodégradabilité et les hautes performances sont déjà parmi les priorités d'étude.



Micrographie de MEB des faciès de rupture de (a) PP/Chanvre (80/20) (b) PP/Chanvre/PP-g-GMA (80/20/10)

Un autre domaine d'investigation majeur qui pourrait étendre l'application des matériaux composites à fibres naturelles est l'amélioration de la performance à long terme, y compris une meilleure résistance à l'humidité, au rayonnement ultraviolet et au fluage. Comme mentionné précédemment, les composites à matrice thermoplastique et à renforts fibres naturelles sont développés pour l'industrie automobile aussi bien que le bois traditionnel, utilisé comme renfort de matrices thermodurcissables couramment utilisées pour le mobilier.

Généralement, les composites à renforts en fibres naturelles sont considérés comme des matériaux à grand potentiel pour de nombreuses applications d'ingénierie. Cependant, il y a encore des questions importantes qui limitent leur utilisation future, y compris le rendement à long terme et la capacité d'être en mesure de prédire le rendement pendant le service. La mécanique de rupture peut donner beaucoup d'idées sur les effets physiques qui se produisent dans ces matériaux ; des idées qui vont permettre, pourquoi pas, une production de composites en fibres naturelles aux propriétés améliorées.

Ainsi, la contribution de ce travail s'inscrit dans une démarche de caractérisation du comportement mécanique statique et dynamique (fatigue cyclique) des composites injectés à matrice thermoplastique et à renforts fibres végétales (Chanvre et Chênevotte). L'objectif principal est la compréhension du comportement de ces nouveaux matériaux suite à différents types de sollicitations mécaniques (grâce à des essais normalisés) afin de créer ou de déterminer la loi de comportement des ces nouveaux composites. Cette nouvelle base de données riche et quasi-complète pourra être précurseur à des éventuelles études ultérieures pour alimenter ou prévoir une modélisation numérique dans un code de calcul par éléments finis. L'appréciation de ce travail se situe au niveau de la proposition d'une "originalité" qui consiste à utiliser une démarche inverse d'un modèle micromécanique très connue dans le domaine de la modélisation analytique des composites avec des fibres orientées aléatoirement. Le modèle est celui de Mori-Tanaka, qui est un outil puissant pour la prédiction du comportement global du composite après avoir émis certaines hypothèses simplificatrices pour le bon fonctionnement du modèle. L'utilisation et l'application de ce modèle est limitée dans le domaine élastique linéaire et à partir de la connaissance des caractéristiques microstructurales des ces matériaux. Mais, dans notre cas d'étude la réalité est loin d'être ça.

En effet, le cas du composite qu'on a traité au cours de notre étude présente une particularité, les fibres sont d'origine végétale, et ceci a posé un grand problème concernant la détermination de leurs propriétés élastiques (surtout le module d'Young E et le coefficient de Poisson ν). Donc, l'idée était, connaissant le tenseur de rigidité du composite (à partir de la connaissance de la rigidité déterminée expérimentalement) on a essayé de déterminer le module de la fibre de Chanvre ainsi que celui de la Chènevotte ; en tenant compte bien sûr de l'orientation et la distribution aléatoire des fibres liées au procédé de mise en œuvre.

L'organisation des différents chapitres est donnée comme suit et respecte la marche suivante :

- Le point de départ repose sur une étude bibliographique qui traite les composites et d'une façon particulière les composites à renforts fibres végétales : exemple des différentes combinaisons possibles (matrices thermodurcissables et thermoplastiques). Ainsi que les problèmes de compatibilité pour assurer la bonne adhésion ou/et la meilleure qualité interfaciale fibre/résine sachant que la fibre est de caractère hydrophile alors que la résine est hydrophobe à cela s'ajoutent d'autres différences telles que la différence de coefficient de dilatation thermique, ... ce qui présente des obstacles majeurs pour assurer cet assemblage entre la fibre et la résine. Aussi, dans cette partie sont étudiées les différentes techniques (méthodes, techniques et essais) pour analyser les comportements mécaniques de certains composites. Avec à la fin une partie traitant l'analyse de cycle de vie des composites mettant en valeur le caractère biodégradables de ces composites.
- Le deuxième chapitre traite la grande partie de la thèse qui est une étude de caractérisation expérimentale du comportement mécanique d'un composite particulier à base d'une matrice thermoplastique le Polypropylène renforcé avec des fibres de Chanvre et de Chènevotte. Cette étude de caractérisation a été basée sur deux grandes parties :
 - ✓ Etude en statique : à l'aide des essais de traction monotone, charge-décharge, et traction à différentes vitesses, on a pu avoir une idée sur la loi de comportement. Cette étude a été corrélée par la technique d'émission acoustique, afin de déterminer les mécanismes d'endommagement qui régissent les composites, ainsi que par des observations au MEB pour déterminer l'état de surface et la qualité interfaciale.
 - ✓ Etude en dynamique : grâce à des essais de fatigue cyclique, on a pu déterminer la limite d'endurance de chaque matériau, ainsi qu'une exploitation minutieuse et profonde des cycles de fatigue (perte de rigidité, boucles d'hystérésis) nous a permis d'avoir une idée sur la qualité d'interface au sein des composites. Sans oublier que pour des niveaux de chargement particuliers la technique d'émission acoustique et les observations microscopiques au MEB ont été intégrées.
- La dernière partie est une initiation à la modélisation micromécanique limitée dans le cadre d'une étude dans le domaine élastique linéaire. Parmi les principaux modèles de

prédiction du comportement mécanique des composites, l'accent sera porté sur le modèle de Mori-Tanaka puisque c'est celui qui tient le plus compte des données microstructurales et géométriques du matériau. Dans ce contexte, l'originalité dans cette partie est l'application d'une démarche inverse du modèle micromécanique permettant de déterminer les propriétés élastiques des constituants de base (fibre de Chanvre et Chènevotte).

Table des matières

ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

I.	Les matériaux composites :	3
I.1.	Introduction :	3
I.2.	Composites à base de fibres végétales	5
I.2.1.	Renforts à fibres végétales :	6
I.2.2.	Mécanismes d'adhésion :	10
I.2.3.	Influence du traitement sur le comportement des composites à renforts fibres végétales :	11
II.	Caractérisation de la fibre	12
II.1.	Techniques micromécaniques :	12
II.2.	Mesure des propriétés mécaniques de la fibre	14
II.3.	Comportement d'une fibre végétale soumise à des sollicitations cycliques	18
III.	Effet des compatibilisants sur les propriétés mécaniques	18
IV.	Les différentes combinaisons possibles	22
V.	Evolution des propriétés mécaniques des composites à renforts fibres végétales	23
VI.	Etude de la recyclabilité	25
VII.	Applications	28
VIII.	Conclusion	28

Chapitre I

Etude Bibliographique

Résumé du chapitre I

L'objet de ce chapitre ne réside pas en une simple présentation de l'utilisation des composites à renforts fibres végétales avec différents types des résines à savoir les thermoplastiques et les thermodurcissables. Mais, plutôt de mettre l'accent sur l'importance d'un phénomène lié à la qualité de service d'un matériau ou à la bonne réponse du comportement mécanique d'un matériau composite suite à une sollicitation bien déterminée. Ce phénomène est l'interface fibre/matrice ; ce qui constitue un vrai verrou technologique dans le cas des composites particulièrement dans le cas des composites à renforts fibres végétales. Plusieurs méthodes d'essais et techniques de mesure micromécanique ainsi que des traitements physico-chimiques de modifications de l'état de la fibre ont été mentionnées afin de bien comprendre le lien existant entre l'effet de ces traitements ou certains compatibilisants appliqués à la fibre : à l'échelle micromécanique, et la réponse mécanique du composite : à l'échelle macromécanique. Ce qui a permis de confirmer l'existence d'un lien très étroit entre le comportement global à l'échelle du composite et local à l'échelle de la fibre.

A part l'étude de la structure de la fibre qui est un élément crucial pour bien comprendre le comportement du composite, on a essayé d'attirer l'attention sur un résultat de l'utilisation de ces nouveaux composites et l'analyse ou l'étude de cycle de vie.

I. Les matériaux composites :

I.1. Introduction :

Les matériaux composites font partie des matériaux du futur. L'essor de ces matériaux témoigne de la vitalité d'une profession : producteurs de matières premières, résines et fibres, transformateurs, tisseurs, fabricants de semi-produits ou de pièces terminées dans les matériaux de haute performance et de grande diffusion.

Un matériau composite peut être défini d'une manière générale comme l'assemblage de deux ou plusieurs matériaux, l'assemblage final ayant des propriétés supérieures aux propriétés de chacun des matériaux constitutifs. On appelle maintenant de façon courante "matériaux composites" des arrangements des fibres, des **renforts** qui sont noyés dans une **matrice** dont la résistance mécanique est beaucoup plus faible. Le schéma général d'un matériau composite est donné sur la **Figure 1**. La matrice assure la cohésion et l'orientation des fibres, elle permet également de transmettre les sollicitations auxquelles sont soumises les pièces. Les matériaux ainsi obtenus sont très *hétérogènes* et *anisotropes*.

Le principal intérêt de l'utilisation des composites provient de leurs excellentes caractéristiques spécifiques (E/ρ et σ/ρ). Leur faible taux d'utilisation vient encore de son coût.

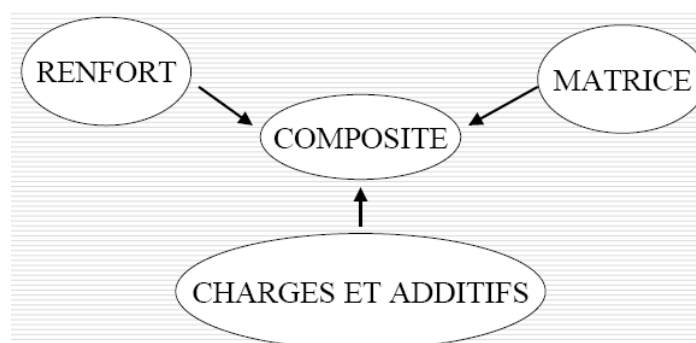


Figure 1 : Structure d'un matériau composite [46]

Dans le cadre de cette étude la matrice utilisée est du type polymère thermoplastique: le Polypropylène. Il s'agit d'un polymère semi-cristallin, avec un taux de cristallinité d'environ 68%, de formule chimique donnée sur la **Figure 2** et dont les caractéristiques physico-mécaniques sont regroupées dans le **Tableau 1**. Les thermoplastiques ont actuellement un taux de croissance supérieur à celui des résines thermodurcissables, en raison de la nécessité du recyclage des composites et de leur déchets. En effet, les thermoplastiques peuvent être refondus et recyclés, et même la production de ces composites peut être plus importante puisqu'il est simplement nécessaire de refroidir la pièce plutôt que d'attendre la fin du cycle de polymérisation.

Tableau 1. Caractéristiques du polypropylène [45]

Propriétés du polypropylène	
Densité	0.905
Température de fusion	165 – 170 °C
Module élastique	1.0 – 1.4 GPa
Limite d'élasticité	25 – 38 MPa
Déformation à la rupture	300%
Coefficient de dilatation	$175 \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}$
Température de mise œuvre	190 – 285 °C

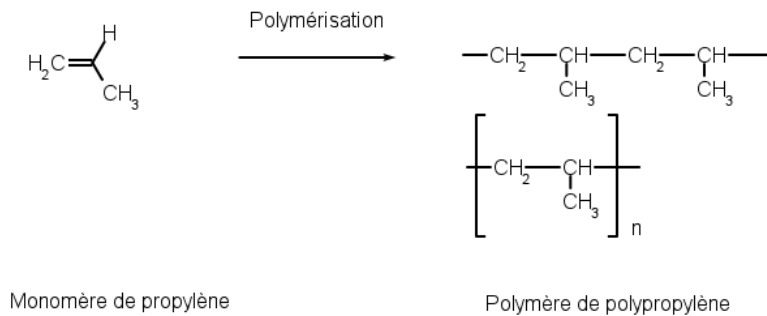


Figure 2. La structure moléculaire du polypropylène [45]

Le deuxième constituant essentiel est le renfort. Celui-ci a pour rôle de supporter l'essentiel de l'effort mécanique appliqué au matériau composite grâce à ses caractéristiques mécaniques élevées (module et limite d'élasticité, résistance mécanique...). Les composites les plus utilisés sont ceux à renforts fibres synthétiques (verre, carbone, aramide, ...), alors que nous nous intéressons aux cas de fibres d'origine naturelles végétales.

Remarque :

- Les structures composites sont anisotropes. La plupart des renforts travaillent bien en traction, mais offrent de moins bonnes performances en compression et cisaillement. Il est donc impératif de jouer sur la texture et la géométrie des renforts pour créer une architecture adaptée.
- Un composite n'est pas limité uniquement aux constituants déjà cités précédemment. En effet, afin de modifier des propriétés mécaniques, électriques, chimiques ou thermiques, comme dans le cas d'un polymère par exemple, on ajoute des charges (substances inertes minérales, organiques ou même oxydes). Ces dernières sont utilisées aussi pour améliorer l'aspect de surface ou bien, simplement, pour réduire le prix de revient du matériau transformé. Bien sûr avec la condition, que pour être utilisées, les charges doivent satisfaire à certaines exigences telles que la compatibilité avec le matériau de base, la mouillabilité, etc.

La recherche actuelle est orientée plutôt vers l'utilisation de la biomasse, en tant que matière première de substitution aux matières premières fossiles, dans les secteurs de l'énergie, de la chimie et des matériaux. Il s'agit, dans cette démarche, d'exploiter le potentiel

de photosynthèse de la plante pour réaliser des économies d'énergie, diversifier l'agriculture, réduire les émissions de gaz à effet de serre, mettre au point des techniques et produits compatibles avec l'environnement et au final créer des emplois. La production de biomatériaux à partir de la biomasse s'inscrit dans le contexte d'une industrie qui devient plus respectueuse de l'environnement.

I.2. Composites à base de fibres végétales

De nos jours, l'utilisation des ressources renouvelables dans les matériaux composites devient de plus en plus fréquente. Ces matériaux possèdent la capacité de se renouveler naturellement (leur utilisation est devenue une nécessité car, avec l'épuisement des ressources fossiles, l'émission des gaz à effet de serre et le problème de la gestion des déchets, il est indispensable de trouver des solutions pour le respect de l'environnement). Parallèlement, l'industrie plastique est en pleine expansion. C'est dans ce cadre, que de nouveaux matériaux, résultant du mélange de ses constituants provenant de la biomasse avec les matériaux plastiques, de plus en plus performants sont mis au point. Ces matériaux ont l'avantage d'être biodégradables, renouvelables,

Autrement dit, ces fibres constituent une alternative aux fibres synthétiques (verre, carbone, aramide, ...) en raison de leur recyclabilité. Néanmoins leurs propriétés doivent être encore améliorées.

Les fibres naturelles telles que le lin, le chanvre, la banane, le sisal, le jute et le palmier ont certains avantages technico-économiques et écologiques par rapport aux fibres synthétiques (fibres de verre, ...). La combinaison intéressante de leurs propriétés mécaniques et physiques ainsi que leur caractère respectueux de l'environnement a suscité un intérêt dans un certain nombre de secteurs industriels, notamment l'industrie automobile. Les avantages et les inconvénients de l'utilisation de fibres naturelles dans les composites sont donnés dans le **Tableau 2**. Les fibres lignocellulosiques ont un avantage par rapport aux fibres synthétiques, puisqu'elles forment des boucles au lieu de se rompre au cours de leur transformation et de leur fabrication. En outre, la cellulose possède une section transversale ovale aplatie qui augmente le transfert de charge en présentant un rapport d'aspect effectivement plus élevé.

Tableau 2. Principaux avantages et inconvénients des fibres végétales [46]

Avantages	Inconvénients
Faible coût	Absorption d'eau
Biodégradabilité	Faible stabilité dimensionnelle
Neutre pour l'émission de CO ₂	Mauvaise tenue en vieillissement
Pas d'irritation cutanée lors de la manipulation des fibres	Faible tenue thermique (200 à 230 °C max)
Pas de résidus après incinération	Fibres anisotropes
Ressource renouvelable	Variation de qualité en fonction du lieu de croissance, de la météo...
Demande peu d'énergie pour être produite	Pour des applications industrielles, demande la gestion d'un stock
Propriétés mécaniques spécifiques importantes (résistance et rigidité)	Renfort discontinu
Bonne isolation thermique et acoustique	
Non abrasif pour les outillages	

I.2.1. Renforts à fibres végétales :

I.2.1.1. Structure d'une fibre :

Les fibres végétales (coton, lin, chanvre, jute, sisal, kéna, coco, abaca, bois,...) sont des structures biologiques (**Figure 3**) principalement composées de cellulose, hémicelluloses et de lignine. La cellulose est un polymère qui, contrairement aux autres composantes de la fibre qui ont une structure amorphe, possède une structure en grande partie cristalline qui lui confère un module d'élasticité d'environ 136 GPa comparé au 75 GPa de la fibre de verre. Une fibre végétale est assimilable à un matériau composite renforcé par des fibrilles de cellulose. La matrice est principalement composée d'hémicellulose et de lignine (**Tableau 3**). Les fibrilles de cellulose sont orientées en hélice suivant un angle nommé « angle microfibrillaire ». Celui-ci, existant entre les fibrilles et l'axe de la fibre, conditionne la rigidité de la fibre).

Tableau 3. Comparaison de la composition chimique des différentes fibres végétales [1]

Fibre	Pectines	Hémicelluloses	Cellulose
Zostère	10 ± 2	28 ± 5	57 ± 3
Lin	6 ± 3	7 ± 3	82 ± 5
Chanvre	2.5	5.5	78.3
Jute	0.2	12	64.4
Ramie	1.9	13.1	68.6
Sisal	0.8	12	65.8

Les propriétés des fibres naturelles sont souvent sujettes à discussion car les techniques utilisées varient tout autant que les techniques de culture, d'extraction ou de séparation des fibres qui les influencent. De nombreux facteurs peuvent influencer les propriétés des fibres naturelles. Notamment, il peut s'agir de la variété, des conditions de culture (sol, traitement, climat), de la maturité, du degré de préparation (rouissage, teillage,

peignage...), du taux d'humidité, de la structure cristalline (degré de cristallinité, degré de polymérisation, type de cellulose...), de leur morphologie (diamètre de cellule, angle microfibrillaire, taille de lumen), etc.

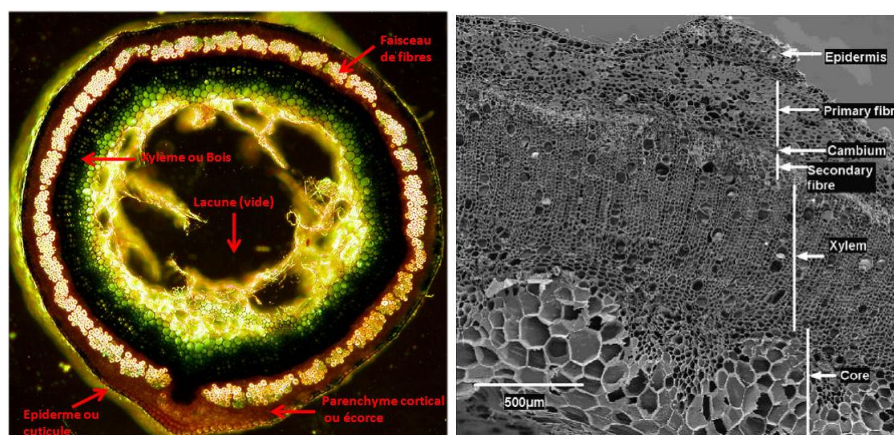


Figure 3. Micrographie d'une coupe d'une tige de Chanvre [26]

Habituellement, dans un matériau composite, le taux de renfort et l'orientation des fibres conditionnent les caractéristiques élastiques et à rupture. De même, dans une fibre végétale, les propriétés physiques des fibres naturelles sont principalement déterminées par la composition chimique et physique, la structure, le pourcentage de cellulose, l'angle microfibrillaire, le rapport d'aspect L/d (longueur/diamètre : qui est un paramètre important pour permettre le transfert de charge entre fibres et matrice), la section et le degré de polymérisation. En simplifiant, pour un pourcentage de cellulose donné, plus l'angle microfibrillaire sera faible et plus la rigidité et la résistance de la fibre seront élevées ; plus l'angle microfibrillaire sera important et plus l'allongement à la rupture sera important.

Les fortes dispersions des mesures d'une propriété physique, mécanique ou thermique, rendent la caractérisation des fibres végétales délicate. Ces dispersions découlent des différences de structure observées dans les fibres. A titre d'exemple, la taille des cellules dépend non seulement de la variété de la fibre à laquelle elles appartiennent mais aussi de leur stade de maturation, de leur « histoire météorologique » et de leur localisation dans la plante.

Le **Tableau 4** présente les caractéristiques mécaniques en traction de différentes fibres d'origine naturelle ainsi que celles des fibres de renfort couramment utilisées pour le renforcement de matériaux composites courants. Compte tenu du caractère naturel de ces fibres, on remarque quelques dispersions.

Tableau 4. Comparaison des propriétés mécaniques moyennes en traction de différentes fibres [40]

Fibres	E (GPa)	ϵ_r (%)	σ_r (MPa)	Densité
Fibres synthétiques				
Verre E	72 – 73	4.6 – 3	2000 - 3400	2.54
Carbone	230 - 825	0.3 – 1.5	2350 - 3530	1.7 – 2
Aramide	124	2.9	3620	1.44
Fibres végétales				
Lin	12 – 85	1 – 4	600 - 2000	1.54

Ramie	27 – 128	1.2 – 3.8	400 - 1000	1.56
Chanvre	35	1.6	389	1.07
Jute	26.5	1.5 – 1.8	393 - 773	1.44
Sisal	9 – 21	3 – 7	350 - 700	1.45
Noix de coco	4 – 6	15 – 40	131 - 175	1.15
Coton	5.5 – 12.6	7 – 8	287 - 597	1.5 – 1.6
Fibres animales				
Ver à soie	5 – 16	18 – 15	200 - 650	-
Araignée	7	30	600	-

La structure d'une fibre végétale (et particulièrement la fibre de chanvre) est assimilable à un empilement des plis composites dont la structure est détaillée sur la **Figure 4**.

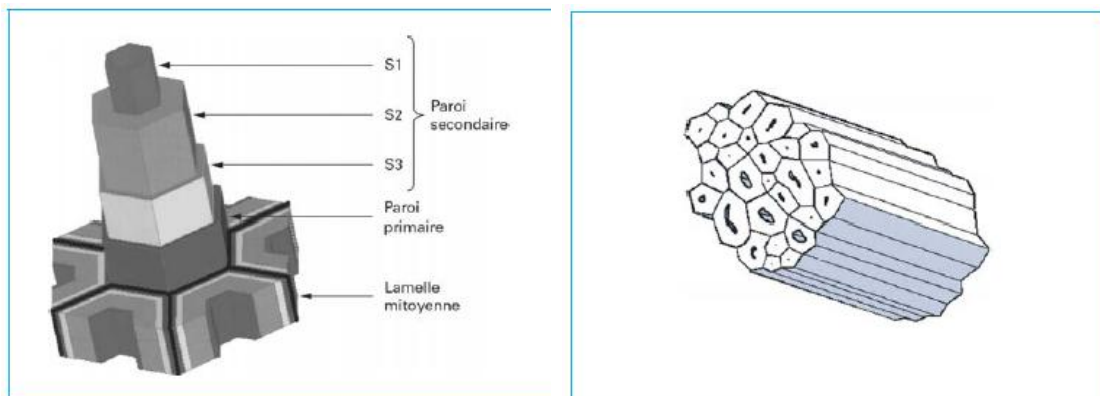


Figure 4.a. Structure complète d'une fibre de chanvre dans un faisceau [40]

Figure 4.b. Structure fibrillaire d'une fibre de chanvre [40]

La fibre est constituée d'une paroi primaire et d'une paroi secondaire, elle-même constituée de 3 couches : S1, S2 et S3. La couche S2 est la plus épaisse et conditionne le comportement de l'ensemble de la fibre. Cette structure multicouche confère au matériau une anisotropie marquée. Dans une plante, les fibres sont généralement assemblées sous forme de faisceau, d'où leurs formes polygonales. Les parois primaire et secondaire contiennent une armature formée de microfibrilles de cellulose, dans une matrice contenant des hémicelluloses et de lignine. La **Figure 4. (c)** montre la disposition hélicoïdale des fibrilles de cellulose dans une fibre. Les fibrilles de cellulose sont orientées en hélice suivant un angle nommé angle microfibrillaire.

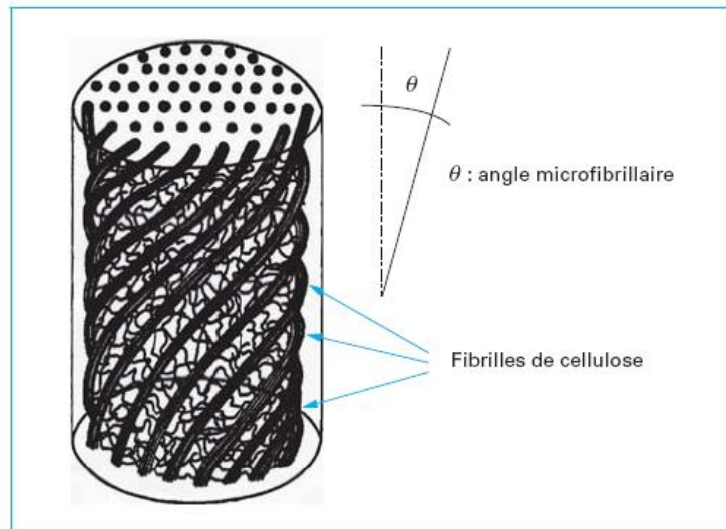


Figure 4.c : Disposition hélicoïdale des fibrilles de cellulose dans une fibre [40]

L'utilisation de chanvre, par exemple, comme renfort des matières plastiques, nécessite cependant une parfaite maîtrise de la production et du traitement de la plante : la variété génétique, la nature du sol, la méthode culturale (la résistance des fibres de chanvre dépend de la technique, de la saison, et du système de récolte ainsi que la partie de la tige où les fibres sont extraites) et la méthode de séparation des fibres ayant une influence non négligeable sur certaines propriétés de produits renforcés.

Comme dans le cas des composites classiques, les renforts destinés à la fabrication des composites reçoivent un ensimage, telle est le cas de la fibre de verre. L'ensimage est une dispersion aqueuse spécifique comportant un agent collant, un agent pontant et des agents antistatiques, permettant d'assurer différents rôles :

- Compatibilité de la liaison fibre /matrice ;
- Cohésion interfilamentaire (raideur du fil) pour qu'il soit manipulable ;
- Protection contre l'abrasion générée par la mise en œuvre (frottement contre pièces métalliques) ;
- Elimination des charges électrostatiques dues aux frottements ;
- Augmentation du mouillage de la fibre au cours de l'imprégnation.

Cet ensimage crée une surface de contact entre la fibre et la matrice. Il constitue un élément essentiel dans un composite, jouant ainsi un rôle d'interface. L'interface assure la compatibilité renfort-matrice, en transmettant les contraintes de l'un à l'autre sans déplacement relatif. A cause de sa structure, l'interface, peut être considérée d'un point de vue mécanique, comme un point faible du composite. Dans le transfert d'effort orienté dans le sens de l'axe de la fibre, l'interface est considérée comme une couche de cisaillement. Lorsqu'il n'y a pas de décohésion interfaciale, le comportement est élastique.

I.2.1.2. Traitement des fibres :

La même démarche est appliquée pour les composites renforcés avec des fibres naturelles d'origine végétale. Après les traitements mécaniques (rouissage, broyage, teillage, peignage) et pour obtenir des matériaux composites performants, des traitements complémentaires sont nécessaires pour séparer les fibres, nettoyer leurs surfaces, obtenir une liaison fibre/matrice de qualité et, dans certains cas, diminuer le caractère hydrophile (présence de groupements hydroxydes).

Dans un matériau composite, l'adhérence fibre/matrice joue un rôle très important sur la transmission des contraintes entre les fibres et la tenue au vieillissement. Des traitements sont nécessaires pour améliorer la compatibilité (mouillage/polymère à l'état liquide) et l'adhérence fibre/matrice (résistance interfaciale au cisaillement/polymère à l'état solide).

Pour bien comprendre les comportements physico-chimique et mécanique des interfaces fibre/matrice au sein des matériaux composites, leur rôle sur les performances finales ou d'usage, il est donc nécessaire de bien appréhender les différents mécanismes adhésifs pouvant être associés à de telles interfaces, ainsi que les forces intermoléculaires fondamentales responsables de l'adhésion.

I.2.2. Mécanismes d'adhésion :

Le principe de l'adhésion est le résultat des forces interatomiques et intermoléculaires (théorie thermodynamique) existant à l'interface. L'amplitude de ces forces peut être reliée à des quantités thermodynamiques, telles que les énergies libres de surface de la matrice et de la fibre. L'estimation d'un travail réversible d'adhésion W , à partir des énergies de surface des matériaux de contact est donnée par :

$$W = \gamma_f + \gamma_m - \gamma_{fm} \quad (1)$$

Avec γ_f énergie de surface de la fibre

γ_m énergie de surface de la matrice

γ_{fm} énergie interfaciale fibre/matrice

Lors de la transformation d'un matériau composite, des renforts solides sont imprégnés d'une résine liquide. Il est donc intéressant d'évoquer la question du mouillage qui peut s'expliquer aussi en termes d'adhésion. La relation de Dupré s'applique pour un système liquide/solide et s'écrit :

$$W_{adh} = \gamma_s + \gamma_l - \gamma_{sl} \quad (2)$$

Où γ_s , γ_l et γ_{sl} sont respectivement les énergies de surface du solide dans l'air, du liquide dans l'air et de l'interface solide/liquide. En utilisant l'angle de mouillage θ des fibres par la matrice (**Figure 5**), l'énergie d'adhésion s'exprime aussi par la relation :

$$W_{adh} = \gamma_l(1 + \cos \theta) \quad (3)$$

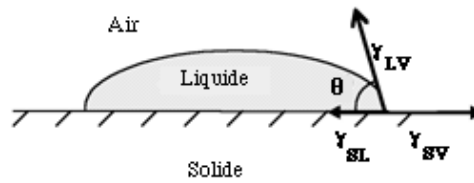


Figure 5 : Modèle d'une goutte de liquide sur une surface [41]

Cette relation illustre le fait que le bon mouillage se caractérise par des angles de contacts fibre/matrice faible et permet d'accroître l'énergie d'adhésion. Par exemple, la mouillabilité peut être améliorée à l'aide de traitements de surface des fibres (agents de couplage, ensimage). [2]

I.2.3. Influence du traitement sur le comportement des composites à renforts fibres végétales :

Le vrai et le grand problème qui se pose dans le cas des fibres végétales, c'est leur caractère hydrophile très important (la structure poreuse des fibres leur permettent d'absorber les liquides par capillarité). En effet, du point de vue des interfaces fibres végétales/matrice polymère dans le domaine des matériaux composites, la situation est plus compliquée qu'en présence des fibres artificielles le plus souvent cylindriques. Les morphologies interne et externe même des fibres végétales, ainsi que leur forme géométrique souvent complexe, peuvent constituer une difficulté première pour appréhender les phénomènes interfaciaux et leur importance en termes d'adhésion et de transfert de charge (**Figure 6**).

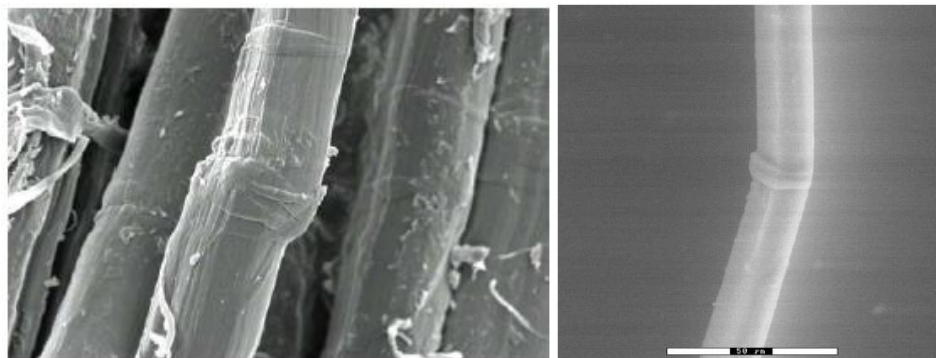


Figure 6 : Présence des défauts de surface dans les fibres de lin : bandes de repliement [42]

Généralement la structure externe des fibres végétales est une structure poreuse et rugueuse ce qui pose un problème adhésif d'ancrage mécanique telle est le cas de composite fibres de bois-matrice polypropylène. La décohésion interfaciale peut être attribuée à la non mouillabilité. A ceci s'ajoute l'effet des contraintes internes résultant des différences entre les coefficients de dilatation thermique du polymère et de la fibre. Il en est de même de phénomène de dégradation du bois au voisinage de l'interface lors de la mise en œuvre. Tous ces problèmes sont rencontrés dans tous les composites à renforts fibres végétales. Donc il est

nécessaire voire indispensable d'augmenter la compatibilité thermodynamique (la mouillabilité en accroissant le travail d'adhésion W selon l'équation (1)).

Ainsi, le greffage d'agents de couplage appropriés (silanes comme le cas des fibres de verre), ou des chaînes macromoléculaires dans le but de modifier la nature de la surface végétale, permet une grande mouillabilité à l'interface fibre/matrice. Comme application on trouve les cas de composite fibres de bois-matrice polypropylène, par greffage direct sur les fibres, de polyéthylène modifié par de l'anhydride maléique (appelé également fonctionnalisation des fibres par estérification).

II. Caractérisation de la fibre

II.1. Techniques micromécaniques :

La caractérisation de l'interface donne des informations pertinentes sur les interactions entre les fibres et la matrice. Les différentes méthodes disponibles pour la caractérisation de l'interface sont les suivantes.

Pour la caractérisation micromécanique des propriétés de l'interface, des techniques (**Figure 7**) telles que le déchaussement (pull-out), la fragmentation et la micro-impression sont habituellement employées. Ces méthodes d'essai ne simulent pas une vraie situation qui peut être trouvée dans un matériau composite, mais les conditions de chargement sont relativement simples de sorte que les propriétés d'interface puissent être facilement dérivées. Toutes ces techniques évaluent la résistance de liaison entre la fibre et la matrice.

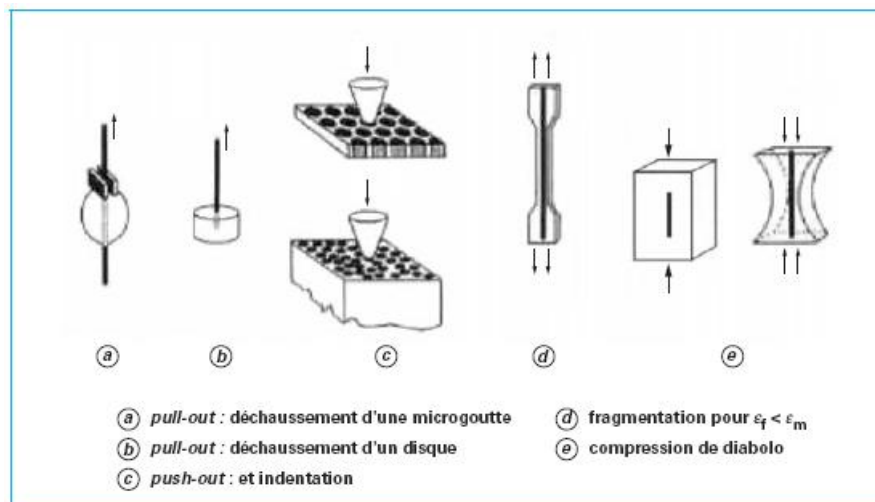


Figure 7 : Techniques micromécaniques de caractérisation de l'interface renfort/matrice
[11]

Le test micromécanique le plus utilisé pour déterminer la qualité de l'interface est le test de la microgoutte présenté sur la **Figure 8. (a)** ci-dessous. Avant caractérisation, la fibre est observée au microscope optique pour connaître les paramètres (diamètre de la fibre, diamètre de la microgoutte, longueur d'enchâssement) et vérifier la symétrie de la goutte et

l'absence de défaut dans la fibre. Une courbe type de l'essai de déchaussement est donnée sur la **Figure 8 (b)**.

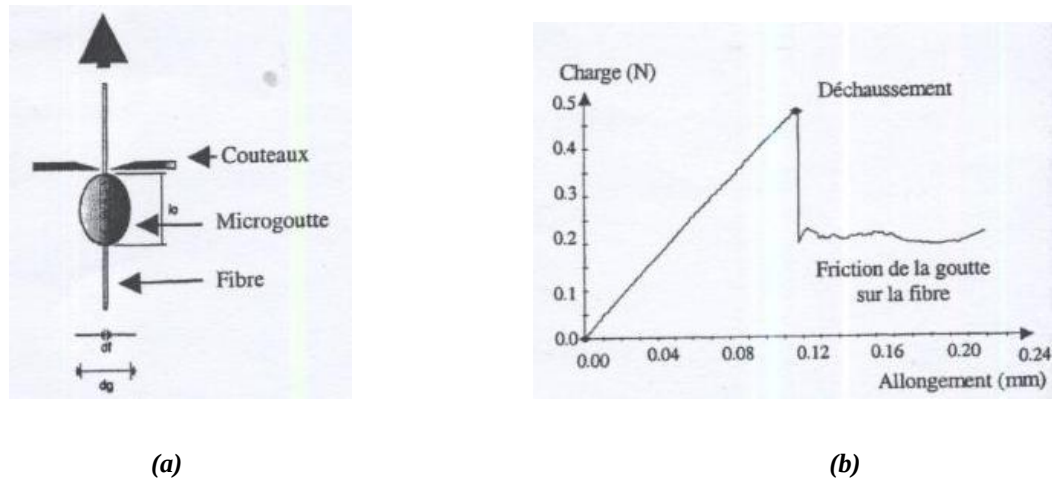


Figure 8 : (a) Schéma de principe du test de déchaussement d'une microgoutte (b) Exemple de courbe force-déplacement d'un essai de déchaussement [43]

La résistance interfaciale au cisaillement τ_i est déterminée à l'aide de la relation suivante (**Figure 8.(b)**):

$$\tau_i = \frac{F_d}{2 * \pi * r_f * L} \quad (4)$$

Avec F_d : charge correspondant à l'amorçage de la décohésion (ou charge de défibrage),

r_f : rayon de la fibre,

L : longueur de fibre enchâssée (ou longueur de goutte de matrice).

Les résultats d'essai sont influencés par plusieurs paramètres tels que : la rigidité de la matrice, le diamètre de la fibre, la longueur de la fibre enchâssée, les contraintes résiduelles d'origine thermique, les conditions de chargement (largeur d'ouverture entre les couteaux par exemple). Pour permettre des comparaisons, des essais de déchaussement ont été réalisés sur des fibres de verre (**Tawfik [34]**). Plusieurs auteurs, pour le dépouillement de ce type de test, ont utilisé deux approches :

- La contrainte apparente au cisaillement interfacial (pente de la droite de régression, effort de déchaussement/surface de collage),
- Energie critique de rupture interfaciale.

Les résultats sont donnés dans le **Tableau 5** ci-dessous

Tableau 5 : Résultats des essais de déchaussement [43]

	Verre-époxy	Lin-époxy
Contrainte apparente moyenne de cisaillement (MPa)	29.3	22.7
Energie critique moyenne de rupture (J/m²)	62.2	78.1

En utilisant la même résine qui est l'époxy dans ce cas, le lin présente une résistance interfaciale et donc une qualité de liaison fibre/matrice plus meilleure que celle du verre/époxy. Donc ceci peut expliquer en partie l'importance des propriétés mécaniques des composites lin/époxy en ce qui concerne la résistance à la rupture et en termes de contrainte ultime.

II.2. Mesure des propriétés mécaniques de la fibre

La mesure, des propriétés mécaniques des fibres végétales, présente de fortes dispersions dont les principales causes sont :

- Causes intrinsèques : liées aux conditions de croissance des fibres, à la variété, à l'emplacement de la fibre dans la plante, à l'irrégularité de la géométrie de la fibre (**Figure 9**) (présence de lumens, de genoux, ...) ;
- Causes extrinsèques : liées aux conditions des essais (la préparation des fibres unitaires et le collage sur des étalons n'assure pas une connaissance précise de la longueur utile et parfois la colle enrobe par capillarité une partie de la fibre à ceci vient s'ajouter des problèmes d'origine mécanique qui consistent dans la courbe contrainte/déformation à l'apparition d'une non-linéarité dans l'allure qui pourrait être due à un rattrapage de jeu dans la chaîne de traction vu qu'on traite des micro-échantillons), aux conditions de l'environnement (l'humidité ambiante modifie les propriétés de la fibre vu son caractère hydrophile).

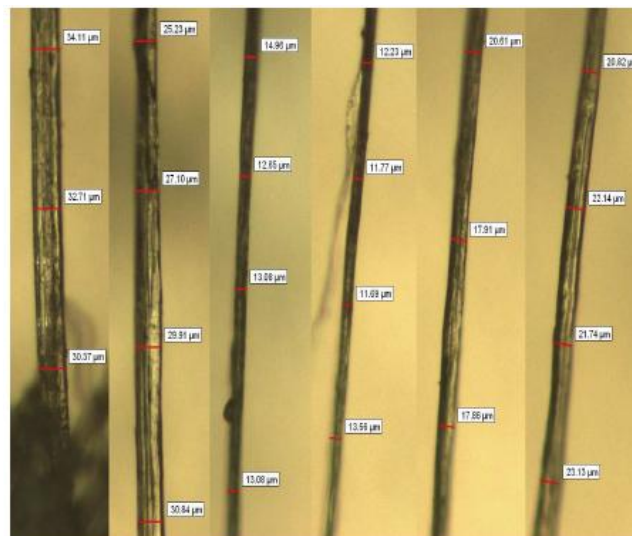


Figure 9 : Mesure du diamètre sur différentes zones de fibre de lin [27]

Afin de réduire les dispersions observées dans la mesure expérimentale des propriétés en traction des fibres naturelles, plusieurs méthodes ont été envisagées. D'une part l'analyse des propriétés à partir du tracé de la courbe contrainte/déformation (par mesure de la déformation moyenne obtenue via un capteur de déplacement ou bien par des mesures locales calculées par corrélation d'images numériques qui a montré son efficacité de mesure par rapport à la première), et d'autre part, l'analyse statistique des résultats en fonction du diamètre local des fibres, (*Poilâne et al. [27]*).

Des résultats utilisant un programme d'analyse d'image ont permis de calculer les valeurs réelles des surfaces, périmètres et diamètres équivalents des cellules et de leurs lumens. La distribution des tailles de cellule et de lumen explique la grande dispersion des dimensions des fibres, (*Charlet et al. [28]*).

Des auteurs (*Poilâne et al. [27], [29]*) ont prouvé à l'aide de tracés que le module d'élasticité E et la contrainte à rupture σ_R en fonction du diamètre moyen des fibres sont inversement proportionnels au diamètre des fibres (le module et la contrainte à la rupture diminuent avec l'augmentation du diamètre de la fibre); résultat déjà montré et discuté dans beaucoup de références traitant de la morphologie des fibres végétales (**Figure 10**).

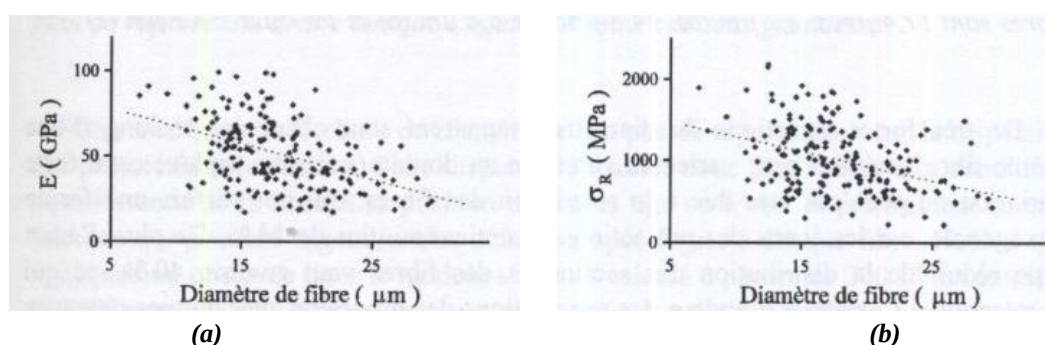
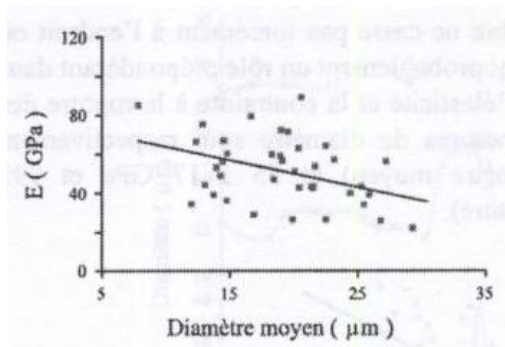
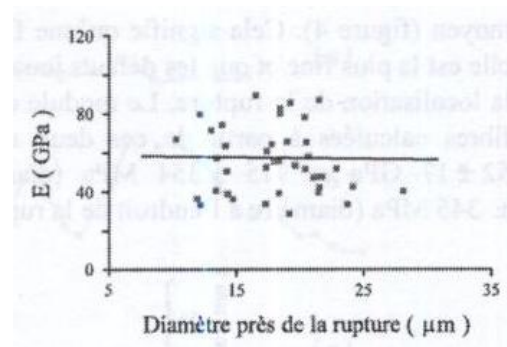


Figure 10 : Dispersion et diminution (a) du module d'élasticité E , et (b) de la contrainte à la rupture σ_R en fonction du diamètre de fibre [29]

Plus tard, *Charlet et al. [29]* se sont intéressés aux raisons morphologiques permettant d'expliquer ce comportement, afin d'expliquer les fortes dispersions des valeurs des propriétés mécaniques. Comme conclusion finale, ils ont montré que les fibres végétales et particulièrement la fibre de lin, présente d'importantes variations diamétrales (**Figure 9**) qui sont probablement causées par ses conditions de croissance et qui entraînent de fortes dispersions au niveau des propriétés mécaniques. Alors que la diminution de la contrainte à la rupture en fonction du diamètre s'explique surtout par la présence de défauts, la dépendance entre le module d'élasticité et la taille de la fibre est faible lorsque celle-ci est calculée à partir du diamètre au voisinage du plan de rupture (puisque le module d'élasticité est un paramètre intrinsèque d'un matériau, n'est pas censé varier en fonction de la taille de la fibre) (**Figure 11**).



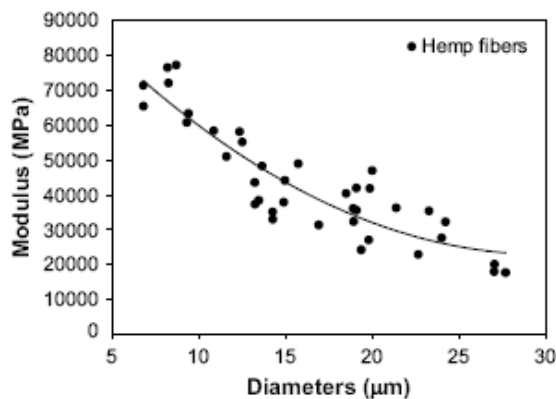
(a)



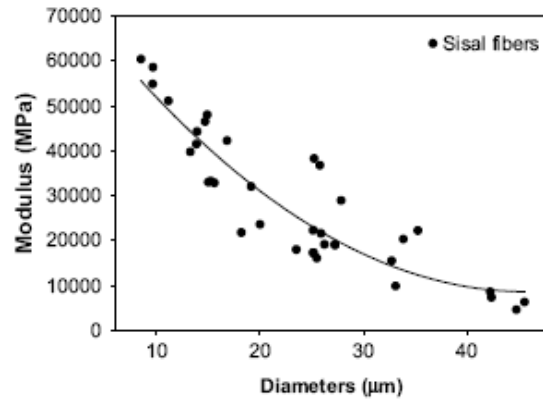
(b)

Figure 11 : Evolution du module d'élasticité E en fonction du diamètre moyen (a) ou du diamètre au voisinage du plan de rupture (b) [29]

Des essais de traction ont été réalisés, sur des fibres de sisal et de chanvre, avant le test, chaque fibre a été observée au microscope afin d'en mesurer le diamètre et de vérifier la présence d'une fibre unique. Il a été remarqué que le module d'Young et la contrainte à rupture sont fonction du diamètre (qui n'est pas constant) des fibres comme le montre la **Figure 12. (Bourmand et al. [30], [32])**.



(a)



(b)

Figure 12 : Evolution du module d'élasticité longitudinale E en fonction du diamètre d'une fibre unitaire (a) de chanvre et (b) de sisal [12]

On arrive à la même conclusion que celle obtenue précédemment : l'augmentation du diamètre de la fibre entraîne une diminution de la rigidité de celle-ci, ce qui a été expliqué par la présence de vide à l'intérieur qui est le lumen dont la taille augmente avec celui du diamètre de la fibre.

La présence de ce vide laisse sous-estimer la valeur de la rigidité, dans le cas des composites, calculée à partir des expressions micromécaniques proposées par Halpin-Tsai (cette différence est étroitement liée à la distribution des fibres dans la matrice et au facteur de forme de la fibre qui est fonction du diamètre de la fibre).

Des essais de traction longitudinaux ont été réalisés sur des fibres de sisal, de chanvre et de lin pour la détermination des modules longitudinaux (**Figure 13**) de même que des essais de nanoindentation pour la détermination des modules transversaux des fibres (**Figure 14**). La force appliquée sur l'indenteur et l'aire de l'empreinte ont permis de calculer la dureté du matériau ainsi que son module d'Young selon la méthode basée sur les travaux d'Oliver (**Bourmand et al. [30]**).

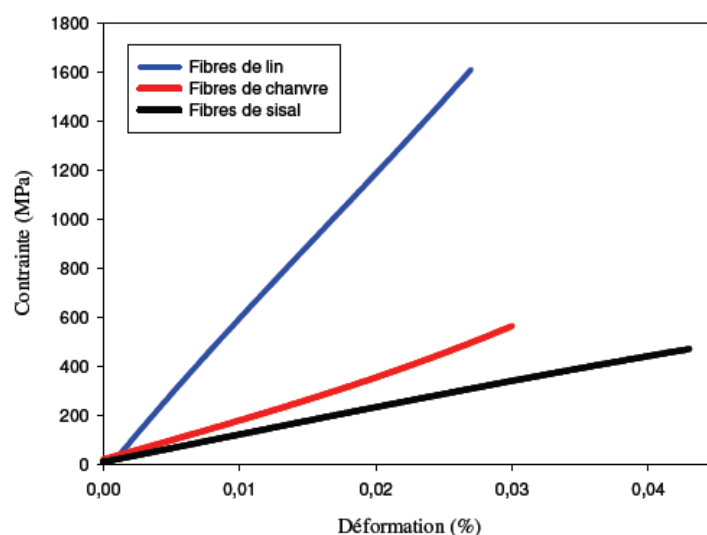


Figure 13 : Courbes contrainte-déformation des fibres végétales obtenues en traction unitaire [30]

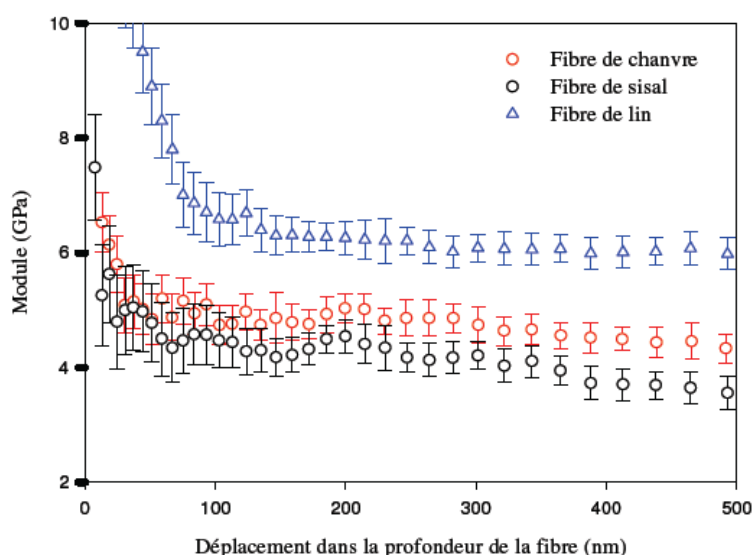


Figure 14 : Modules transverses des fibres végétales obtenus en nanoindentation [30]

Le **Tableau 6** indique les valeurs de modules d'élasticité longitudinaux et transverses obtenues par traction sur des fibres unitaires et nanoindentation ainsi que les rapports entre ces deux paramètres afin d'illustrer l'anisotropie des fibres végétales.

Tableau 6 : Modules transverses et longitudinaux des fibres végétales [30]

Fibres	E_L (GPa)	E_T (GPa)	E_L/E_T
Chanvre	44.52 ± 19.1	4.98 ± 1.52	8.94
Sisal	25.01 ± 12.9	3.85 ± 0.87	6.50
Lin Hermès	54.0 ± 15.1	6.4 ± 0.35	9.22
Jute	39.4	5.5	7.16

Les différences de modules transverses et longitudinaux relevées entre les différentes fibres peuvent s'expliquer non seulement par les différences d'angles micro fibrillaires (variant selon les espèces : il est voisin de 20° pour le sisal alors qu'il est d'environ 10° pour le chanvre et le lin), mais aussi par le taux de cellulose qui varie entre les fibres. Le chanvre et

le sisal présentent en particulier un taux de cellulose d'environ 60% alors que celui du lin est supérieur à 75% ; or les propriétés mécaniques de la cellulose sont très supérieures à celles des autres constituants des fibres naturelles à savoir la lignine, les hémicelluloses et les pectines (selon les espèces et les variétés, le taux de cellulose peut varier de manière significative et influencer grandement les propriétés mécaniques de la fibre car la cellulose possède une rigidité environ 30 fois supérieure à celle des autres constituants déjà cités) (*Bourmaud et al. [31]*).

II.3. Comportement d'une fibre végétale soumise à des sollicitations cycliques

Des essais de traction avec des cycles charge-décharge (pour un effort imposé) sont conduits sur une fibre de lin. Le tracé de l'évolution du module d'Young de la fibre en fonction du nombre de cycle **Figure 15. (a)** montre que la rigidité augmente pendant l'essai. Par comparaison, des essais de même type ont été réalisés sur des fibres de verre E. L'évolution de la rigidité relative est donnée sur la **Figure 15. (b)**. L'augmentation de la rigidité de la fibre de lin avec le nombre de cycle pourra s'expliquer par une réorientation des fibrilles de cellulose. Initialement, l'angle fibrillaire de la couche S2 (qui représente 80% du volume de la fibre) de la paroi secondaire est de 10°. Alors que la rigidité de la fibre de verre n'évolue pas au cours de l'essai (*Baley [33]*).

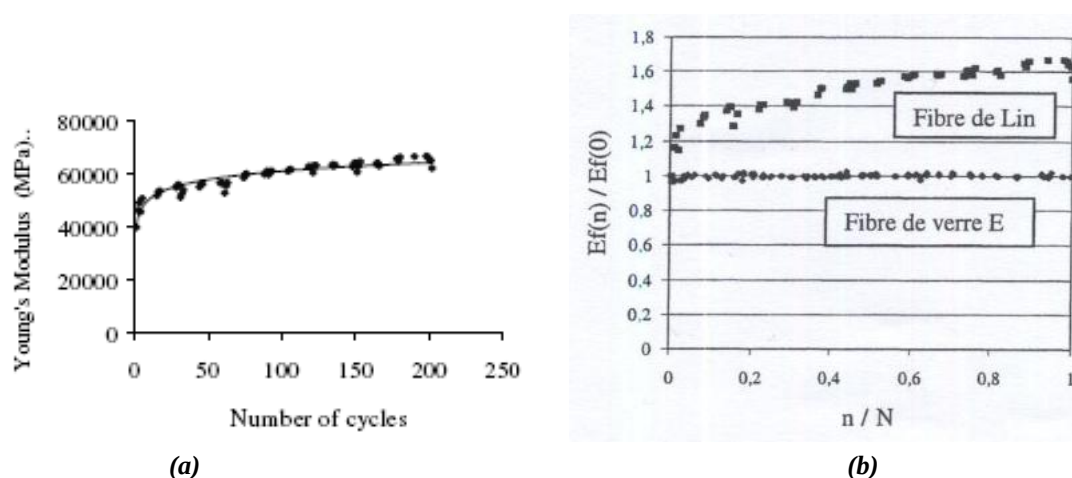


Figure 15 : (a) Evolution de la rigidité en fonction du nombre de cycles dans un essai de fatigue cyclique sur une fibre unitaire de lin (b) Comparaison avec une fibre de verre E [33]

III. Effet des compatibilisants sur les propriétés mécaniques

L'évaluation des propriétés en traction (tel que le module élastique, la contrainte et la déformation à la rupture) des composites PP/Chanvre chargés et modifiés par l'utilisation des différentes proportions d'agent compatibilisants montrent une amélioration du comportement sauf que tous les composites présentent une rupture fragile par rapport à celle du Polypropylène vierge. La **Figure 16**, représente les courbes contrainte-déformation des différents matériaux (*Pracella et al. [37]*).

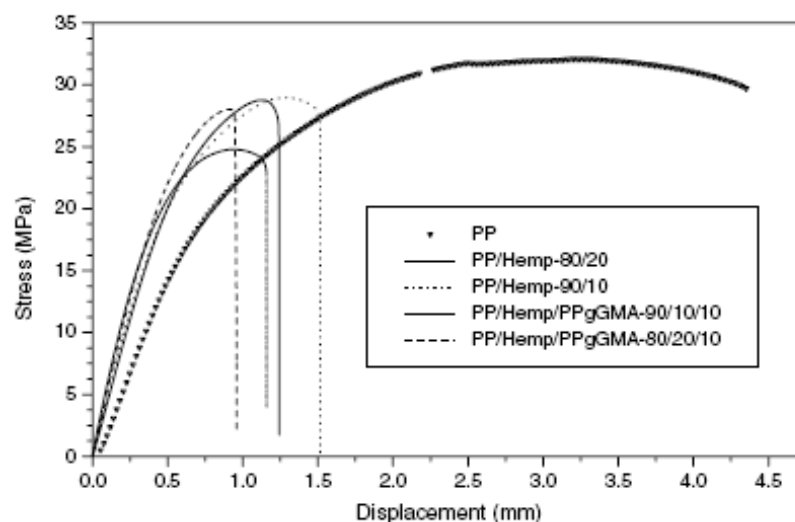


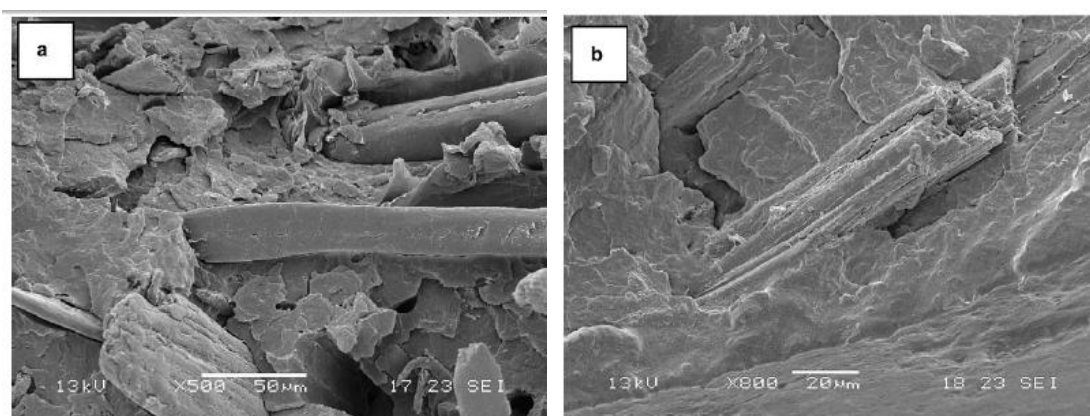
Figure 16 : Courbes contrainte-déformation des matériaux PP, PP/Chanvre et PP/Chanvre/PP-g-GMA [37]

Dans le **Tableau 7**, sont regroupés les valeurs des propriétés en traction des différents matériaux. On observe une augmentation marquée du module d'Young E jusqu'à 2.9 GPa pour le PP/Chanvre comparé au PP vierge (1.8 GPa), alors que la résistance maximale $\sigma_{\max}$ et la déformation à la rupture ε_r ont diminué. En présence de PP-g-GMA une augmentation de la rigidité a été observée avec l'augmentation de la teneur en agent compatibilisant ceci pourrait être relié à une amélioration de l'adhérence interfaciale.

Tableau 7 : Propriétés de traction des composites PP/Chanvre et PP/Chanvre/PP-g-GMA [37]

Matériau	E (GPa)	$\sigma_{\max}$ (MPa)	σ_r (MPa)	ε_r (%)
PP	1.8 ± 0.2	31.8	19.8	18.0
PP/Chanvre 90/10	2.9 ± 0.3	27.0	25.4	4.0
PP/Chanvre 80/20	2.8 ± 0.2	25.7	24.8	2.8
PP/Chanvre/PP-g-GMA 90/10/10	3.1 ± 0.3	27.8	26.9	2.6
PP/Chanvre/PP-g-GMA 80/20/10	3.0 ± 0.5	25.7	25.3	2.3

De plus, les valeurs de rigidité varient avec la teneur en fibre de chanvre. En effet, la plus grande augmentation est observée pour le PP/Chanvre/PP-g-GMA 90/10/10. Ce comportement pourra être expliqué par l'effet des interactions interfaciales et de changement morphologique en présence de compatibilisant. Il est à noter que les interactions entre le groupe époxyde greffé sur le PP et le groupe hydroxyl des fibres cellulosiques sont améliorées si le rapport taux de fibre/compatibilisant est plus élevé.



(a)

(b)

Figure 17 : Micrographies au MEB des faciès de rupture en traction de (a) PP/Chanvre 80/20 et de (b) PP/Chanvre/PP-g-GMA 80/20/10 [37]

L'effet de l'addition de compatibilisant sur l'interface du composite PP/Chanvre a été étudié par analyse microscopique au MEB sur les faciès de rupture de traction. Sur la **Figure 17 (a)**, on voit qu'en absence de compatibilisant l'état de surface des fibres est propre alors que la **Figure 17 (b)**, montre que le phénomène de déchaussement est réduit avec une fibre quasiment immergée et/ou recouverte de résine (meilleure adhésion).

Beaucoup de recherches ont traité le sujet de l'influence de traitement des fibres sur le comportement mécanique global du composite. **Arbelaiz et al. [22]** ont étudié l'influence d'un traitement chimique par l'utilisation d'un compatibilisant type MAPP (Maléique Anhydride Polypropylène Copolymère) sur les propriétés mécaniques en traction et l'absorption d'eau par les fibres en immersion dans de l'eau distillée d'un composite à matrice Polypropylène renforcé avec des fibres courtes de lin. Ils ont montré que l'utilisation d'un agent de couplage améliore les propriétés mécaniques et diminue l'absorption d'eau.

Il est à noter aussi que le type de traitement appliqué a une influence directe sur les propriétés mécaniques finales du composite. Une étude a été menée sur le sujet par **Arbelaiz et al. [23]** en utilisant différents traitements. Les propriétés en traction et de flexion sont les suivantes **Tableau 8 (a)** et **8 (b)**

Tableau 8. (a) : Propriétés de traction du composite PP/lin avec 30%wt en fibres pour différents traitements [23]

Traitement	σ_m (MPa)	E (MPa)
PP/lin/MAPP	38.2 ± 0.3	1969 ± 62
PP/lin/MA+peroxyde	48.3 ± 0.7	2178 ± 61
PP/lin/VTMO+peroxyde	43.7 ± 0.1	2141 ± 67

Tableau 8. (b) : Propriétés de flexion du composite PP/lin avec 30%wt en fibres pour différents traitements [23]

Traitement	σ_f (MPa)	E_f (MPa)
PP/lin/MAPP	58.3 ± 0.8	3985 ± 120
PP/lin/MA+peroxyde	76.0 ± 1.9	5495 ± 311
PP/lin/VTMO+peroxyde	72.3 ± 2.4	5374 ± 20

Comme la nature de traitement chimique a une influence sur le comportement mécanique, la teneur aussi a marqué son effet. **Liu et al. [24]** ont étudié les propriétés mécaniques d'un biocomposite à matrice élastomère et à renfort fibre de jute. La surface de la fibre a été modifiée suite à différents traitements qui lui sont appliqués. La **Figure 18** donne l'évolution des modules de rigidité et de la contrainte maximale en traction et en flexion du biocomposite PBS/jute en fonction de la teneur en soude NaOH (prétraitement chimique appliqué) et de la teneur en fibres.

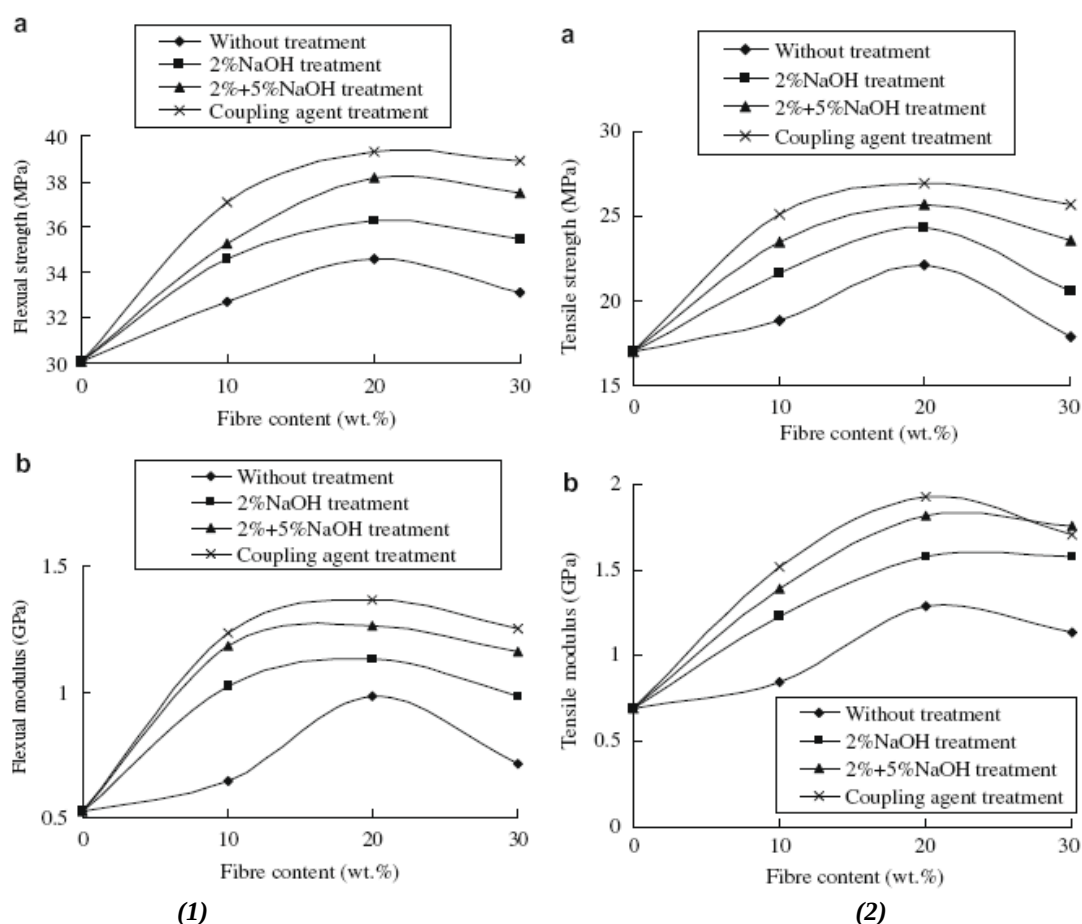


Figure 18 : Effet de la modification de surface de fibre sur les propriétés de (1) flexion et de (2) traction du biocomposite PBS/jute et en fonction de la teneur en fibres [24]

L'effet de la teneur en concentration d'un traitement alcalin (NaOH) appliqué à la fibre a été également étudié par **Pickering et al. [25]** sur des fibres de Chanvre et l'influence de traitement sur la composition de la fibre (influence sur la lignine) et la contrainte maximale.

L'importance du traitement de la fibre sur le comportement mécanique se manifeste aussi par l'augmentation de la valeur de la résistance à la traction par rapport à la fibre non traitée, qui est lié à une meilleure interface fibre /matrice. Ce cas d'exemple est illustré par **Ragoubi et al. [26]** dans l'étude du composite PP/chanvre avec des fibres ayant subi un traitement corona (**Figure 19**).

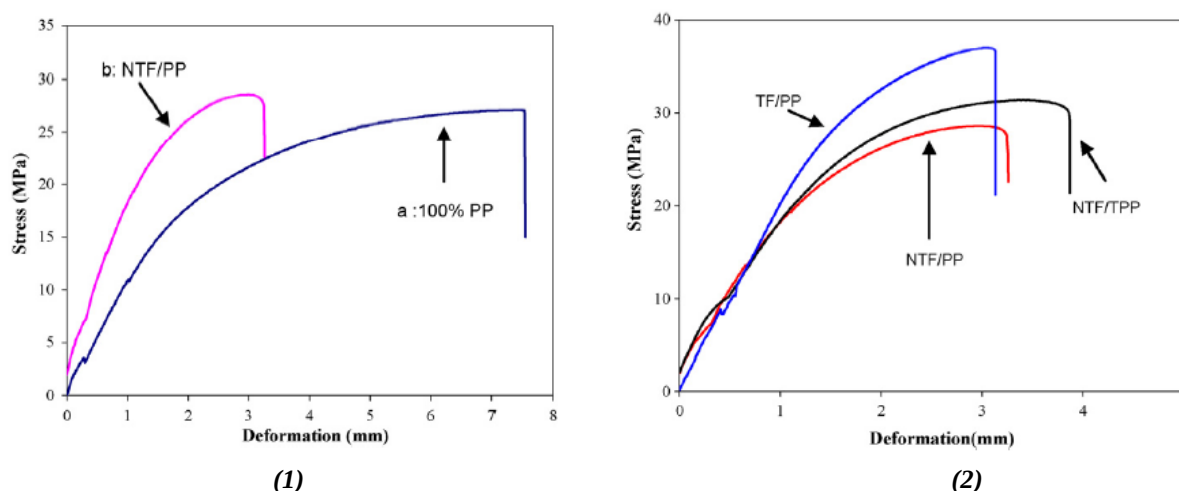


Figure 19 : Comportement en traction de (1) la résine PP et PP/fibres de chanvre non traitées (NTF) et de (2) PP chargé avec 20 wt% de fibres de chanvre traitées et non traitées [26]

Les propriétés mécaniques du composite avec différents états de traitement sont regroupées dans le **Tableau 9** ci-dessous :

Tableau 9 : Propriétés mécaniques de compsoite PP chargé avec 20 wt% de fibres de chanvre [26]

Composite PP/Chanvre	σ_r (MPa)	ε_r (%)	E (MPa)
PP/FT	37.8	5.21	1215
PPT/FNT	31.55	6.54	982
PP/FNT	28.60	5.43	1079
100% PP	27.10	12.56	666

PP : polypropylène, PPT : polypropylène traité, FNT : fibre non traitée, FT : fibre traitée

Avec l'augmentation rapide de la consommation des composites dans différents domaines, certains problèmes commencent à apparaître tel que le problème de l'environnement (le recyclage et l'élimination des déchets posent un vrai problème). Cette évolution va donc à l'encontre du développement durable. Par ailleurs, le recyclage des matières plastiques est une alternative intéressante pour les pièces en fin de vie.

De nos jours, les défis de l'incorporation et de l'utilisation des fibres végétales dans les matrices ont connu une évolution croissante. En effet, grâce à ses propriétés intéressantes, elle représente un élément de substitution de certaines autres fibres synthétiques aux propriétés équivalentes. Ci-dessous, on cite les différentes résines utilisées avec renfort fibres végétales.

IV. Les différentes combinaisons possibles

La combinaison des composites à base d'une matrice polymère qu'elle soit thermoplastique ou thermodurcissable avec des fibres d'origine végétale a connu une révolution. En effet, ces renforts pourront se mélanger avec différents types de résine. On distingue les composites à matrice polyéthylène. On trouve par exemple beaucoup de références et de travaux de recherche [3, 4, 5, 6, 7, 8, 9] qui se sont intéressés à l'étude de

l'influence des agents de couplage sur les propriétés viscoélastiques et mécaniques du composite, ainsi que l'effet de la géométrie (longueurs, rapport d'aspect), de l'orientation et de la teneur en fibres. Egalement, on distingue des composites à base d'une matrice polystyrène, on trouve les travaux de **Nair et al. [6]**, où le comportement thermique du composite polystyrène/fibres de sisal a été traité. Ainsi que, comme dans notre cas d'étude, des composites à matrice polypropylène.

Concernant les résines thermodurcissables, les composites les plus traités dans certaines publications on trouve les composites à matrice polyester, on cite par exemple les travaux de **Sanadi et al. [10]**, **Rong et al. [11,12]** ces auteurs ont bien mis en évidence le succès de l'utilisation de fibres naturelles comme renforts des résines thermodurcissables en étudiant l'effet de prétraitement de la fibre sur les propriétés d'impact de ces composites. Ces travaux de recherche ne sont pas limités uniquement à ce type de résine mais on trouve également une importante utilisation de la résine époxy ceci est illustré par les travaux de **Bai et al. [13]** qui ont étudié les mécanismes de rupture des composites à fibres longues de sisal/époxy sous une sollicitation de flexion 4 points. Ainsi, **Gassan et al. [14]** ont étudié l'influence d'un traitement alcalin NaOH sur les mécanismes d'adhésion fibre/matrice des composites époxy/fibres de jute en déterminant la réponse mécanique suite à des sollicitations en statique, en fatigue et la résistance à l'impact. D'autres types de résines thermodurcissables ont fait l'objet d'intéressantes études comme celles de **Sreekala et al. [15]** et **Ray et al. [16]**.

Cette liste n'est pas exhaustive, l'utilisation des fibres végétales ne se limite pas uniquement aux matrices thermoplastiques et thermodurcissables mais elle a connu d'autres utilisations plus vastes, à savoir : les matrices élastomères qui ont prouvé des bonnes propriétés mécaniques (résistance mécanique, rigidité, allongement à la rupture) et les matrices biodégradables, on cite comme résultats les travaux de **Bismarck et al. [17]**. Cette nouvelle famille de matrices biodégradables offre une alternative possible aux polymères traditionnels non-biodégradables, dont le recyclage est impossible ou peu rentable. Des travaux comme celles de **Shibata et al. [18,19]** se sont penchés sur l'étude des composites « verts » combinant des fibres naturelles/biofibres avec des résines biodégradables (telle que le composite résine farine de soja réticulée/fibres textiles de lin et le composite résine à base de soja /fibres de feuilles d'ananas) et ont montré des bonnes propriétés de traction et de flexion avec une remarquable augmentation des propriétés mécaniques des composites dont les fibres ayant subi un traitement par l'ajout d'un comptabilisant type (PEA-g-GMA)

V. Evolution des propriétés mécaniques des composites à renforts fibres végétales

Le comportement mécanique des composites est très complexe. En effet, dans le cas d'un composite à renforts fibres courtes réparties aléatoirement dans le plan, on peut observer macroscopiquement un comportement quasi-isotrope. Par contre, localement le comportement est très anisotrope, résultat de plusieurs facteurs tels que :

- La longueur des fibres : qui est un paramètre difficile à maîtriser surtout dans le cas des fibres végétales,

- Le rapport d'aspect = longueur/diamètre,
- La concentration locale des fibres,
- La distribution spatiale et la qualité de l'interface fibre/matrice,

Une étude menée sur des mats de composites à matrice polyester insaturé isophthalique renforcée par différents types de fibres courtes de verre, de Lin et de Chanvre, afin de déterminer l'influence de la fraction volumique en fibres sur le comportement en statique. La **Figure 20**, ci-dessous montre l'évolution de la rigidité spécifique et de la contrainte à la rupture des différents matériaux.

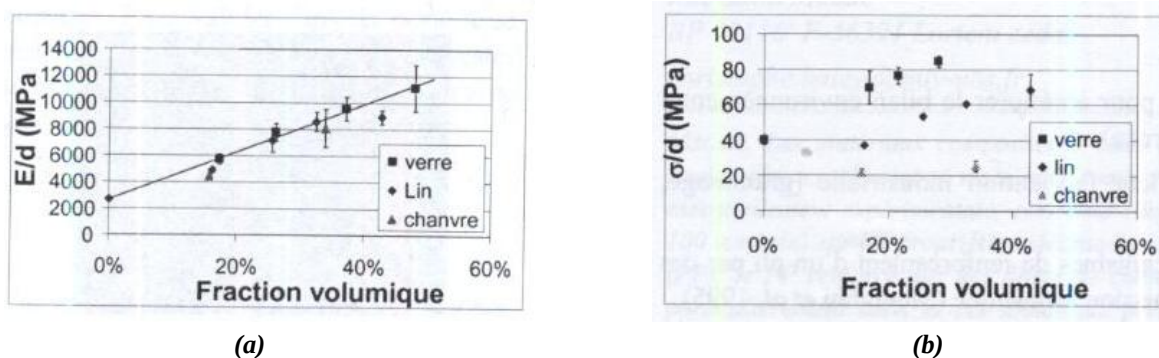


Figure 20 : (a) Rigidité spécifique et (b) Contrainte spécifique à la rupture en fonction de la fraction volumique des fibres [44]

La **Figure 20 (a)**, montre que la rigidité spécifique en traction des composites en fonction du taux volumique de fibres est identique pour les différents composites. Alors que dans le cas de contrainte spécifique à la rupture **Figure 20 (b)**, le comportement dépend de la nature de la fibre.

L'étude de l'endommagement sous des cycles de charge-décharge pour les différents matériaux et pour un taux de renforcement volumique est donnée sur la **Figure 21**.

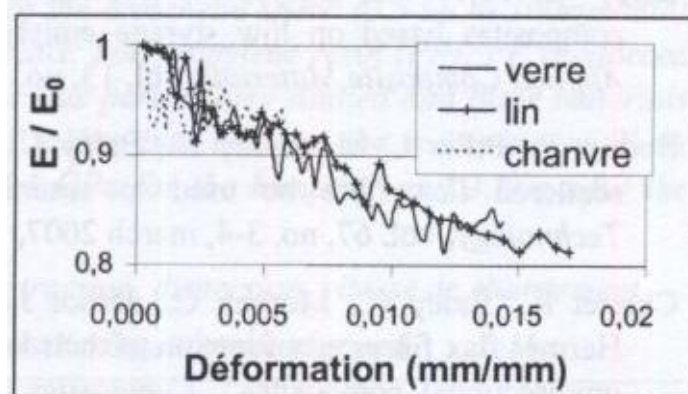


Figure 21 : Perte de rigidité en fonction de la déformation pour les différents matériaux [44]

La chute de rigidité relative en fonction de la déformation est similaire pour les 3 matériaux (pour les différentes natures de fibres). Donc, les mécanismes d'endommagement sont indépendants de la nature des fibres.

Conclusion

Les composites à renforts fibres végétales (fibre de chanvre et fibre de lin) se prêtent aisément à la fabrication par moulage (qui est le procédé de mise en œuvre le plus appliqué dans les cas des composites) d'un grand nombre d'applications. En plus de cette propriété, ce sont des matériaux de substitution de certaines fibres telle la fibre de verre, qui malgré ses propriétés intrinsèques plus élevées que les fibres végétales, reste le problème d'impact environnemental.

VI. Etude de la recyclabilité

Dans une démarche d'éco-conception, les matériaux sont étudiés du « berceau à la tombe ». Le développement des matériaux composites réalisés à partir d'agro-ressources permet une réduction des impacts sur l'environnement et une gestion en fin de vie par compostage.

Des études sur le comportement mécanique, suite à des cycles de recyclage successifs, des composites à matrice polypropylène renforcée par des fibres végétales (**Bourmaud et al. [38]**) ont été effectués afin de voir si le composite conserve ses propriétés initiales. Les composites testés sont des composites PP/chanvre et PP/sisal avec les mêmes proportions massiques 70% résine et 30% fibres. La **Figure 22** montre l'évolution de la longueur de fibre et de rapport d'aspect de fibre de chanvre et celle de la fibre de sisal après plusieurs cycles d'injection dans la machine (la valeur 0 indique la longueur des fibres dans les granulés et la valeur -1 indique la longueur de la fibre avant son introduction dans la résine).

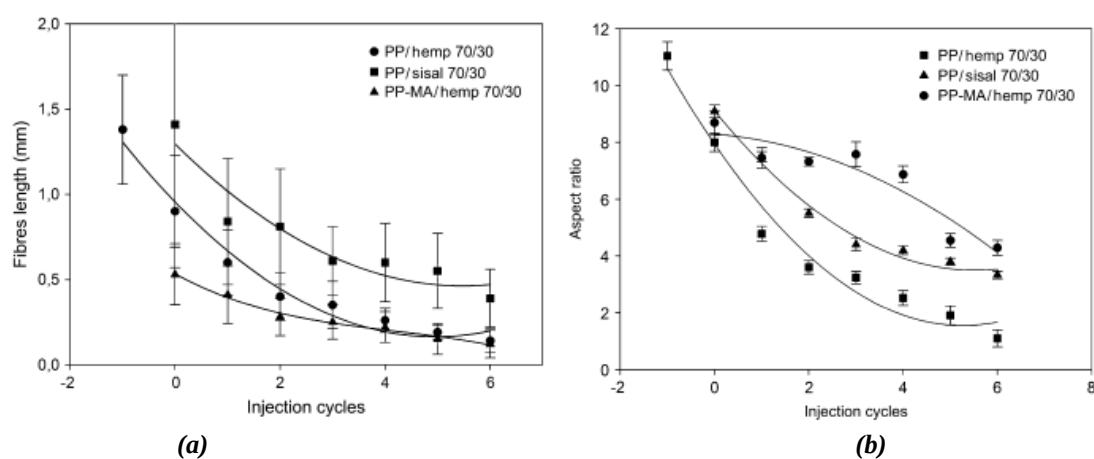


Figure 22 : Evolution de la (a) longueur des fibres végétales et du (b) rapport d'aspect en fonction du nombre de cycles d'injection [38]

Une diminution importante de la longueur des fibres (fibre de chanvre et de sisal) a été remarquée au cours des cycles **Figure 22 (a)**. La cause principale de cette baisse est attribuée à la rupture des fibres au cours de chaque cycle d'injection. De même, pour le rapport d'aspect (L_f/D_f) qui marque à son tour une baisse qui est liée à une diminution de la longueur et de diamètre de la fibre par cisaillement en cours de cycle. Il a pu être remarqué que le rapport

d'aspect de fibre $L_f/D_f < 10$ est le rapport minimal pour lequel on aura la meilleure transmission d'effort pour tout type de renforcement (*Mutjè et al. [39]*).

Dans les deux cas de figure l'influence du traitement par l'ajout d'un agent de couplage maléique PP-g-MA est très remarquable. En effet, le PP/chanvre +PP-MA présente une baisse plus faible par rapport au PP/Chanvre non traité, donc le bon transfert de charge et la bonne adhésion ont une influence sur les propriétés géométriques de la fibre au cours des cycles d'injection.

Les cycles d'injection ont également une influence sur les propriétés mécaniques en traction des composites. La **Figure 23** montre qu'après 7 cycles d'injection, le module de PP/chanvre est pratiquement inchangé par rapport au composite PP/sisal. On note une diminution de 10% du module initial. Ceci peut être expliqué par la différence entre les longueurs initiales des fibres de sisal et de chanvre (comme le montre la **Figure 22 (a)** la diminution de la longueur des fibres de sisal est beaucoup plus grande entre le 1^{er} et le 2^{ème} cycle d'injection) et par les différences entre les propriétés mécaniques de deux fibres (module initial est de 3800 ± 180 MPa pour le composite PP/chanvre et de 3500 ± 70 MPa pour le composite PP/sisal). Mais cette diminution reste remarquable dans le cas de PP/verre.

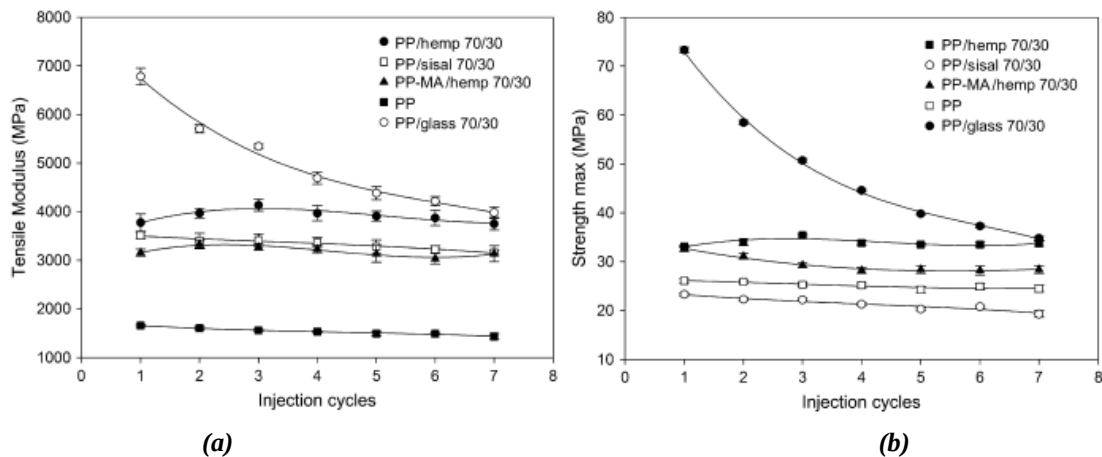


Figure 23 : Evolution du (a) module de traction et de (b) la contrainte maximale en fonction du nombre de cycles d'injection [38]

Sur la **Figure 23 (b)** est représentée, pour les différents matériaux, l'évolution de la contrainte maximale en fonction du nombre de cycles d'injection. On note ainsi, une diminution de 17% de la contrainte maximale dans le cas de PP/sisal après 7 cycles d'injection. La différence des propriétés mécaniques, du rapport d'aspect ainsi que les longueurs de fibres peuvent expliquer la différence observée entre le comportement de PP/sisal et PP/chanvre après 7 cycles d'injection. Une chute de la résistance maximale est observée dans le cas de PP/fibre de verre qui est évaluée à - 52% entre le premier cycle d'injection et le dernier. Cette diminution est due principalement à une perte d'adhésion entre les fibres de verre et la matrice PP.

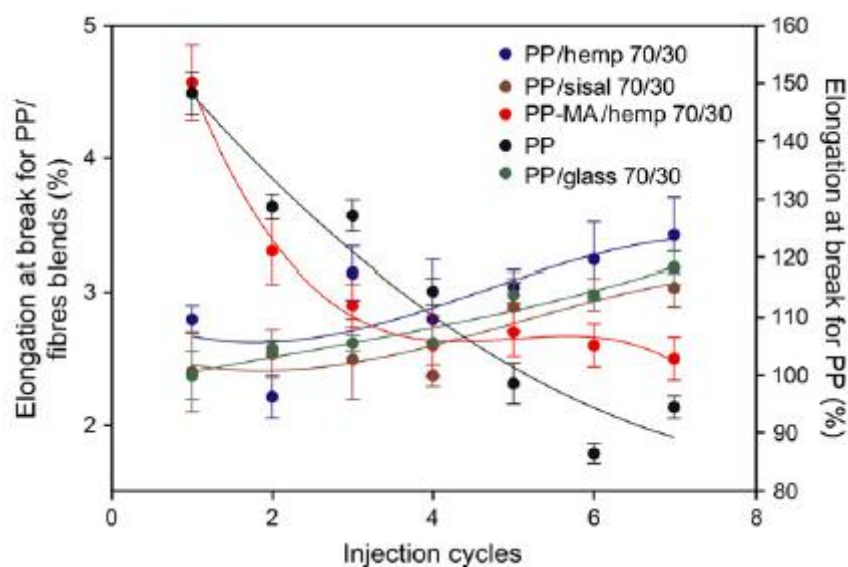


Figure 24 : Evolution de la déformation à la rupture ε_r en fonction du nombre des cycles d'injection [38]

Les cycles d'injection n'ont pas le même effet sur le sens d'évolution de la déformation à la rupture ε_r , comme le montre la **Figure 24**. En effet, le recyclage induit une augmentation de ε_r de +22% pour le PP/Chanvre et de +9% pour le PP/sisal. Cette augmentation pourra être liée à une diminution des longueurs de fibres induites par les cycles de recyclage. Mais, pour les composites à fibres courtes il existe une longueur critique, si la fibre a une longueur au dessous de cette valeur critique, il y aura une forte chance qu'il y a décollement de la fibre de la résine Polypropylène et par conséquent une mauvaise adhésion interfaciale fibre/matrice conduisant à une déformation à la rupture plus élevée. Par contre, une chute très remarquable dans le cas de PP seule est observée ; ceci est dû à une diminution importante de poids moléculaire de polymère induit par le processus de dégradation thermomécanique continu causé par les scissions des chaînes moléculaires.

Beaucoup de travaux ont porté sur l'étude de l'influence de recyclage sur les propriétés mécaniques. **Pickering et al. [20]** ont montré qu'après 8 cycles d'injection les propriétés mécaniques des composites PP/fibre de bois (40 wt % en masse de fibre + 4 wt % MAPP comme agent de couplage) tels que la résistance à l'impact, la résistance en flexion, le module de flexion diminuent avec le nombre de cycles d'injection. Cette diminution est essentiellement liée à l'endommagement et à la diminution de la longueur des fibres.

Dans une autre étude faite sur des biocomposites à base de PLLA/fibre de lin, **Baley et al. [21]** ont montré qu'après 7 cycles d'injection, la teneur en fibres est un facteur accentuant la perte des propriétés mécaniques de biocomposite. Les résultats des tests de traction statique ont montré que le module de Young est peu affecté par le recyclage alors que la contrainte à rupture décroît fortement à partir du 3^{ème} cycle d'injection. De même la géométrie du renfort (le rapport d'aspect de la fibre) n'est pas épargnée par le recyclage et montre une décroissance liée à une diminution de la longueur de la fibre par les extrusions successives par la vis d'injection ainsi qu'une diminution de diamètre de la fibre associée à la division des paquets de fibres (division des faisceaux fibreux).

VII. Applications

La principale application des composites à renforts fibres naturelles est dans le domaine de l'industrie automobile, qui a développé divers nouveaux composants à base des fibres naturelles. En Europe, les composites à renforts fibres végétales sont principalement utilisés par l'industrie automobile. Les biofibres mélangées avec des thermoplastiques ou des thermodurcissables ont plusieurs applications dans les intérieurs et les accessoires des voitures. L'application des composites renforcés des biofibres dans des composants d'automobile augmente de façon régulière avec les différents modèles. Mais la nouvelle invention est que, de nos jours, les composites à biofibres sont également utilisés dans les composants extérieurs de l'automobile.

En matière de construction, l'utilisation des matériaux à base de végétaux n'est pas une idée nouvelle. Le secteur de la construction se présente comme l'un des plus grands consommateurs de ressources naturelles et d'énergie, ce qui en fait une des sources les plus importantes de production de gaz à effet de serre. Face à ce problème, une des solutions réside dans la redécouverte et le développement de l'utilisation des matériaux à base de végétaux.

Le choix du renfort est très important. Celui-ci doit être de bonnes propriétés intrinsèques de résistance, être compatible avec la matrice et avoir un coût acceptable. Les fibres naturelles, comme celle du bois, de chanvre et qui proviennent d'une source renouvelable, sont une voie de recherche intéressante. Dans le domaine de génie civil par exemple, on utilise du béton à base du bois (*Nguyen et al. [35]*) ainsi que du béton à base de chanvre (*Véronique [36], Pracella et al. [37]*) (classé dans la catégorie des écomatériaux en raison des ces atouts environnementaux). De la tige de chanvre on extrait la chènevotte connu par ses propriétés d'isolation, la chènevotte est mélangée avec le béton qui sera utilisé pour différents usages comme les blocs préfabriqués, l'isolation et la rénovation, etc.... Ses bonnes performances thermique et acoustique ont fait l'objet de divers travaux de recherche.

VIII. Conclusion

L'intérêt aux composites à base de polymères renforcés par des fibres naturelles se développe rapidement en raison de leurs grandes performances, les avantages significatifs de leur mise en œuvre, leur biodégradabilité, leur faible coût et leur faible densité relative. De plus, les fibres naturelles sont d'importantes ressources renouvelables dans de nombreux pays et les composites à renforts fibres naturelles et à matrice polymère forment une nouvelle classe des matériaux, qui ont un bon potentiel dans le futur de substituer le bois qui devient rare, par conséquent, apporter une solution aux problèmes environnementaux tels que la réduction à la fois de l'utilisation des composites synthétiques et les déchets agricoles. De nombreuses études ont été rapportées dans la littérature et ont été étudiées dans ce chapitre, montrant l'importance de l'interface et l'influence de divers types de modifications de surface sur les propriétés physiques et mécaniques des matériaux composites en renforts fibres

naturelles. Un bref aperçu sur les différentes combinaisons possibles et l'utilisation de renforts fibres végétales pour la fabrication des composites, montrant ainsi l'émergence et l'évolution de l'exploitation de ces fibres avec un succès remarquable. Des défis existent encore dans le développement des techniques de fabrication efficaces à des coûts plus appropriés ainsi que des composites ayant des propriétés mécaniques supérieures utilisant comme renfort des fibres naturelles. Néanmoins, les progrès obtenus jusqu'ici dans ce domaine ont permis l'application des matériaux composites à matrice polymère et à renforts fibres naturelles dans de nombreux secteurs tels que dans des articles de consommation et, plus important encore, dans l'industrie automobile.

Références bibliographiques

- [1]: C. Baley, « Propriétés des fibres extraites de phanérogames marines (zostera marina) ». *Renforcement des polymères par des fibres végétales, journée scientifique technique – AMAC*, volume 16 – n° 1/2006, pages 25 à 40.
- [2]: Y. Perrot, « Influence des propriétés de la matrice sur le comportement mécanique de matériaux composites verre/polyester utilisés en construction navale de plaisance-Cas des résines polyester limitant les émissions de styrène ». *Thèse de doctorat*, Université de Bretagne Sud, Année 2006, Chapitre 2.
- [3]: R.G. Raj, B.V. Kokta, D. Maldas, C. Daneault, «Use of wood fibers in thermoplastics. VII. The effect of coupling agents in polyethylene-wood fiber composites». *Journal of Applied Polymer Science*, 1989, 37, 1089-1103.
- [4]: K. Joseph, S. Thomas, C. Pavithran, M. Brahmakumar, «Tensile properties of short sisal fiber-reinforced polyethylene». *Journal of Applied Polymer Science*, 1993, 47, 1731-1739.
- [5]: J. George, K. Joseph, S.S. Bhagawan, S. Thomas, «Influence of short pineapple fiber on the viscoelastic properties of low density polyethylene». *Material Letters*, 1993, 18, 163-170.
- [6]: K.C.M. Nair, S.M. Diwan, S. Thomas, «Tensile properties of short sisal fiber reinforced polystyrene composites». *Journal of Applied Polymer Science*, 1996, 60, 1483-1497.
- [7]: R.M.N. Arib, S.M. Sapuan, M.M.H.M Ahmad, « Mechanical properties of pineapple leaf fiber reinforced polypropylene composites ». *Materials and Design*, 2006, 27, 391-396.
- [8]: P.R. Hornsby, E. Hinrichsen, K. Traverdi, « Preparation and properties of polypropylene composites reinforced with wheat and flax straw fibers. Part II Analysis of composite microstructure and mechanical properties». *Journal of Materials Science*, 1997, 32, 1009-1015.
- [9]: X. Chen, G. Qipeng, M. Yongli, «Bamboo fiber-reinforced polypropylene composites: a study of the mechanical properties». *Journal of Applied Polymer Science*, 1998, 69, 1891-1899.
- [10]: R. Sanadi, S.V. Prasad, P.K. Rohatgi, «Sunhemp fiber-reinforced polyester». *Journal of Materials Science*, 1986, 21, 4299-4304.
- [11]: M.Z. Rong, R.K.Y. Li, C.N. Ng, S.C. Tjong, Y.W. Mai, H.M. Zeng, «Effect of fiber pretreatment on the impact fracture toughness of sisal fiber reinforced polymer composites». *Proceedings of First Asian-Australian Conference on Composite Materials (ACCM-1)*, Osaka, Japan, 4331-1-4, 7-9 October 1998.

- [12]: M.Z. Rong, R.K.Y. Li, C.N. Ng, S.C. Tjong, Y.W. Mai, H.M. Zeng, «Effect of water absorption on the impact behavior of short sisal fiber reinforced polymer composites». *Proceedings of First Asian-Australian Conference on Composite Materials (ACCM-1)*,
- [13]: L. Bai, C.M.L. Wu, Y.W. Mai, H.M. Zeng, R.K.Y. Li, «Failure mechanisms of sisal fibers in composites». *Advanced Composite Letters*, 1999, 8 (1), 13-18.
- [14]: J. Gassan, A.K. Bledzki, «Possibilities for improving the mechanical properties of jute/epoxy composites by alkali treatment of fibers». *Composites Science and Technology*, 1999, 59, 1303-1309.
- [15]: M.S. Sreekala, M.G. Kumaran, S. Joseph, M. Jacob, S. Thomas, «Oil palm fiber reinforced phenol formaldehyde composites: influence of fiber surface modifications on the mechanical performance». *Applied Composite Materials*, 2000, 7, 295-329.
- [16]: D.K. Ray, B.K. Sarkar, N. Bose, «The mechanical properties of vinylester resin matrix composites reinforced with alkali-treated jute fibers». *Composites Part A*, 2001, 32, 119-127.
- [17]: A. Bismarck, S. Mishra, T. Lampke, in *Natural Fibers, Biopolymers and Biocomposites*, edited by A.K. Mohanty, M. Misra, L.T. Drzal, Boca Raton, FL, *CRC Press*, 37, 2005.
- [18]: S. Shibata, I. Fukumoto, Y. Cao, «Effects of fiber compression and length distribution on the flexural properties of short kenaf fiber-reinforced biodegradable composites». *Polymer Composites*, 2006, 27, 170-176.
- [19]: W. Liu, M. Misra, P. Askeland, L.T. Drzal, A.K. Mohanty, «'Green' composites from soy based plastic and pineapple leaf fiber: fabrication and properties evaluation». *Polymer*, 2005, 46 (8), 2710-2721.
- [20]: M.D.H. Beg, K.L. Pickering, «Reprocessing of wood fibre reinforced polypropylene composites. Part I: Effects on physical and mechanical properties». *Composites Part A, Applied Science and Manufacturing*, 2008, vol.39, pp. 1091-1100.
- [21]: A. Le Duigou, I. Pillin, A. Bourmaud, P. Davies, C. Baley, «Effect of recycling on mechanical behaviour of bicompostable flax/poly(L-lactide) composites». *Composites Part A, Applied Science and Manufacturing*, 2008, vol.39, pp. 1471-1478.
- [22]: A. Arbelaiz, B. Fernandez, J.A. Ramos, A. Retegi, R. Llano-Ponte, I. Mondragon, «Mechanical properties of short flax fibre bundle/polypropylene composites: Influence of matrix/fibre modification, fibre content, water uptake and recycling». *Science Direct, Composites Science and Technology*, vol.65, 2005, pp. 1582-1592.
- [23]: A. Arbelaiz, B. Fernandez, G. Cantero, R. Llano-Ponte, A. Valea, I. Mondragon, «Mechanical properties of flax fibre/polypropylene composites: Influence of fibre/matrix modification and glass fibre hybridization». *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol.36, 2005, pp. 1637-1644.

- [24]: L. Liu, J. Yu, L. Cheng, W. Qu, «Mechanical properties of poly(butylene succinate) (PBS) biocomposites reinforced with surface modified jute fibre». *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol.40, 2009, pp. 669-674.
- [25]: K.L. Pickering, G.W. Beckermann, S.N. Alam, N.J. Foreman, «Optimising industrial hemp fibre for composites». *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol.38, 2007, pp. 461-468.
- [26]: P. Mutjè, A. Lopez, M.E. Vallejos, J.P. Lopez, F. Vilaseca, «Full exploitation of Cannabis sativa as reinforcement/filler of thermoplastic composite materials». *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol.38, 2007, pp. 369-377.
- [27]: C. Poilâne, A. Vivet, L. Momayez, B.B. Doudou, M. Ayachi, J. Chen, «Traction de fibre unitaire et mesure des déformations en champ complet. Application à la fibre de lin». *Comptes Rendus des JNC 16-Toulouse 2009*
- [28]: K. Charlet, C. Morvan, J. Bréard, J.P. Jernot, M. Goumina, «Etude morphologique d'un composite naturel : La fibre de Lin». *Revue des composites et des matériaux avancés, Renforcement des polymères par des fibres végétales*, AMAC vol.16-n°1/2006, pp.11-24.
- [29]: K. Charlet, J.P. Jernot, M. Goumina, L. Biet, J. Bréard, «Analyse structurale et comportement mécanique d'une fibre de Lin». *Revue des composites et des matériaux avancés, Renforcement des polymères par des fibres végétales*, AMAC vol.18-n°2/2008, pp.157-162.
- [30]: A. Bourmand, N. Montrelay, C. Baley, «Rigidité longitudinale et transversale de fibres de chanvre et de sisal». *Revue des composites et des matériaux avancés, Renforcement des polymères par des fibres végétales*, AMAC vol.18-n°2/2008, pp.203-208.
- [31]: A. Bourmaud, C. Morvan, C. Baley, «Apport de la nanoindentation pour la caractérisation mécanique de fibres végétales». *Comptes Rendus des JNC 16-Toulouse 2009*
- [32]: A. Bourmoud, C. Baley, « Rigidity analysis of polypropylene/vegetal fibre composites after recycling ». *Science direct, Polymer degradation and stability* 94, 2009, pp. 297-305.
- [33]: C. Baley, « Etude du comportement de fibres unitaires de lin et d'unidirectionnels lin-époxy soumis à des sollicitations cycliques en traction ». *Fatigue des composites*, AMAC vol.11-2001, pp.235-254.
- [34]: T. Mahmoud, « Etude de matériaux minéraux renforcés par des fibres organiques en vue de leur utilisation dans le renforcement et la réparation des ouvrages tels que les ponts ». *Thèse de doctorat*, INSA de Lyon, Année 2005.
- [35]: T.T. Nguyen, V. Picandet, S. Amziane, C. Baley, « Optimisation de l'usage du béton de chanvre dans la conception d'un écomatériau pour le génie civil ». *Revue des composites et des matériaux avancés, Renforcement des polymères par des fibres végétales*, AMAC vol.18-n°2/2008, pp.227-232.

- [36] : V. Cérez, « Propriétés mécaniques, thermiques et acoustiques d'un matériau à base de particules végétales : approche expérimentale et modélisation théorique ». *Thèse de doctorat*, INSA de Lyon, Année 2005.
- [37] : M. Pracella, D. Chionna, I. Anguillesi, Z. Kulinski, E. Piorkowska, « Fonctionnalization, compatibilization and properties of polypropylene composites with hemp fibres ». Science Direct, *Composites Science and Technology*, vol. 66, 2006, pp. 2218-2230.
- [38]: A. Bourmaud, C. Baley, «Investigations on the recycling of hemp and sisal fibre reinforced polypropylene composites». Science Direct, *Polymer Degradation and Stability*, vol. 92, 2007, pp. 1034-1045.
- [39]: P. Mutjè., A. Lopez, Vallejos. M.E, Lopez. J.P, Vilaseca. F, «Full exploitation of Cannabis sativa as reinforcement/filler of thermoplastic composite materials». *Composites Part A, Applied Science and Technology and Manufacturing*, 2007, vol.138 (2), pp. 369-377.
- [40] : C. Baley, «Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites ». *Techniques de l'ingénieur*, Référence AM5130, Année 2004.
- [41] : M. Bouteau, «Propriétés de mouillage de surfaces chimiquement hétérogènes». *Thèse de doctorat*, Université de Cergy-Pontoise, Année 2007.
- [42]: K. Charlet, C. Baley, C. Morvan, J. P. Jernot, M. Gomina, J. Bréard, «Characteristics of Hermes flax fibres as a function of their location in the stem and properties of the derived composites». *Composites, Part A: applied science and manufacturing*, Part A vol.38, 2008, pp.1912-1921.
- [43] : A. L. Duigou, P. Davies, C. Baley, « Etude de la liaison interfaciale fibre de lin/acide poly (L-lactique) ». JNC 16, Toulouse, Année 2009.
- [44] : F. Roussière, L. Vrévin, D. Burr, C. Baley, « Etude du comportement mécanique en traction de composites polyester/mats de fibres végétales (lin et chanvre) ». *Renforcement des polymères par des fibres végétales*. AMAC, vol. 18- n°2, Année 2008.
- [45] : L. Mosleh, « Propositions d'une modélisation du comportement mécanique sous traction uniaxiale d'un thermoplastique à différentes vitesses de déformations ». *Stage de DEA*, Université de Technologie de Compiègne, Année 2001.
- [46] : P-E. Bourban, L. Carlsson, J. A. Manson, J-P. Mercier, « Matériaux composites à matrice organique : Constituants, procédés, propriétés ». *Traité des Matériaux* Vol. 15, Année 2004.

Chapitre II

Etude Expérimentale

Résumé du chapitre II

Ce chapitre vise à mieux comprendre le comportement mécanique du composite à matrice Polypropylène et à renfort fibres extraites de la tige de Chanvre et de l'écorce (Chênevotte), comprendre les mécanismes majeurs mis en jeu au niveau de l'interface et les différences des propriétés mécaniques ainsi présentes dans les deux types de matériaux.

Ce chapitre, consacré aux études expérimentales, est composé de deux parties :

- 1^{ère} partie : analyse et caractérisation du comportement en statique et une deuxième,
- 2^{ème} partie : analyse et caractérisation du comportement en fatigue.

Dans la 1^{ère} partie, une fois la mise en œuvre des composites effectuée, une campagne d'essai de caractérisation en statique est lancée à savoir : traction monotone uniaxiale, charge-décharge et traction à différentes vitesses de déformation, ainsi qu'un suivi de l'endommagement en traction par une technique non destructive d'Emission Acoustique. Ces essais sont couronnés par des observations microscopiques au MEB afin de décrire les processus et les mécanismes d'endommagement.

Dans le but de quantifier et de déterminer l'influence du traitement chimique appliqué, on a mené une deuxième campagne d'essais de traction sur de nouveaux matériaux composites avec les mêmes proportions en fibres et en résine, mais avec une différence dans la formulation de la résine où des additifs chimiques y ont été incorporés pour permettre la bonne cohésion interfaciale fibre/résine.

De même pour valider cette nouvelle famille de composites et permettre une bonne comparaison avec les matériaux précédents, un suivi par Emission Acoustique ainsi que des observations microscopiques au MEB des fractographies de rupture ont été effectués.

La 2^{ème} partie traite du comportement en fatigue sous une sollicitation cyclique de traction ondulé des matériaux Polypropylène chargé et celui non chargé, utilisé comme matériau de référence. L'objectif est d'illustrer par l'utilisation des différents critères de suivi de dommage telle que la perte de raideur E/E_0 et la perte d'énergie W_d (exprimée en kJ/m^3) dissipée par boucle d'hystérésis dans le diagramme contrainte-déformation; la tenue en fatigue de chaque matériau en terme de durée de vie (nombre de cycles à la rupture).

De la même manière qu'en statique, le suivi des mécanismes responsables de l'endommagement et de la rupture des composites en fatigue, a été effectué par la technique de émission acoustique afin d'expliquer certains phénomènes liés à la rupture et qui restent inexplicable en se basant uniquement sur le critère de perte rigidité ainsi que la mise en place d'un nouveau critère fiable qualitatif de l'endommagement dans les composites en fatigue.

Les faciès de rupture, en fin d'essai, ont été soigneusement traités pour des observations microscopiques au MEB de l'aspect de la surface et de l'état du matériau endommagé.

Comportement en Statique

Sommaire

Partie 1 : Comportement en Statique

I. Propriétés du polymère : Le Polypropylène.....	42
II. Matériaux de l'étude.....	42
II.1. Mise en forme par Injection-Moulage des éprouvettes.....	43
II.2. Paramètres d'injection.....	45
II.3. Isotropie des propriétés des composites injectés.....	46
II.4. Mesures d'absorption d'eau	49
III. Essais de traction à vitesse constante	50
III.1. Propriétés intrinsèques en traction monotone uniaxiale à vitesse constante.....	51
<i>III.1.1. Dispositif expérimental.....</i>	<i>51</i>
<i>III.1.2. Procédure expérimentale.....</i>	<i>52</i>
<i>III.1.3. Résultats et Interprétations.....</i>	<i>52</i>
III.2. Traction monotone à différentes vitesses.....	54
<i>III.2.1. Polypropylène Copolymère</i>	<i>54</i>
<i>III.2.2. Polypropylène/Chanvre Blanc.....</i>	<i>56</i>
<i>III.2.3. Polypropylène/Chènevotte</i>	<i>58</i>
IV. Essais de charge-décharge	60
IV.1. Polypropylène Copolymère vierge.....	60
IV.2. Polypropylène/Chanvre Blanc	62
IV.3. Polypropylène/Chènevotte.....	63
VI. Emission Acoustique (EA).....	69
VI.1. Définition.....	69
VI.2. Identification des signaux d'Emission Acoustique	71
1. Par le contenu fréquentiel	71
2. Par l'étude des salves	71
VI.3. Acquisition de l'Emission Acoustique	72
<i>VI.3.1. Capteur et chaîne d'acquisition.....</i>	<i>72</i>
<i>VI.3.2. Paramètres d'acquisition des salves</i>	<i>73</i>
<i>VI.3.3. Résultats d'essai</i>	<i>75</i>
VII. Analyse de l'endommagement par Microscopie Electronique à Balayage (MEB)	80
VIII. Analyse de l'endommagement des fibres de Chanvre.....	82
VII.1. Matériaux et méthodes d'essais.....	82

VII.2. Résultats et discussions	83
IX. Influence de la nouvelle formulation sur le comportement mécanique des composites	84
VIII.1. Moyens d'essai.....	86
VIII.2. Expérimentation et résultats.....	86
VIII.2.1. Essais de traction monotone	86
VIII.2.2. Essais de charge-décharge	88
VIII.2.3. Emission Acoustique	92
VIII.2.4. Observation microscopique au MEB	96
X. Détermination des constantes élastiques par imagerie numérique	98
IX.1. Définition	98
IX.2. Principe de la technique	100
IX.3. Traitement des résultats de CIN.....	100
IX.4. Résultats d'essai	101
X. Analyse morphologique des fibres unitaires	105
X.1. Détermination des dimensions géométriques de la fibre de Chanvre.....	105
X.2. Rigidité de la fibre de Chanvre : Essai de traction longitudinale sur fibres de Chanvre ...	107
XI. Evolution de module de cisaillement plan G_{12} en fonction de la vitesse.....	115
XI.1. Essai de torsion.....	115
XI.2. Résultats.....	117
 Partie 2 : <u>Comportement en Fatigue</u>	
I. Moyens d'essai	127
II. Durée de vie.....	129
III. Dépouillement des essais de fatigue.....	129
IV. Mécanisme de la fatigue.....	133
IV.1. Méthode d'évolution du module de rigidité.....	133
IV.2. Méthode énergétique	137
IV.2.1. PP/Chanvre Blanc	139
IV.2.2. PP/Chènevotte	144
IV.3. Boucles d'hystérésis	148
V. Emission Acoustique.....	151
VI. Micrographies MEB	156

I. Propriétés du polymère : Le Polypropylène

De nombreux additifs entrent dans la composition finale des matières polymériques pour faciliter leur mise en forme, améliorer ou adapter leurs propriétés mécaniques, électriques ou thermiques, améliorer l'aspect de surface ou bien diminuer le prix de revient du polymère transformé.

En effet, le polypropylène homopolymère est généralement trop fragile pour être utilisé tel quel. Généralement, il sera légèrement copolymérisé avec une autre oléfine (l'éthylène par exemple) pour former une matrice copolymère statistique à faible taux de comonomère. Les polymères étant généralement immiscibles, cela se traduit par une morphologie de phases dispersées dans une matrice. [1]

Les Polypropylènes utilisés pour cette étude, fourni par Agro Fibres Technologies Plasturgie (AFT Plasturgie), sont référencés sous DOW C705-44NA HP et DOW C706-21NA HP (Polypropylène Copolymère de haute performance d'impact avec un indice de fluidité à chaud MFR= 44 g/10min et MFR =21 g/10min respectivement) (utilisés dans le domaine automobile (pare-choc, etc...)) (voir caractéristiques techniques en **Annexe 1**)

La diversité des formulations combinée aux conditions de mise en œuvre font que la famille des polypropylènes est vaste et comporte des matériaux différents de part leurs comportements mécaniques. Il convient donc de présenter au mieux nos produits et d'en fixer les conditions de mise en forme.

II. Matériaux de l'étude

Pour cette étude, nous avons utilisé deux polymères, connus pour assurer la même fonction du point de vue application industrielle, mais de formulations différentes. Ces deux polymères, déjà mentionnés précédemment, sont chargés différemment, et les matériaux de base (la matière première) sont fournis sous forme de petits granulés appelés compound (**Figure 1**). Avec les proportions 70% en masse de la résine Polypropylène et 30% en masse de renforts, et ceci pour les deux types de compounds :

- Le PP/Chanvre Blanc (commercialisé sous la référence PF3RIN) qui est un Polypropylène copolymère, DOW C706-21NA HP, chargé avec des fibres courtes de Chanvre (chargé avec la fibre proprement dite extraite de la tige). Les fibres de Chanvre incorporées après traitement ont une longueur moyenne de 4 mm.
- Le PP/Chènevotte (commercialisé sous la référence PC 3X244) qui est un Polypropylène copolymère DOW C705-44NA HP, chargé avec la paille de la tige de la plante de Chanvre (les débris de la tige).

Remarque :

Dans la suite de notre étude, on utilisera plutôt la fraction volumique en fibre v_f exprimée en % au lieu de la fraction massique w_f . Cette dernière est donnée par la relation suivante :

$$w_f = \frac{m_f}{m_c} = \frac{\rho_f \cdot V_f}{\rho_c \cdot V_c} = \frac{\rho_f}{\rho_c} * v_f \quad \text{donc} \quad v_f = \frac{\rho_c}{\rho_f} * w_f$$

On détermine dans notre cas une fraction volumique en fibre $v_f = 21.6 \%$

Avec: ρ_c et ρ_f sont respectivement les masses volumiques du composite et de la fibre,

V_c et V_f sont respectivement les volumes du composite et de la fibre,

m_c et m_f sont respectivement les masses de composite et de la fibre.

	+		=	
Filasse de Chanvre		Polypropylène Copolymère (PF3RIN)		Compounds PP/Chanvre Blanc (PF3RIN)
	+		=	
Pailles de Chanvre		Polypropylène Copolymère (PC 3X244)		Compounds PP/Chènevotte (PC 3X244)

Figure 1 : Matériaux de base : compounds de PP/Chanvre Blanc et compounds de PP/Chènevotte

Le peu d'informations dont nous disposons sur ces matériaux ainsi que leurs formulations complexes commerciales rendent difficile toute interprétation physique de nos observations. Pour mieux appréhender et comprendre les éléments essentiels qui régissent le comportement, surtout mécanique, de ces nouveaux matériaux composites, nous avons pris le parti de favoriser l'extrapolation vers l'application en contrôlant, à défaut de comprendre, au mieux tous les éléments caractéristiques de ce comportement. Ceci se traduira notamment par le choix des conditions d'injection.

II.1. Mise en œuvre par Injection-Moulage des éprouvettes

La préparation des matériaux composites est une étape toute aussi importante que la modification chimique des fibres. Le procédé et les paramètres de mise en œuvre

conditionnent les propriétés finales du matériau. La technique utilisée dans ce travail est l'injection-moulage des composites thermoplastiques.

L'injection-moulage est le procédé le plus couramment utilisé industriellement pour la mise en œuvre des thermoplastiques, et même des thermodurcissables, en tout type d'objets finis. [2]

La machine d'injection utilisée, de type **Sandretto Otto**, d'une capacité d'injection de 126 cm^3 et d'une force de fermeture égale à 60 Tonnes (de nombreux autres critères peuvent être précisés pour définir au mieux une presse à injecter, ils sont d'autant plus importants qu'ils seront nécessaires au choix d'une machine parfaitement adaptée à une gamme d'objets à fabriquer). Cette machine est une presse horizontale, électrique à vis de plastification.

La presse est équipée d'une vis de 35 mm de diamètre. Les principaux phénomènes qui ont lieu lors de la rotation de la vis de plastification sont : le transport, le ramollissement ou la fusion, et le pompage de la matière. Cette vis de plastification est à quelques détails près une vis d'extrusion. Et comme elle, elle présente trois zones : alimentation, plastification et pompage. Ces granulés sont ensuite extrudés dans une vis sans fin de manière à fluidifier la résine sans la brûler avant de l'injecter sous pression dans un moule par l'intermédiaire d'une filière. Le moule d'injection utilisé dans cette machine est à deux empreintes. Cet outillage est sûrement le plus complexe et le plus difficile à concevoir, c'est un élément essentiel pour définir la forme, la géométrie et l'état de surface des éprouvettes.

Le modèle de pièce utilisé pour l'étude est celui des empreintes du moule. Les éprouvettes de géométrie haltère d'une zone utile des dimensions $60 \times 10 \times 4 \text{ mm}$ (de section nominale $S = 39.5568 \text{ mm}^2$) sont représentées sur la **Figure 2**

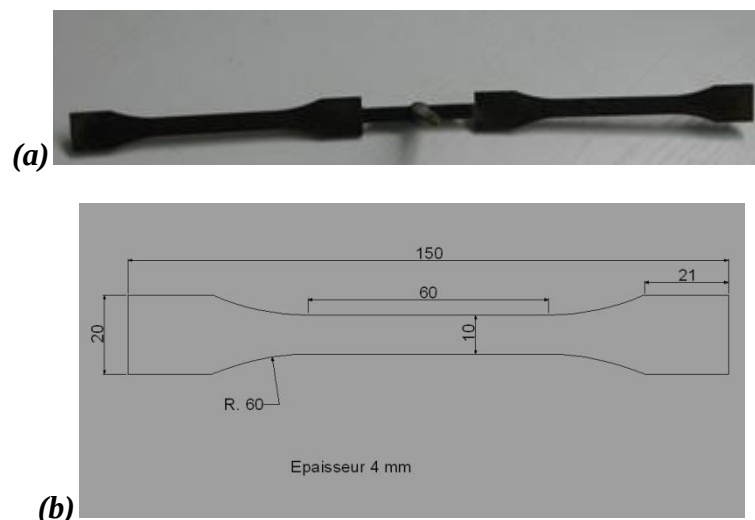


Figure 2 : (a) Schéma de 2 éprouvettes après injection, (b) Dimensions de l'éprouvette

Des observations microscopiques et une étude par analyse d'images, sur un matériau semblable, à base de Polypropylène renforcé avec des fibres courtes de verre ayant subi le procédé de mise en œuvre d'injection-moulage, ont révélé que le produit final présente une structure « cœur-peau » [3]. L'injection se fait en nappe (écoulement entre deux plans

parallèles où le front de remplissage est droit). Sur la peau (supérieure et inférieure, et pauvre en fibres dû à l'effet fontaine) qui est en contact direct avec la surface des moules, l'orientation des fibres suit la direction d'écoulement alors que celle de cœur suit une direction perpendiculaire à celle d'écoulement (**Figure 3**)

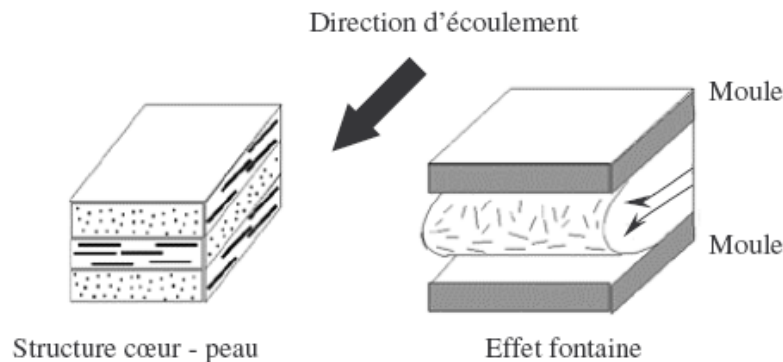


Figure 3 : Répartition des fibres induites par l'écoulement

Les conditions de mise en œuvre par injection-moulage de ces compounds à base de fibres végétales diffèrent sensiblement de celles des polymères thermoplastiques. A cet effet ces granulés présentent de remarquables propriétés mécaniques, toutefois, ils nécessitent une attention particulière au regard de leur préparation et au cours de leur transformation. Ainsi par exemple, avant l'injection des compounds PP/Chanvre Blanc et PP/Chènevotte, il faut avoir :

- Un séchage préconisé : Température 100 à 110 °C pour une durée minimale de 2 h,
- En raison de la nature cellulosique des additifs utilisés, il est conseillé de ne pas appliquer des températures supérieures à 195 °C.
- Une exposition à un temps de séjour prolongé peut également être à l'origine d'une dégradation des matériaux (éviter des temps supérieurs à 4 mn).
- Un cisaillement trop important peut également engendrer une dégradation des fibres naturelles.

Remarque

Le fait d'utiliser un compound à base de fibres naturelles réduit avantageusement les cycles d'injection avec un temps de refroidissement et une pression plus faibles, et un temps de maintien plus court.

II.2. Paramètres d'injection

Afin d'optimiser les paramètres d'injection, plusieurs moulées ont été effectuées. La première moulée a donné les résultats qui sont regroupés dans le **Tableau 1**.

En se référant à la fiche technique fournie par AFT Plasturgie, et par comparaison avec les premiers résultats donnés par l'essai de traction sur les éprouvettes moulées, on a pu

trouver un grand écart entre les résultats. Cette différence de valeurs est due essentiellement au non respect des conditions de mise en œuvre fixées par AFT Plasturgie. Nous avons ainsi revu la méthodologie expérimentale d'injection en optimisant au mieux les paramètres d'injection de la machine.

Tableau 1 : Paramètres d'injection (1^{ère} moulée)

Température du moule (°C)	25
Température d'injection (°C)	185
Débit d'injection (cm ³ /s)	44.1
Vitesse de rotation de la vis (tr/mn)	50
Pression d'injection (bar)	60
Pression de maintien (bar)	35
Temps de maintien (s)	12
Temps de refroidissement (s)	0
Contre – pression (bar)	3
Temps d'injection (s)	13

Après plusieurs tentatives, les paramètres responsables de cette différence sont:

- La pression d'injection en tête de vis : qui passe de 60 à 90 bars,
- La pression de maintien en tête de vis : qui passe de 35 à 60 bars.

Les paramètres optimaux aboutissant aux bonnes propriétés des pièces moulées sont résumés dans le **Tableau 2**

Tableau 2 : Paramètres optimaux d'injection

Température du moule (°C)	25
Température d'injection (°C)	185
Débit d'injection (cm ³ /s)	44.1
Vitesse de rotation de la vis (tr/mn)	50
Pression d'injection (bar)	90
Pression de maintien (bar)	60
Temps de maintien (s)	12
Temps de refroidissement (s)	0
Contre – pression (bar)	3
Temps d'injection (s)	13

Après avoir préparé les échantillons, vient alors l'étape suivante, très importante, à savoir la caractérisation de la réponse mécanique des matériaux composites. Mais avant de passer à cette étape, il est intéressant de vérifier quelques propriétés physiques de ce nouveau produit. En effet, avant chaque étude, l'une des questions qui viennent à l'esprit est la vérification de l'isotropie du nouveau produit.

II.3. Isotropie des composites injectés

Dans le but de répondre à cette question, des plaques rectangulaires injectées moulées de chaque matériau (PP/Chanvre Blanc et PP/Chènevotte), des dimensions (159.2 x 99.8 x 3.11) mm³, ont été fournies par AFT Plasturgie. Elles ont été ensuite découpées manuellement en petites éprouvettes, à l'aide d'une tronçonneuse électrique, toutes identiques, de largeur moyenne égale à 10 mm et dans trois directions différentes 0°, 45° et 90°. (Figure 4)



Figure 4 : Découpage des éprouvettes

Les éprouvettes sont montées sur une machine de traction INSTRON type 1195 de capacité maximale 10 Tonnes, offrant une gamme de vitesses de sollicitation allant de 0.5 mm/mn à 500 mm/mn et équipée d'un extensomètre longitudinale de capacité 10% (1 mm d'allongement sur une course de 10 mm). Cette machine liée à une chaîne d'acquisition type LAB View permettant le stockage et le traitement des données (charge, déformations et temps). Les mâchoires utilisées lors de la traction sont auto-serrantes, afin d'éviter tout glissement de l'éprouvette lors de l'essai, et montées sur la rotule pour conserver l'alignement.

Des essais de traction monotone à une vitesse $v = 2$ mm/mn ont été effectués par la suite sur les éprouvettes découpées de PP/Chènevotte suivant les trois directions (NF EN ISO 527-2). Le **Tableau 3** regroupe les résultats des essais moyennés sur 5 éprouvettes.

Tableau 3 : Résultats d'essai de traction à différentes directions

Matériau	Direction	E (MPa)	σ_m (MPa)	σ_r (MPa)	ε_r (%)
PP/Chènevotte	0°	2874.26±280.19	22.73±1.39	22.42±1.32	1.22±0.24
	45°	2919.64±103.74	24.99±1.08	24.58±1.06	1.52±0.35
	90°	3209.3±547.55	27.86±2.73	27.15±2.39	1.72±0.16

Avec E : module d'élasticité, σ_r : contrainte à la rupture, σ_m : contrainte maximale,

ε_r : allongement à la rupture.

Remarque

On précise ici, que la direction d'écoulement correspond à la direction 0° dans le système de repérage choisi lors de découpage des plaques et la caractérisation en statique des éprouvettes composites.

En calculant le rapport des rigidités dans les différentes directions, on obtient les résultats suivants (**Tableau 4**) :

<i>Tableau 4 : Rapport des rigidités</i>			
Rapport de rigidité	$E_{45^\circ}/E_{90^\circ}$	E_{0°/E_{90°	E_{0°/E_{45°
	0.91	0.90	0.98

Donc, comme le montre le tableau ci-dessus, les rapports de rigidité sont très proches $E_{45^\circ}/E_{90^\circ} \approx E_{0^\circ}/E_{90^\circ} \approx E_{0^\circ}/E_{45^\circ}$, donc on peut affirmer que le composite PP/Chênevotte présente un comportement quasi-isotrope dans le plan. Soulignons que cette légère différence de rigidités peut être expliquée par la dispersion des dimensions des éprouvettes découpées, rappelons-le, manuellement par tronçonneuse.

De la même façon, on procède pour le cas de PP/Chanvre Blanc, et on retrouve les mêmes constatations.

Remarque

A l'opposé des fibres de verre, qui sont orientées suivant les flux matières, c'est à dire parallèlement ou perpendiculairement au flux selon que l'écoulement est laminaire ou turbulent, entraînant ainsi une anisotropie des propriétés selon les directions, les fibres de chanvre, quant à elles ne sont pas orientées suivant le flux. On obtient donc des pièces ayant des propriétés mécaniques isotropes (l'orientation aléatoire des fibres de chanvre, lors de la coulée de la matière fondue, aura comme avantage l'absence totale de retassures dans les pièces dû au blocage des retraits dans toutes les directions) [4]

Vu qu'on traite des composites à renforts « fibres végétales », la question de l'absorption d'eau reste cependant posée. Une propriété bien connue des fibres naturelles est leur capacité d'absorption d'eau (les fibres ayant une structure poreuse, peuvent donc absorber des liquides par capillarité). Les fibres majoritairement constituées de cellulose qui est un composant hydrophile, sont incompatibles avec la plupart des polymères qui ont un caractère hydrophobe (*un procédé mis au point par AFT Plasturgie réside dans la mise en œuvre d'un traitement thermo-mécanique qui permet d'obtenir sur la fibre une fibrillation de surface lui permettant un ancrage mécanique dans la matrice*).

Un recours à des essais d'hygrométrie est ainsi nécessaire afin d'étudier la capacité d'absorption d'eau des composites (PP/Chanvre Blanc et PP/Chênevotte). Si tel est le cas, on déterminera la cinétique de diffusion d'eau par le biais de lois telle que celle de Fick [15].

Les polymères et les composites qui sont issus de ressources naturelles renouvelables sont très sensibles à tous les changements environnementaux, et leurs propriétés peuvent être affectées considérablement par des conditions environnementales. Des variations de l'humidité sont toujours produites par ces matériaux en service. La plupart des polymères synthétiques absorbent l'humidité dans une atmosphère humide et en immersion totale dans l'eau.

Les fibres naturelles à base de cellulose contiennent de nombreux groupes hydroxyle qui sont fortement hydrophiles [5]. L'absorption d'eau des composites à renforts fibres naturelles a plusieurs effets néfastes sur leurs propriétés, et par conséquent le comportement à long terme peut être aussi affecté [6].

Les polymères renforcés avec des fibres cellulosiques peuvent absorber une quantité élevée d'eau, influençant généralement le processus de mise en œuvre [7,8]. Ceci engendrera des conséquences sur la réduction des propriétés mécaniques [9] et une augmentation du volume (due au gonflement) [10], aussi bien qu'une augmentation de la conductivité thermique. La cinétique d'absorption et la quantité totale d'eau absorbée dépendent de la constitution chimique de la fibre et de la résine, de l'agent de réticulation, de la température et de l'hygrométrie (Humidité Relative : HR (%)) [11], mais également d'autres facteurs environnementaux.

L'augmentation de la teneur en eau peut affecter certaines caractéristiques mécaniques, telles que la compression et les propriétés de flexion/traction [12,13], mais ce changement a un effet réversible, de sorte que les matériaux composites, après un deuxième séchage, reviennent à leur état initial (avant l'absorption d'eau). Certaines propriétés mécaniques, telles que la résistance au choc, diminuent d'une manière non significative [5,14]. L'eau absorbée peut dans certains cas agir comme un plastifiant de sorte que les composites montrent une augmentation de ductilité en atteignant des déformations élevées. [13].

II.4. Mesures d'absorption d'eau

Nous avons suivi la prise de poids des éprouvettes composites pour différentes températures (22, 24 et 26 °C) et dans différentes conditions d'humidité relative (11%, 34%, 40%, 68%, 83% et 96%). L'absorption est suivie au cours du temps par mesure gravimétrique. Les essais de conditionnement sont suivis dans une enceinte climatique munie d'un hygromètre et d'un afficheur digital pour donner la consigne et les paramètres de réglage. Dans l'enceinte, nous avons placé 5 échantillons de chaque type de composite (PP/Chanvre Blanc, PP/Chènevotte et Polypropylène Copolymère vierge) pour une durée minimale de 10 jours. Les pesées sont réalisées sur une balance électronique (précision de mesure = 10^{-5} g). La prise de poids par absorption d'eau M_t est calculée comme suit :

$$M_t = \frac{m_t - m_0}{m_0} * 100 \quad (1)$$

Où m_0 est la masse d'échantillon initiale, m_t est la masse d'échantillon après une durée de vieillissement t .

Pour les différentes températures et pour les humidités relatives correspondantes, nous n'avons pas remarqué une variation sensible du poids des échantillons. Nous avons retenu les résultats du **Tableau 5** pour une température de 22 °C et une humidité relative maximale de HR = 96 %

Tableau 5 : Prise de poids en masse d'eau

Matériau	Masse initiale (g)	Masse finale (g)	Variation (%)
Polypropylène vierge	7.1915	7.1957	0.05
PP/Chanvre Blanc	8.1824	8.2374	0.67
PP/Chênevotte	8.0253	8.0854	0.74

Le tableau montre que la prise d'eau pour les composites Polypropylène chargé Chanvre Blanc et Chênevotte est très faible. En effet, cette faible absorption peut être expliquée par la composition initiale des compounds : 70% de résine et 30% de fibres. Par contre, la résine n'a pratiquement pas varié en masse ; ceci est dû au caractère hydrophobe de la résine polymère. Donc, le Polypropylène présente une barrière ou un écran à l'absorption d'eau pour les fibres. Les échantillons composites sont insensibles à l'humidité et à l'absorption d'eau.

Dans ce qui suit, on s'intéressera aux essais mécaniques pour la caractérisation du comportement des matériaux composites injectés. Ils ont été réalisés sur les différents matériaux composites de l'étude en prenant comme référence le Polypropylène Copolymère.

III. Essais de traction à vitesse constante

Généralement, les polymères thermoplastiques présentent une déformation à la rupture plutôt élevée par rapport aux fibres synthétiques ou naturelles. Cependant, l'ajout de fibres aux polymères se traduit souvent par une rupture fragile, surtout quand des fibres courtes sont utilisées comme renfort. Un exemple d'un tel comportement est présenté dans la **Figure 5** [16]

On voit que le module élastique du composite est supérieur à celui du polymère vierge, ce qui est prévu. D'autre part, la résistance du composite (ainsi que la déformation à la rupture) est parfois inférieure à la résistance de la résine seule. Cela est lié à la microstructure du matériau qui est déterminée par la procédure de mise en œuvre et par ces constituants. Par exemple, la mauvaise mouillabilité des fibres avec le polymère se traduit par des défauts dans le matériau, tels que les vides et les agglomérats de fibres, qui favorisent une rupture prématurée. Les données de la **Figure 6** [17] relatives aux composites PP/Kénafe et PP /Lin montrent clairement qu'avec l'augmentation de la teneur en fibres, le matériau devient plus rigide et plus résistant mais, en même temps, la déformation à la rupture est significativement réduite, comparée au polymère vierge.

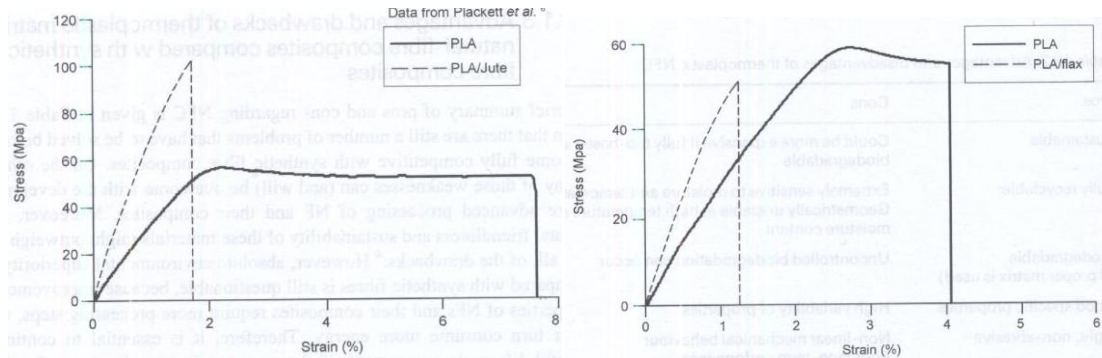


Figure 5 : Courbes de traction d'un thermoplastique (L- polylactide) vierge et chargé avec des fibres naturelles

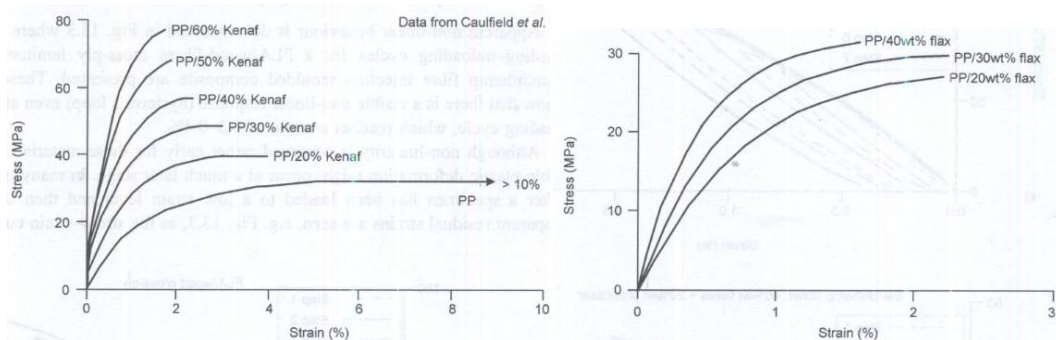


Figure 6 : Courbes de traction des composites PP/Kénaif et PP/Lin à différentes fractions volumiques des fibres

La traction est sans aucun doute le moyen d'essai le plus courant car il permet l'obtention du module de Young, du coefficient de Poisson, de la contrainte et de la déformation à la rupture.

Remarque

Le taux de renfort qu'on pourra atteindre en Chanvre est de l'ordre de 70% en poids. Cependant la transformation des compounds n'est possible, sans problème, qu'en dessous de 40% de Chanvre [4]. Dans notre cas, on traite des compounds à 70% wt résine et 30% wt fibres.

III.1. Propriétés intrinsèques en traction monotone uniaxiale à vitesse constante

III.1.1. Dispositif expérimental

Ce type d'essai est normalisé et a été réalisé sur la machine de traction utilisée précédemment pour la mesure de l'isotropie des composites (INSTRON type 1195) (**Figure 7**). Le pilotage des essais est réalisé en contrôlant le déplacement de la traverse à une vitesse de traction de 2 mm/mn et ceci jusqu'à rupture de matériau.

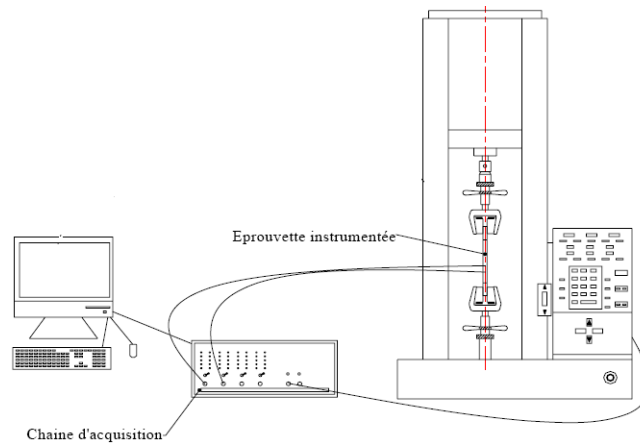


Figure 7 : Montage d'essai de traction

III.1.2. Procédure expérimentale

Toutes les données seront stockées et traitées par un ordinateur avec l'interface LabView. Les données sont exploitées à l'aide d'un environnement graphique IGOR. Les résultats d'essai sont toujours, et selon la norme NF EN ISO 527-2, moyennés sur 5 éprouvettes et ceci pour chaque type de matériaux (PP/Chanvre Blanc, PP/Chènevotte et Polypropylène Copolymère)

III.1.3. Résultats et Interprétations

Dans la **Figure 8**, on a superposé les réponses en traction des trois matériaux :

Le polypropylène a été étudié dans le but d'obtenir une référence et quantifier l'influence de la présence du renfort et de sa nature (fibre de Chanvre ou Chènevotte).

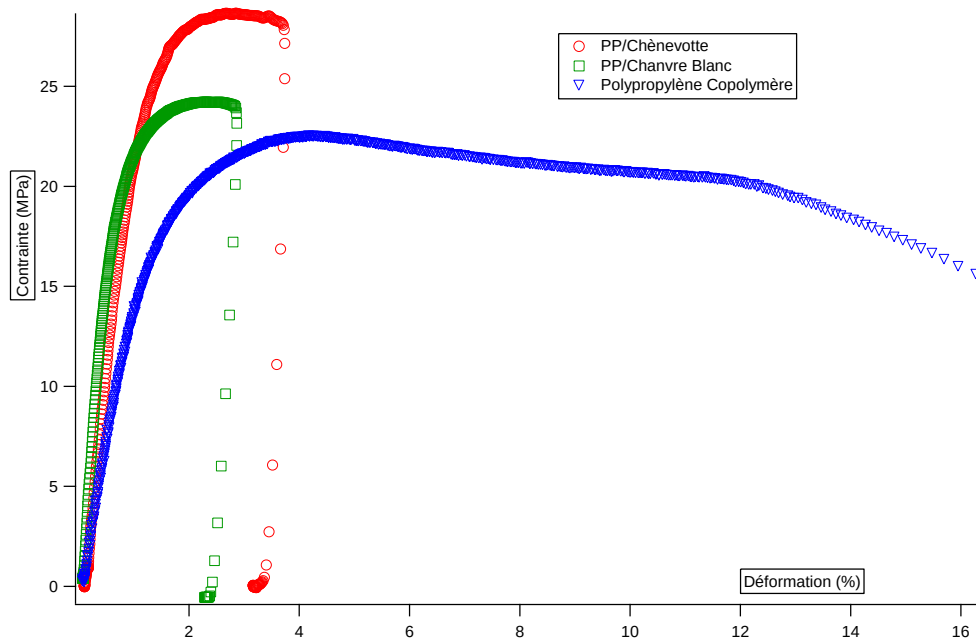


Figure 8 : Courbes contrainte-déformation des matériaux chargé et non chargé

On remarque que les trois matériaux ont pratiquement la même allure, vu que les courbes se superposent. Les allures présentent la même réponse suite à la sollicitation de traction.

En effet, on remarque que les trois courbes présentent les deux phases d'une courbe de traction classique, à savoir :

- Une partie linéaire élastique : avec une pente qui diffère d'un matériau à l'autre, expliquant ainsi d'une part, que l'ajout du renfort a rigidifié la matrice Polypropylène (le PP vierge présente la pente la plus faible) et d'autre part, cet effet n'est pas le même d'une fibre à une autre : la fibre de Chanvre présente une pente plus élevée donc, la rigidité la plus élevée par rapport à la Chènevotte (on rappelle que la Chènevotte est extraite de l'écorce de la tige ; c'est de la paille).
- Une partie non-linéaire : cette partie s'étend jusqu'à la rupture du matériau (qui sera étudié en détail par la suite).

Afin de mieux visualiser les résultats de traction, nous avons regroupé dans le **Tableau 6** les principales valeurs caractéristiques de chaque matériau.

Tableau 6 : Récapitulatif des résultats des essais de traction

Matériau	E (MPa)	σ_m (MPa)	σ_r (MPa)	ϵ_r (%)
PP Copo. Vierge	1734.6 ± 65.28	22.77 ± 0.18	15.01 ± 0.54	16.09 ± 3.27
PP/Chan. Bl.	4500.4 ± 338.34	24.46 ± 0.13	23.71 ± 0.05	2.61 ± 0.31
PP/Chènevotte	3328.2 ± 501.85	27.31 ± 1.16	26.53 ± 0.86	2.90 ± 0.92

D'après ces résultats, il apparaît clairement que le renforcement de la résine Polypropylène apporte une amélioration de la rigidité par rapport à la résine seule. En effet, on peut quantifier cette augmentation de 159.45% et de 91.87% pour le PP/Chanvre Blanc et la PP/Chènevotte respectivement.

Alors que, au niveau de la déformation à la rupture ϵ_r , la chute est très sensible par rapport au Polypropylène vierge (plus que 82%), traduisant ainsi un comportement fragile du composite dû à l'effet du renfort, et un comportement ductile pour le Polypropylène.

Par ailleurs, comme le confirme la **Figure 8**, on remarque que le Polypropylène chargé avec de la Chènevotte, malgré qu'il présente une rigidité moindre que celle de Polypropylène chargé avec du Chanvre Blanc, montre une contrainte maximale plus élevée que celle du Chanvre Blanc (σ_m est de 27.31 MPa pour le PP/Chènevotte alors elle n'est que de 24.46 MPa pour le PP/Chanvre).

Conclusion

Donc le renforcement ou l'ajout de la fibre végétale, qui est dans notre cas la fibre de Chanvre, modifie d'une façon remarquable le comportement mécanique du composite par rapport à la résine Polypropylène seule. Ce cas de figure est également observé dans la réponse en traction des composites PLA/fibres de Jute et composites PLA/fibres de Lin. En

effet, la résine PLA (résine thermoplastique) présente une déformation à la rupture ε_r (%) assez élevé par rapport aux fibres de Lin et de Jute, ce qui se traduit dans les cas des composites à renforts fibres courtes par une rupture plus fragile. Alors que le module élastique E du composite est plus élevé que celui du polymère vierge. D'autre part, la résistance maximale du composite est parfois plus faible que celle du polymère non chargé (ou vierge). Ceci est relié à la microstructure du composite qui est déterminée et/ou influencée par la procédure de mise en œuvre et de sa constitution [48].

Une question mérite d'être posée : à quoi est due cette différence de résistance, dans le cas de la Chènevotte, malgré la supériorité des propriétés mécanique de la fibre de Chanvre ?

Le paragraphe suivant (traitant de l'Emission Acoustique) présentera des éléments de réponse en expliquant en détail les phénomènes physiques qui régissent le comportement des composites.

Sur la **Figure 8**, on observe une partie non linéaire pour les différents matériaux testés. Le but maintenant est de déterminer à l'aide d'essais mécaniques les causes de cette non-linéarité. L'ensemble de ces essais ont pour but, d'une part, d'identifier :

- les phénomènes dissipatifs (visqueux, endommagement, ...) au sein du matériau et de mesurer leur importance relative : essais charge/décharge.
- appréhender les effets dus à l'augmentation de la vitesse de sollicitation sur le comportement des matériaux, afin de déterminer les modules de rigidité, leur évolution avec la vitesse, ... : essais de traction à différentes vitesses.

III.2. Traction monotone à différentes vitesses

La **Figure 9.a** présente l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation pour différentes vitesses. Celles-ci varient de 0.5 mm/mn à 1800 mm/mn, permettant ainsi d'analyser l'influence des 4 décades de la vitesse de déformation.

III.2.1. Polypropylène Copolymère

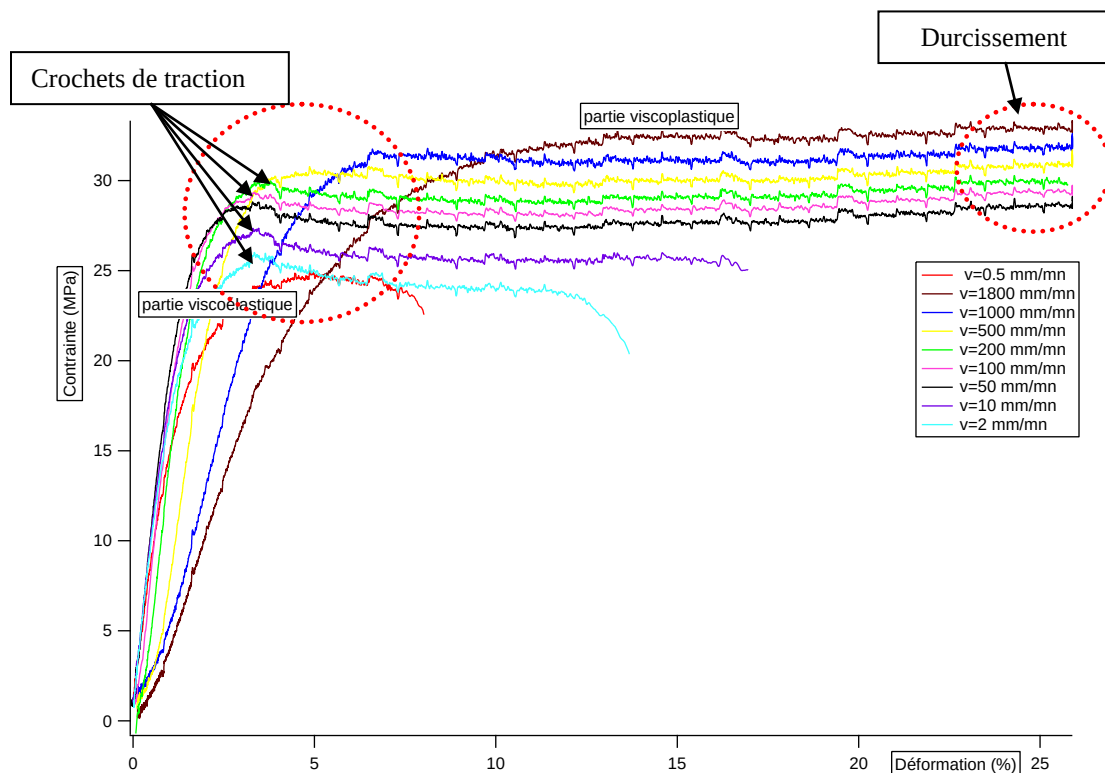


Figure 9.a : Courbes contrainte-déformation du Polypropylène Copolymère

La figure ci-dessus présente l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation pour différentes vitesses de déformation. Celles-ci varient entre $9.38 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ et $5.71 \cdot 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ (respectivement 0.5 mm/mn et 1800 mm/mn) permettant ainsi d'analyser l'influence des 4 décades de la vitesse de déformation.

Pour ces gammes de vitesse, à l'exception des hautes vitesses 1000 et 1800 mm/mn, les courbes se superposent lors des premiers instants, permettant d'avancer une première observation liée à l'effet de vitesse qui reste négligeable sur l'évolution du comportement élastique.

A partir de la vitesse de déplacement de la traverse 10 mm/mn, le polypropylène présente une déformation à la rupture importante qui croît avec la vitesse de déformation, ce qui suggère une certaine ductilité apparente dans le matériau. Ce phénomène pourra être attribué à la présence des craquelures dans le polymère (la craquelure est le plus souvent considérée comme un processus d'endommagement : la rupture, pourra être due à l'amorçage, la croissance et la rupture des craquelures donnant lieu à un front de fissure [50]).

On note aussi dans les allures des courbes de traction, la présence de « crochet de traction », observé à l'amorçage de la plasticité, qui peut être à l'origine d'une instabilité plastique due à l'accumulation d'une variation de volume critique ou d'un nombre de craquelures critique. De plus, on voit que les seuils apparents de plasticité pris au sommet du crochet augmentent légèrement avec la vitesse.

Toutes les courbes présentent un palier nommé plateau plastique, ce plateau est suivi d'un durcissement structural du matériau polymère, observé surtout en grandes déformations, ce qui donne naissance au phénomène de l'écrouissage.

L'allure des courbes de traction de la **Figure 9.a** est comparable pour les différentes vitesses. En effet, la figure montre qu'après un domaine élastique linéaire où la contrainte est proportionnelle à la déformation, on observe un comportement visqueux avec un accroissement non linéaire de la contrainte en fonction de la déformation. La contrainte maximale continue à augmenter avec la déformation jusqu'à une valeur limite σ_p dite contrainte d'écoulement plastique (les valeurs de σ_p correspondent aux sommets du crochet de traction). Ce qui représente le domaine viscoplastique.

Tableau 7.a : Résultats des essais de traction du Polypropylène Copolymère vierge

Vitesse (mm/mn)	$\dot{\epsilon}$ (s^{-1})	E (MPa)	σ_{max} (MPa)	σ_r (MPa)	ϵ_r (%)
0.5	$9.38 \cdot 10^{-5}$	1500.8±72.6	24.8±0.15	22.81±0.51	6.85±1.59
2	$36.5 \cdot 10^{-5}$	1677.68±105.73	26.04±0.16	19.87±0.93	13.43±2.12
10	$1.87 \cdot 10^{-3}$	1739.38±79.68	27.33±0.11	24.95±0.31	16.67±3.16
50	$14.89 \cdot 10^{-3}$	1880.02±53.37	28.84±0.25	28.1±0.68	25.22±1.32
100	$3.32 \cdot 10^{-2}$	1931.86±72.56	29.45±0.22	29.11±0.21	24.98±2.03
200	$5.75 \cdot 10^{-2}$	1795±61.03	29.78±0.11	29.35±0.58	24.17±3.48
500	$1.31 \cdot 10^{-1}$	1446.38±36.87	30.62±0.18	30.17±0.98	24.21±3.15
1000	$2.78 \cdot 10^{-1}$	823.47±15.4	31.66±0.23	31.37±0.68	24.99±1.99
1800	$5.71 \cdot 10^{-1}$	678.47±33.61	32.88±0.45	32.83±0.45	25.88±0.02

Les valeurs du **Tableau 7.a** (moyenne calculée sur 5 échantillons pour chaque niveau de déformation) montrent que par rapport aux essais de traction monotone, il y a une augmentation du module de rigidité jusqu'à une certaine vitesse ($3.32 \cdot 10^{-2} s^{-1}$ (100 mm/mn)), alors qu'au-delà de cette vitesse, la rigidité chute d'une façon très remarquable à partir de 200 mm/mn jusqu'à la vitesse maximale de 1800 mm/mn, la perte de rigidité enregistrée est de 65%. Un fait notable également est l'augmentation de la déformation à la rupture ϵ_r avec la vitesse de déformation : de $6.85 \pm 1.59\%$ à $9.38 \cdot 10^{-5} s^{-1}$ jusqu'à $25.22 \pm 1.32\%$ à $14.89 \cdot 10^{-3} s^{-1}$ (multiplication par un facteur de 4) pour ne plus évoluer par la suite. Par ailleurs, la valeur de la contrainte maximale enregistrée σ_{max} devient celle de la contrainte à la rupture σ_r à partir de $3.32 \cdot 10^{-2} s^{-1}$.

Conclusions :

- Au dessus d'une vitesse $3.32 \cdot 10^{-2} s^{-1}$, l'essai est trop rapide pour que la matière puisse se réorganiser : la viscosité de la matrice ne peut plus s'exprimer : baisse de rigidité.
- L'augmentation de la vitesse de déformation semble augmenter la ductilité du Polypropylène vierge jusqu'à une valeur constante.
- Il est clair que la contrainte limite du seuil d'écoulement plastique σ_p évolue considérablement. En effet, il y a rigidification du matériau avec augmentation des contraintes maximales, se traduisant par un plateau plus élevé pour les plus grandes vitesses de déformation.

III.2.2. Polypropylène/Chanvre Blanc

La **Figure 9.b**, représente les courbes de réponse contrainte-déformation du Polypropylène chargé en Chanvre Blanc à différentes vitesses de traction (en parcourant la même gamme de vitesse : 0.5 mm/mn à 1800 mm/mn).

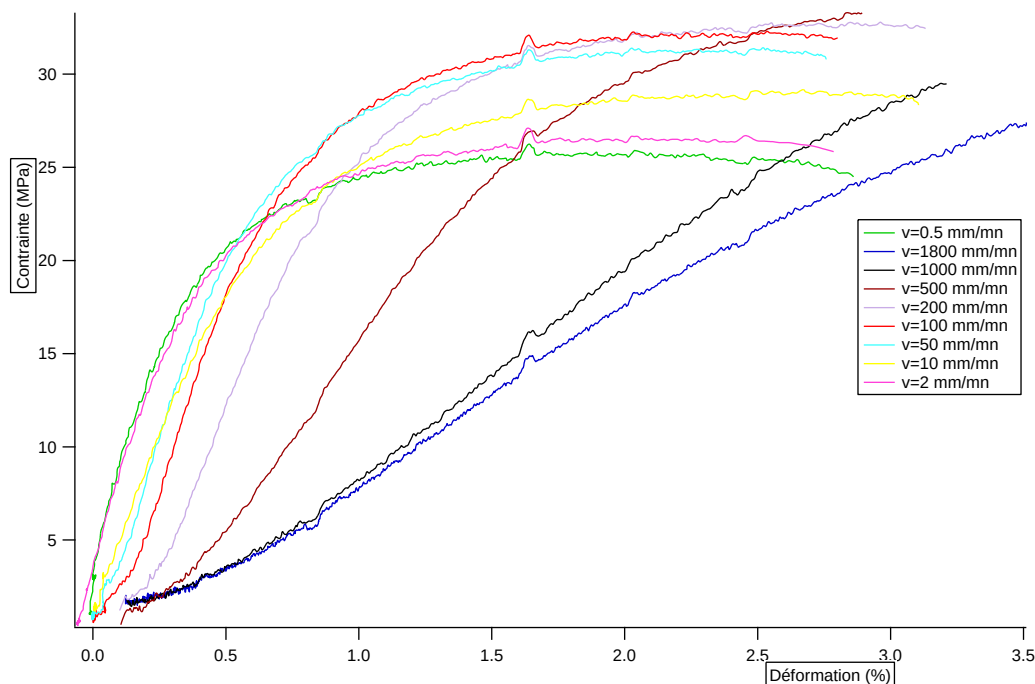


Figure 9.b : Courbes contrainte-déformation de Polypropylène/Chanvre Blanc

L'allure des courbes montre que la réponse du composite PP/Chanvre Blanc est globalement similaire à celle du Polypropylène Copolymère vierge. Néanmoins, pour des vitesses élevées et à partir de $8.3 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ (50 mm/mn ; où la rigidité maximale est atteinte pour 4425.38 MPa), la rigidité décroît jusqu'à atteindre 1022.29 MPa à $2.46 \cdot 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ (avec une chute de 76%). La déformation à la rupture ϵ_r n'a désormais pratiquement pas changé. Le seuil de plasticité évolue avec la vitesse de déformation, traduisant la présence de l'effet visqueux dans le matériau. La contrainte maximale, elle aussi croît d'une façon remarquable jusqu'à une certaine vitesse (500 mm/mn) de la traverse : on note ainsi un comportement viscoplastique. Au-delà de cette vitesse, le matériau devient plus fragile avec une charge maximale en baisse (**Tableau 7.b**).

Tableau 7.b : Résultats des essais de traction du Polypropylène/Chanvre Blanc

Vitesse (mm/mn)	$\dot{\epsilon}$ (s^{-1})	E (MPa)	$\sigma_{\max}$ (MPa)	σ_r (MPa)	ϵ_r (%)
0.5	$9.7 \cdot 10^{-5}$	3939.42±516.24	25.81±0.15	24.74±0.18	2.82±0.3
2	$32.8 \cdot 10^{-5}$	4525.58±179.15	27.03±0.11	25.57±0.41	2.93±0.15
10	$1.68 \cdot 10^{-3}$	4368.84±426.94	29.27±0.24	28.61±0.25	2.58±0.59
50	$8.3 \cdot 10^{-3}$	4425.38±88.82	31.25±0.16	30.99±0.23	2.95±0.28
100	$1.7 \cdot 10^{-2}$	4357.46±331.79	32.38±0.24	32.07±0.29	2.89±0.38
200	$4.14 \cdot 10^{-2}$	3594.38±84.64	32.73±0.37	32.34±0.33	2.76±0.46
500	$0.8 \cdot 10^{-1}$	2158.68±84.25	33.04±0.34	33.04±0.34	2.66±0.25
1000	$1.54 \cdot 10^{-1}$	1055±46.75	26.66±3.66	26.66±3.66	2.94±0.49
1800	$2.46 \cdot 10^{-1}$	1022.29±46.13	25.85±2.28	25.78±2.27	3.15±0.41

Pour le Polypropylène /Chanvre Blanc, en comparaison avec le Polypropylène vierge, l'influence de la vitesse est non significative sur le comportement à rupture (ϵ_r a augmenté pour le PP vierge alors qu'elle est quasiment constante dans le cas de PP chargé fibre de Chanvre). De plus la rigidité a subi le même sort que le Polypropylène vierge, mais le rôle du renfort reste tout de même remarquable (à 1800 mm/mn les rigidités sont respectivement pour le PP et le PP/Chanvre Blanc $E = 678.47 \text{ MPa}$ et $E = 1022.29 \text{ MPa}$).

Conclusion

Pour les vitesses les plus élevées 1000 et 1800 mm/mn, on remarquera qu'à travers les résultats de la contrainte à rupture σ_r dans le cas du Polypropylène non chargé et du Polypropylène chargé, la présence des fibres de Chanvre dans la matrice précipite la rupture prématurée du matériau (par exemple $\sigma_r = 25.78 \pm 2.27 \text{ MPa}$ et $\sigma_r = 32.83 \pm 0.45 \text{ MPa}$, respectivement pour le PP/CB et le PP vierge).

De la même façon, en gardant la même gamme de vitesse, on a essayé de suivre l'évolution de la réponse en traction avec la vitesse de déformation de Polypropylène/Chênevotte.

III.2.3. Polypropylène/Chênevotte

Les courbes de la **Figure 9.c**, montrent quasiment la même réponse que celle de composite PP/Chanvre Blanc. En effet, la rigidité croît jusqu'à atteindre une valeur maximale de 3647.96 MPa à une vitesse de déformation $\dot{\epsilon} = 7.33 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Au delà de cette vitesse on voit que la rigidité baisse d'une façon remarquable, de la même manière que pour le PP/Chanvre Blanc. Cette baisse est d'environ 72% entre la valeur maximale atteinte et la rigidité à la vitesse 1800 mm/mn. La déformation à la rupture ϵ_r n'a quasiment pas varié, ainsi que la contrainte maximale, à l'exception de celles obtenues avec des vitesses très élevées (1000 et 1800 mm/mn) (**Tableau 9.c**)

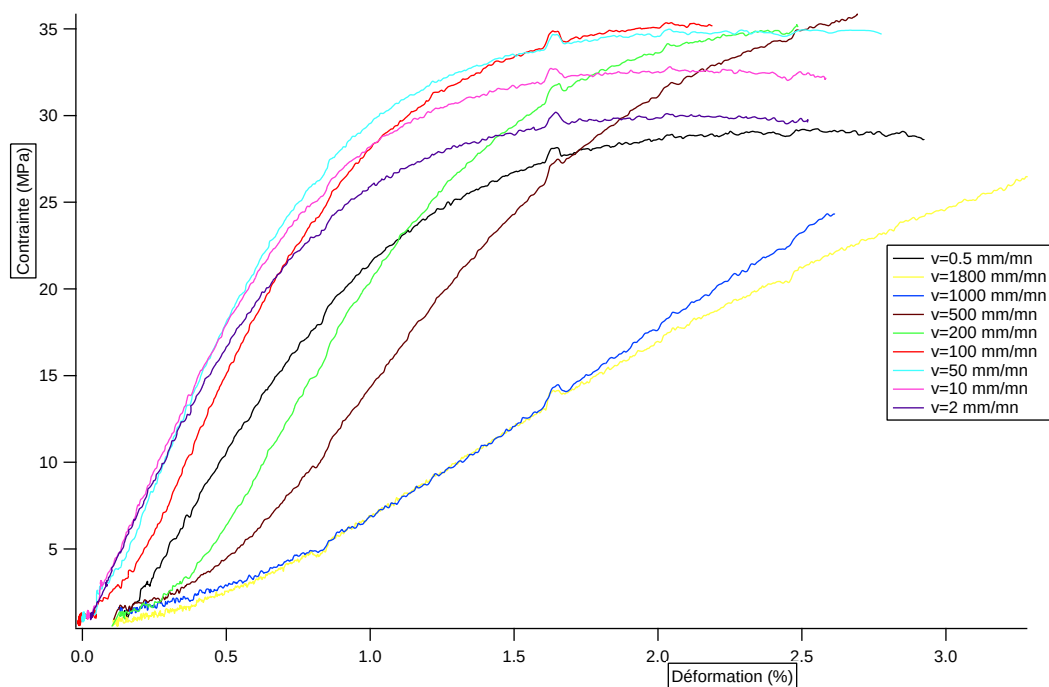


Figure 9.c : Courbes contrainte-déformation de Polypropylène/Chênevotte

La contrainte seuil de plasticité augmente elle aussi avec la vitesse de déformation, signe d'un comportement viscoplastique.

Tableau 7.c : Résultats des essais de traction du Polypropylène/Chênevotte

Vitesse (mm/mn)	$\dot{\epsilon}$ (s ⁻¹)	E (MPa)	$\sigma_{\max}$ (MPa)	σ_r (MPa)	ϵ_r (%)
0.5	$9.11 \cdot 10^{-5}$	3008.78±275.25	29.05±0.51	28.40±0.18	2.8±0.61
2	$28.8 \cdot 10^{-5}$	3598.2±128.27	30.16±0.25	29.29±0.32	2.28±0.23
10	$1.48 \cdot 10^{-3}$	3459.36±149.54	32.13±0.65	31.56±0.85	2.45±0.22
50	$7.33 \cdot 10^{-3}$	3647.96±230.03	34.67±0.39	34.35±0.46	2.64±0.23
100	$1.52 \cdot 10^{-2}$	3601.72±127.45	35.25±0.25	35.13±0.32	2.49±0.28
200	$3.05 \cdot 10^{-2}$	3264.32±206.32	35.74±0.57	35.62±0.61	2.49±0.11
500	$0.7 \cdot 10^{-1}$	2147.78±94.39	34.87±0.8	34.87±0.8	2.62±0.15
1000	$1.45 \cdot 10^{-1}$	1087.6±60.49	25.73±1.03	25.73±1.03	2.68±0.18
1800	$2.47 \cdot 10^{-1}$	1003.07±39.39	24.02±2.04	24.02±2.04	2.77±0.49

Conclusions

- Comme dans le cas du PP/Chanvre Blanc, le PP/Chênevotte présente un comportement quasi-fragile, avec des allures quasi-linéaires pour les vitesses 1000 et 1800 mm/mn. Ceci peut être expliqué par le fait que le matériau ne trouve pas le temps nécessaire pour qu'il réponde correctement à la sollicitation de traction appliquée (sollicitation rapide dans un temps très court).
- Le Polypropylène chargé Chênevotte précipite la rupture du matériau comme pour le cas du PP/Chanvre Blanc à 1000 et 1800 mm/mn (par exemple $\sigma_r=24.02\pm2.04$ MPa et $\sigma_r=32.83\pm0.45$ MPa, respectivement pour le PP/Chênevotte et le PP vierge).

- Pour les vitesses allant jusqu'à 500 mm/mn, la résine semble contrôler la situation en imposant son comportement au reste du matériau. Ce contrôle se manifeste en particulier au moment de la rupture, alors qu'au delà de cette vitesse, la rupture du composite est plutôt contrôlée par les fibres.

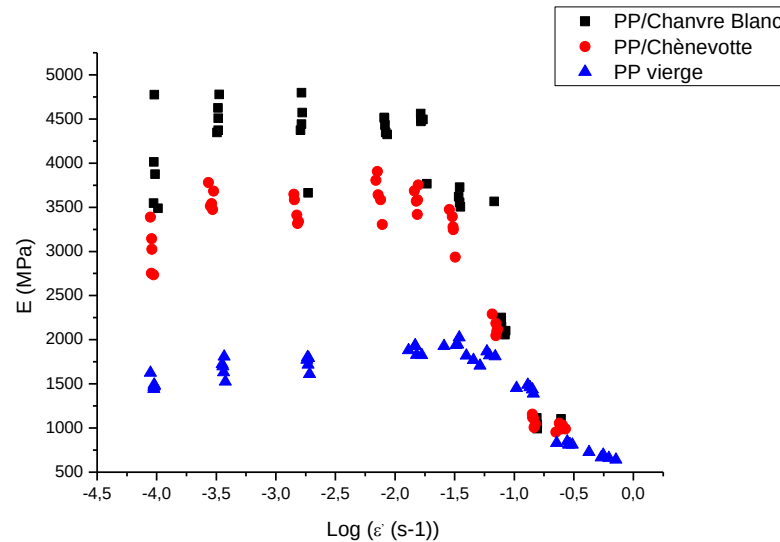


Figure 10 : Evolution de la rigidité à différentes vitesses de traction

On a résumé sur la **Figure 10**, l'évolution de la rigidité en fonction de la vitesse de déformation pour les trois matériaux. Pour les grandes vitesses de traction, la présence de la fibre (Chanvre Blanc ou Chênevotte) précipite, voire accélère l'endommagement et la rupture. Donc on peut dire que pour les grandes vitesses de traction, la résine Polypropylène seule présente un meilleur comportement à l'endommagement que si elle était chargée en fibres végétales.

Le but maintenant est de savoir si les matériaux présentent des phénomènes dissipatifs (comportement endommageable, visqueux, ...). La section suivante permettra, au travers d'essais de charge-décharge, d'en savoir plus.

IV. Essais de charge-décharge

Des essais de traction de charge-décharge ont été réalisés sur les différents matériaux. Ce type d'essai a consisté à imposer une succession de cycles par incrément de charge avec un temps de maintien à contrainte nulle entre chaque cycle, de façon à permettre au matériau de retrouver son état de référence. Nous constatons avec l'augmentation de la charge maximale imposée, la formation d'une boucle d'hystérésis de plus en plus ouverte. De retour à charge nulle, nous constatons l'apparition progressive de la déformation résiduelle.

IV.1. Polypropylène Copolymère vierge

Sur la **Figure 11.a** est représentée la réponse en traction cyclée de Polypropylène Copolymère vierge. La machine utilisée pour la traction simple est réutilisée, en gardant la même forme et géométrie des éprouvettes, avec les mêmes conditions d'essai (Température et Humidité Relative). Les essais sont pilotés à la vitesse 2 mm/mn avec paliers de 0.2 MPa/s.

Les boucles de décharges sont calibrées de manière à éviter d'imposer une sollicitation en compression au matériau.

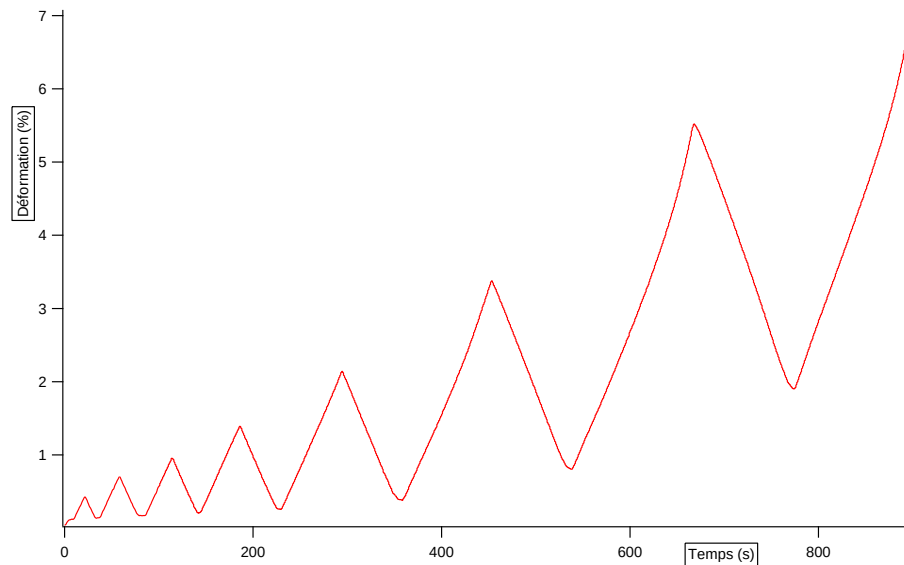


Figure 11.a : Trajet de charge/décharge du PP vierge

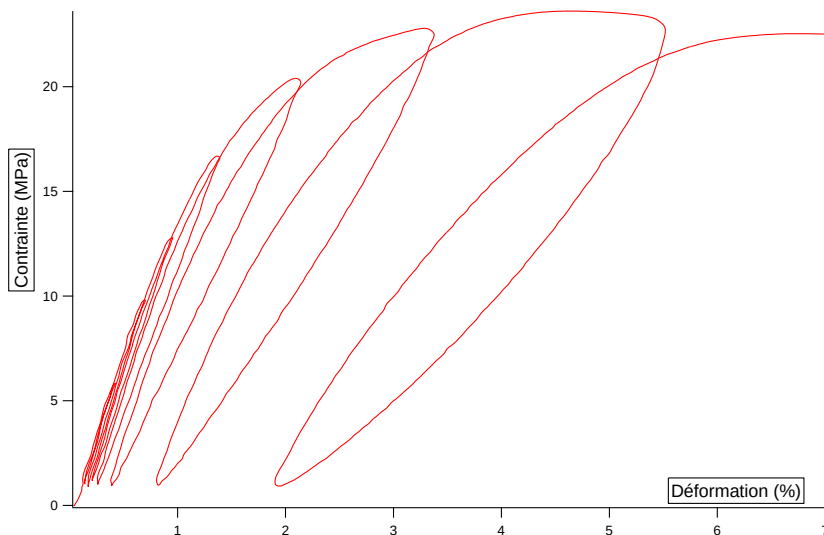


Figure 11.b : Courbes de charge/décharge du PP vierge

- Les boucles d'hystérésis s'inclinent après chaque cycle de charge-décharge jusqu'à la rupture du matériau, ceci est synonyme d'un endommagement du matériau,

- L'aire des boucles d'hystérésis augmente au fur et à mesure, ce qui indique la présence de la viscosité au sein du matériau,
- La contrainte maximale continue à augmenter après chaque palier de chargement mais évolue peu avec la déformation : plastification de matériau

La **Figure 11.b**, du fait de la sollicitation de traction répétée (d'après le trajet de charge-décharge de la **Figure 11.a**), montre qu'il y a une déformation longitudinale résiduelle permanente à chaque cycle de décharge et qui évolue avec le temps jusqu'à la rupture.

Conclusions :

- Le Polypropylène présente un comportement élasto-viscoplastique endommageable.
- Les éprouvettes testées ont toutes développé un endommagement qui se traduit par une perte de l'ordre de 65% du module initiale (en fin de l'essai, le matériau ne possède qu'approximativement 30% de son module initiale).
- La contrainte à rupture est significativement plus basse dans l'essai de traction monotone que dans l'essai de traction cyclique ($\sigma_r=15.01$ MPa en traction monotone contre 22.5 MPa en charge-décharge). La déformation à rupture est également faible ($\epsilon_r= 16.09$ % en traction monotone contre uniquement 7.07 % en charge-décharge). La raison principale est probablement que l'état d'endommagement en traction monotone est plus important que celui en charge-décharge. En effet, les fissures se referment dans chaque cycle de décharge, ce qui empêche leurs propagations par contre elles continuent à s'ouvrir et à se propager en traction monotone. La déformation à la rupture, quand elle baisse, mettant en évidence la rigidification du matériau à chaque cycle de chargement.

IV.2. Polypropylène/Chanvre Blanc

La même sollicitation de traction répétée est appliquée cette fois-ci au composite Polypropylène/Chanvre Blanc, en gardant les mêmes conditions d'essai (Température, Humidité Relative, machine de traction, nombre d'éprouvettes d'essai,).

Les résultats sont regroupés dans le graphe de la **Figure 11.c**

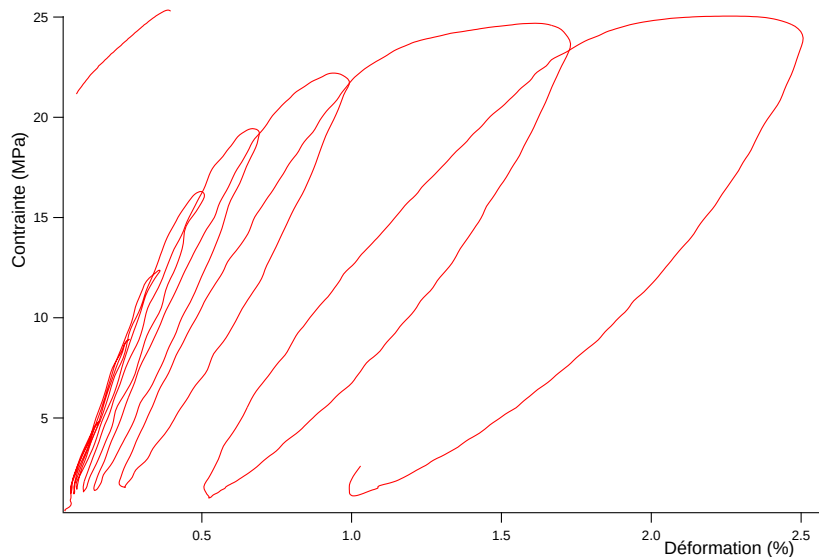


Figure 11.c : Courbes de charge/décharge du PP/Chanvre Blanc

On observe la même allure de la courbe de contrainte, ainsi que les mêmes phénomènes physiques, que pour le Polypropylène Copolymère vierge. Ce qui paraît à notre sens logique, au regard des proportions massiques du composite (70% de résine et 30% en fibre) ; donc le comportement est dominé par le comportement de la résine.

Les boucles d'hystérésis s'inclinent progressivement, ceci est dû à la diminution de la rigidité ainsi que la dégradation des propriétés internes du composite. La surface des boucles augmente d'une façon progressive mettant en évidence la présence d'une dissipation croissante d'énergie due à la fissuration.

Les conclusions suivantes, similaires à celles du Polypropylène, peuvent en effet être formulées sur le comportement du Polypropylène/Chanvre Blanc :

- Le PP/Chanvre Blanc a un comportement élasto-viscoplastique endommageable.
- Le PP/Chanvre Blanc ne garde que 50% de sa rigidité initiale en fin d'essai.
- Même si elle n'est pas très élevée, la contribution de la fibre de Chanvre reste remarquable pour la charge à rupture. En effet, la fibre sous cette sollicitation de charge-décharge garde bien cette propriété de renforcement par rapport au Polypropylène non chargée (on enregistre un $\sigma_r = 25$ MPa pour le PP/CB et 23.6 MPa pour le PP seul et ceci pour le dernier cycle avant rupture)
- Le composite PP/CB n'est pas influencé par la sollicitation. En effet, la différence est minimale voire négligeable entre les propriétés de charge-décharge et celle en traction monotone.

IV.3. Polypropylène/Chênevotte

De la même façon, et dans les mêmes conditions expérimentales, les essais de charge-décharge sur Polypropylène chargé avec de la Chênevotte ont été menés.

Les résultats de la **Figure 11.d** montre l'évolution de la réponse contrainte-déformation

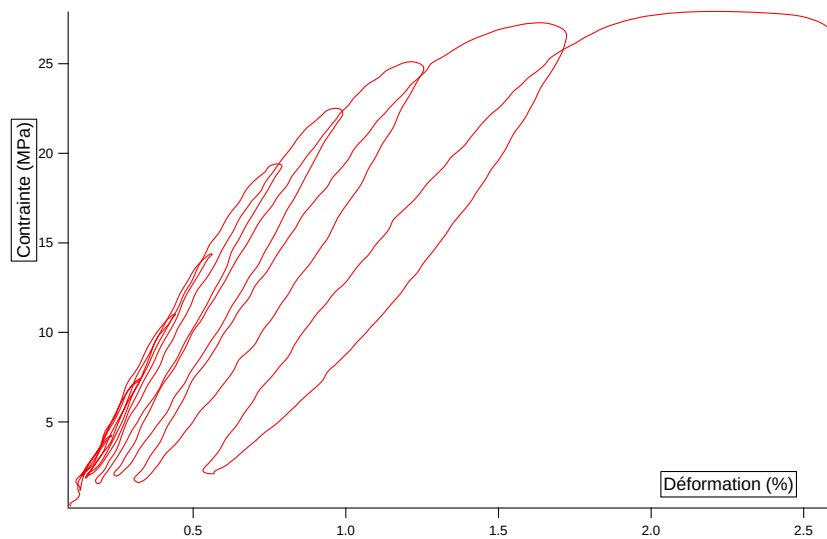


Figure 11.d : Courbes de charge/décharge du PP/Chènevotte

Le graphe ci-dessus (**Figure 11.d**) montre plusieurs phénomènes se produisant dans le matériau composite à savoir :

- Les boucles d'hystérésis avec augmentation du seuil de plasticité sont des signes de la présence non négligeable de la viscosité couplée à la plasticité.
- L'inclinaison des boucles signifie que le matériau présente des endommagements qui se manifestent par une chute de la rigidité et d'une dégradation des propriétés internes du composite : le matériau présente donc un comportement élasto-viscoplastique endommageable.
- En fin d'essai le Polypropylène/Chènevotte ne garde que 50% de son module initial,
- La contribution de la Chènevotte est cette fois-ci remarquable par rapport à la contrainte ultime. En effet, même en charge-décharge, la Chènevotte garde une bonne résistance à la rupture par rapport au Polypropylène vierge et Polypropylène/Chanvre Blanc ($\sigma_r = 27.9$ MPa pour le PP/Chènevotte et n'est que de 23.6 MPa pour le PP seul et 25 MPa pour le Chanvre Blanc).
- Le composite PP/Chènevotte n'est pas influencé par la sollicitation. En effet, la différence est minime entre les propriétés de charge-décharge et celle en traction monotone.
- Une différence remarquable dans le comportement du PP/CB et du PP/Chènevotte au niveau des boucles d'hystérésis. En effet, les boucles ont la même forme mais pas la même surface, autrement dit elles n'ont pas la même énergie dissipée au cours du processus de dommage. La Chènevotte semble dissiper moins d'énergie que le Chanvre Blanc, ce qui pourrait expliquer en partie les différences entre les contraintes maximales observées en traction monotone.

La **Figure 12** illustre l'évolution du module d'Young mesuré à partir des cycles pour les trois matériaux en question. Nous avons rapporté la rigidité de chaque cycle de décharge par rapport à la rigidité E_0 de premier cycle en fonction de la contrainte maximale de décharge $\sigma_{\max}$.

Le Polypropylène chargé possède en fin d'essai 50% de son module initial alors que celui du Polypropylène Copolymère est à moins de 45% de son module initial.

Dans certains cas des composites (cas des biocomposites : matrice naturelle et renfort naturel) ; au lieu d'observer une chute de rigidité, on observera plutôt une augmentation de celle-ci. C'est qui est le cas des biocomposites injectés-moulés avec (40 wt% de fibres de Chanvre+20 wt% plastifiant) avec une résine d'amidon. Le module de rigidité normalisé (E/E_0) mesuré au cours de chargement, montre plutôt une croissance au lieu d'une décroissance. Ce phénomène pourra être attribué au développement des déformations plastiques ainsi qu'à des possibles orientations des fibres le long de la direction du chargement [48].

En conclusion, le renfort en Chanvre Blanc et en particulier en Chènevotte manifeste un apport sur l'amélioration du comportement global du composite par rapport à celui de la résine seule, et en particulier de la résistance à l'endommagement.

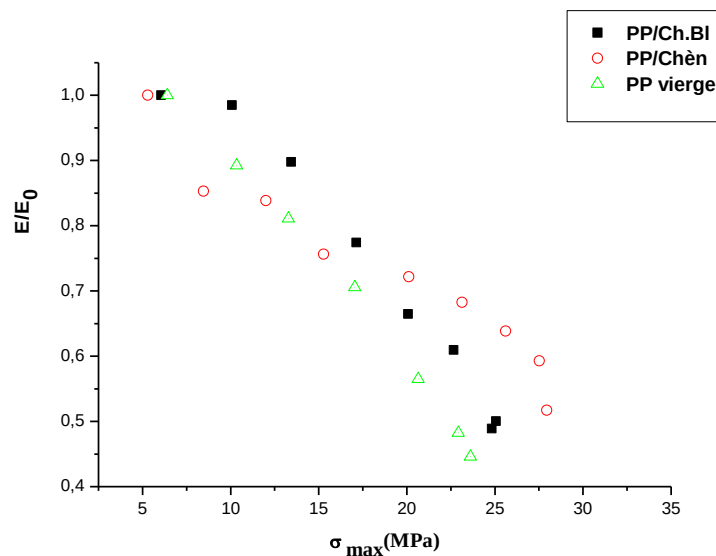


Figure 12 : Perte de rigidité Polypropylène Chargé et non chargé

Afin de soulever les doutes sur la détermination du type du comportement mécanique des nos matériaux composites, et pour conforter les résultats des essais proposés précédemment. Des essais de recouvrance, ont été effectués sur les composites PP/Chanvre Blanc et PP/Chènevotte.

V. Essai de Recouvrance

V.1. Définition

Le comportement viscoélastique d'un matériau peut être mis en évidence par un essai de fluage. Une représentation schématisée d'un essai de fluage-recouvrance est montrée sur la **Figure 13**.

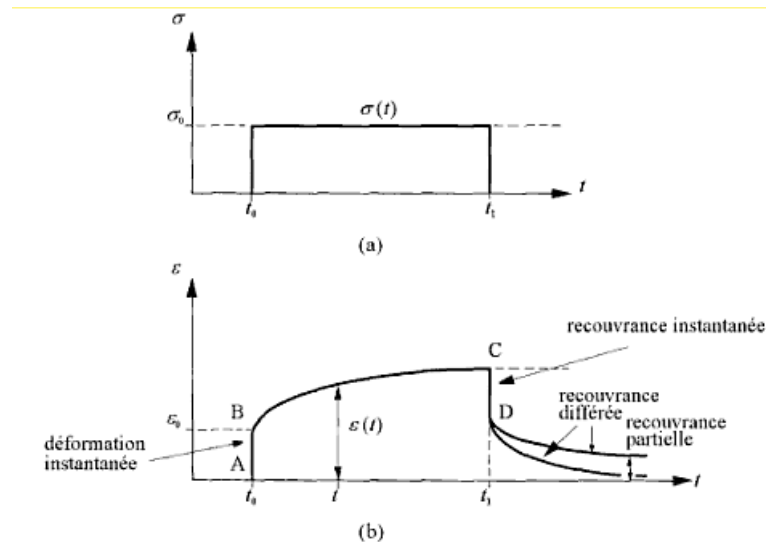


Figure 13 : Une représentation idéale d'un essai de fluage-recouvrance : (a) sollicitation en créneau. (b) réponse typique d'un matériau viscoélastique

Suite à l'application d'une contrainte (en forme d'un créneau) et comme le montre la figure ci-dessus, la réponse en déformation comprend :

- Une déformation instantanée ϵ_0 suite à l'application de σ_0
- Le maintien de la contrainte σ provoque une déformation $\epsilon(t)$
- La suppression de la contrainte σ_0 produit une recouvrance instantanée (synonyme d'un non endommagement ou non fissuration du matériau au cours de la sollicitation), puis une recouvrance différée qui peut être totale ou partielle (qui dépend du niveau de la contrainte appliquée et du type du matériau) [49].

V.2. Méthodologie expérimentale

Dans notre cas d'étude, on va se limiter uniquement aux essais de recouvrance sans passer par le fluage. C'est-à-dire, on charge le matériau jusqu'à une certaine valeur (on donne la consigne à la machine pilotée par un ordinateur), puis une fois la charge atteinte, on l'annule par desserrage de l'un des mors de la machine de traction et on laisse le matériau évoluer à charge nulle. On enregistre l'évolution de la déformation au cours du temps (c'est-à-dire, à la différence de l'essai de fluage on n'a pas le maintien du matériau à une charge constante pour une durée déterminée).

Les essais de recouvrance ont été conduits, sous les mêmes conditions environnementales que celles des essais de traction déjà effectués (température $T (^{\circ}\text{C}) = 22.4 \pm 2$ et une humidité relative $HR (\%) = 34.2 \pm 2$). La machine de traction utilisée est de type Zwick, asservie en déplacement à une vitesse $v = 2 \text{ mm/mn}$.

Les essais sont conduits jusqu'à plasticité du matériau (la charge appliquée est supérieure à celle de la limite élastique du matériau). A l'aide d'un extensomètre longitudinale collée sur l'éprouvette, on enregistre l'évolution de la déformation au cours du temps.

V.3. Résultats et discussion

V.3.1. Cas du PP/Chanvre Blanc

Sur la **Figure 14.a**, on montre le trajet de chargement appliqué pour le composite PP/Chanvre Blanc avec une valeur de charge appliquée $F=800\text{ N}$ ($\sigma = 20.22\text{ MPa}$).

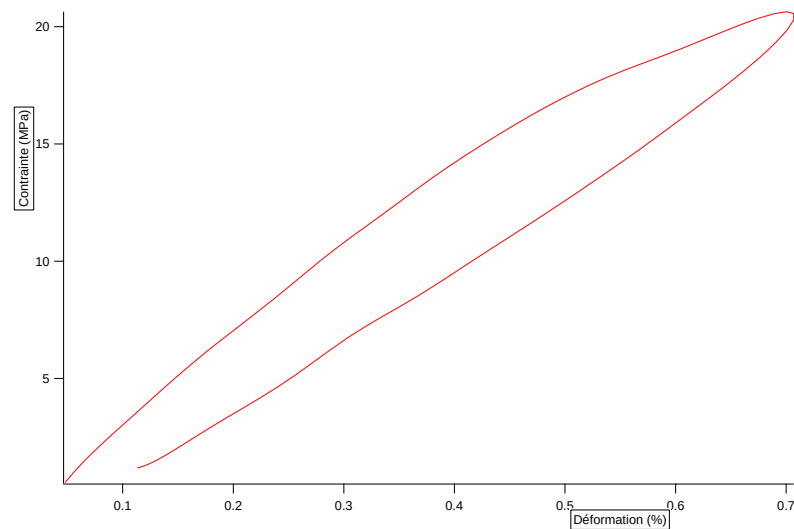


Figure 14.a : Trajet de chargement de PP/Chanvre Blanc à $v=2\text{mm/mn}$ et une charge seuil $F=800\text{N}$

A charge nulle (c'est-à-dire après desserrage du mors de la machine de traction $F = 0\text{ N}$), le fichier de déformation récupéré après une durée d'essai de 4 h est donné sur la **Figure 14.b**. Suite à l'application de cette charge $F= 800\text{ N}$, le matériau présente un phénomène de recouvrance qui se manifeste par une évolution constante et linéaire de la déformation. Cette déformation résiduelle que l'on note ϵ_r et malgré qu'elle est faible reste non négligeable et est évaluée à $\epsilon_r = 0.1\%$; ce qui suggère un comportement viscoplastique de composite.

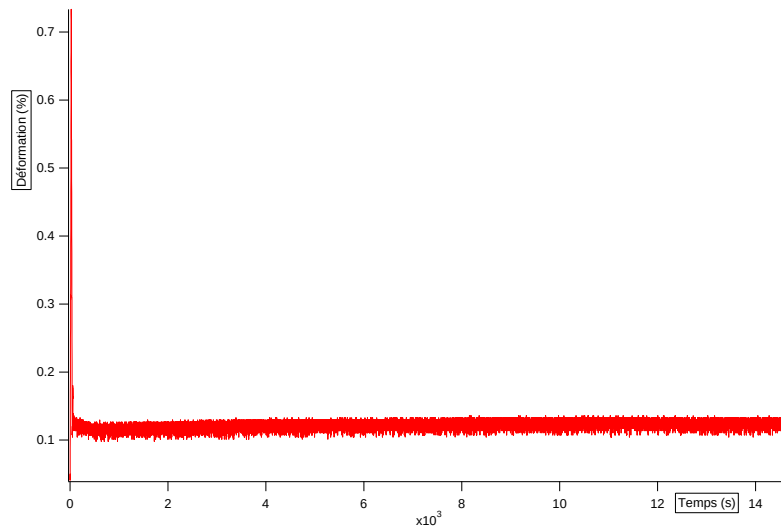


Figure 14.b : Courbe de recouvrance de PP/Chanvre Blanc pour $F= 800\text{ N}$

Pour confirmer les résultats de cette observation, et sous les mêmes conditions expérimentales, un autre essai a été mené sur le même composite (PP/Chanvre Blanc) mais cette fois la charge appliquée est $F = 900\text{ N}$. La courbe de recouvrance de la **Figure 14.c** récupérée après une durée de 4 h montre la présence, malgré qu'elle soit faible, d'une déformation résiduelle $\varepsilon_r = 0.03\%$. Donc cet essai confirme bien le caractère viscoplastique de notre composite.

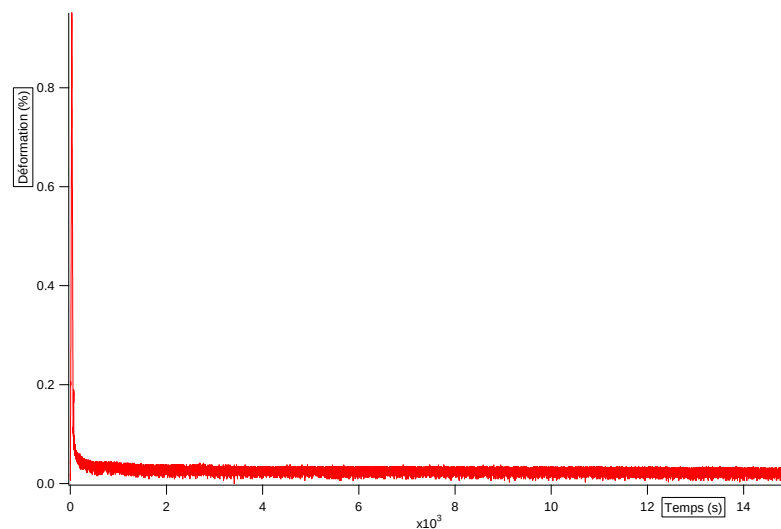


Figure 14.c : Courbe de recouvrance de PP/Chanvre Blanc pour $F= 900\text{ N}$

Remarque :

Même en appliquant une charge F plus élevée, la déformation résiduelle existe. La déformation résiduelle ε_r ne s'annule pas avec l'augmentation de la charge appliquée.

V.3.2. Cas du PP/Chènevotte

De la même façon, et sous les mêmes conditions un essai de recouvrance sur le composite PP/Chènevotte a été mené, avec une charge appliquée $F = 1000 \text{ N}$. La courbe de l'évolution de la déformation au cours du temps est donnée sur la **Figure 15** ci-dessous.

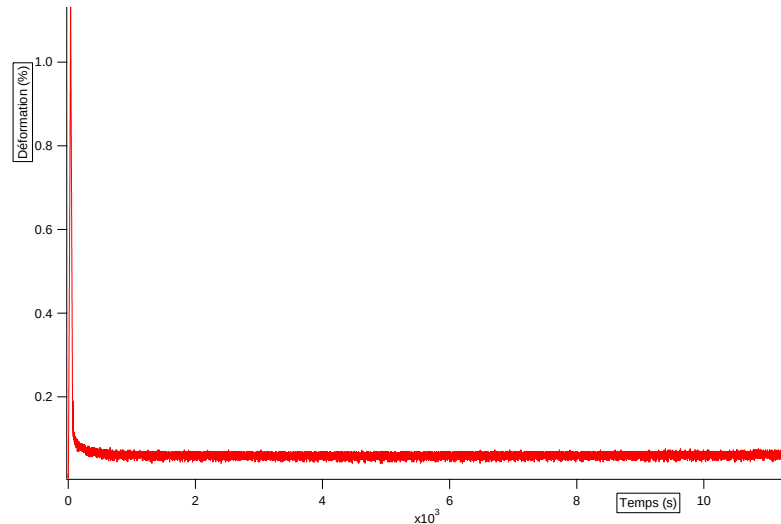


Figure 15 : Courbe de recouvrance de PP/Chènevotte pour $F=1000 \text{ N}$

Après une durée à peu près de 18 h d'essai, le résultat récupéré sur la figure ci-dessus montre que la recouvrance n'est pas totale, on observe une déformation résiduelle non négligeable de $\epsilon_r = 0.06\%$. Donc on peut confirmer que le comportement du composite PP/Chènevotte est viscoplastique.

Conclusion

Le comportement des composites PP/Chanvre Blanc et PP/Chènevotte sont bien dotés d'un caractère viscoplastique.

Comment expliquer les différences de comportement observées au niveau de la traction monotone et des essais de traction en charge-décharge, entre le PP/Chanvre Blanc et le PP/Chènevotte ? Cela passera sans doute par l'interprétation des phénomènes physiques qui s'y produisent à l'intérieur du matériau et qui sont liés au comportement de chaque constituant de base.

Pour apporter des éléments de réponse à cette interrogation, nous proposons d'utiliser la méthode de suivi de l'endommagement par la technique de l'Emission Acoustique (EA).

VI. Emission Acoustique (EA)

VI.1. Définition

L'émission acoustique est, selon la norme française AFNOR, un phénomène de création d'ondes élastiques transitoires résultantes de microdéplacements internes dans un matériau. La source de ces ondes élastiques étant le matériau lui-même. Lorsqu'il est sollicité, une partie de l'énergie emmagasinée est alors dissipée créant des microdéplacements de matière dont une fraction se retrouve sous la forme d'ondes élastiques : c'est l'émission acoustique. Lorsque ces ondes élastiques atteignent la surface, on peut les détecter grâce au capteur piézoélectrique. Ainsi en écoutant le matériau, on peut suivre son endommagement comme représentée sur la **Figure 16** ci-dessous.

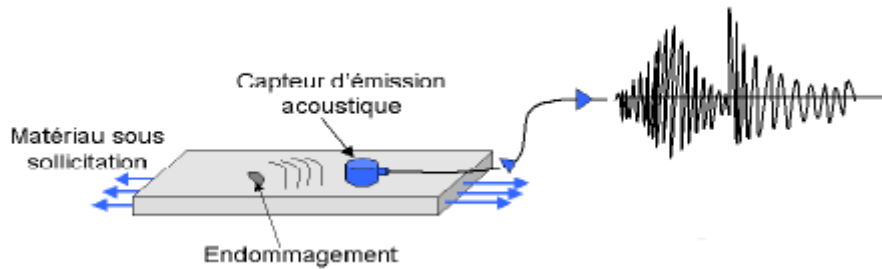


Figure 16 : Détection de l'endommagement d'un matériau sous contrainte par Emission Acoustique

Dans le cas des matériaux composites soumis à une sollicitation, chaque mécanisme d'endommagement (décohésion, fissuration intralaminare, ruptures des fibres) est source d'une onde d'émission acoustique de type « signal discret ». Le signal détecté, appelé salve (pulse), est converti en signal électrique par l'intermédiaire d'un capteur piézoélectrique situé en peau du matériau. Ainsi, pour pouvoir identifier le type d'évènement physique produit au sein du matériau, on analyse les paramètres qui caractérisent la salve. A partir d'un tel signal, sont définis différents paramètres permettant de classer les salves par famille **Figure 17** :

- Le seuil : c'est le paramètre qui gouverne le niveau à partir duquel les signaux d'émission acoustique sont enregistrés. Il doit cependant être choisi de façon à prendre uniquement les signaux issus du matériau en considération. Il est exprimé en décibels.
- Le nombre de coups : il s'agit du nombre de pics qui dépassent le seuil pendant la durée de la salve.
- L'amplitude : il s'agit de l'amplitude maximale du signal, exprimée en décibels.
- Le temps de montée : c'est le temps qui sépare le premier dépassement de seuil et l'amplitude maximale de la salve
- L'énergie absolue qui correspond au contenu spectral du signal, elle est définie par la relation : $E_{abs} = \int_{t_{initial}}^{t_{final}} (Amplitude)^2 dt$

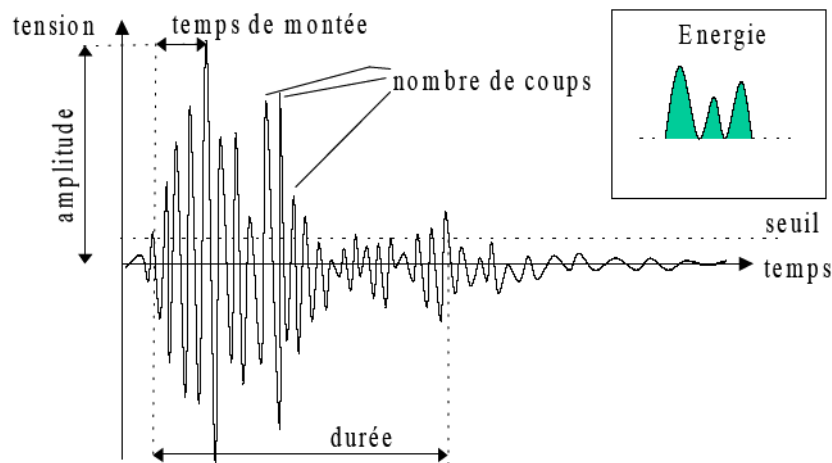


Figure 17 : Principaux paramètres mesurés en temps réel sur une salve d'Emission Acoustique

Il faut toutefois noter que les caractéristiques des salves sont intimement liées aux événements générateurs, c'est-à-dire aux mécanismes d'endommagement. Le seul moyen qui permet de remonter à l'évènement d'origine est de connaître la fonction de transfert du capteur ainsi que celle du milieu séparant la source du capteur. La difficulté de satisfaire cette dernière condition donne une idée des défis qui restent à relever dans le domaine de l'émission acoustique [18]

VI.2. Identification des signaux d'Emission Acoustique

1. Par le contenu fréquentiel

Plusieurs recherches et travaux ont été abordés sur l'étude et le suivi de dommage par Emission Acoustique sur des composites unidirectionnels carbone/époxy, sollicités en traction à 0° et 90° par rapport à l'axe des fibres, ainsi que sur des stratifiés à plis croisés [0/90], dans le but de reconstituer l'intégralité du processus de rupture. Ces études étaient basées sur l'analyse des diagrammes FFT (Fast Fourier Transform) par Calabro et al. [19,20].

D'autres travaux ont été réalisés par Mäder et al. [21] sur des microcomposites en fibres de verre/matrice Polypropylène, afin de tester la qualité des interfaces. Les études effectuées via une analyse de l'amplitude ont montré que le contenu fréquentiel des signaux de faible amplitude évolue avec les différents ensimages en fibres, cela suggère que le mode de déformation matricielle est fonction du traitement des fibres. Le contenu fréquentiel de faible amplitude et de moyenne amplitude, associé à la décohésion, varie en fonction de la qualité de l'adhésion fibre-matrice. Par ailleurs, le contenu fréquentiel des signaux de fortes amplitudes est associé à la rupture des fibres.

2. Par l'étude des salves

Plusieurs études ont tenté de différencier les mécanismes sources des signaux d'émission acoustique, recueillis lors d'essais sur les composites chargés. La plupart des études portent sur l'amplitude des signaux d'émission acoustique.

Chen et al. [22] ont étudié l'évolution de l'amplitude des signaux acoustiques enregistrés lors d'essais de flexion et de traction monotone sur des composites à fibres courtes de carbone. Les résultats obtenus comparés à des observations micrographiques, ont permis d'identifier deux zones d'amplitude : de 60 à 80 dB pour la fissuration de la matrice et de 70 à 90 dB pour les ruptures de fibres et le déchaussement.

Plusieurs travaux de Benzeggagh et al. [23, 24] ont porté sur l'étude de l'amplitude des signaux, sur différents types de composites. Pour un composite à fibres courtes de verre et à matrice Polypropylène, soumis à une sollicitation de traction en statique et à une sollicitation cyclique de fatigue, 4 zones d'amplitudes ont été identifiées. L'application d'une approche expérimentale, basée sur l'analyse des signaux d'EA et combinée aux observations microscopiques, a conduit à la proposition d'un modèle schématique des différents modes de dégradation, en leur attribuant un intervalle d'amplitude caractéristique. Ce modèle schématique d'assignation des processus de dégradation est présenté dans la **Figure 18**. Ce même modèle a été confirmé sur d'autres types de composites avec des renforts de différentes natures, tels que fibre de verre/matrice polyester, fibre de verre/matrice époxy [25,26]

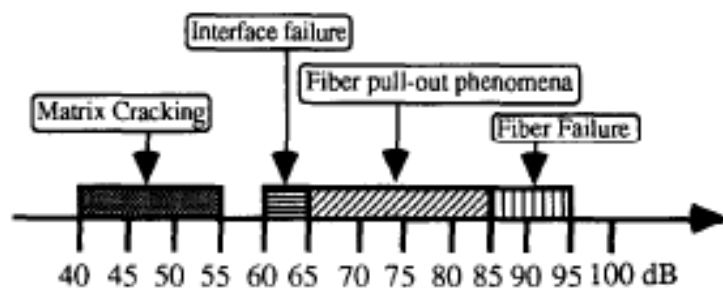


Figure 18 : Attribution de mécanisme de dommage aux amplitudes d'Emission Acoustique

40-55 dB : fissuration matricielle, **60-65 dB** : décohésion interfaciale, **65-85 dB** : déchaussement des fibres (pull-out), **85-95 dB** : ruptures des fibres.

Pour assurer une étude fiable avec l'émission acoustique, on peut disposer d'une étude multiparamétrique (fréquence, amplitude, énergie, durée, nombre de coups, temps de montée, ...). Uenoya [27] a étudié par Emission Acoustique, par le biais d'essais de flexion, le comportement de stratifiés fibres de verre/matrice époxy. Les signaux sont analysés en fonction de leur amplitude et de leur temps de montée (3 zones sont identifiées : fissuration matricielle, décohésion/délamination, rupture des fibres). Hill [28,29] a étudié, sur des cuves à pression en composite verre/époxy et carbone/époxy, l'influence de l'énergie et de l'amplitude des signaux pour prévoir la rupture de la cuve.

VI.3. Acquisition de l'Emission Acoustique

VI.3.1. Capteur et chaîne d'acquisition

Un capteur piézoélectrique large bande (une sensibilité entre 10 kHz et 1.2 MHz) est fixé sur la surface de l'échantillon (pour transformer l'onde acoustique en une tension qui

peut ensuite être traitée et caractérisée), permettant ainsi la localisation des sources acoustiques. Le couplage est assuré par l'utilisation d'un gel de silicone. Lors de l'enregistrement des signaux EA, il existe un seuil en dessous duquel aucun signal n'est pas enregistré (par exemple pour éviter tous bruits électriques et mécaniques).

Les signaux acquis ont été amplifiés par préamplificateur avec 40 dB de gain situé entre le capteur et la carte d'acquisition numérique. L'acquisition de l'Emission Acoustique (EA) est effectuée à l'aide du système MISTRAS (Euro Physical Acoustics). La chaîne de mesure inclut un préamplificateur de 40 dB.

Les formes d'ondes sont numérisées en temps réel, ainsi qu'un certain nombre de paramètres relatifs aux signaux. Les paramètres enregistrés lors des essais sont : le nombre de coups, la durée (μs), l'énergie (exprimée en attoJoule (aJ)), l'amplitude (dB), la fréquence moyenne (kHz).

VI.3.2. Paramètres d'acquisition des salves

Un réglage du système (des fenêtres temporelles) est effectué à l'aide de sources d'EA simulées par des ruptures de mine de crayons [30] à la surface de l'éprouvette (technique développée par Hsu-Nielsen pour générer une source étalon artificielle d'ondes vibratoires élastiques, simulant l'émission acoustique), **Figure 19**

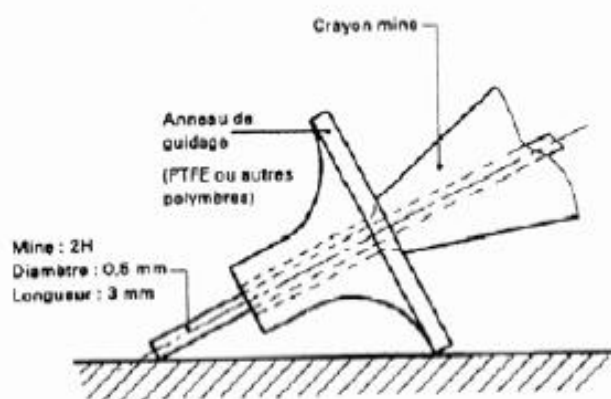


Figure 19 : Dispositif expérimental de Hsu-Nielsen

Tout d'abord, pour qu'une onde vibratoire soit reconnue comme étant un évènement, elle doit remplir différents critères de sélection. Les paramètres systèmes, permettant de sélectionner les caractéristiques d'un évènement, sont appelés dans notre logiciel, les fenêtres temporelles glissantes. Elles sont au nombre de trois :

- PDT (Peak Definition Time) : cette fenêtre sert à la mesure du temps de montée et de l'amplitude maximum, qui se déclenche au premier dépassement de seuil de signal qui est fixé à 40 dB. Et permet d'éviter de prendre en compte des mesures faites sur des propagations rapides de faibles amplitudes, non représentatives d'un évènement.

- HDT (Hit Definition Time) : cette fenêtre est utilisée pour individualiser et séparer les échos des salves. Elle permet une bonne identification de l'évènement. Elle est déclenchée par tout dépassement de seuil du signal et redéclenchée par tout autre dépassement survenant avant son terme.
- HLT (Hit Lockout Time) : cette fenêtre détermine la durée d'inhibition de l'acquisition afin de ne pas détecter d'éventuels échos : un temps mort qui suit l'acquisition de chaque salve, ce qui permet l'enregistrement des données. Elle est déclenchée lorsque la condition imposée par la fenêtre HDT est remplie.

Les valeurs de ces fenêtres (**Tableau 8**) régissent la manière dont seront calculés les paramètres des salves, et dépendent des propriétés des matériaux.

Tableau 8 : Paramètres d'acquisition du système Mistras

PDT (μs)	30
HDT (μs)	150
HLT (μs)	300

On présente par la suite les essais de traction effectués sur les différents matériaux et sous les mêmes conditions à la température ambiante (Polypropylène Copolymère vierge, Polypropylène/Chanvre Blanc et Polypropylène/Chènevotte). Ainsi que l'analyse des signaux d'EA émis par chaque matériau. Le but de l'analyse est d'identifier les signatures acoustiques des mécanismes sources de l'endommagement dans les matériaux. Le même dispositif expérimental que celui en traction monotone a été utilisé. La machine de traction est pilotée en déplacement avec une vitesse de 2 mm/mn. (**Figure 20**)

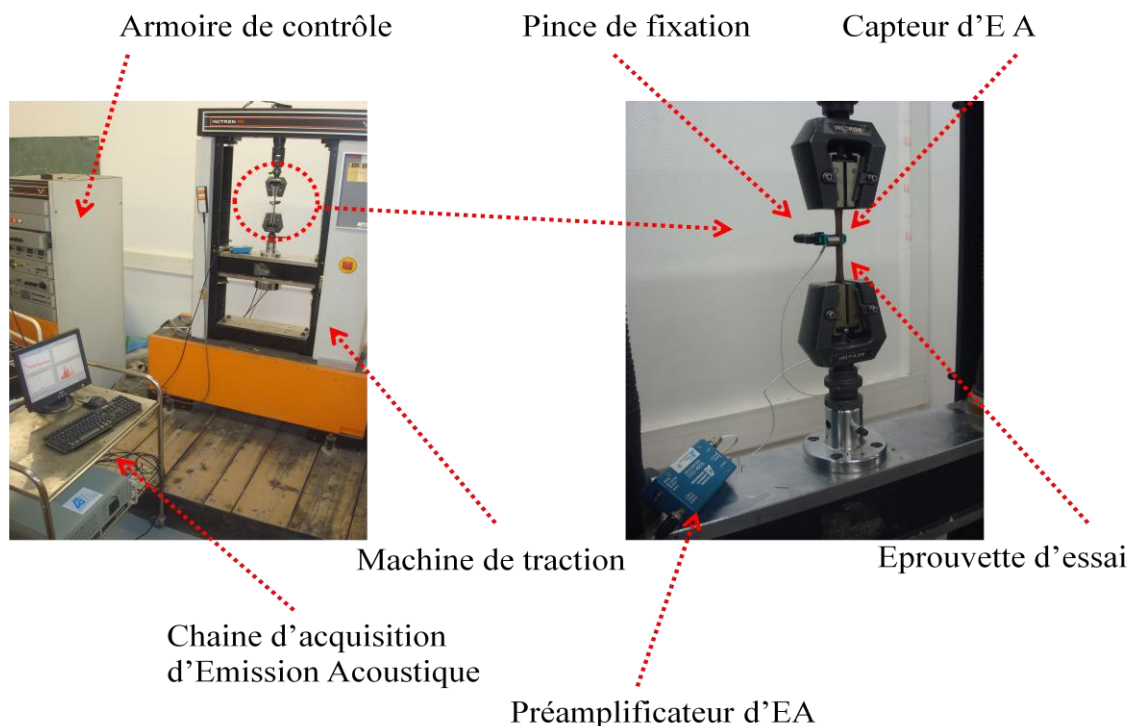


Figure 20 : Montage d'essai en Emission Acoustique

VI.3.3. Résultats d'essai

1. Polypropylène Copolymère vierge

Une série d'essais de traction sur des éprouvettes haltères en Polypropylène Copolymère vierge, a été menée en utilisant un dispositif de suivi d'émission acoustique. Un extensomètre a été collé sur l'éprouvette pour l'enregistrement de la déformation. La courbe contrainte –déformation avec suivi de l'activité acoustique pour un essai de traction est donnée sur la **Figure 21.a**. Sur cette figure on a représenté la charge et le cumul de nombre de coups qui rend compte de l'activité acoustique et de son évolution au cours du temps.

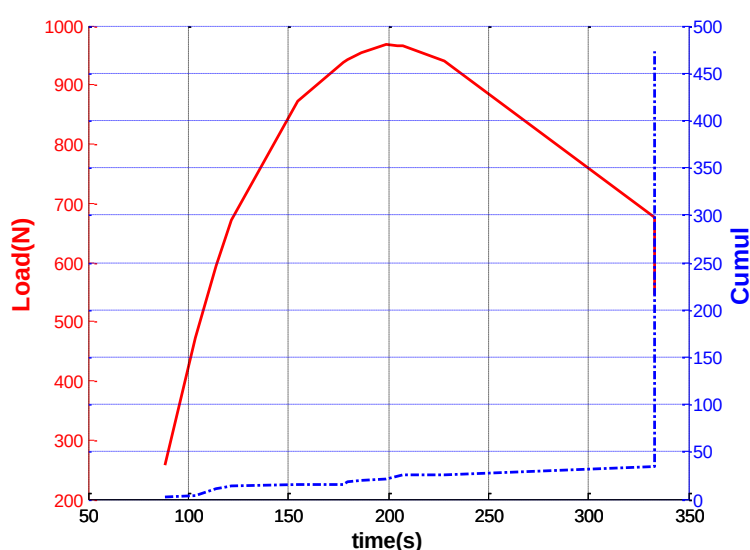
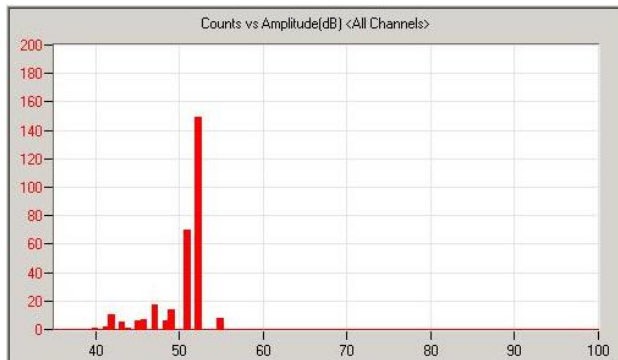


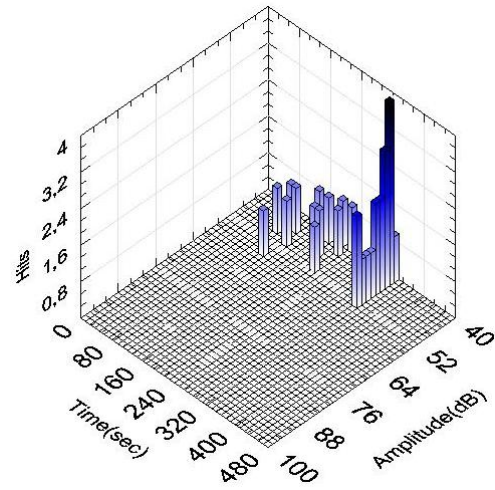
Figure 21.a : Résultat d'Emission Acoustique du Polypropylène vierge

Cette étude s'intéresse aux phénomènes en relation avec l'endommagement. La courbe de traction débute avec l'enregistrement des événements acoustiques, ce qui explique que le temps et la charge ne débutent pas à zéro (partie élastique retirée lors de l'enregistrement de l'essai de traction). Pour une durée de 88 s du démarrage de l'essai, on enregistre une activité acoustique qui lui correspond une charge de 260 N qui représente le seuil d'endommagement du Polypropylène vierge (ce seuil traduit le niveau de charge au- dessous duquel le matériau n'est pas microfissuré). Celui-ci correspond à l'apparition d'un endommagement à l'échelle micro. La rupture du matériau a lieu à 334 s pour un nombre de coups cumulés égal à 473.

Cet essai a permis de déterminer le seuil d'endommagement ainsi que les mécanismes d'endommagement et leur chronologie. L'analyse qualitative par EA a permis de comprendre l'évolution des mécanismes d'endommagement dans le polymère. En effet, les distributions en amplitude enregistrées au cours de l'essai sont reliées à l'évolution du nombre des coups sur la **Figure 21.b**



(i)



(ii)

Figure 21.b : Emission Acoustique du Polypropylène vierge (i) Distribution du nombre de coups en fonction de l'amplitude (ii) Diagramme 3D de distribution des nombres de Hits (salves) en fonction de l'Amplitude et du Temps

Cette figure montre que la présence des pics centrés autour des amplitudes 40-55 dB associés à l'apparition de microfissures et à la rupture de la résine (confirmée par l'échelle de la **Figure 18**).

2. Polypropylène/Chanvre Blanc

Le suivi par EA de l'évolution de la traction avec en fonction du temps **Figure 22.a** montre un seuil de dommage pour une charge de 464 N à 85 s du lancement de l'essai. La rupture a eu lieu pour un nombre cumulé de coups de 1084, pour une durée de 167 s.

Par rapport au Polypropylène vierge, on remarque que l'endommagement du composite PP chargé avec de la fibre de Chanvre s'initie pratiquement aux mêmes instants (pour une contrainte seuil σ_{seuil} de 11.73 MPa pour le PP/CB et 6.57 MPa pour le PP seul) en terme de contrainte appliquée.

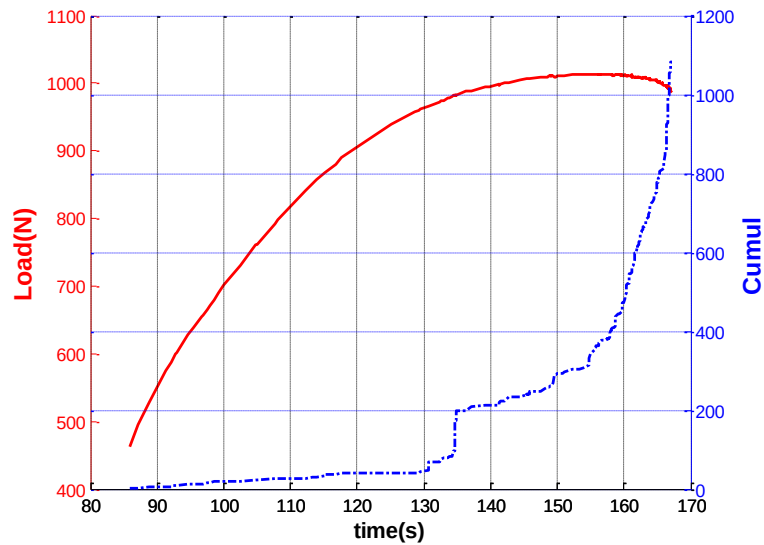


Figure 22.a : Résultat d'Emission Acoustique du Polypropylène/Chanvre Blanc

Sur la **Figure 22.b** ci-dessous est représentée la répartition du nombre de coups en fonction de l'amplitude de l'Emission Acoustique. Les premiers endommagements apparaissent, comme dans le cas du PP vierge, autour des amplitudes 40-55 dB, au delà de 55 dB et dans la gamme 60-65 dB, on observe une rupture des interfaces fibres de Chanvre/résine Polypropylène.

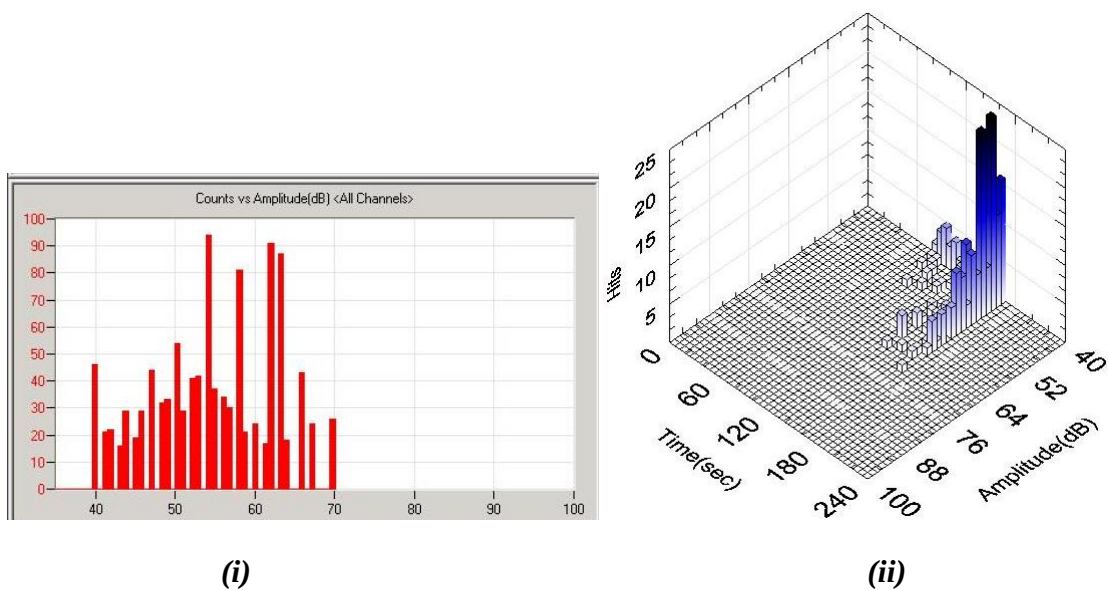


Figure 22.b : Emission Acoustique du PP/Chanvre Blanc (i) Distribution du nombre de coups en fonction de l'amplitude (ii) Diagramme 3D de distribution des nombres de Hits (salves) en fonction de l'Amplitude et du Temps

Le matériau continu à émettre de l'EA, de 65 à 70 dB, on observe sur le spectre l'enregistrement de quelques Hits (salves) qui sont liées au phénomène de déchaussement des fibres.

3. Polypropylène/Chènevotte

Dans le cas du composite Polypropylène chargé Chènevotte **Figure 23.a**, on définit un seuil d'endommagement de 515.2 N à une durée de 88 s. La rupture a lieu pour un nombre de coups cumulés de 5331 pour un temps de 172 s.

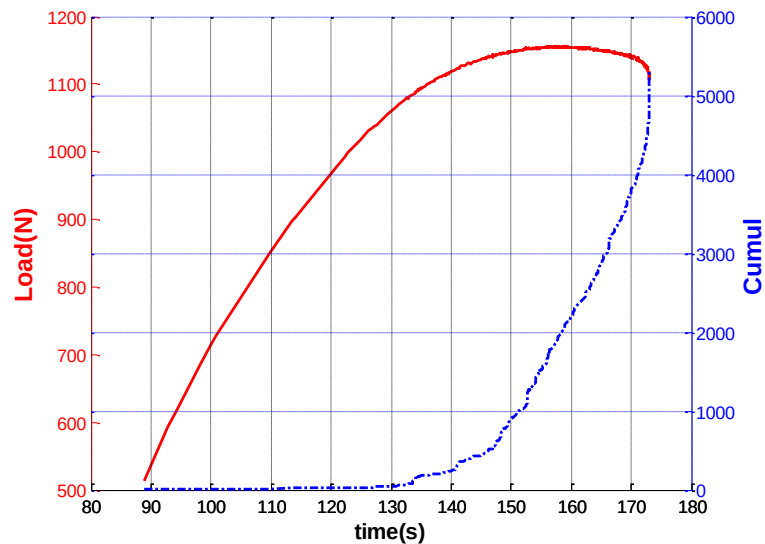


Figure 23.a : Résultat d'Emission Acoustique du Polypropylène/Chènevotte

L'évolution du nombre de coups enregistrés en fonction de l'amplitude de l'Emission Acoustique **Figure 23.b** montre un spectre plus large par rapport à celui de PP/Chanvre Blanc et de Polypropylène vierge.

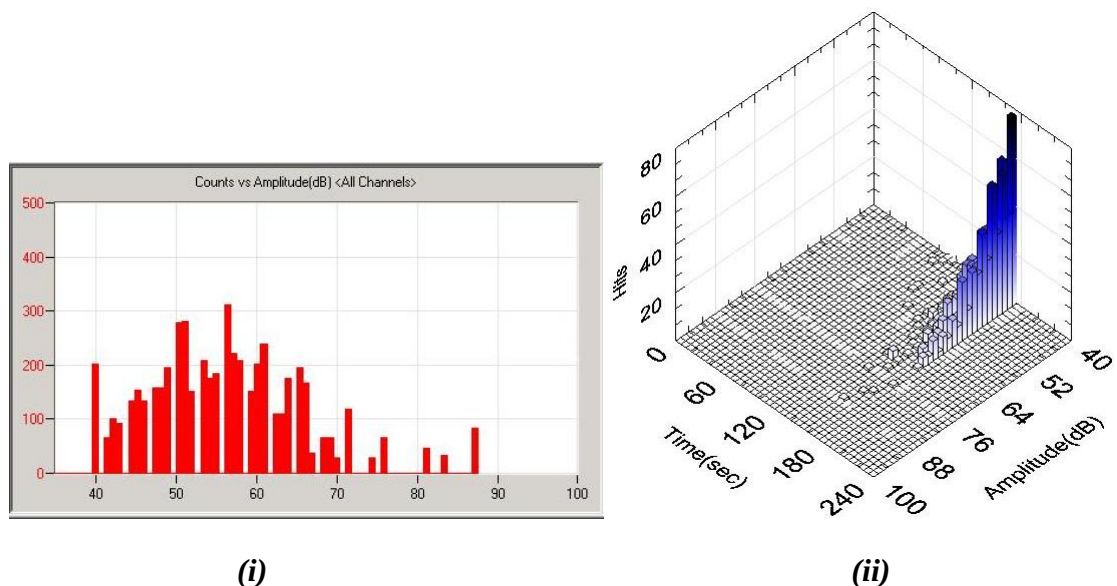


Figure 23.b : Emission Acoustique du PP/Chènevotte (i) Distribution du nombre de coups en fonction de l'amplitude (ii) Diagramme 3D de distribution des nombres de Hits (salves) en fonction de l'Amplitude et du Temps

En effet, de 40-55 dB, on a une fissuration de la résine Polypropylène, 60-65 dB, rupture des interfaces Chènevotte/résine Polypropylène. La dégradation de l'interface fibre/matrice a conduit au déchaussement des fibres, ceci est marqué sur le spectre par la présence d'évènements (apparition des coups) pour la gamme d'amplitude 65-85 dB. L'apparition des évènements aux amplitudes supérieures à 85 dB correspond aux processus libérant une forte énergie qui correspond à 46 aJ, tel est le cas des ruptures de fibres (défibrillation et rupture de la Chènevotte). Ce phénomène est totalement absent dans le cas de la fibre de Chanvre. **Figure 24**

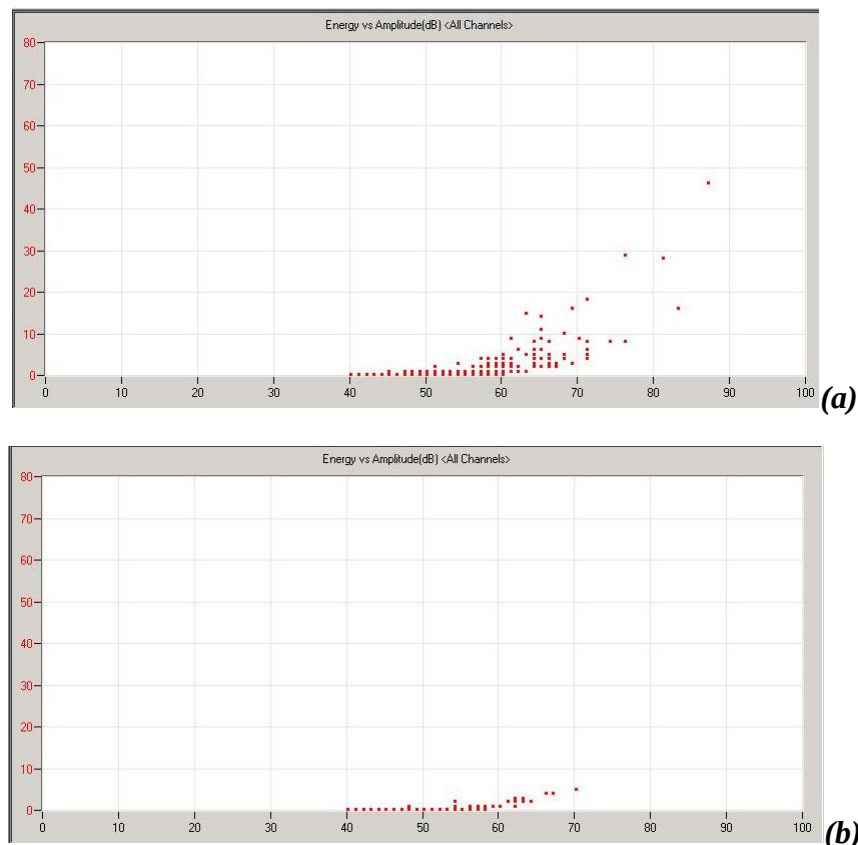


Figure 24 : Répartition de l'Energie d'Emission Acoustique en fonction de l'amplitude (a) PP/Chènevotte (b) PP/Chanvre Blanc

Remarque :

1. On voit bien, et à quelques secondes près, que le seuil d'endommagement des trois matériaux est le même, à l'exception de la charge seuil du déclenchement du processus de dommage qui est différente pour chaque matériau. Ceci peut être expliqué en partie par la composition de base des matériaux. En effet, les composites présentent les proportions massiques à 30% de fibres et 70% de résine. Donc c'est le polypropylène qui impose le processus de dommage dans le matériau.
2. Le spectre d'Emission Acoustique de PP/Chènevotte présente plus d'évènements acoustiques par rapport à celui de PP/Chanvre Blanc 1357 Hits contre 298 Hits respectivement, **Figures. 22. b (ii) et 23. b (ii)**

Afin d'affirmer que l'endommagement correspond bien à la chronologie présentée ci-dessus par Emission Acoustique des observations de faciès de rupture des échantillons ont été effectuées.

VII. Analyse de l'endommagement par Microscopie Electronique à Balayage (MEB)

Des observations de faciès de rupture par Microscopie Electronique à Balayage (JEOL JSM 6100) ont été effectuées sur des échantillons soumis à la sollicitation de traction, à la vitesse $v = 2 \text{ mm/mn}$. Les surfaces de rupture ont été métallisées au préalable.

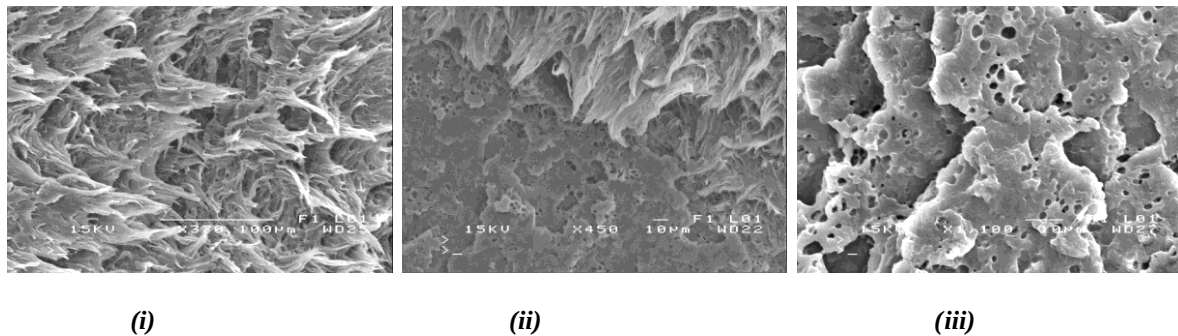


Figure 25.a : Micrographies MEB du Polypropylène Copolymère vierge

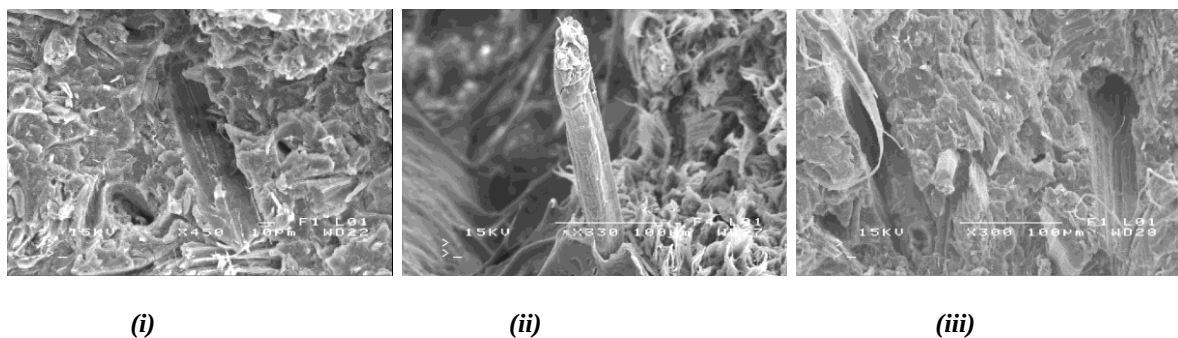


Figure 25.b : Micrographies MEB du Polypropylène/Chanvre Blanc

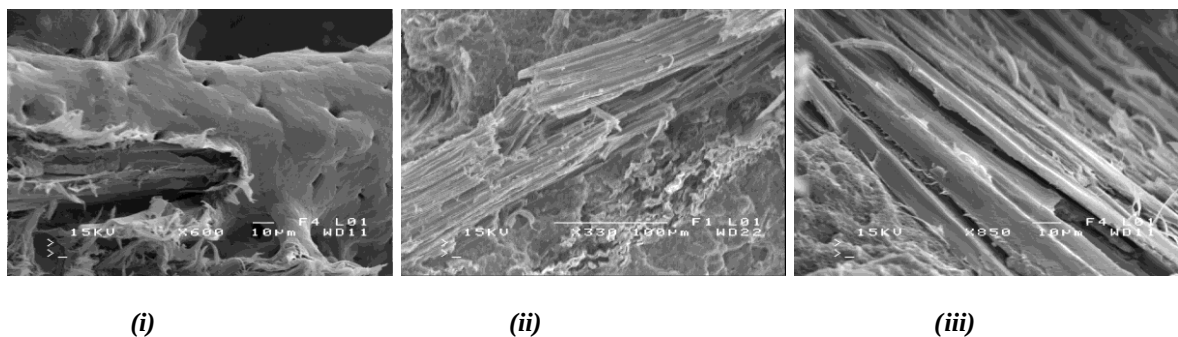


Figure 25.c : Micrographies MEB du Polypropylène/Chênevotte

La **Figure 25.a** représente pour différents grossissements les surfaces de rupture du Polypropylène Copolymère vierge. La première photographie **(i)**, prise au milieu de faciès,

montre des étirements de la résine après rupture, ce qui est un indicateur d'une rupture ductile. La photographie (iii) montre une surface de rupture plus plane avec des microporosités à l'intérieur la résine. Cette photographie prise sur les bords du faciès où s'initie la rupture montre bien qu'il s'agit d'une rupture fragile. La photographie (ii) montre la transition ductile- fragile du Polypropylène Copolymère dans la zone de rupture

La **Figure 25.b** représente pour différents grossissements les faciès de rupture du Polypropylène Copolymère chargé avec la fibre de Chanvre Blanc. Les photographies (i) et (ii) montrent des vides qui correspondent à des déchaussements de fibres (pull-out). La photographie (ii) montre que l'aspect de la fibre qui présente une surface parfaitement lisse sans présence de matrice résiduelle synonyme d'une mauvaise adhésion de la fibre avec la résine Polypropylène (mauvaise mouillabilité). La zone fibre/matrice est du type **interface**, on parle de décollement interfacial ou de rupture adhésive. Ces décollements à l'interface qui engendrent ensuite les déchaussements des fibres [31].

La **Figure 25.c** représente les faciès de rupture de Polypropylène Copolymère chargé avec la Chènevotte. La photographie (i) montre que la Chènevotte est bien couverte de la résine. La photographie (iii) confirme cette observation par la présence des résidus de résines collées sur la surface de la Chènevotte. La dégradation de l'interface est du type cohésif. Par conséquent, la zone fibre/matrice est du type **interphase**. La photographie (ii), par contre, montre un cas de défibrillation de la Chènevotte (vu qu'elle soit formée d'un assemblage des fibrilles). Ce phénomène est bien illustré par l'Emission Acoustique qui se manifeste par la présence des pics acoustiques ayant une amplitude > 85 dB (**Figure 23.b**)

Conclusions

Les essais de traction monotone, à différentes vitesses de déformation et les essais de charge-décharge ont permis de dégager les conclusions suivantes :

- Dans le cas du Polypropylène, l'augmentation de la vitesse de déformation provoque une augmentation de la contrainte à la rupture et de la déformation à la rupture ϵ_r , ainsi qu'une baisse du module d'élasticité. Ce qui se traduit par une augmentation de la résistance mécanique et une augmentation de la ductilité. Les courbes de la **Figure 9.a** montrent que la contrainte seuil de plasticité (σ_y) et la contrainte d'écoulement plastique (σ_p) varient dans le même sens que la vitesse de déformation. Ceci traduit parfaitement l'activation thermomécanique de la déformation plastique [32]. Par contre ce comportement n'est pas observé ou n'existe pas dans le cas du Polypropylène Copolymère chargé (Chènevotte et Chanvre Blanc). Les composites PP/Chanvre et PP/Chènevotte ont un comportement fragile.
- Les essais de charge-décharge et ceux à différentes vitesses de déformation montrent que le Polypropylène impose son comportement aux composites chargés, qui sont dotés d'un comportement élasto-viscoplastique endommageable.
- Les essais de traction monotone, couplés à l'Emission Acoustique corrélés à des observations microscopiques au MEB montrent que la Chènevotte présente une meilleure interface avec la résine Polypropylène que celle de la fibre de Chanvre

Blanc. Ce qui explique la valeur de la résistance maximale élevée en traction du composite PP/Chènevotte (**Figure 8**). Cet avantage peut être attribué aux propriétés physico-chimiques de la matrice Polypropylène et à son aptitude à s'accrocher à la Chènevotte : bonne aptitude du compatibilisant utilisé. On peut lier ce phénomène à la structure de la Chènevotte qui présente une faible densité ainsi qu'une forte porosité due aux nombreux capillaires présents dans sa structure interne (une particule de Chènevotte peut contenir environ 78 % d'air en volume) [33]. Cette morphologie permet peut être une bonne absorption ainsi qu'une meilleure mouillabilité avec la résine.

La technique d'Emission Acoustique est déjà largement utilisée pour des composites carbone ou verre/polyester [34], carbone ou verre/époxy [35-38] ou encore à renforts polymères [39]. Cependant, très peu de travaux utilisant cette technique ont été publiés pour des composites à fibres naturelles [40] et en particulier lorsque les fibres sont végétales.

VIII. Analyse de l'endommagement des fibres de Chanvre

Le but de ce paragraphe est de proposer une méthode expérimentale de caractérisation par Emission Acoustique du mode d'endommagement des fibres de Chanvre. Notre travail se focalise sur la détermination d'un intervalle d'amplitude caractéristique de la rupture des fibres et voir s'il y a une correspondance entre la distribution proposée de la **Figure 18** et la nouvelle distribution que l'on se propose de déterminer.

VII.1. Matériaux et méthodes d'essais

Etant donné la difficulté à mettre en place une fibre unitaire pour l'étudier correctement, nous considérons que le matériau utilisé est une mèche de fibres de Chanvre générée par un enroulement en spirale de fibres de Chanvre (fibres torsadées manuellement). Chaque échantillon de mèche de fibres de Chanvre possède une longueur utile de 100 mm. Les essais de traction sur les mèches ont été réalisés à l'aide d'une machine Instron 4411 équipée d'une cellule de capacité 5 kN, avec une vitesse de déplacement de la traverse de 0.5 mm/mn. Afin d'éviter le glissement des fils de Chanvre durant l'essai de traction, des talons en composite verre/polyester ont été placés à chaque extrémité du fil, **Figure 26.a**

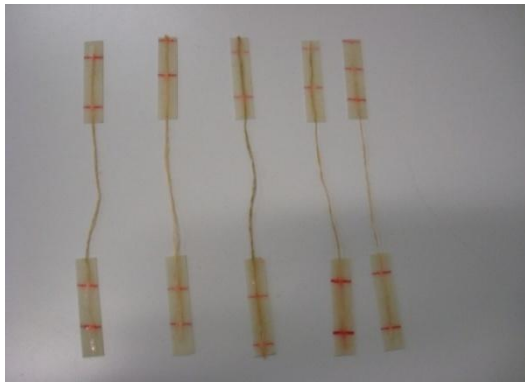


Figure 26.a : Epreuves d'essais

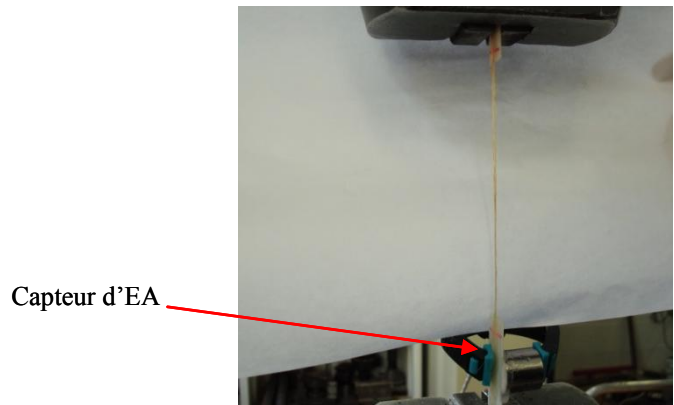


Figure 26.b : Montage des éprouvettes

La **Figure 26.b** montre le montage des éprouvettes de fils de Chanvre entre les mors de la machine de traction, avec le capteur d'Emission Acoustique fixé à l'aide d'une pince au bord du talon de fixation (en époxy/fibre de verre). Le suivi et la mise en place de la chaîne d'Emission Acoustique est identique à celui utilisé précédemment pour le suivi de dommage dans le cas du Polypropylène chargé et non chargé. 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.

VII.2. Résultats et discussions

Afin d'éviter tout souci dû à l'expérimentation ou des erreurs qui pourront avoir pour origine : la géométrie et/ou la forme de la fibre, le réarrangement et la disposition des faisceaux de fibres. Nous avons considérés deux configurations : une mèche de fibres de Chanvre où les fibres sont torsadées et une mèche de fibres de Chanvre avec des fibres non torsadés, pour ne pas avoir lieu à des soucis d'interprétation des résultats.

Les résultats d'EA sont identiques pour les deux configurations proposées et nous obtenons ainsi une réponse acoustique similaire à la **Figure 27**. Par le biais de cette technique on a pu avoir un nombre de paramètres important concernant le suivi de dommage des fibres de Chanvre. Cependant, les phénomènes d'endommagement étant des événements énergétiques, nous avons en conséquence effectué une analyse énergétique. L'enregistrement de l'énergie (exprimée en aJ) en fonction de l'amplitude (exprimée en dB) montre la présence des événements acoustiques dans la gamme d'amplitude 40-80 dB de faible énergie, ne dépasse pas 250 aJ, correspondant à la friction des fibres. Alors qu'au delà de 80 dB (à partir de 85 dB), l'énergie croît d'une façon exponentielle, et pour des valeurs élevées, on observe le début de rupture des fibres de Chanvre.

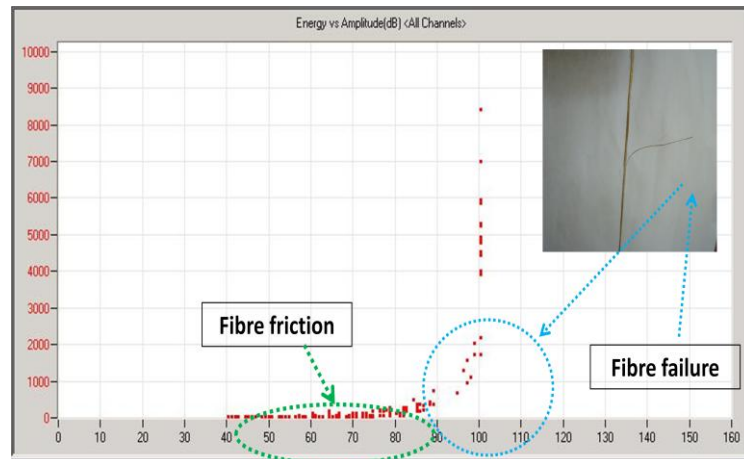


Figure 27 : Corrélation entre Emission Acoustique et mécanisme d'endommagement de fibre de Chanvre

Donc le processus de rupture des fibres de Chanvre obéit au même processus de rupture que celui déjà rencontré dans les cas des fibres synthétiques (verre et carbone) avec la même gamme d'amplitude en Emission Acoustique.

La fonctionnalisation des surfaces des fibres par des traitements chimiques a montré qu'il est possible de contrôler l'adhésion à l'interface fibre/matrice [41] des composites Polypropylène /Chanvre Blanc et Polypropylène /Chènevotte. Mais cette modification s'avère importante voire nécessaire pour obtenir de bonnes propriétés mécaniques. Cette amélioration des propriétés dépend de plusieurs paramètres, parmi lesquels la formulation initiale du matériau.

AFT Plasturgie nous a proposé une nouvelle formulation pour des nouveaux matériaux composites, afin de voir l'influence d'une telle formulation sur les propriétés intrinsèques du matériau.

IX. Influence de la nouvelle formulation sur le comportement mécanique des composites

Les matériaux sont fournis sous formes d'éprouvettes haltères par AFT Plasturgie, ayant subi le même processus de mise en œuvre par injection-moulage. Ci dessous la désignation commercial de chaque matériau. La désignation ainsi que la formulation chimique sont données dans le **Tableau 9** et la **Figure 28**

Tableau 9 : Formulations et désignation des matériaux composites

Matériau	Composition		Désignation
	Renfort	Résine	
PP/Chanvre-OF 1385	30%	5% Exxelor VA 1202+65% PP Moplen EP 600 V	A
PP/Chanvre-OF 1386	30%	5% Exxelor VA 1840+65% PP Moplen EP 600 V	B
PP/Chanvre-OF 1387	30%	3% Bondyram 1008+6% Metocene MF 650X+61% PP Moplen EP 600V	C
PBS/Chanvre-OF 1383	30%	70% Bionolle 1020	D

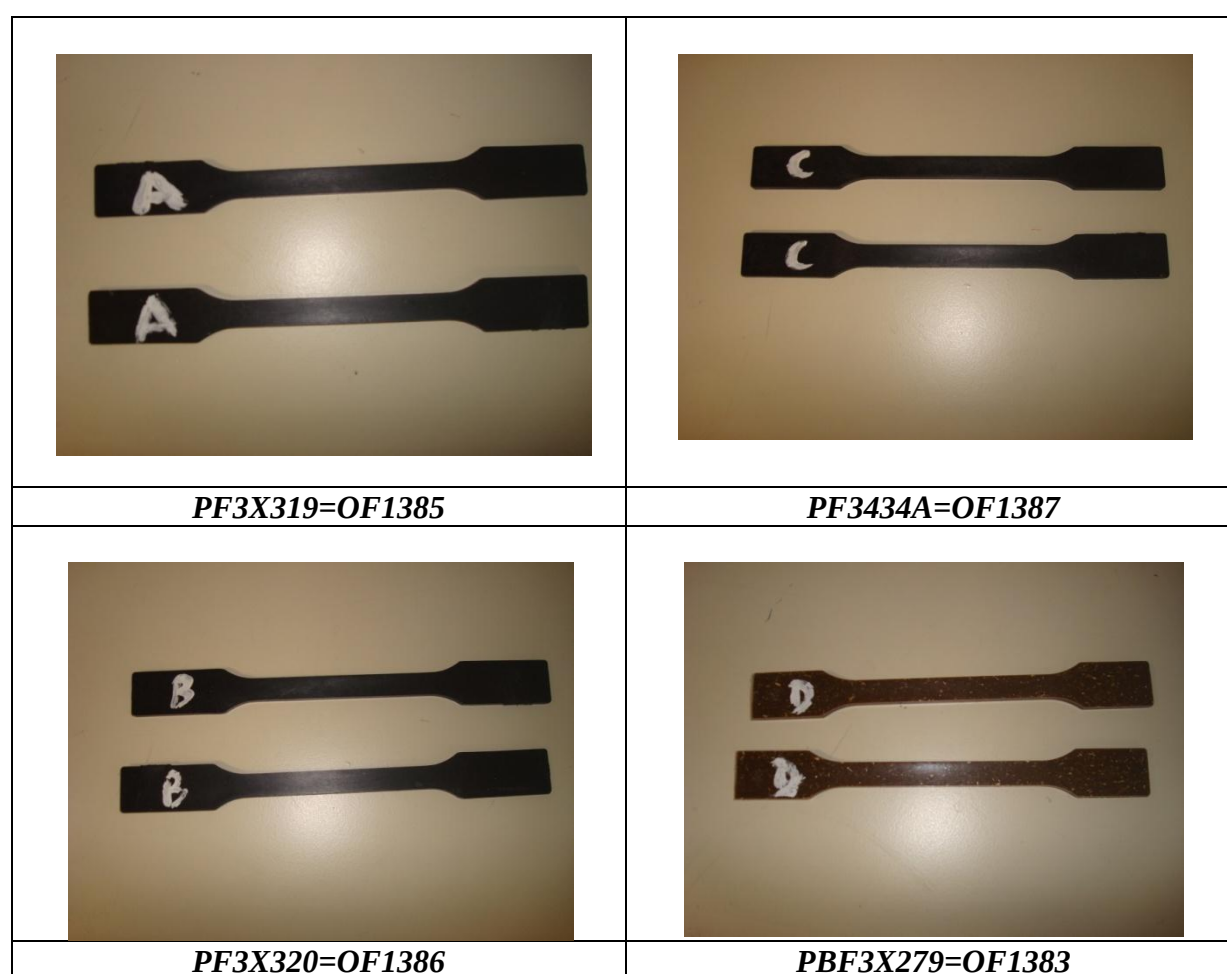


Figure 28 : Géométrie des éprouvettes d'essai

Tous ces matériaux ont la même composition en fraction massique des fibres, 30 % en fibres de Chanvre mais avec des compositions différentes de la résine.

Les éprouvettes A, B et C ont les mêmes dimensions 191*10*4 mm et une section utile $S_u = 40.72 \text{ mm}^2$. Alors que l'échantillon D a pour dimensions 171*10*4.22 mm et une section utile $S_u = 42.7064 \text{ mm}^2$, **Figure 29**

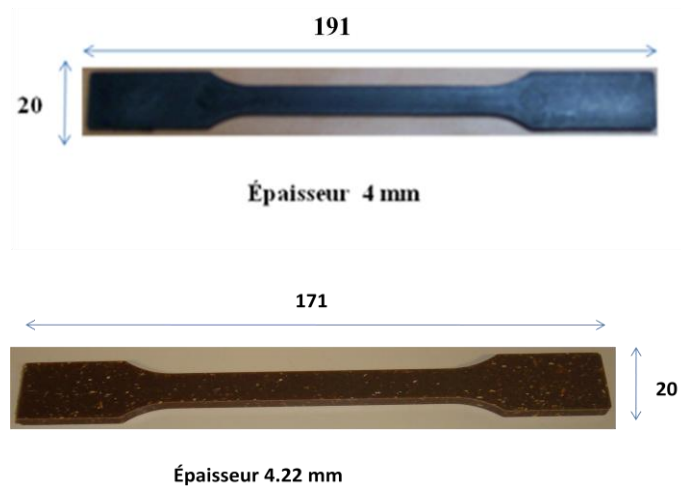


Figure 29 : Dimensions des éprouvettes

VIII.1. Moyens d'essai

Dans le but d'étudier l'influence de la nouvelle formulation sur le comportement mécanique des échantillons, des essais de traction monotone uniaxiale ont été effectués. Le même dispositif d'essai a été utilisé avec une machine Instron de capacité type 1195 de capacité maximale 10 Tonnes. Une moyenne de 5 éprouvettes a été utilisée afin de répondre aux exigences de la norme NF EN ISO 527-2 et de tenir compte de la dispersion des résultats. La machine est asservie en déplacement à une vitesse de 2 mm/mn, dans le but de comparer les différents matériaux sous les mêmes conditions. On assure le suivi de la déformation par un extensomètre collé fixé sur l'éprouvette. L'enregistrement et le traitement des données se fait à l'aide d'une chaîne d'acquisition Lab View.

VIII.2. Expérimentation et résultats

VIII.2.1. Essais de traction monotone

Sur la **Figure 30**, on représente les courbes de traction contrainte – déformation. Pour une meilleure comparaison des résultats, nous avons superposé l'ensemble des courbes des matériaux testés, y compris celle du Polypropylène chargé (avec du Chanvre Blanc et du Chênevotte) et non chargé.

Nous remarquons que, même avec une nouvelle formulation, les composites gardent tous la même allure. Les courbes se superposent au début de l'essai, définissant ainsi un domaine élastique linéaire. Par contre, il est clair que la nouvelle formulation chimique a permis d'apprécier les différences au niveau des propriétés mécaniques. En effet, on remarque que les matériaux A, B, C et D présentent un comportement plus fragile par rapport à celui du Polypropylène chargé et non chargé, avec des charges maximales plus élevées dans le cas des matériaux C et D (respectivement $\sigma_{\max} = 44 \text{ MPa}$ et 36.63 MPa).

Dans le **Tableau 10** sont regroupées les données expérimentales en tractions des différents matériaux composites.

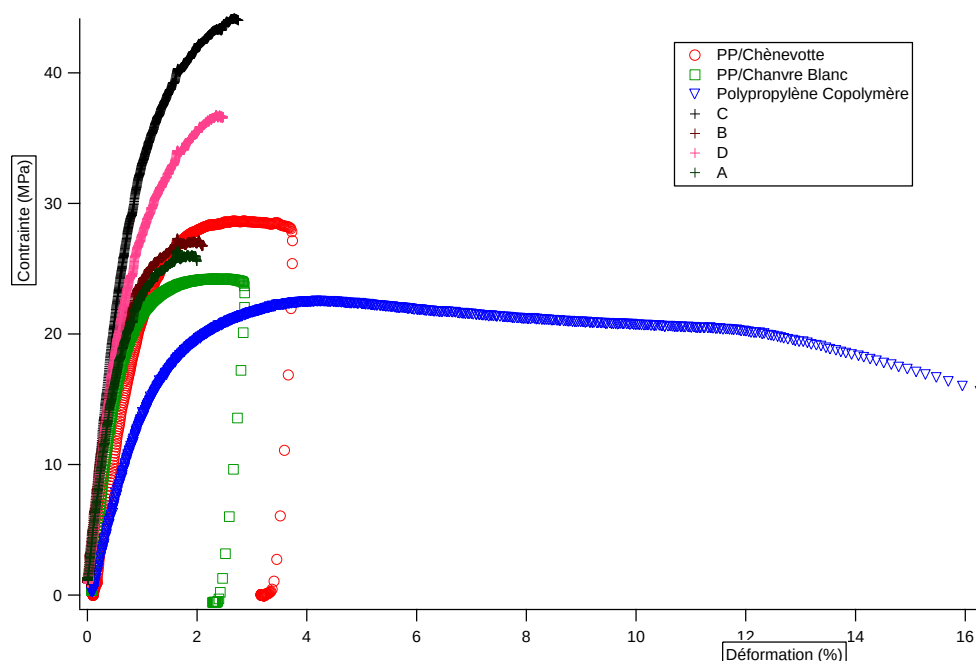


Figure 30 : Courbes contrainte-déformation des matériaux issus de la nouvelle formulation

Ces données montrent qu'une fois la résine Polypropylène est chargée, il y a une amélioration des propriétés (rigidité E , contrainte maximale $\sigma_{\max}$ et contrainte à rupture σ_r) mais une déformation à la rupture en baisse ε_r . Ce qui paraît logique vu le rôle rigidifiant de la fibre de Chanvre.

Tableau 10 : Données expérimentales des résultats des essais de traction

Matériau	E (MPa)	σ_m (MPa)	σ_r (MPa)	ε_r (%)
PP Copo. vierge	1734.6 ± 65.28	22.77 ± 0.18	15.01 ± 0.54	16.09 ± 3.27
PP/Chan. Bl.	4500.4 ± 338.34	24.46 ± 0.13	23.71 ± 0.05	2.61 ± 0.31
PP/Chènevotte	3328.2 ± 501.85	27.31 ± 1.16	26.53 ± 0.86	2.90 ± 0.92
Mat. A	3519.8 ± 321.76	24.40 ± 0.2	25.71 ± 0.11	2.04 ± 0.56
Mat. B	3635.48 ± 173.81	28 ± 1.08	27.56 ± 1.06	2.36 ± 0.41
Mat. C	4709.9 ± 319.47	44.36 ± 0.18	44.16 ± 0.32	2.79 ± 0.17
Mat. D	3842.67 ± 202.86	37.24 ± 0.40	37.11 ± 0.42	2.63 ± 0.18

Le Matériau C est commercialisé sous la référence PF3 434A, avec une matrice composée de :

- 3% Bondyram VA 1008 : un Polypropylène Copolymère modifié avec du Maléique Anhydride (PMMA), qui est un agent de couplage recommandé dans le cas de composites à base de Polypropylène (utilisé même avec des fibres de verre),
- 6% Metocene MF 650X : un Polypropylène Homopolymère.
- 61% PP Moplen EP 600V : un Polypropylène Copolymère de haute fluidité et qui présente une rigidité élevée et une bonne résistance à l'impact.

Cette composition riche de la matrice fait que le composite C aura de meilleures propriétés mécaniques en traction. La présence d'un agent de couplage tel que le PMMA améliore d'une façon significative la charge maximale du matériau. Ainsi, une augmentation de 171.5% de la rigidité et pratiquement du simple au double de la résistance maximale sont obtenues par rapport au Polypropylène Copolymère sans PMMA.

Le matériau D présente de bonnes propriétés de traction en se plaçant, avec une rigidité $E = 3842.67 \text{ MPa}$ après le Polypropylène/Chanvre Blanc mais avec une contrainte maximale $\sigma_{\max} = 37.24 \text{ MPa}$ meilleure que celle du Polypropylène/Chênevotte : Une différence qui s'explique par le fait que la matrice n'est plus le Polypropylène mais du Polybutadiène Styène (PBS) avec 70% en fraction massique.

Les matériaux A et B montrent une amélioration de la rigidité par rapport au Polypropylène Copolymère vierge, malgré une différence dans la composition de leurs formulations. En effet, au matériau A (65% de Polypropylène Copolymère) vient s'ajouter 5% d'un polymère Ethylène Copolymère fonctionnalisé à l'aide de l'Anhydride Maléique (EMA) et de faible viscosité. Cette formulation ne modifie pas d'une façon significative la charge maximale, elle reste relativement identique à celle du Polypropylène/Chanvre Blanc ($\sigma_{\max} = 24.4 \text{ MPa}$ pour les deux composites). En outre, le matériau B avec une composition de 65% de Polypropylène Copolymère et de 5% d'un polymère de fluidité importante qui est un élastomère d'Ethylène Copolymère semi-cristallin fonctionnalisé avec de l'Anhydride Maléique. Cette structure élastomère lui confère de bonnes propriétés à l'impact. Ainsi il présente surtout une bonne résistance maximale qui avoisine celle de PP/Chênevotte ($\sigma_{\max} = 28 \text{ MPa}$), mais avec une rigidité moins élevée que celle du PP/Chanvre Blanc.

Des essais de charge-décharge (en traction cyclique) ont également été effectués pour caractériser cette nouvelle famille de matériaux. La section suivante détaillera la description et les résultats obtenus.

VIII.2.2. Essais de charge-décharge

L'objectif de ces essais est de déterminer les propriétés mécaniques de chaque matériau par rapport aux propriétés de son premier cycle. Par le biais de ces essais, on pourra avoir une idée sur l'influence de la viscosité, si elle existe, sur le comportement mécanique qui se manifeste par l'apparition des boucles de décharge, ainsi que la mise en évidence de la présence du phénomène de l'endommagement et définir ainsi si c'est possible une variable d'endommagement (qui pourra être par la suite exploité comme un indicateur de la cinétique d'endommagement si cela le demande).

Les matériaux sont chargés à une vitesse de déplacement de la traverse $v = 2 \text{ mm/mn}$, le pas de chargement est constant dans chaque cycle de chargement pour chaque matériau.

Sur les **Figures 31.a, b, c et d**, sont représentés les boucles de charge-décharge de chaque matériau. Pour chaque sollicitation, on peut distinguer un domaine élastique, et un domaine anélastique, qui pourra être la contribution de la viscosité ou la plasticité ou de

l'endommagement ou l'ensemble (avec dans le cas du matériau B une plasticité plus prolongée que le reste des matériaux) où chaque décharge mécanique entraîne des déformations résiduelles. On distingue la formation des boucles d'hystérésis après chaque décharge, avec des boucles qui s'inclinent à chaque nouvelle sollicitation, une baisse de la pente mesurée à chaque décharge explique la perte de raideur due à la présence d'un endommagement.

L'aire des boucles, malgré qu'elle diffère d'un matériau à un autre, augmente après chaque sollicitation en charge-décharge, ce qui indique la présence non négligeable de l'effet de viscosité.

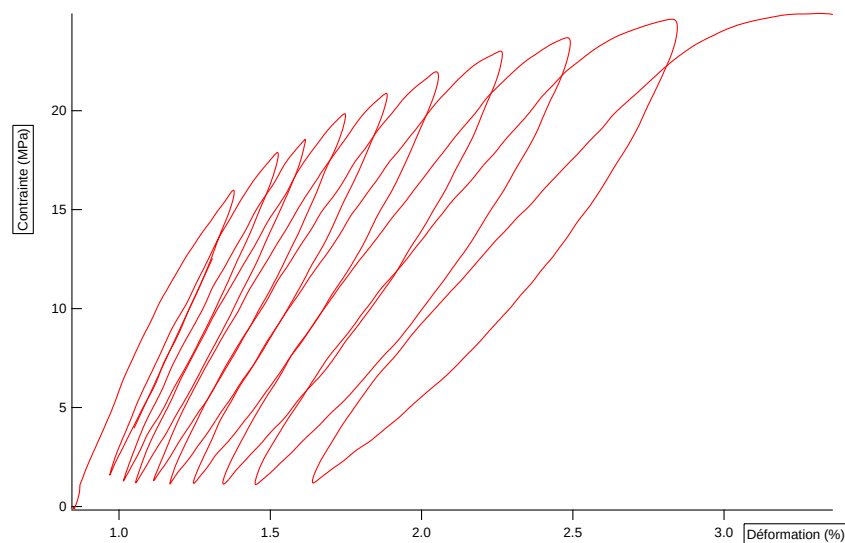


Figure 31.a : Courbes de charge/décharge du Matériau A

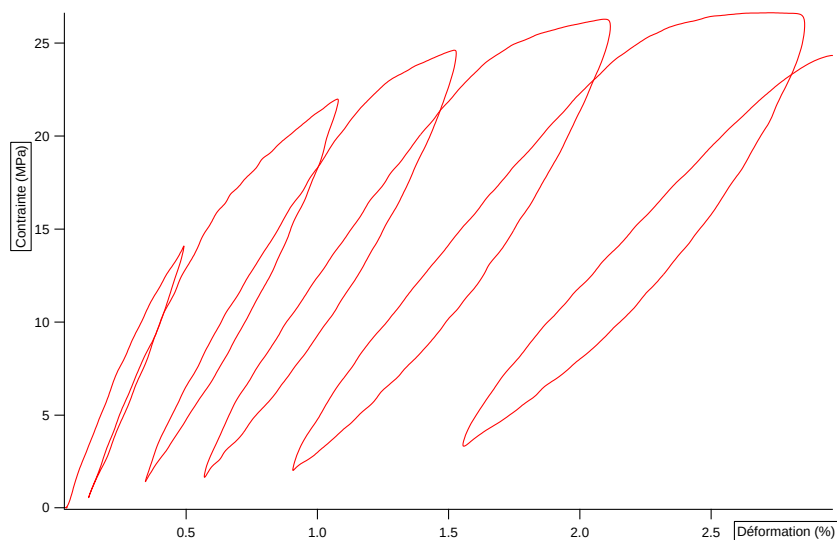


Figure 31.b : Courbes de charge/décharge du Matériau B

Dans le cas des matériaux C et D, on voit pratiquement les mêmes phénomènes de plasticité, d'endommagement et de viscosité. La composition du matériau C montre son influence même dans le cas d'une telle sollicitation. En effet, la contrainte maximale du matériau C est plus importante que celle du matériau A (43 MPa contre 24.85 MPa), traduisant ainsi des endommagements faibles dans le cas du matériau C.

En conclusion, on peut dire que les matériaux A, B, C et D présentent des comportements élasto-viscoplastique endommageable.

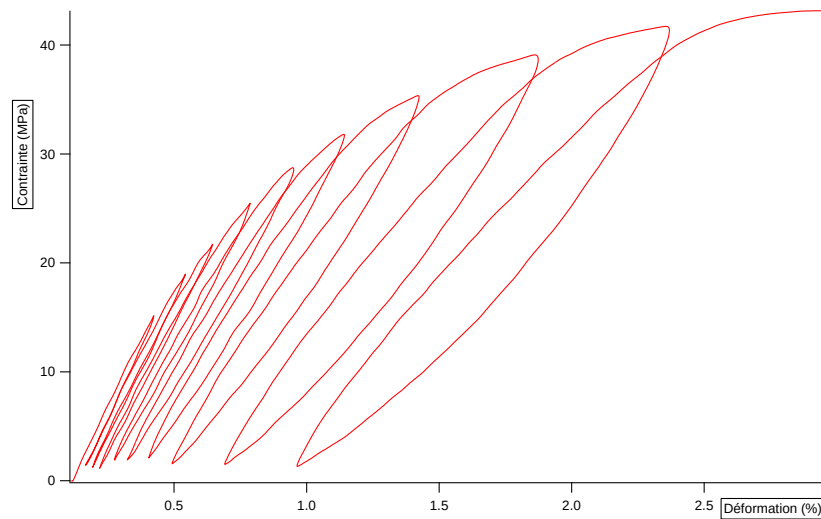


Figure 31.c : Courbes de charge/décharge du Matériau C

Sur la **Figure 31.d** ci-dessous, on a tracé, pour le matériau C, l'évolution de la rigidité en fonction du nombre de cycles charge-décharge afin de quantifier la perte de raideur du matériau. Par rapport à la valeur initiale correspondante au chargement du premier cycle, le composite, et à l'état final, présente une perte de 46.8% de sa rigidité.

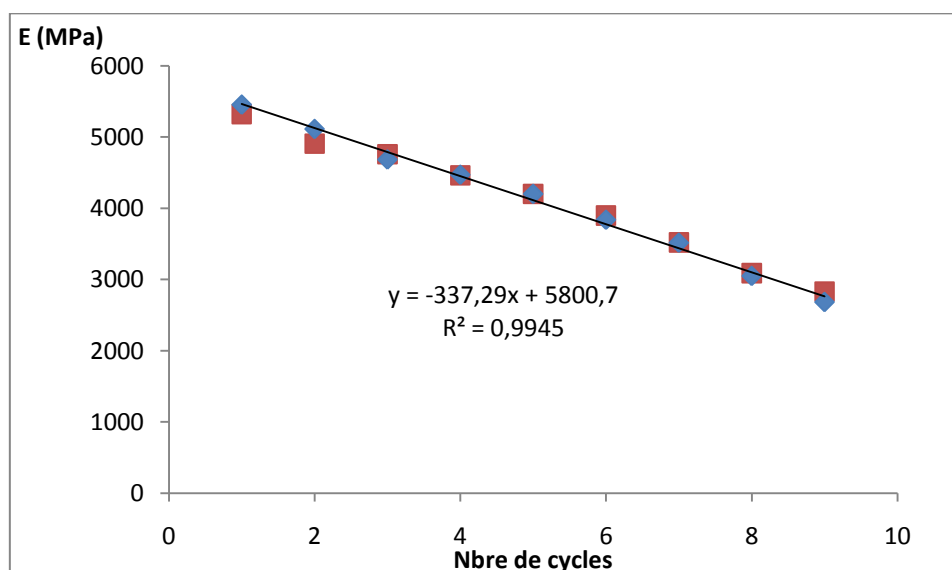


Figure 31.d : Evolution de la rigidité en fonction du nombre de cycles dans le cas du matériau C

En comparant les valeurs de pente des courbes de rigidité en fonction de nombre de cycles des différents matériaux, on constate que les composites C et D prennent la première position dans le classement. Même si elle est légère, cette différence reste considérable par rapport aux autres composites.

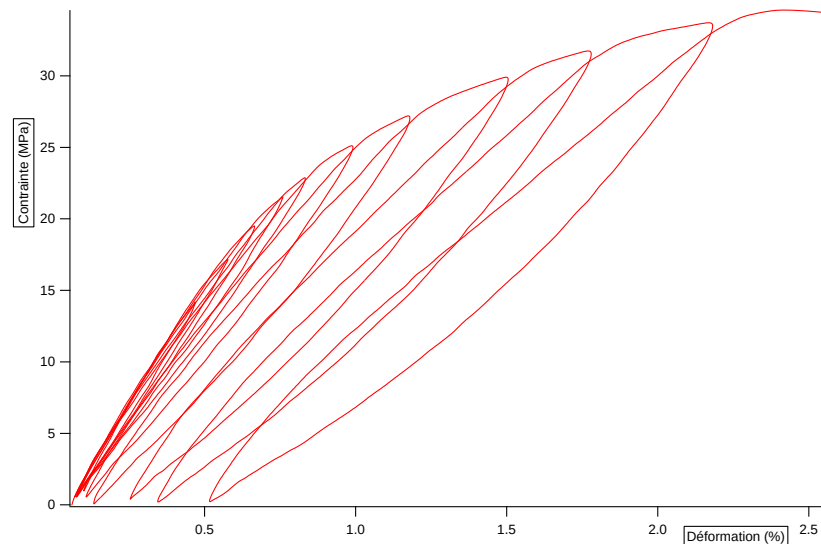


Figure 31.e : Courbes de charge/décharge du Matériau D

En déterminant la perte de rigidité sur la **Figure 32** des différents matériaux (Polypropylène chargé et non chargé ainsi que les matériaux A, B, C et D), on a pu regrouper les courbes de perte de rigidité E/E_0 en fonction de la contrainte maximale σ_{max} . Les courbes montrent que le Polypropylène Copolymère vierge ne possède plus qu'approximativement 45% de son module initial, alors que pour le Polypropylène chargé, on voit bien que la perte de rigidité est légèrement différente que celle du PP vierge. Par exemple, les matériaux A et D gardent à peu près 55% de leur module initial en fin de chargement. De même, pour le cas des composites PP/Chanvre Blanc et PP/Chênevotte qui s'endommagent moins que le PP vierge : ceci met en valeur l'influence de l'ajout du renfort végétale ainsi que l'effet de la nouvelle formulation (dans le cas des nouveaux composites) sur le comportement et à la résistance à l'endommagement des composites chargés.

Par conséquent, on peut conclure que le rôle de la fibre se présente donc comme un « inhibiteur » de l'avancement et de la propagation de l'endommagement dans les composites suite à la sollicitation de charge-décharge en traction cyclique.

Pour un chargement donné, par exemple 20 MPa, les matériaux A, C et D montrent une meilleure résistance à l'endommagement. En effet, ces matériaux gardent 90% de leur module initial, les autres matériaux sont déjà dans un stade bien évolués en endommagement.

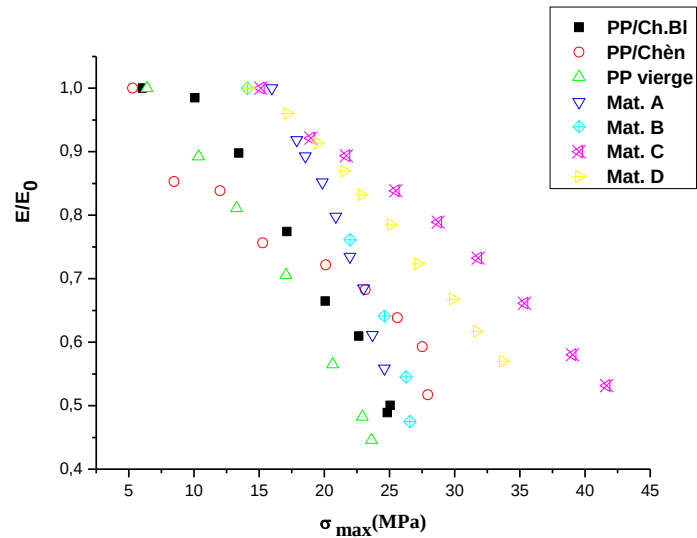
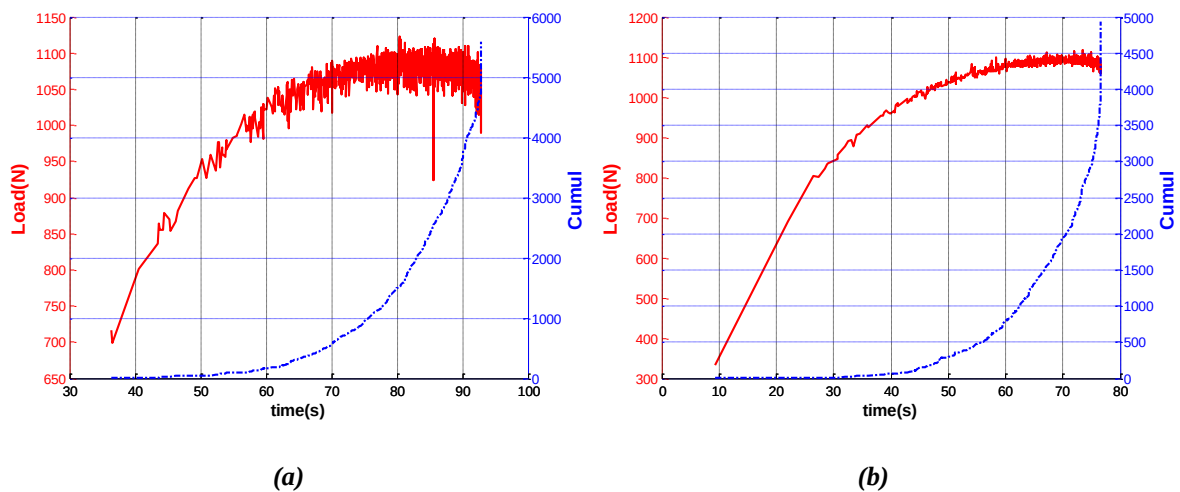


Figure 32 : Perte de rigidité des différents matériaux composites

Afin de mieux expliquer ces différences, nous avons appliqué un suivi de dommage par Emission Acoustique, comme pour le cas précédent, en utilisant la même démarche de suivi. Les premiers résultats sont représentés ci-dessous.

VIII.2.3. Emission Acoustique

On donne les courbes représentant la charge et le nombre de coups cumulés en fonction du temps.



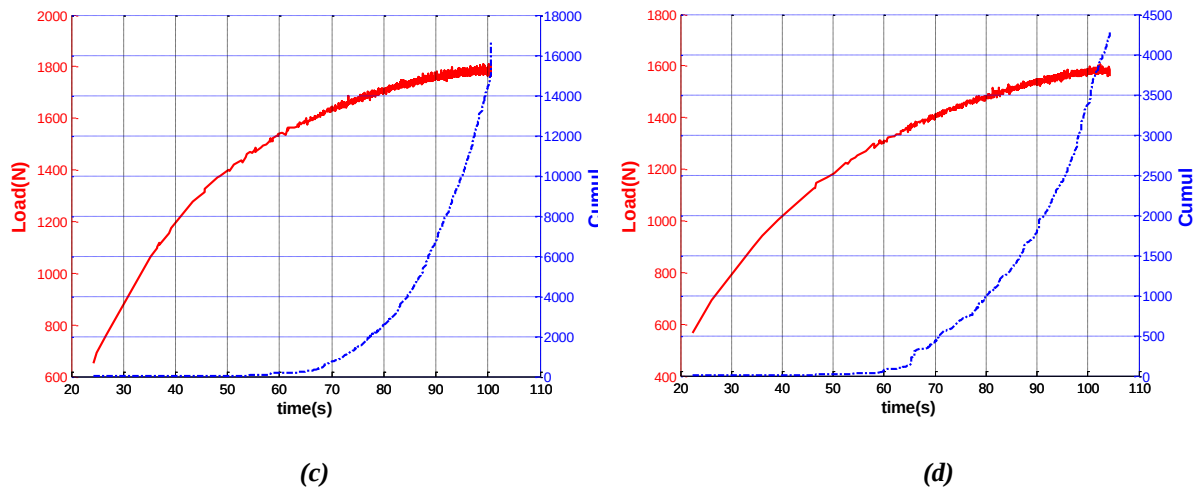


Figure 33 : Résultats des émissions acoustiques (a) du Matériau A (b) du Matériau B (c) du Matériau C (d) du Matériau D

Remarque

Sur les graphes les parties élastiques ne sont pas représentées, sauf que l'enregistrement des courbes de traction a été synchronisé avec l'apparition et la détection du premier signal d'émission acoustique lié à l'endommagement du matériau.

Les émissions acoustiques enregistrées lors des essais de traction révèlent sur les courbes de la **Figure 33** plusieurs informations intéressantes sur le comportement mécanique du matériau, à savoir :

- Le seuil d'endommagement correspondant à l'amorçage de fissure au sein de chaque matériau est obtenu pour des valeurs indiquées dans la **Figure 33/Tableau 11**. Ce seuil correspond à des micros endommagements. Au delà, le risque de fissure macroscopique est relativement important.
- Pour des charges plus élevées, l'émission acoustique de chaque matériau présente un comportement évolutif avec une présence d'endommagement de plus en plus importante.

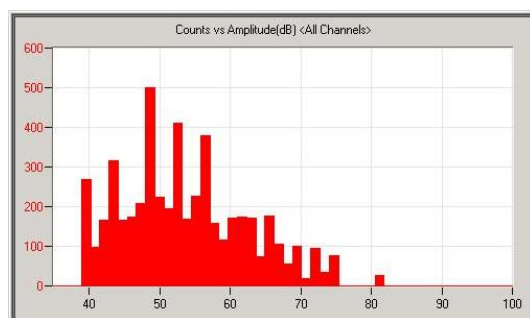
On regroupe dans le **Tableau 11** les propriétés acoustiques et mécaniques de chaque matériau.

Tableau 11 : Propriétés mécaniques et acoustiques de différents matériaux en traction

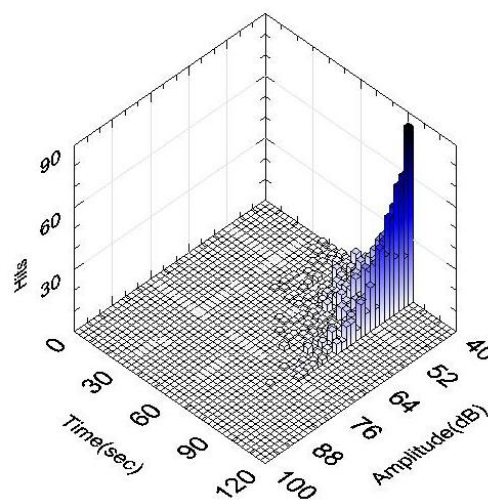
Matériau	σ_{seuil} (MPa)	σ_{rup} (MPa)	$\sigma_{\text{seuil}}/\sigma_{\text{rup}}$	ε_r (%)	Nbre des Hits
A	15.53±1.65	25.71 ± 0.11	60.4%	2.04 ± 0.56	1324±287
B	14±2.05	27.56 ± 1.06	50.8%	2.36 ± 0.41	1587±284
C	11.89±3.45	44.16 ± 0.32	26.92%	2.79 ± 0.17	3573±446
D	11.44±1.95	37.11 ± 0.42	30.83%	2.63 ± 0.18	2332±1235
PP vierge	8.06±2.4	15.01 ± 0.54	53.69%	16.09 ± 3.27	116±65
PP/Ch.Bla	11.48±2.34	23.71 ± 0.05	48.42%	2.61 ± 0.31	349±157
PP/Chènev	17.36±2.08	26.53 ± 0.86	65.43%	2.90 ± 0.92	742±521

Pour le Polypropylène chargé avec de la Chènevotte, l'endommagement apparaît à un niveau de contrainte relativement élevé par rapport aux autres matériaux, et en particulier les matériaux composites C et D. De plus, on remarque que la contrainte à rupture σ_r est faible comparée à ces mêmes matériaux. Donc, on peut dire que dans le cas des composites PP/Chènevotte, l'endommagement s'initie tardivement, en terme de contrainte appliquée, mais le composite arrive rapidement à la rupture. Pour les matériaux C et D, l'apparition de l'endommagement est relativement précoce. Cependant l'évolution de l'endommagement est plus lente. Ce retard permet alors aux matériaux C et D d'atteindre des niveaux relativement élevés en termes de contraintes maximales et à ruptures (dans ce cas les deux contraintes sont quasiment les mêmes car les deux matériaux ont un comportement est fragile). Ce constat est en accord, d'une part, avec les propriétés avantageuses des résines constituant chaque composite. En effet, la composition du composite D est à base de Polybutadiène Styrène (PBS), celle du composite C est à base d'un mélange des plusieurs polymères, parmi les principales propriétés on peut citer une excellente résistance aux impacts, une déformation à la rupture élevée (dans le cas de matériau D, la déformation à rupture $\varepsilon_r = 320\%$). D'autre part, ce constat peut également être expliqué par l'aptitude des composites C et D à dissiper de l'énergie de déformation en s'endommageant plus lentement, comme le montre la **Figure 32**. Le PP/Chènevotte présente une cinétique d'endommagement plus élevée (pente assez raide) que celles des matériaux C et D.

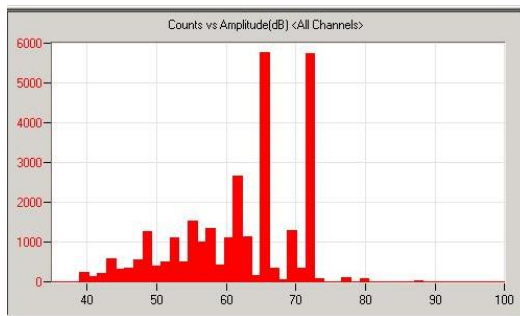
On abordera dans ce qui suit l'endommagement selon une approche qualitative par l'émission acoustique.



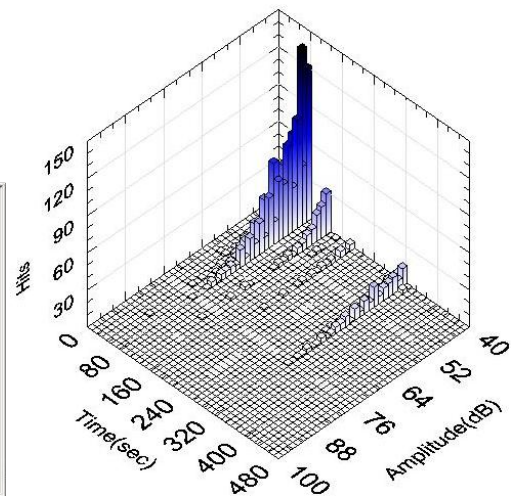
A (1)



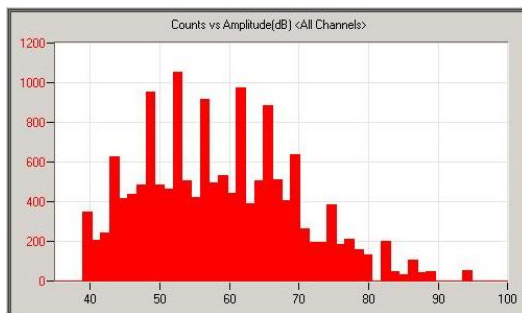
(2)



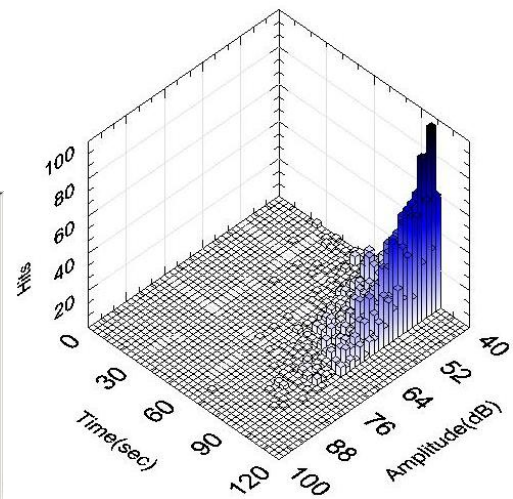
B (1)



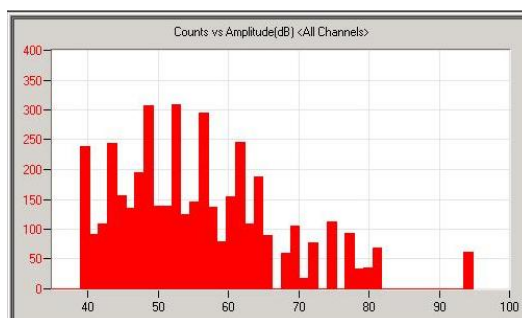
(2)



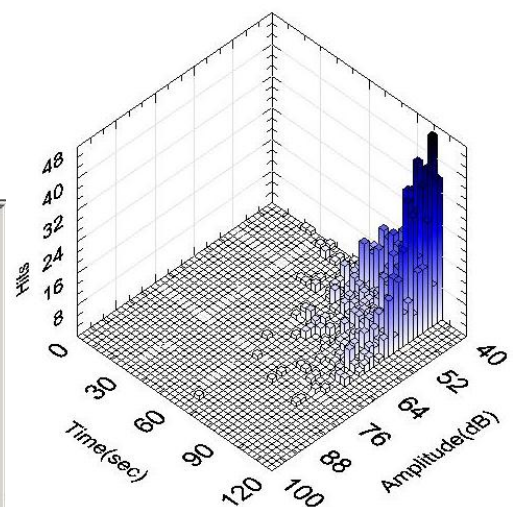
C (1)



(2)



D (1)



(2)

Figure 34 : Emission Acoustique des Matériaux A, B, C et D

Sur la **Figure 34**, on donne la distribution du nombre de coups des signaux acoustiques de chaque matériau en fonction de l'amplitude. L'apparition des premiers endommagements est traduite par l'apparition des premiers pics acoustiques représentés dans le diagramme en amplitude enregistré sur la figure ci-dessus pour chaque matériau.

La répartition des nombres de salves (ou de Hits) en fonction de l'amplitude varie d'un matériau à un autre cela montre que les matériaux n'ont pas la même réponse acoustique qui dépend de la formulation chimique et du traitement physico-chimique appliqué à l'interface fibre/résine. En effet, comparativement aux autres matériaux, le matériau C présente le plus d'évènements acoustiques (3441 Hits). Les différents phénomènes responsables de l'endommagement du matériau y sont identifiés

- 40-55 dB : rupture de la résine et cela partout pour les différents matériaux
- 60-65 dB : une décohésion interfaciale
- 65-85 dB : déchaussement des fibres
- 85-95 dB : rupture des fibres pour les matériaux C et D et absence de ce phénomène pour les composites A et B

L'influence du traitement a montré ces effets sur le comportement mécanique et surtout en termes d'émission acoustique, ceci apparait d'une façon très remarquable dans le cas du composite C, avec un traitement maléique anhydride PMMA qui modifie l'interface en ayant un spectre de répartition d'amplitude plus large (le déchaussement des fibres est très marqué). Afin de bien conforter cette analyse, des observations microscopiques au MEB ont été effectuées sur les faciès de rupture des échantillons en question.

VIII.2.4. Observation microscopique au MEB

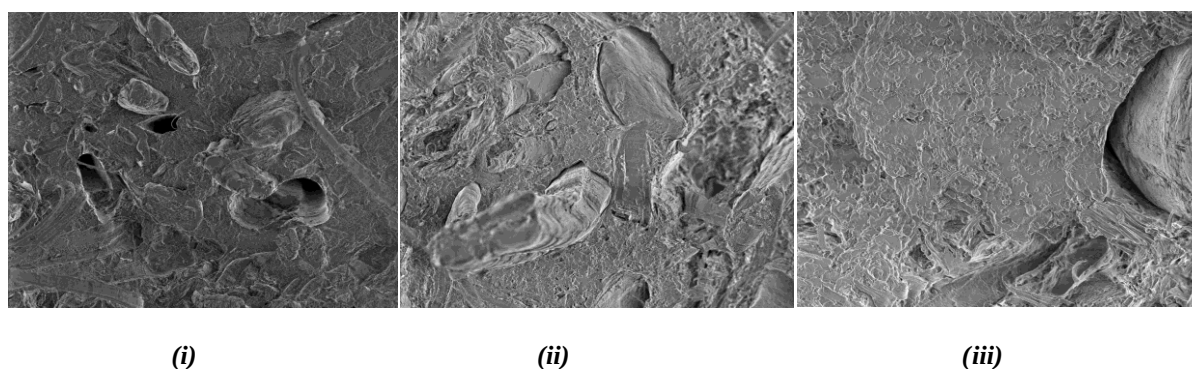


Figure 35.a : Micrographies MEB du matériau A

Les micrographies de la **Figure 35** montrent le cas de déchaussement des fibres. Ce phénomène est observé dans les différents matériaux mais avec des différences. En effet, sur la **Figure 35.a - (i)** des fractographies du composite A, on remarque que le phénomène de déchaussement marque bien sa présence en montrant une densité intéressante des fibres déchaussées. Les **Figures 35.a - (ii)** (pour un grossissement de 500) et **(iii)** (pour un grossissement plus fort de 1000) montrent un cas de décohésion interfaciale entre la fibre de

Chanvre et la résine Polypropylène Copolymère modifiée (fonctionnalisée : anhydride maléique), avec un aspect de rupture fragile de la résine à coté de la fibre.

Comme le confirme les observations au MEB, la rupture du composite A est limitée à la décohésion interfaciale et à un déchaussement totale des fibres de Chanvre, malgré le traitement appliqué, avec une absence totale de rupture des fibres. Ce qui est en accord avec les résultats d'émission acoustique de la **Figure 34 A**

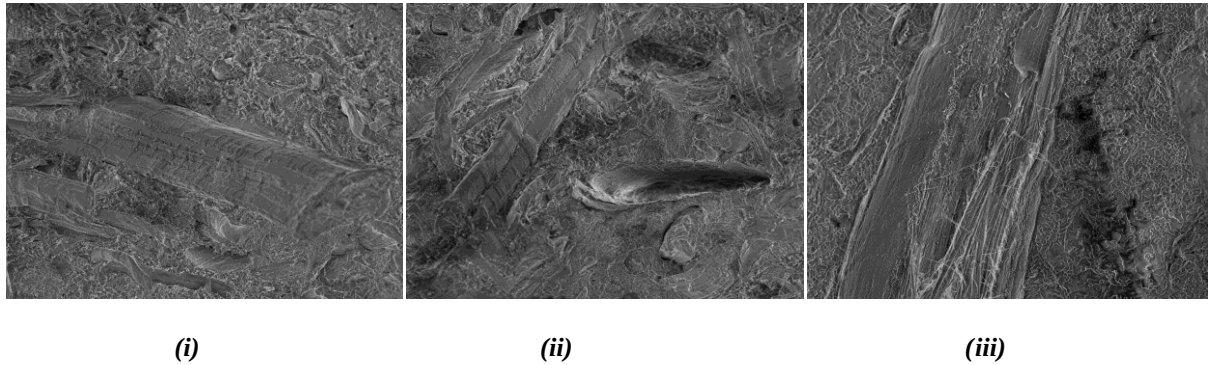


Figure 35.b : Micrographies MEB du matériau B

La **Figure 35.b - (i)** montre la fractographie des fibres de Chanvre déchaussées (à surface lisse sans dépôt de résine). La **Figure 35.b - (ii)** montre un cas de rupture de l'interface sur les bords de la fibre, alors que la **Figure 30.b - (iii)** montre un détail d'endommagement d'une fibre qui se manifeste par un début d'une défibrillation (dégradation de la fibre). Ce phénomène est observé sur les résultats d'émission acoustique par l'apparition de quelques événements non négligeables (apparition des coups acoustiques au delà de 80 dB) sur la **Figure 34 B**

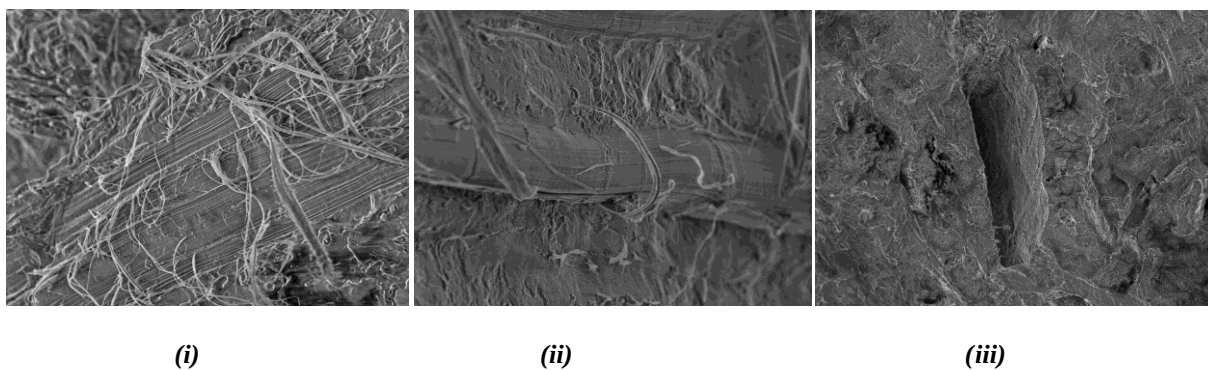


Figure 35.c : Micrographies MEB du matériau C

La **Figure 35.c (iii)** montre le cas de déchaussement des fibres qui est un phénomène un peu discret, alors que les fractographies **(i)** et **(ii)** montrent d'une part qu'il ya une bonne adhésion interfaciale fibre/résine (avec début de rupture interfaciale), donc une bonne compatibilité avec le PMMA, et d'autre part en faisant une corrélation avec l'émission acoustique de la **Figure 34 C**, on note la présence de rupture des fibres au delà de 85 dB et même à 95 dB qui se manifeste par la présence des coups acoustiques mais ceci n'envisage pas tout à fait la réalité observée sur la photo **(i)**. En effet, comme on traite le cas des fibres

courtes (moyenne de longueur = 4 mm), donc on observe plutôt une dégradation et/ou décomposition de la structure de la fibre par défibrillation

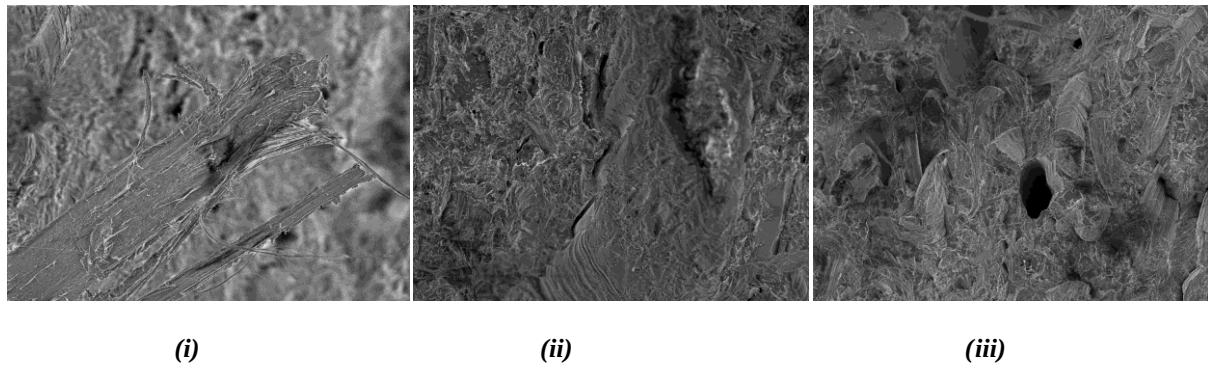


Figure 35.d : Micrographies MEB du matériau D

Les fractographies de la **Figure 35.d** montrent sur la photo **(iii)** des déchaussements des fibres, des décohésions interfaciales **(ii)** entre la fibre de Chanvre et la résine PBS, ainsi que des endommagements de la fibre **(i)** sans rupture de celle-ci (confirmé par la présence des signaux acoustiques ou Counts au delà de 90 dB sur la **Figure 34 D**).

Les résultats des observations microscopiques montrent aussi que le composite D à base de résine PBS présente à la fois deux aspects différents : une rupture ductile et une rupture fragile au voisinage des fibres.

X. Détermination des constantes élastiques par imagerie numérique

Nous avons pu remonter aux propriétés intrinsèques des composites étudiés (module d'élasticité, déformation à rupture, contrainte à rupture, ..) par le biais d'essais de traction et à l'aide d'un extensomètre longitudinale fixé à la surface de l'éprouvette dans la direction de sollicitation. Nous n'avons pas pu déterminer l'autre constante élastique, le coefficient de Poisson ν , par manque de moyens (extensomètre transversal) et par une difficulté présente lors du collage des jauges de déformation sur une surface lisse des éprouvettes. Nous avons proposé d'utiliser une technique basée sur la détermination des déformations au sein de l'éprouvette sans aucun contact, utilisant la méthode de Corrélation d'Images Numériques (CIN). Grâce à cette technique, on pourra aussi comprendre la chronologie des mécanismes d'endommagement du Polypropylène chargé (avec Chanvre ou Chènevotte).

IX.1. Définition

La corrélation d'images numériques (CIN) est une technologie relativement récente pour la mesure des déformations sans contact et de la profilométrie de surfaces. Cette technique expérimentale fait appel à des caméras à haute résolution pour saisir l'image et suivre le mouvement des caractéristiques de la surface sur une éprouvette, pendant que celle-ci se déforme sous l'effet d'un chargement. La corrélation des images n'exigeant qu'un

simple revêtement (appelé mouchetis), cette technique convient très bien pour la mesure des déformations sur les éprouvettes d'essais minces ou sur les éprouvettes soumises à des déformations extrêmement fortes qui risquent de faire décoller ou endommager les revêtements photoélastiques, ou endommager carrément les jauges de déformations.

Généralement, le dispositif expérimental est constitué de :

- Une caméra CCD (Charge Coupled Device = Récepteurs à Transfert de Charge) à corrélation d'images numériques pour le suivi des champs de déplacements en temps réel,
- Une éprouvette avec une surface revêtue d'un mouchetis qui servira de base pour la mesure des déplacements entre les points initiaux,
- Un système informatique pour l'acquisition des données,
- Un système informatique pour le traitement des résultats afin d'obtenir les champs de déplacements et ceux de déformations.

C'est le déplacement des points de ce mouchetis qui permet de construire les cartes d'iso-déplacement. Le principe de la méthode de mesure du champ de déplacement par auto-corrélation d'images consiste à rechercher dans l'image de l'échantillon déformé, le même mouchetis que dans l'image de référence. Un point des coordonnées (x, y) de l'image initiale est caractérisé par une valeur $f(x, y)$ qui représente son niveau de gris. Cette valeur est comprise entre 0 et 255. Après déformation, le point (x, y) se trouve en (X, Y) tels que :

$$X = x + u(x, y)$$

$$Y = y + v(x, y)$$

Pour déterminer les composantes u et v du déplacement du point (x, y) par analyse d'images, on compare la fonction $f(x, y)$ « niveau de gris » de l'image de référence avec la fonction $g(x, y)$ « niveau de gris » de l'image déformée. On montre que la fonction de corrélation $C(x, y)$ définie par :

$$C(x, y) = \iint_{-\infty}^{+\infty} f(\alpha, \beta) \cdot g(\alpha + x, \beta + y) d\alpha d\beta$$

Est maximale pour $x = u$ et $y = v$. La recherche du maximum du coefficient de corrélation permet de déterminer le déplacement d'un point (x, y)

Cette procédure peut être réalisée dans l'espace d'étude ou dans l'espace de Fourier [42].

Une image numérisée est un enregistrement (sous forme matricielle) de niveaux d'intensité lumineuse (ou niveaux de gris) présents à différents états de chargement. Un objet typique de motif aléatoire est montré et l'enregistrement de ce même motif est donné sur la **Figure 36**

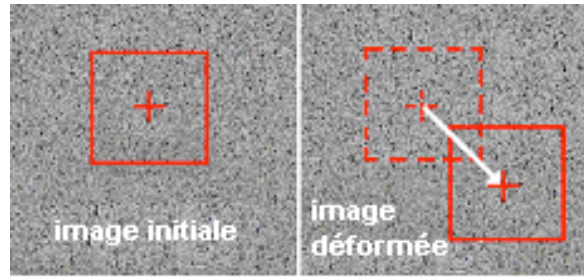


Figure 36 : Zone d'étude sur une image de référence et sur une image déformée

IX.2. Principe de la technique

La méthode est fondée sur la construction d'une grille virtuelle appelée grille de corrélation ou ROI de taille $m * n$ sur l'image numérisée à la surface d'un matériau. Le déplacement en chaque point de la ROI correspond à la valeur moyenne du déplacement d'une « imagerie » appelée ZOI (ZOI : Zone Of Interest). Chaque ZOI a pour taille $l * l$ pixels et est espacée de δ pixels. Chaque pixel de la ZOI est caractérisé par un niveau de gris c_{ij} , et C représente alors le centre de celle-ci (Figure 37). Le champ de déformation est ensuite calculé à partir du gradient du champ de déplacement sur une jauge de taille $L_x * L_y$ avec $l < L_x < m$ et $l < L_y < n$ [43]

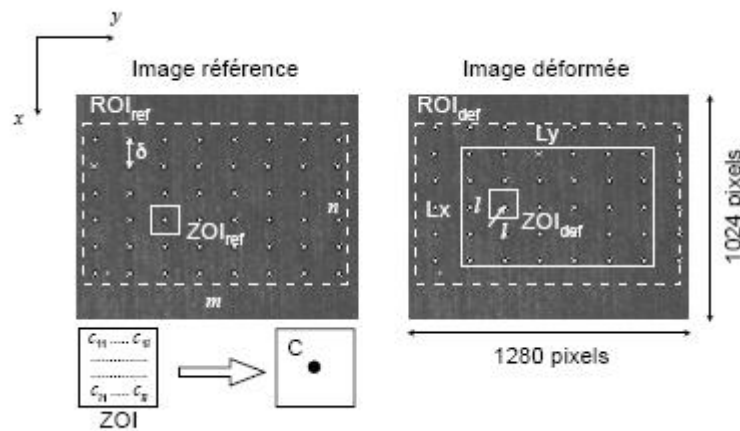


Figure 37 : Schéma simplifié du principe de la corrélation d'images

IX.3. Traitement des résultats de CIN

L'essai de traction est réalisé sur une éprouvette en composite PP/Chanvre Blanc en utilisant une machine type Instron, utilisée précédemment pour la caractérisation en traction monotone du Polypropylène chargé et non chargé. La machine est asservie en déplacement avec une vitesse de déplacement des mors $v = 2 \text{ mm/mn}$.

L'échantillon est filmé au cours de sa déformation par une caméra CCD (**Figure 38**), les images obtenues sont analysées par le logiciel d'intercorrélation CORRELI. D'une part, les mesures déterminées des champs de déplacement nous permettent d'aboutir aux champs de déformations. D'autre part, la connaissance des déformations transverses à la direction de traction est particulièrement utile pour l'évaluation du coefficient de Poisson ν du composite Polypropylène/Chanvre Blanc.

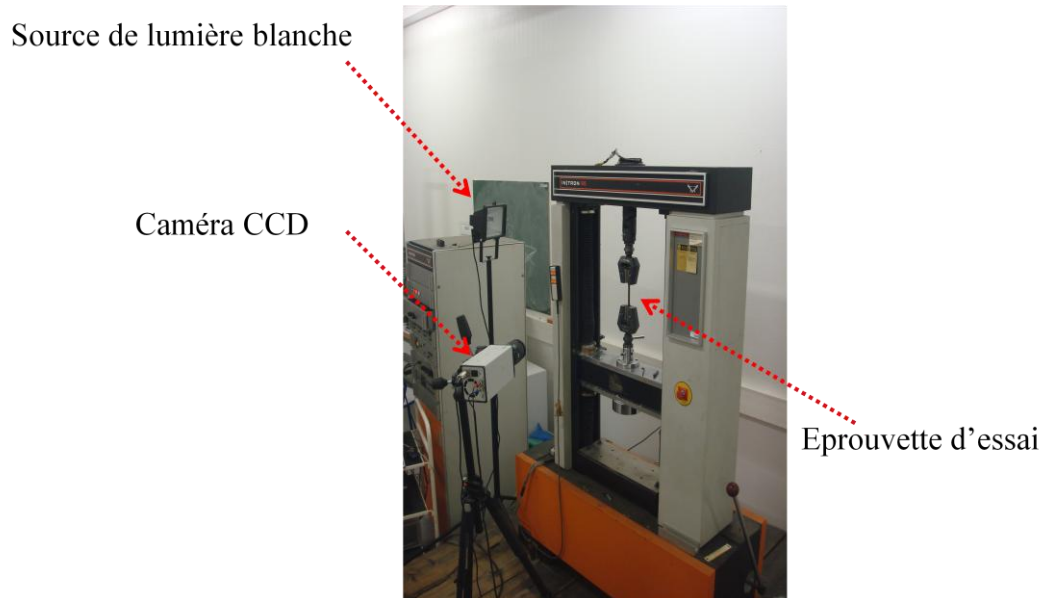


Figure 38 : Montage d'essai avec Corrélation d'Images Numériques

IX.4. Résultats d'essai

C'est à partir de la **Figure 39**, que la ROI (région d'étude) sera définie, et par la suite on fixera le choix de la zone d'étude ZOI sur un encodage de 16 *16 pixels

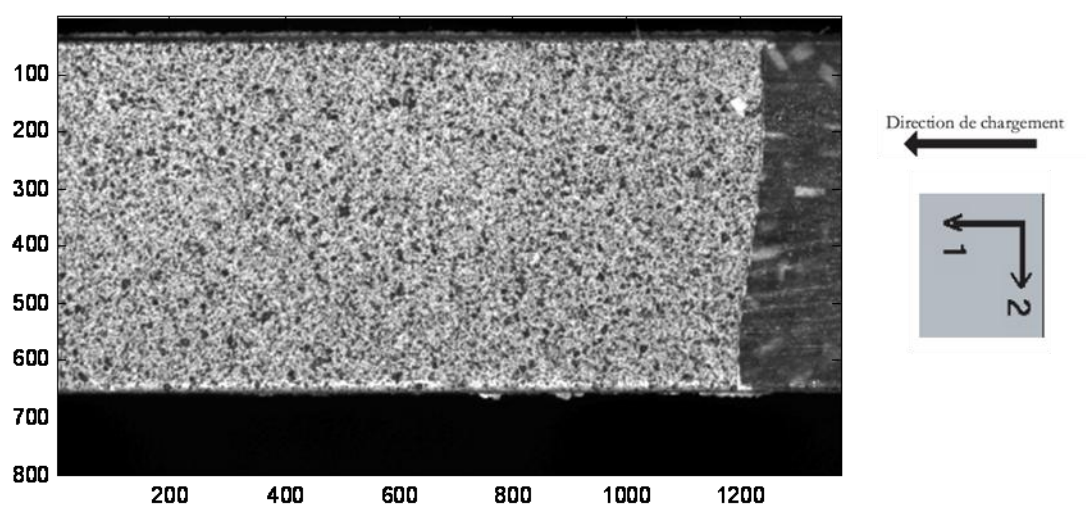


Figure 39 : Zone de l'éprouvette limitée par l'application du mouchetis

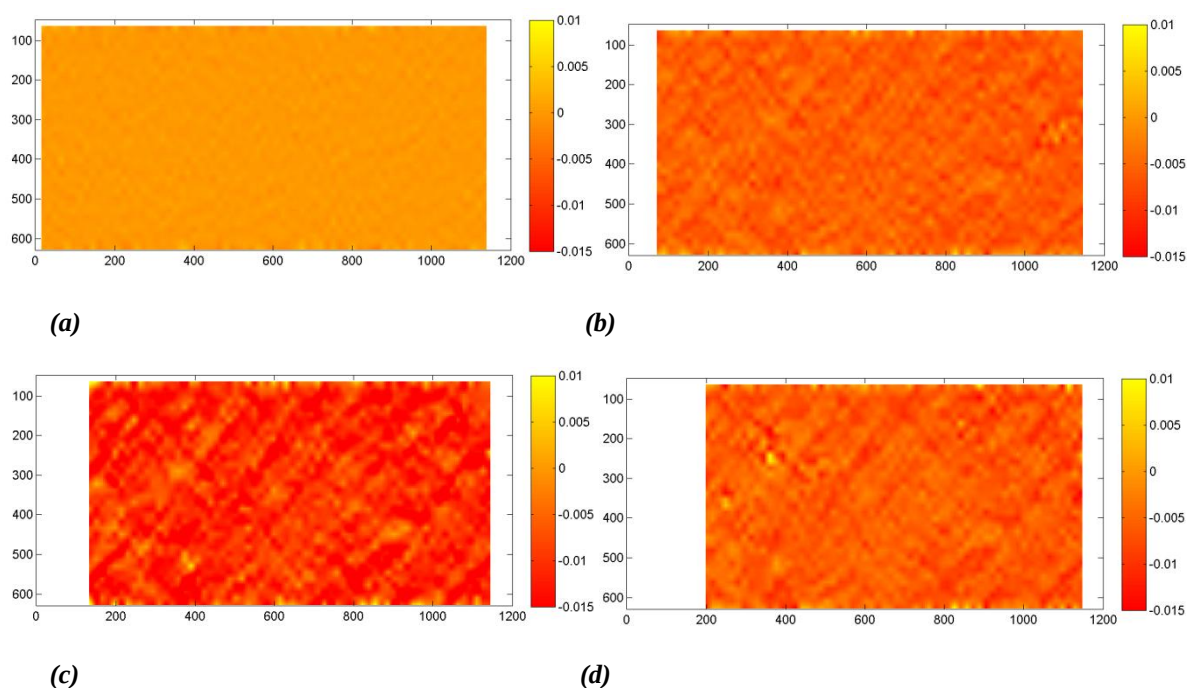


Figure 40 : Cartes de déformations suivant la direction perpendiculaire au chargement (sens 2)

(a) Image de référence n°1, (b) image n°32, (c) image n°67 (d) image correspondant à la rupture

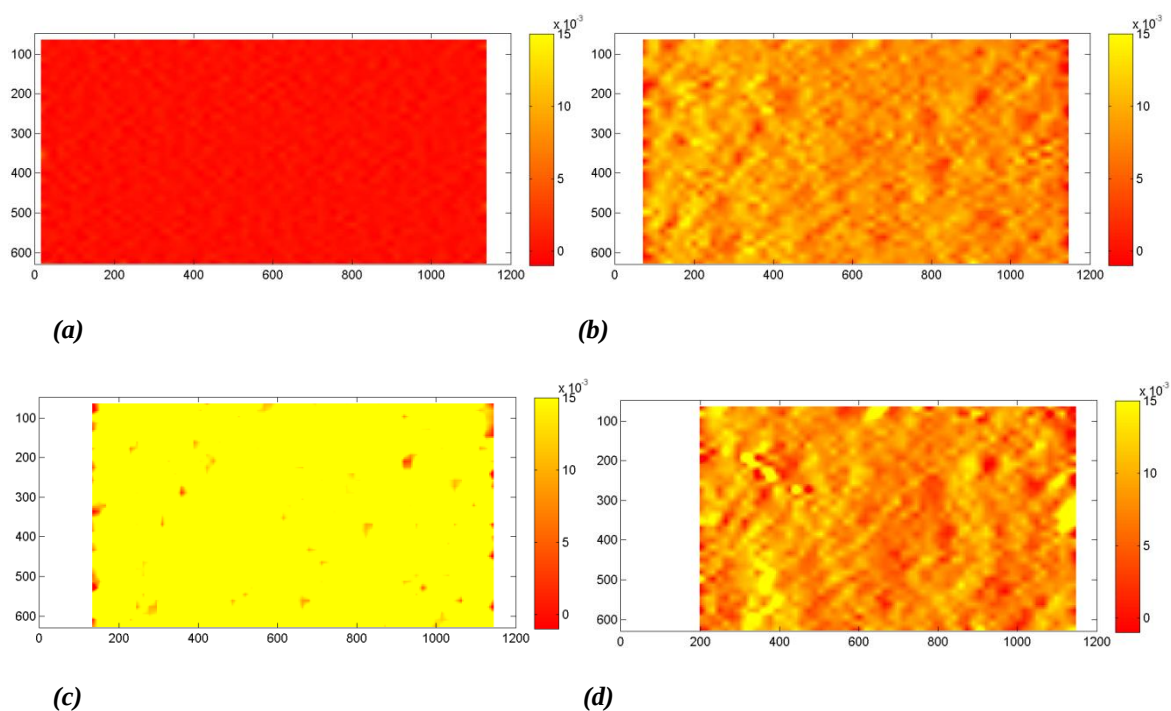


Figure 41 : Cartes de déformations suivant la direction de chargement (sens 1)

(a) Image de référence n°1, (b) image n°32, (c) image n°67 (d) image correspondant à la rupture

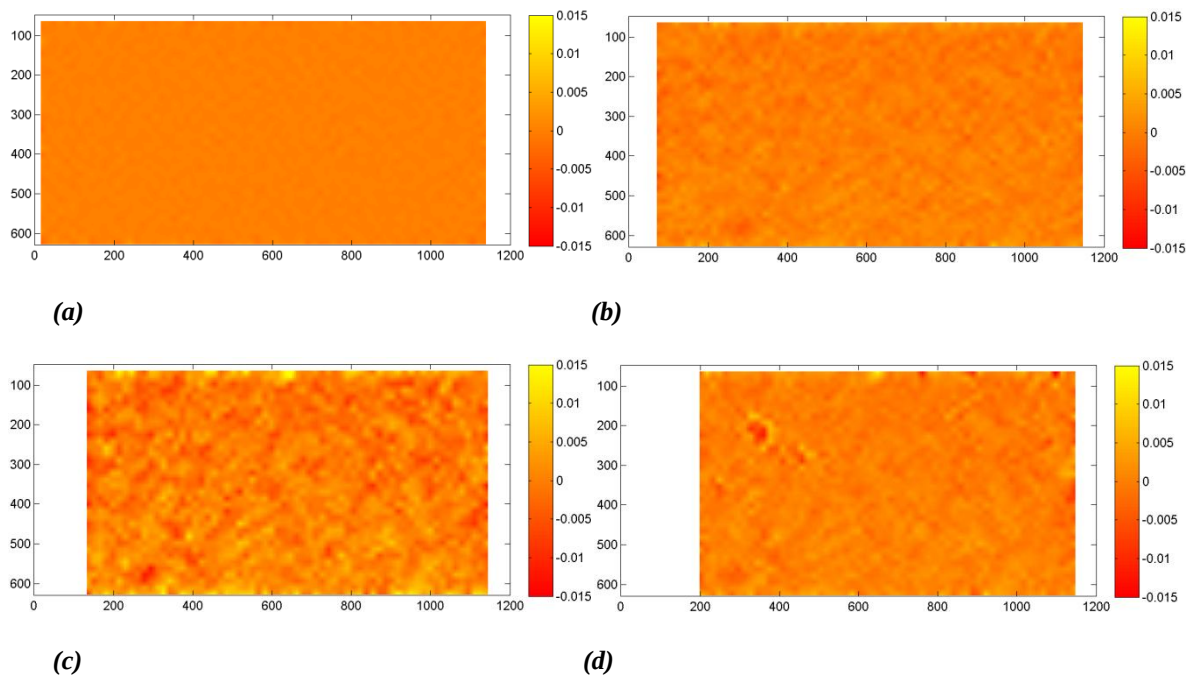


Figure 42 : Cartes de déformations en cisaillement

(a) Image de référence n°1, (b) image n°32, (c) image n°67 (d) image correspondant à la rupture

A partir des cartes de déplacement (non montrées ici) obtenues, un algorithme de dérivation numérique est appliqué afin d'aboutir à l'obtention des cartes de champs de déformations pour les différentes directions. Celles-ci sont illustrées suivant la direction de chargement **Figure 41** et suivant la direction perpendiculaire au chargement **Figure 40** et en cisaillement **Figure 42**.

L'analyse des cartes correspondantes à la déformation montrent une déformation transversale intéressante (sens 2) par rapport à celle dans le sens du chargement (sens 1). On observe une certaine homogénéité dans la répartition du champ de déformations dans les deux directions. En effet, l'hétérogénéité qui est due à la présence de la fibre paraît négligeable et ne présente aucune perturbation sur les cartes de déformations déterminées par corrélation d'images numériques. On ne différencie pas la rupture de la matrice, ni celle de l'interface.

Donc la chronologie de rupture paraît négligeable, voire complètement absente, par le biais de cette technique. Par contre on peut observer une modification du champ de déformations qui paraît un peu bruité et qui laisse présager la présence d'une plasticité ou/et d'un endommagement du composite.

Donc cette technique paraît plutôt plus quantitative que qualitative tant qu'on ne voit pas une perturbation des champs de déformations liés aux phénomènes de dommage déjà observés en Emission Acoustique.

Dans le cas d'un matériau isotrope élastique, une évaluation du module d'Young et du coefficient de Poisson peut être effectuée par cette technique de corrélation d'images. Il est alors possible d'estimer le coefficient de Poisson du composite PP/Chanvre Blanc en ayant

recours aux valeurs de déformations longitudinales et transversales déterminées précédemment.

Les mesures sont effectuées sous Matlab en prenant 72 images différentes, par rapport toujours à la même image de référence. Dans le **Tableau 12** ci-dessous sont regroupées les différentes valeurs de déformations correspondantes à chaque image.

Tableau 12 : Valeurs de déformation déterminées à partir de la méthode de CIN

Numéro d'image	ϵ_{22}	ϵ_{12}	ϵ_{11}	$\frac{\epsilon_{22}}{\epsilon_{11}}$
2	0.00003153	0.000011964	0.000013694	2.30246823
5	-0.0020231	-0.000068143	-0.00014525	13.9283993
12	-0.0031189	-0.000057369	0.0015433	-2.02092918
17	-0.0041095	-0.000084517	0.0031474	-1.30568088
22	-0.0046501	-0.00011775	0.0047626	-0.97637845
27	-0.0052284	-0.00010459	0.0065632	-0.7966236
32	-0.0058183	-0.000083485	0.0083658	-0.69548639
37	-0.0064825	-0.000067405	0.010217	-0.63448175
42	-0.0072305	-0.000062188	0.012146	-0.59529886
47	-0.008022	-0.000070265	0.014289	-0.56141088
52	-0.0087997	-0.000051038	0.016606	-0.52991088
57	-0.0094788	-0.000049291	0.019117	-0.49583094
62	-0.01012	-0.00006805	0.021939	-0.461279
67	-0.010703	-0.00010821	0.025066	-0.42699274
72	-0.0061166	-0.000087521	0.008187	-0.74711127

Le coefficient de Poisson donné par la relation $\nu = -\frac{\epsilon_{22}}{\epsilon_{11}}$ est déterminé graphiquement par la pente de la partie linéaire de la courbe $\epsilon_{22} = f(\epsilon_{11})$. **Figure 43**

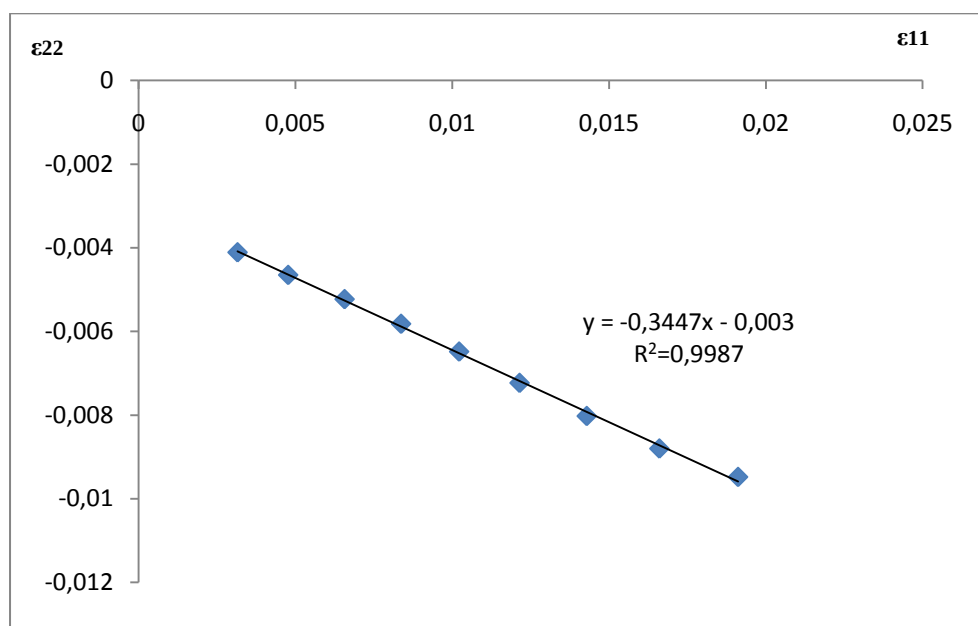


Figure 43 : Détermination du Coefficient de Poisson du composite à partir des analyses d'images déformées

$$\nu_{composite} = -\frac{\varepsilon_{22}}{\varepsilon_{11}} = 0.34$$

Ce coefficient est différent de celui de la résine Polypropylène qui présente un coefficient $\nu = 0.4$ (d'après la littérature). Cette différence est due à l'influence de la fibre végétale.

D'après les données fournies par AFT Plasturgie, la longueur moyenne des fibres incorporée dans le granulé (un compound) est de 4 mm. Mais en étudiant de près, et minutieusement, les dimensions des fibres dans les éprouvettes injectées, nous avons trouvé qu'il y a une différence remarquable par rapport aux mesures initiales, c'est à dire que la fibre de Chanvre ne garde pas des dimensions constantes après avoir subi de telles transformations. Cela paraît logique vu que la fibre, sous l'effet de la vis d'extrusion, a subi des opérations de défragmentation dans l'extrudeuse, et par conséquent la longueur va être réduite, et connaissant la structure polygonale de la fibre de Chanvre, qui est un assemblage de faisceaux de fibres collés entre eux par des ciments pectiques, ces derniers vont subir à leur tour des opérations de découpage, donc une réduction du diamètre final des fibres.

X. Analyse morphologique des fibres unitaires

X.1. Détermination des dimensions géométriques de la fibre de Chanvre

La connaissance de la géométrie de la fibre, d'une façon générale, et la détermination de ses dimensions caractéristiques, d'une façon particulière, sont des éléments fiables permettant d'estimer correctement les propriétés mécaniques du composite. Dans ce paragraphe, nous nous sommes intéressés à la détermination de la longueur moyenne et du diamètre moyen des fibres de Chanvre après injection. Pour cela, des mesures, à l'aide d'un microscope optique et des observations micrographiques de faciès de rupture, prises au Microscope Electronique à Balayage (MEB) (afin de bien voir les vides laissés par les fibres déchaussées), sur une moyenne d'environ 40 fibres ont été effectuées.

De très fortes variations du diamètre apparent (grand diamètre et petit diamètre) sont observées sur les différentes fibres : ceci peut varier du simple au double (voire au triple). De même, ces fortes variations sont également observées pour la longueur (vu que la fibre de Chanvre présente une géométrie particulière).

On regroupe dans le **Tableau 13** ci-dessous les valeurs moyennes apparentes du diamètre et de la longueur des fibres de Chanvre étudiées

Tableau 13 : Dimensions des fibres de Chanvre

Matériau : Fibres de Chanvre		
L (mm)	D (μm)	d (μm)
0.786 ± 0.211	53.204 ± 33.478	31.201 ± 24.251

Quelques profils montrant la distribution de dimension des fibres de Chanvre (longueur (L), petit diamètre (d) et grand diamètre (D)) sont donnés à titre d'exemple sur la **Figure 44**:

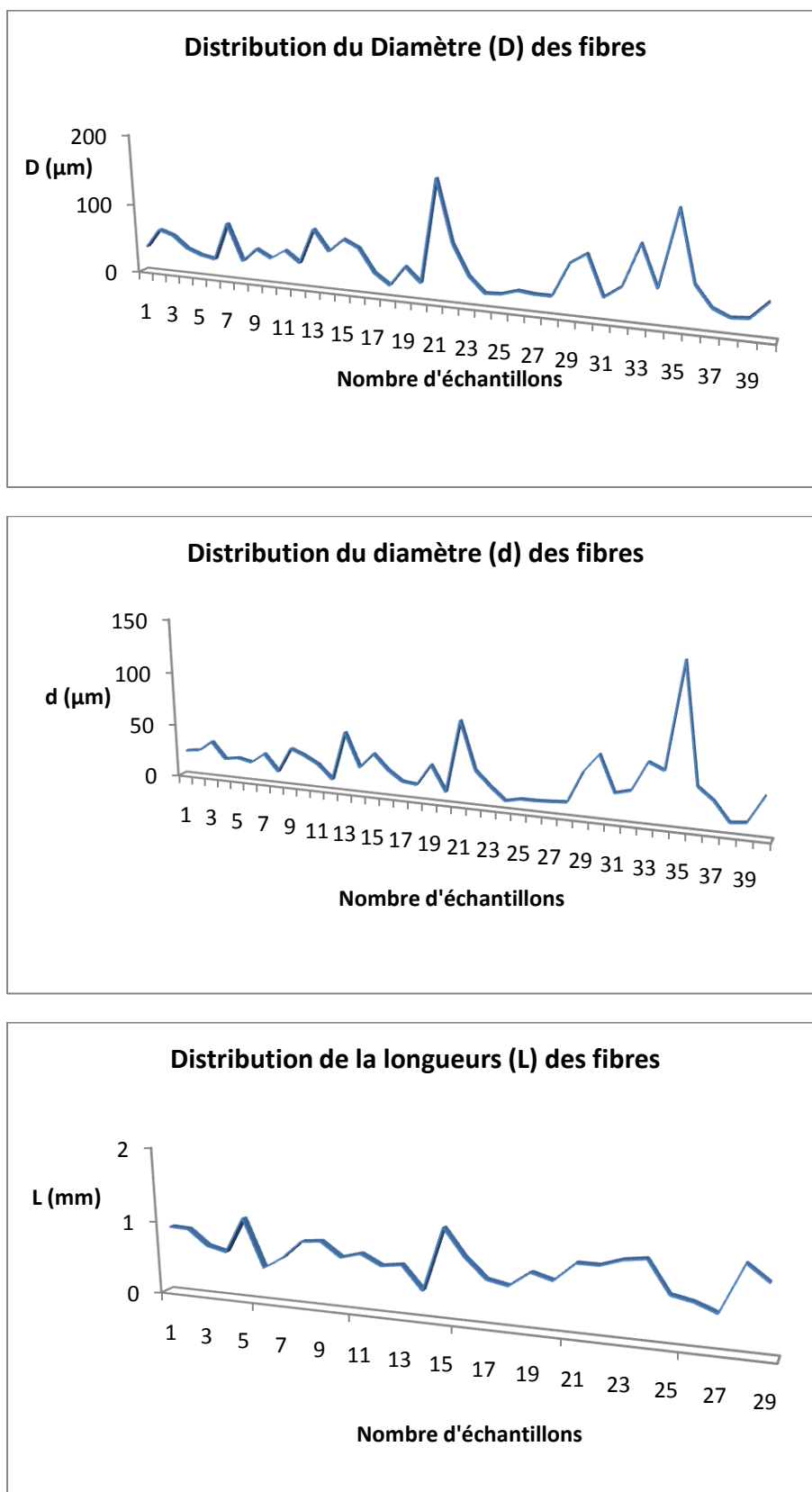


Figure 44 : Profils de répartition de dimension des fibres de Chanvre

Ces détails seront utiles par la suite dans l'étude du comportement micromécanique du composite.

X.2. Rigidité de la fibre de Chanvre : Essai de traction longitudinale sur fibres de Chanvre

Etant donnée l'importance de cette caractéristique pour la détermination du comportement mécanique des composites (PP/Chanvre et PP/Chênevotte), Nous avons eu recours à des essais de traction monotone uniaxiale sur des fibres de Chanvre. Ce genre d'essai paraît délicat et non facile à mettre en œuvre vu la taille, la fragilité ainsi que la géométrie des fibres manipulées (la fibre ne présente pas une géométrie particulière et bien définie). A cela s'ajoute le problème d'extraction d'une fibre unitaire qui est un processus très délicat demandant un effort et un soin particuliers. Sachant qu'il existe des techniques et des travaux récents qui se sont penchés sur l'étude micromécanique du comportement d'une fibre unitaire de Lin, de Chanvre, de Sisal, etc,... mais ça demeure toujours assez loin de la précision des résultats recherchés à cause de la dispersion rencontrée dans le cas des essais expérimentaux.

L'objectif de ce paragraphe est de permettre d'avoir un ordre de grandeur expérimental, même si ce n'est pas exact, de la valeur du module d'élasticité longitudinale de la fibre de Chanvre. Un choix judicieux a été effectué pour la cellule de traction et les conditions de préparation des éprouvettes de traction.

Vu la finesse des fibres et la difficulté de les séparer d'une façon individuelle, on a pris des mèches contenant quelques fibres de chanvre. Ces mèches sont par la suite collées, à leurs extrémités, à des talons (en composite verre/polyester) avec de la colle Araldite 2013 (préparée avec des proportions bien déterminées et laissée sécher pendant 24 h pour que la colle tienne bien), puis mesurées avec précision. Une moyenne de 10 éprouvettes est testée à l'aide d'une machine de traction type INSTRON 4505 ayant une cellule de capacité égale à 10 N. La machine est asservie en déplacement avec une vitesse de déplacement de la traverse fixée à $v = 1 \text{ mm/mn}$. Les essais sont menés dans les conditions du laboratoire.

Les fibres de Chanvre ont été étudiées en traction en deux phases :

1. La première phase : on charge les fibres de chanvre jusqu'à la limite élastique sans atteindre la rupture puis on annule la charge juste pour déterminer le module élastique.
2. La deuxième phase : on prend les fibres collées, qui ont subi la déformation élastique de la première phase, on les met dans une étuve pour être conditionnées, à une température du four fixé à 185°C et un temps de séjour fixé à 360 s (temps supérieur à celui du cycle d'injection des éprouvettes composite dans une presse d'injection). Dans ce cas, l'essai de traction est appliqué jusqu'à rupture finale des fibres. Le but de cette étape, est de s'approcher ou/et de simuler l'effet des conditions d'injection-moulage sur les fibres afin de voir l'influence du procédé

de mise en œuvre sur les propriétés mécaniques de la fibre ; à savoir les propriétés élastiques et particulièrement le module de Young E ; c'est-à-dire voir s'il y a lieu à une éventuelle variation du module E avant et après injection de la fibre ?

On superpose sur les **Figures 45.a** et **45.b** ci-dessous les courbes de traction (Contrainte-Déformation) des fibres de Chanvre avant et après étuvage.

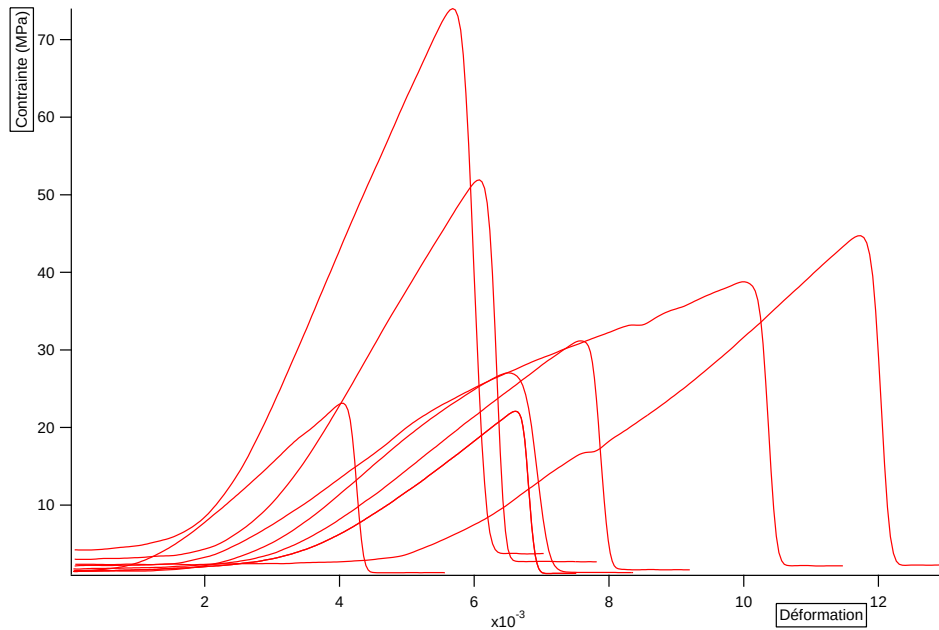


Figure 45.a : Courbes de traction des fibres de Chanvre (avant étuvage et sans atteindre la rupture)

Nous remarquons que toutes les courbes ont pratiquement la même allure. Mais on note des différences et des dispersions de valeurs de la limite élastique, ainsi qu'une différence très remarquable des modules élastiques qui se manifestent par des pentes différentes. Cette dispersion est due obligatoirement à la nature dispersive des fibres végétales.

Les mêmes mèches de fibres de Chanvre ; mais après étuvage et sous les mêmes conditions d'essais, indiqués précédemment, permettent d'obtenir en traction les résultats de la **Figure 45.b** ci-dessous

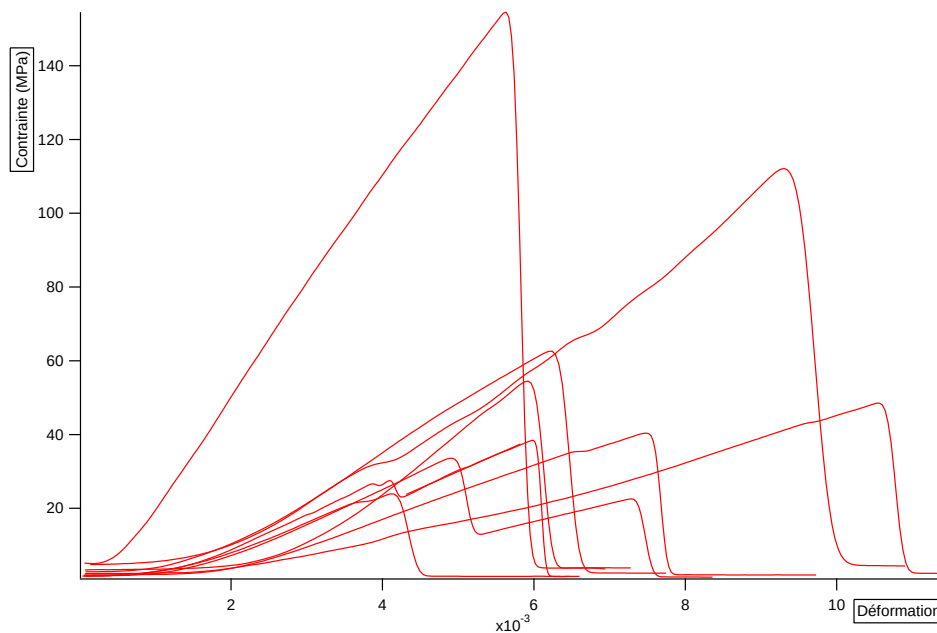


Figure 45.b : Courbes de traction des fibres de Chanvre jusqu'à rupture (après étuvage)

Nous avons également remarqué une dispersion des résultats, observés précédemment dans le cas des fibres non étuvées.

Dans le **Tableau 14** ci-dessous, sont regroupés les résultats de mesure du module de rigidité longitudinale en traction E des fibres de Chanvre, avant et après étuvage.

Tableau 14 : Valeurs du module de rigidité des fibres de Chanvre

Fibre de Chanvre	Avant étuve	Après étuve
E (MPa)	12328.3 ± 10795.3	16392.9 ± 13147.4

La première chose à remarquer, d'après ce tableau, est la grande dispersion des valeurs de rigidité E qui se manifestent par un écart type élevé. De plus, l'effet d'un étuvage est remarquable sur la rigidité de la fibre de Chanvre. Donc l'introduction des fibres dans le four, sous les conditions déjà citées et qui ressemblent aux conditions de moulage, rigidifie la fibre (on pourra quantifier cette augmentation de 33% par rapport à la fibre non étuvée).

Rappelons tout de même que ces valeurs sont approximatives et sont étroitement liées aux conditions d'essai, car il est difficile d'obtenir une valeur exacte du module de la fibre. Des références dans la littérature montrent en effet que beaucoup d'auteurs ont bien investi dans la caractérisation du comportement mécanique d'une fibre unitaire (détermination des rigidités longitudinale et transversale de différentes fibres végétales telles que le chanvre, lin, sisal, etc....)

Remarque :

On rappelle qu'une ancienne campagne d'essai a été lancée précédemment pour déterminer un module approximatif de la fibre de Chanvre en utilisant la traction et on a

trouvé une rigidité de $74,7 \pm 14,05$ GPa. La différence est nettement claire dès qu'on change le lot d'essai : ce qui constitue une propriété propre et intrinsèque aux fibres végétales.

Dans la section suivante, on s'intéressera à analyser l'influence de l'ajout de la fibre sur le taux de cristallinité du matériau en utilisant des méthodes calorimétriques.

X.3. Techniques de caractérisation microstructurale

X.3.1. Densimétrie

Cette méthode est utilisée pour déterminer la densité du matériau et en déduire le taux de cristallinité. En effet, lorsque le matériau cristallise, sa densité augmente, car les chaînes macromoléculaires sont organisées de manière plus compacte dans la phase cristalline. En mesurant la densité de l'échantillon, il est possible de déterminer le taux de cristallinité χ_c et la fraction volumique V_c à partir des relations :

$$\chi_c = \frac{d_c}{d_{sc}} \frac{d_{sc} - d_a}{d_c - d_a}$$

$$V_c = \frac{d_{sc} - d_a}{d_c - d_a} = \frac{d_{sc}}{d_c} \chi_c$$

d_a , d_c et d_{sc} sont respectivement les densités du PP amorphe, cristallin et semi-cristallin (d_c est calculé à partir du volume de la maille élémentaire et du nombre de motifs constitutifs contenus dans la maille du polymère).

Nous prendrons dans ce travail : $d_a = 0.854 \text{ g/cm}^3$ et $d_c = 0.954 \text{ g/cm}^3$ [52]

Les mesures de densité sont réalisées, sur plusieurs échantillons afin d'effectuer une moyenne, avec une balance de haute sensibilité dans une colonne contenant une solution d'éthanol $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ (une solution de densité plus faible que le matériau à mesurer). Les mesures sont effectuées à la température ambiante du laboratoire.

Remarque :

Pour éviter la formation de microbulles à la surface de l'échantillon lors de l'immersion de ce dernier dans la colonne, une précaution a été prise : les petits échantillons de quelques mm^3 ont été soigneusement découpés manuellement à l'aide d'une pince de manière à réduire les aspérités en surface.

La mesure de densité est effectuée après un temps de stabilisation de l'échantillon au sein de la colonne de quelques secondes.

X.3.2. DSC (calorimétrie différentielle)

La calorimétrie différentielle permet de détecter les effets thermiques (phénomènes endothermiques ou exothermiques) se produisant lors d'une transformation ou d'une évolution structurale. La mesure revient à déterminer la quantité ΔH (variation d'enthalpie

positive ou négative) mise en jeu lorsque le matériau est soumis à une variation de température parfaitement linéaire avec le temps.

Lors d'une analyse calorimétrique, le thermogramme enregistré correspond à la variation de $\frac{dH}{dT}$, c'est-à-dire celle de la chaleur spécifique C_p , avec la température.

Notre courbe est un tracé d'écoulement de chaleur par gramme de matière, en fonction de la température. Le flux de chaleur est un flux dégagé par seconde, ainsi, l'aire du creux est donnée en (J/g).

L'enthalpie spécifique de fusion est déterminée à partir de l'aire du pic. Connaissant cette valeur, on peut déduire le taux de cristallinité, qui représente la fraction massique phase cristalline selon l'équation ci-dessous.

$$\chi_c = \frac{\Delta H_{fus}}{\Delta H_{fus}^0}$$

ΔH_{fus} : Enthalpie spécifique de fusion mesurée,

ΔH_{fus}^0 : Enthalpie spécifique de fusion d'un cristal parfait de polypropylène ($\Delta H_{fus}^0 = 209 \text{ J/g}$) [46].

La **Figure 46** montre le schéma de principe de cette technique [53]

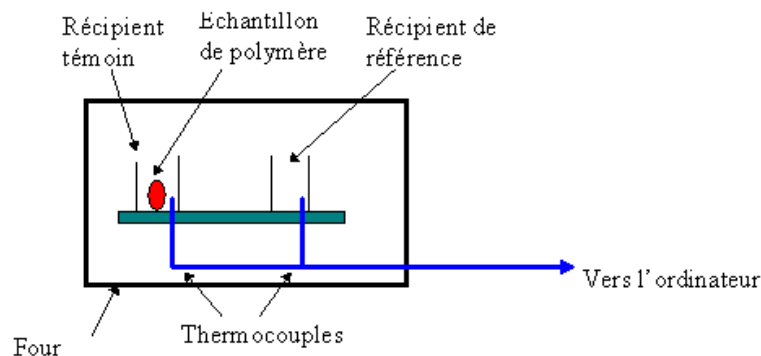


Figure 46 : Schéma de principe de fonctionnement de la DSC

L'appareil utilisé est un microcalorimètre DSC Q100 de TA instruments. Le système est initialement étalonné en température et en puissance calorifique à l'aide d'échantillon d'Indium (le gaz de purge utilisé est l'azote). Les échantillons, avant d'être mis dans la machine, sont pesés avec une balance ultra sensible puis placés dans des creusets en aluminium.

Toutes les mesures sont faites sur des échantillons de masse comprise entre 7 et 11 mg, lors d'une montée en température sous atmosphère d'azote.

La transition vitreuse des échantillons (PP vierge, PP/Chanvre Blanc et PP/Chênevotte) est déterminée en utilisant une vitesse (en appliquant une rampe) de chauffe

de 10°C/min jusqu'à une température allant à 200°C. Le taux de cristallinité χ_c (%) est calculé à partir de l'aire des pics de fusion en utilisant une enthalpie de fusion pour un cristal pur de Polypropylène $\Delta H_f^\circ = 209 \text{ J/g}$.

Une courbe de DSC ressemble généralement à la **Figure 47** (ici on a pris comme exemple celle du polyéthylène téréphtalate (PET)) et comporte 3 étapes :

T_g : température de transition vitreuse,

T_f : température de fusion correspondant au creux de fusion sur la courbe DSC,

T_c : température de cristallisation correspondant au pic de cristallisation sur la courbe DSC.

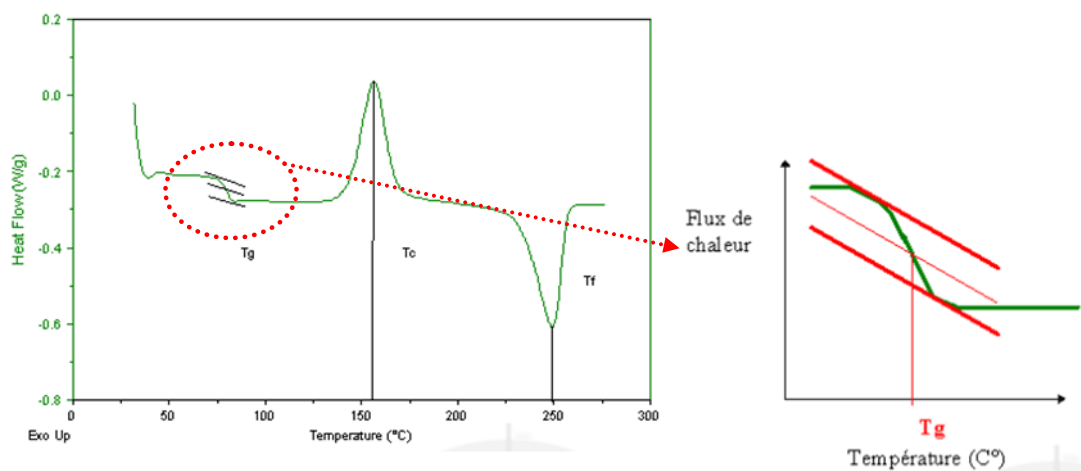


Figure 47 : Thermogramme DSC du PET

Il faut noter que les courbes DSC ne comportent pas toutes ces 3 étapes. C'est le cas de nos matériaux avec le PP chargé et non chargé où les thermogrammes des **Figures 48a** et **b** ont été enregistrés. Ces figures montrent respectivement les thermogrammes DSC pour le PP copolymère vierge et PP/Chanvre Blanc, on rappelle que les échantillons sont extraits des éprouvettes injectées afin de tenir compte des conditions de transformation, de l'effet de la température et de l'orientation des chaînes macromoléculaires.

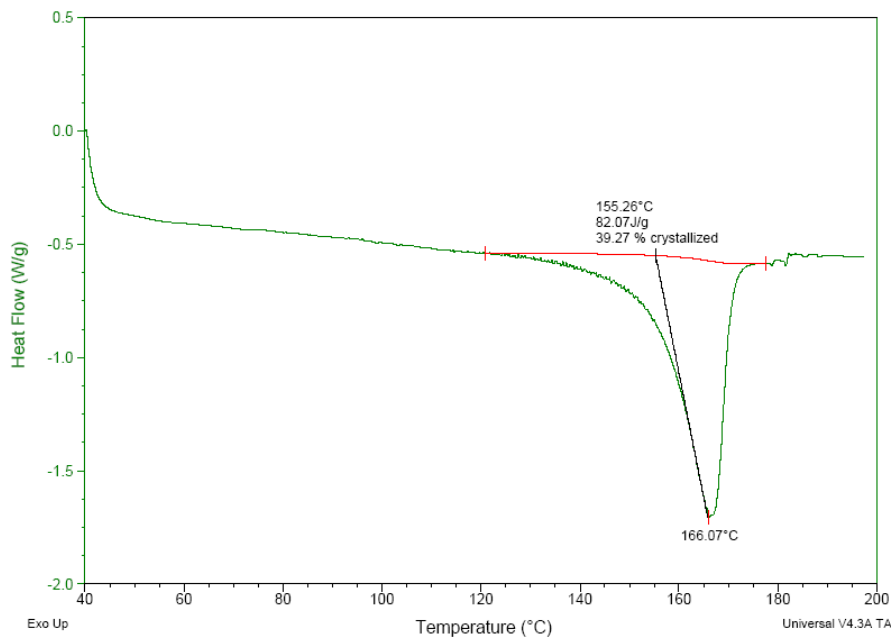


Figure 48.a : Courbe DSC du polymère vierge Polypropylène Copolymère mesurée à une vitesse de chauffe de 10°C/min

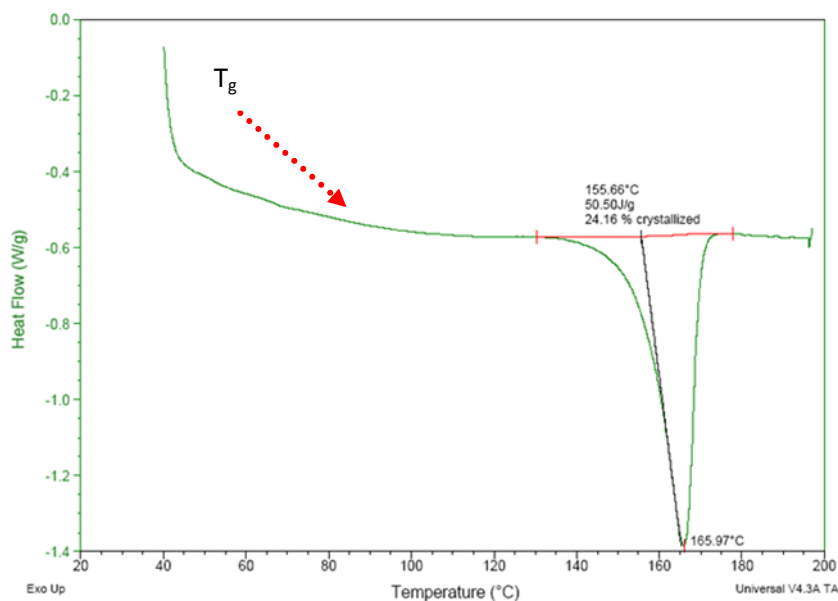


Figure 48.b : Courbe DSC du PP/Chanvre Blanc mesurée à une vitesse de chauffe de 10°C/min

La première observation de la courbe de DSC montre que le taux de cristallinité de PP chargé avec de la fibre a chuté. Pour vérifier ce résultat, nous avons multiplié les essais en effectuant d'autres mesures DSC sur les mêmes matériaux (PP vierge et PP/CB). Sous les mêmes conditions d'essai, nous trouvons pratiquement les mêmes résultats. Donc, ceci confirme bien que le taux de cristallinité chute. Nous n'attribuons pas, bien évidemment, cette chute au renfort dont le rôle est celui d'améliorer les propriétés mécaniques mais pas certaines propriétés thermiques. En fait la dispersion de la phase minoritaire (dans ce cas la fibre de Chanvre) influe sur les lamelles des cristallites de la phase Polypropylène, car il existe une distribution de taille des fibres de Chanvre dans la matrice Polypropylène, engendrant ainsi

une modification des paramètres de cristallisation de celle-ci. On assiste donc à une diminution de l'enthalpie du PP vierge, en présence des fibres de Chanvre dans les compounds PP/Chanvre Blanc. La diminution des propriétés thermiques (enthalpie de fusion $\Delta H_f(\text{PP})$ de PP vierge) a pour cause les fibres de Chanvre qui provoquent une moindre aptitude d'organisation des chaînes de Polypropylène, engendrant ainsi, une cristallisation plus difficile de la phase Polypropylène ; en conséquence, le pourcentage de cristallinité du PP va baisser.

Les deux thermogrammes relatifs à chaque matériau, montrent aussi un déplacement de la valeur de la T_g , ce changement (en baisse dans le cas du PP chargé) peut être attribué à une augmentation de la mobilité moléculaire de la phase amorphe, par suite à une destruction des arrangements cristallins de chaînes polymériques constitutifs du matériau [51] dû à l'effet de l'ajout des renforts (fibre de Chanvre et Chênevotte).

Les valeurs de la température de transition vitreuse T_g , les taux de cristallinité des échantillons déterminés par l'analyse DSC et la mesure de la densité sont regroupés dans le **Tableau 15**

Tableau 15 : Données des matériaux à partir de la DSC

Echantillons	T_g (°C) ¹	χ_c (%) ¹	χ_c (%) ²
PP Copo. Vierge	102.98 ± 5.17	38.64 ± 3.46	0.295 ± 0.103
PP chargé fibres (PP/CB)	84.18 ± 11.68	22.985 ± 2.64	-

1- Valeurs calculées à partir des thermogrammes DSC avec 209 J/g pour un cristal de PP pur

2- Valeurs évaluées à partir de la mesure de densité avec $d_a = 0.854 \text{ g/cm}^3$ et $d_c = 0.954 \text{ g/cm}^3$

Remarque :

1. On rappelle que les taux de cristallinité χ_c (%) sont évalués à partir de l'aire des creux de fusion des thermogrammes DSC.
2. Vu la grande dispersion des résultats effectués à l'aide de la technique de mesure de densité, du fait des erreurs de mesure effectuées avec un écart type de 35% entre les valeurs, nous avons privilégié la technique de la mesure de DSC pour la détermination du taux de cristallinité de nos matériaux. C'est pour cette raison que nous nous sommes limités, par le biais de cette technique, uniquement à la mesure de la cristallinité du PP copolymère vierge.
3. Les valeurs du taux de cristallinité du PP/Chanvre Blanc et de celui du PP/Chênevotte sont très proches voire pratiquement égales ; on utilise deux renforts mais de même origine (même plante de Chanvre), le taux de cristallinité ne varie pas et on obtient pratiquement les mêmes valeurs de χ (%) pour les deux renforts Chanvre Blanc et Chênevotte. C'est pour cette raison que nous avons limité l'étude au cas du PP/Chanvre Blanc.

L'influence de l'ajout de la fibre sur la température de fusion est minime. En effet, la température de fusion n'a quasiment pas changé par rapport au Polypropylène vierge (166.07°C et 165.97°C respectivement pour le PP vierge et PP/Chanvre Blanc)

En conclusion, la présence du renfort (Chanvre Blanc et/ou Chènevotte) et la non miscibilité des deux constituants (Résine+ Renfort) vont constituer donc une entrave au phénomène de cristallisation de la matrice Polypropylène [44,45,47].

Ces valeurs de taux cristallinité χ_c serviront par la suite dans l'étude micromécanique du comportement des composites pour la détermination de la valeur exacte du tenseur de rigidité du polymère Polypropylène vierge qui tient compte des modules de chacune de ses phases constitutives; à savoir les phases amorphes et cristallines (existence d'une relation reliant le taux de cristallinité et le module de Young du matériau polymère).

XI. Evolution de module de cisaillement plan G_{12} en fonction de la vitesse

Afin de connaître l'influence de la vitesse de déformation angulaire ω (rad/s) sur le module de cisaillement plan G_{12} , des essais de torsion ont été mis en place pour déterminer la forme de cette évolution. Le principe d'essai est détaillé de la façon suivante :

XI.1. Essai de torsion

Cet essai est utilisé pour produire une sollicitation de cisaillement permettant d'accéder à certaines caractéristiques mécaniques telles que la mesure du module de cisaillement G_{12} ou G_{13} , ainsi que les contraintes de cisaillement à rupture lorsque l'un ou l'autre des cisaillements est privilégié. Dans notre cas d'étude, cet essai consiste à imposer un moment de torsion à un barreau de section rectangulaire dont les dimensions sont 150x10x4 mm³

La distribution des contraintes dans ce barreau sollicité en torsion dans le sens 1 se résume à deux contraintes de cisaillement τ_{12} et τ_{13} liées à deux modules G_{12} et G_{13} .

L'élasticité anisotrope permet d'interpréter ce type d'essai et de déterminer les constantes élastiques par l'équation suivante [Lekhniskii (1963)]:

$$G_{12} = \frac{ML}{\theta ab^3 \beta(c)}$$

avec : θ : angle de rotation

a, b : largeur et épaisseur de l'éprouvette

M : moment de torsion

L : longueur entre les mors

$\frac{M}{\theta}$: est la pente dans la partie linéaire de la courbe $M = f(\theta)$

$$\beta(c) = \frac{32c^2}{\pi^4} \sum_{i=1,3,5}^{\infty} \frac{1}{n^4} \left[1 - \frac{2c}{n\pi} \operatorname{th} \left(\frac{n\pi}{2c} \right) \right]$$

avec $c = \frac{b}{a} \sqrt{\frac{G_{13}}{G_{12}}}$

La courbe de la **Figure 49** donne l'évolution de la fonction $\beta(c)$

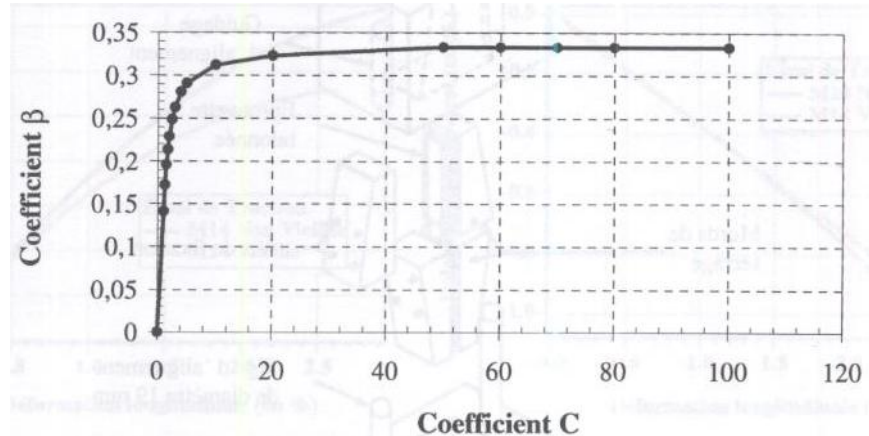


Figure 49 : Evolution de la fonction $\beta(c)$ en fonction de c

Le matériau composite testé présente un comportement quasi-isotrope dans le plan (1, 2), les valeurs de β sont données (**Tableau 16**) par les ouvrages traitant de la résistance des matériaux (isotropes).

Tableau 16 : Evolution du coefficient β en fonction de c

b/a	1	1.5	1.75	2	2.5	3	4	6	8	10	infini
β	0.141	0.196	0.214	0.229	0.249	0.363	0.281	0.299	0.307	0.313	1/3

Dans notre cas d'étude, le rapport entre la largeur de l'éprouvette et son épaisseur $\frac{b}{a} = 2.5$, ce qui lui correspond une valeur $\beta = 0.249$

Généralement le rapport $\frac{G_{13}}{G_{12}}$ est mal connu, ce qui pose problème pour cet essai. Alors un choix judicieux de la géométrie de l'éprouvette permet de surmonter cette difficulté. Sur la **Figure 49**, on peut constater que le coefficient β atteint une valeur constante à partir d'une valeur critique de c . Dans ce cas, la fonction β n'est plus sensible au paramètre c et devient indépendante du rapport $\frac{G_{13}}{G_{12}}$ pour des valeurs de $c > 5$. Cela est possible en prenant $a \gg b$. Ce qui donne un rapport des modules de cisaillement élastique compris entre $0.5 < \frac{G_{13}}{G_{12}} < 1$. Cela implique un rapport de $\frac{b}{a} > 7$

XI.2. Résultats

Une moyenne d'essai, à différentes vitesses angulaires, sur 5 échantillons de chaque matériau (PP/Chanvre Blanc et PP/Chênevotte) a été adoptée afin de déterminer les dispersions des résultats. Ces essais sont réalisés à l'aide d'un torsiomètre (Torsiomat) équipé d'un logiciel de pilotage de la machine et d'acquisition de données (**Figure 50**).



Figure 50 : Machine de torsion

Les résultats de mesure sont regroupés dans les **Tableaux 17** et **18** ci-dessous

Tableau 17 : Evolution du module de cisaillement G_{12} en fonction de ω pour le PP/Chanvre Blanc

PP/Chanvre Blanc										
ω (rad/s)	1	2	3.5	4	5	5.4	5.5	5.6	5.7	6
G_{12} (MPa)	937.86	1008.93	988.85	1067.42	1086.03	1087.05	1058.49	1082.44	1063.53	1037.58

Tableau 18 : Evolution du module de cisaillement G_{12} en fonction de ω pour le PP/Chênevotte

PP/Chênevotte					
ω (rad/s)	1	5.4	5.5	5.6	6
G_{12} (MPa)	849.65	914.81	923.98	899.86	907.08

Pour les deux composites on remarque que le module élastique de cisaillement G_{12} augmente avec la vitesse de déformation ω (rad/s). Ceci, met en valeur l'effet de la viscosité au sein du matériau. Cette remarque a été déjà prouvée précédemment lors des essais de traction à différentes vitesses de déformations $\dot{\epsilon}$ (s^{-1}).

On regroupe sur la **Figure 51** ci-dessous, l'effet de la vitesse sur le module de cisaillement dans le cas du composite PP/Chanvre Blanc.

On voit que le module G_{12} atteint un maximum pour une certaine valeur de ω et finira par chuter par la suite. Pratiquement, on trouve les mêmes effets que ceux observés en traction

à différentes vitesses. En effet, en traction on atteint une vitesse seuil à partir de laquelle la rigidité commence à décroître.

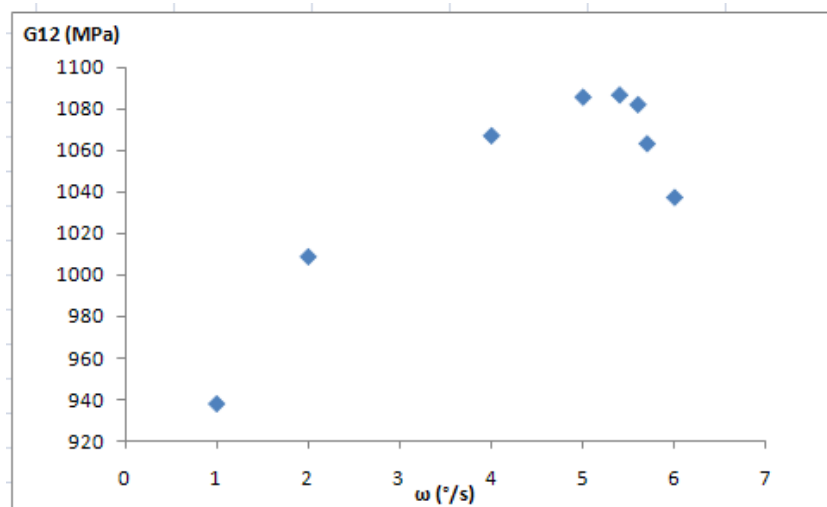


Figure 51 : Evolution de G_{12} en fonction de ω dans le cas du composite PP/Chanvre Blanc

De la même façon, on observe ce phénomène dans le cas du composite PP/Chènevotte.

La viscosité impose son effet sur les propriétés mécaniques des composites. Cette influence est mise en valeur, grâce à des essais particuliers tels que la traction et la torsion. L'effet de la viscosité impose son influence sur tous les paramètres mécaniques et il pourra être quantifié à l'aide de l'évolution du module d'élasticité E , du module de cisaillement G , de la contrainte maximale $\sigma_{\max}$, de la déformation à la rupture ε_r , etc....

Conclusion

L'étude du comportement mécanique des composites Polypropylène/Chanvre Blanc et Polypropylène/Chènevotte, à différentes échelles, a donné des résultats intéressants permettant d'expliquer différents phénomènes liés aux propriétés de chaque constituant (renfort, résine et interface).

Le premier résultat important de cette étude en statique est la mise en évidence de l'effet et de l'importance de la qualité de l'interface renfort/matrice sur les propriétés du composite. Ceci est mis en valeur grâce à la technique d'émission acoustique couplée à des observations microscopiques au MEB des faciès de rupture sur différents échantillons. Cette technique a permis de comprendre les différents mécanismes responsables de l'endommagement des composites et de construire avec précision, en alliance avec d'autres essais mécaniques, la loi du comportement des matériaux.

Références bibliographiques

- [1] : N. Temimi-Maaref, « Comportement thermo-mécanique et rupture de polypropylènes. Etude expérimentale et modélisation ». Thèse de doctorat, Ecole des Mines de Paris, Année 2006, pp8-9.
- [2] : C. Geneau, « Procédé d'élaboration d'agromatériau composite naturel par extrusion bivis et injection moulage de tourteau de tournesol ». Thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Toulouse, Année 2006, p 93
- [3] : B. Bonnet, « Comportement au choc de matériaux composites pour applications automobiles ». Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, Année 2005, p 36.
- [4] : G. Mougin, site Web: <http://www.aft-plasturgie.com>
- [5]: A.K. Bledzki, O. Faruk, «Creep and impact properties of wood fibre-polypropylene composites: influence of temperature and moisture content». *Composites Science and Technology*, 2004, 64, 693-700.
- [6]: W. Wang, M. Sain, P.A. Cooper, «Study of moisture absorption in natural fibre plastic composites». *Composites Science and Technology*, 2006, 66, 379-386.
- [7]: I. Radovanovic, «Verarbeitung und Optimierung der Rezeptur von Wood Plastic Composites (WPC) ». *PhD Thesis*, Osnabrück, Süddeutsches Kunststoff-Zentrum, 2007.
- [8]: J. Gassan, «Naturfaserverstärkte Kunststoffe». *PhD Thesis*, Kassel, Shaker Verlag, 1997.
- [9]: A.C. Karmaker, A. Hoffmann, G. Hinrichsen, «Influence of water uptake on the mechanical properties of jute fibre-reinforced polypropylene». *Journal of Applied Polymer Science*, 1994, 54, 1803-1807.
- [10]: O.J. Faruk, «Microcellular Wood Fibre Reinforced Polypropylene Composites». *PhD Thesis*, Kassel, Institute of Materials Technology, 2005.
- [11]: J. George, S.S. Bhagawan, S. Thomas, «Effects of environment on the properties of low-density polyethylene composites reinforced with pineapple-leaf fibre». *Composites Science and Technology*, 1998, 58, 1471-1485.
- [12]: N.E. Marcovich, M.M. Reboredo, M.I. Aranguren, «Dependence of the mechanical properties of wood flour-polymer composites on the moisture content». *Journal of Applied Polymer Science*, 1998, 68, 2069-2076.
- [13]: H.N. Dhakal, Z.Y. Zhang, M.O.W. Richardson, «Effect of water absorption on the mechanical properties of hemp fibre reinforced unsaturated polyester composites». *Composites Science and Technology*, 2007, 67, 1674-1683.

- [14]: A.K. Bledzki, K. Specht, M. Letman, A. Viksne, «Static and cyclic moisture conditioning of injection moulded wood fibre PP composites». *Proceedings: 5th International Symposium on 'Materials made from Renewable Resources'*, 2005, Erfurt, Germany.
- [15]: F. Gouanvé, S. Marais, A. Bessadok, D. Langevin, M. Métayer, «Kinetics of water sorption in flax and PET fibers». *European Polymer Journal*, 2007, 43, 586-598.
- [16]: D. Plackett, T.L. Andersen, W.B. Pedersen, L. Nielsen, «Biodegradable composites based on L-poly lactide and jute fibres». *Composites Science and Technology*, 2003, 63, 1287-1296.
- [17]: D.F. Caulfield, D. Feng, S. Prabawa, R.A. Young, A.R. Sanadi, «Interphase effects on the mechanical and physical aspects of natural fiber composites». *Die Angewandte Makromolekulare Chemie*, 1999, 272, 57-64.
- [18]: H. Nechad, «Evaluation de l'endommagement et de la rupture de matériaux hétérogènes par ultrasons et émission acoustique : estimation de la durée de vie restante ». Thèse de doctorat, INSA de Lyon, Année 2004.
- [19]: A. Calabro, C. Esposito, A. Lizza, M. Giordano, A. D'Amore, L. Nicolais, «Analysis of the acoustic emission signals associated to failure modes in CFRP laminates». *8th European Conference on Composite Materials (ECCM-8)*, Naples, Italie, 1997, pp 444
- [20]: M. Giordano, A. Calabro, C. Esposito, A. Lizza, A. D'Amore, L. Nicolais, «An acoustic emission characterization of the failure modes in polymer-composite materials». *Composites Science and Technology*, 1997, vol.58, pp.1923-1928.
- [21]: E. Mäder, E. Moos, J. Karger-Kocsis, «Role of film formers in glass fibre reinforced polypropylene-new insights and relation to mechanical properties». *Composites Part A*, vol. 32, 2001, pp. 631-639.
- [22]: O. Chen, P. Karandikar, N. Takeda, T. Kishi, «Acoustic emission characterization of a glass-matrix composite». *Nondestructive Testing and Evaluation*, 1992, vol. 8-9, pp. 869-878.
- [23]: M. Benzeggagh, S. Barré, B. Echalié, R. Jacquemet, «Etude de l'endommagement de matériaux composites à fibres courtes et à matrice thermoplastique». *AMAC Journées Nationales Composites*, Paris, 1992, vol.8, pp.703-714.
- [24]: S. Barré, M. Benzeggagh, «On the use of acoustic emission to investigate damage mechanisms in glass-fibre-reinforced polypropylene». *Composites Science and Technology*, 1994, vol.52, pp. 369-376.
- [25]: Ph. Margueres, F. Meraghni, M. Benzeggagh, «Comparison of stiffness measurements and damage investigation techniques for a fatigued and post-fatigued GFRP composite obtained by RTM process». *Composites: Part A*, 2000, vol. 31, pp. 151-163.

- [26]: D. Scida, Z. Aboura, M. Benzeggagh, «The effect of ageing on the damage events in woven-fibre composite materials under different loading conditions». *Composites Science and Technology*, 2002, vol. 62, pp. 551-557.
- [27]: T. Uenoya, «Acoustic emission analysis on interfacial fracture of laminated fabric polymer matrix composites». *Journal of Acoustic Emission*, 1995, vol. 13, n°3/4, pp. S95-S102.
- [28]: E.V.K. Hill, «Predicting burst pressures in filament-wound composite pressure vessels by using acoustic emission data». *Materials Evaluation*, 1992, vol. 5, n°12, pp. 1439-1445.
- [29]: E.V.K. Hill, II. J.L. Walker, G.H. Rowell, «Burst pressure prediction in graphite/epoxy pressure vessels using neural networks and acoustic emission amplitude data». *Materials Evaluation*, 1996, vol. 54, n°6, pp. 744-748.
- [30]: A. Nielsen, «Acoustic emission source based on pencil lead breaking». The danish welding institute publication, 1980:80.15
- [31]: F. Meraghni, M.L. Benzeggagh, «Influence de la formulation de la résine sur le comportement élastique endommageable de composites SMC». *Les 14^{ème} Journées Nationales sur les Composites*, 22-23-24 Mars 2005, vol. 3, Endommagement-Rupture-Vieillessement-Durabilité.
- [32]: A.E. Langroudi, «Etude de la déformation viscoélastique et plastique du PET amorphe et semi-cristallin autour de la transition vitreuse». *Thèse de doctorat INSA de Lyon*, 1999, Chapitre IV, pp. 79-80.
- [33]: V. Cérez, «Propriétés mécaniques, thermiques et acoustiques d'un matériau à base de particules végétales : approche expérimentale et modélisation théorique». *Thèse de doctorat, INSA de Lyon*, 2005, Chapitre 1, pp. 44
- [34]: S. Huguet, N. Godin, R. Gaertner, L. Salmon, D. Villard, «Use of acoustic emission to identify damage modes in glass fibre reinforced polyester». *Composites Science and Technology*, vol. 62, 2002, pp. 1433-1444.
- [35]: D. Scida, Z. Aboura, M.L. Benzeggagh, «The effect of ageing on the damage events in woven-fibre composite materials under different loading conditions». *Composites Science and Technology*, vol. 62, 2002, pp. 551-557.
- [36]: S. Mechraoui, S. Benmedakhene, S. Amami, A. Laksimi, «Analyse de l'endommagement et de la rupture d'une structure composite stratifiée verre/époxy (0/30/60)₁₀ par émission acoustique». In : *Compte rendu des 14^{ème} Journées Nationales sur les Composites (JNC14)*, pp. 801-810, Compiègne 22-23-24 Mars 2005.
- [37]: S.V. Lomov, D.S. Ivanov, T.C. Truong, I. Verpoest, F. Baudry, K. Vanden Bosche, H. Xie, «Experimental methodology of study of damage initiation and development in textile composites in uniaxial tensile test». *Composites Science and Technology*, vol. 68, pp. 2340-2349, 2008.

- [38]: W. Haselbach, B. Lauke, «Acoustic emission of debonding between fibre and matrix to evaluate local adhesion». *Composites Science and Technology*, vol. 63, pp. 2155-2162, 2003.
- [39]: X. Zhuang, X. Yan, «Investigation of damage mechanisms in self-reinforced polyethylene composites by acoustic emission». *Composites Science and Technology*, vol. 66, pp. 444-449, 2006.
- [40]: J.M. Park, P.G. Kim, J.H. Jang, Z. Wuang, B.S. Hwang, K.L. De Vries, «Interfacial evaluation and durability of modified Jute fibers/polypropylene (PP) composites using micromechanical test and acoustic emission». *Composites Part B*, vol. 39, pp. 1042-1061, 2008.
- [41]: F. Busnel, B. Eric, C. Baley, Y. Grohens, «Influence des traitements chimiques sur les propriétés de surface des fibres de lin : Approches nano et macroscopiques». *Renforcement des polymères par des fibres végétales*, Journée Scientifique et Technique –AMAC, pp. 75-87, vol. 16, n° 1/2006.
- [42]: L. Chevalier, Y. Marco, «Applications de la mesure de champs à la caractérisation uniaxiale ou multiaxiale des matériaux polymères». *Chevalier et Marco, Rhéologie*, vol. 6, 45-53, 2004.
- [43]: M.P. Pain, F. Hild, J. Lamon, «Méthodes de mesures de champs et d'identification des propriétés élastiques par corrélation d'images numériques : application à l'étude d'un joint de brasure céramique». *Revue des Composites et Matériaux Avancés*. Vol. XX-n° XX/2005.
- [44]: Z. Baccouch, O. Saâdallah, «Etude des propriétés des mélanges Polyéthylène Téréphtalate récupéré/Polypropylène réalisés par extrusion réactive ». *Mémoire de Projet Fin d'Etude*, Ecole d'Ingénieurs de Sfax, Année 2005.
- [45]: V. Everaert, L. Aerts, G. Groeninckx, « Phase morphology development in immiscible PP/(PS/PPE) blends influence of the melt-viscosity ratio and blend composition». *Polymer*, vol. 40, pp. 6627-6644, 1999.
- [46]: Z. Stojanovic, Z. Kacarevic-Popvic, S. Galovic, D. Milicevic, E. Suljovrujic, «Crystallinity changes and melting behavior of uniaxially oriented iPP exposed to high doses of gamma radiation». *Polymer Degradation and Stability*, vol. 87, pp. 279-286, 2005.
- [47]: S. Ran, B. S. Hsiao, P. K. Agarwal, M. Varma-Nair, «Structure and morphology development during deformation of propylene based ethylene-propylene copolymer and its blends with isotactic polypropylene». *Polymer*, vol. 44, pp. 2385-2392, 2003.
- [48]: R. Joffe, J. Andersons, «Mechanical performance of thermoplastic matrix natural-fibre composites». *Properties and performance of natural-fibre composites*, Chapter 13, pp. 402-459, 2008.
- [49]: P. Navi, F. Heger, « Comportement thermo-hydromécanique du bois : Applications technologiques et dans les structures ». Première édition, Presses polytechniques et universitaires romandes, CH-1015 Lausanne, Année 2005.

[50]: T. Maaref, «Comportement thermo-mécanique et rupture de polypropylènes. Etude expérimentale et modélisation». Thèse de doctorat, Ecole des Mines de Paris, Année 2006.

[51]: A. Ershad Langroudi, «Etude de la déformation viscoélastique et plastique du PET amorphe et semi-cristallin autour de la transition vitreuse». Thèse de doctorat, Ecole doctorale : Matériaux de Lyon, Année 1999.

[52]: F. Bédoui, J. Diani, G. Régnier, «Micromechanical modeling of elastic properties in polyolefins». *Science Direct Polymer*, vol. 45, pp. 2433-2442, 2004.

[53]: Laboratoire de matériaux, Ecole catholiques d'Arts et Métiers, site Web : <http://matériaux.ecam.fr/savoirplus/dsc/DSC.html>

**Etude du
comportement
mécanique d'agro-
composites en fatigue**

Préambule

Comme on l'a signalé précédemment, l'utilisation des fibres végétales (dans notre cas la fibre de Chanvre), comme renfort des matériaux composites, offre de nombreux avantages (propriétés mécanique, faible densité, biodégradabilité). Des études ont été effectuées initialement sur la caractérisation du comportement des fibres unitaires soumises à des sollicitations cycliques en traction. Les résultats ont montré que l'état d'endommagement est fortement lié à la structure de la fibre qui elle même présente une structure composite. La difficulté réside toujours dans la structure de la fibre (présence de défauts) qui rend difficile parfois le montage des fibres sur les machines d'essai. De plus, la dispersion des résultats de fatigue pourra aussi être expliquée par l'origine naturelle de la fibre ainsi que la présence des défauts dans la structure de celle ci (telle que les plissements de l'édifice fibrillaire). Tous ces facteurs présentent des obstacles voire des problèmes à la caractérisation et à la compréhension du comportement en fatigue des matériaux composites. Les recherches continuent à être menées pour étudier le comportement mécanique en fatigue des composites à fibres végétales (unidirectionnels, stratifiés, ..) pour voir l'apport donné par ces fibres sur le comportement global des matériaux, et surtout sur leur durée de vie.

Très peu d'essais de fatigue, notamment sur des composites à fibres végétales, sont suivis par Emission Acoustique. Les précédents travaux avaient et pour la plupart comme objectif d'utiliser le maximum de moyens et des techniques expérimentales pour déterminer et suivre les paramètres qui décrivent le comportement de fatigue. Plusieurs techniques ont été appliquées à savoir, la perte de raideur au cours du temps, la perte d'énergie par boucles d'hystérésis. Certains chercheurs avaient en particulier essayé de bénéficier du caractère émissif des matériaux composites lors de leur dégradation par la technique d'Emission Acoustique, qui a connu une utilisation très timide, avec des fibres végétales. La présente section a pour vocation d'apporter une contribution à l'analyse du comportement en fatigue des deux agromatériaux composites étudiés précédemment en statique.

Introduction

L'évaluation des propriétés de fatigue des composites à renforts fibres végétales constitue un nouveau champ de recherche. La majorité des études de comportement en fatigue concernent les composites synthétiques (à renforts en fibres de verre et de carbone).

On entend par phénomène de fatigue, la dégradation progressive d'une structure soumise à des sollicitations fluctuantes ou répétées, qui se traduit par l'apparition et le développement de fissures, endommageant ces structures et pouvant les amener à la ruine par rupture brutale. Avec l'intérêt croissant du potentiel des composites à renfort fibres végétales dans les applications à caractère structurel, tel que l'automobile, le bâtiment, etc... L'étude du comportement en fatigue s'avère fondamentale pour élargir leur champ d'applications.

Plusieurs chercheurs se sont penchés sur l'étude en fatigue du comportement mécanique des composites à renfort fibres naturelles. Chawla et Bastos [9] se sont intéressés à l'étude de l'influence de la fraction volumique des fibres sur les propriétés mécaniques (telles que le module de Young, la résistance maximale en traction) et sur les propriétés d'impact des composites à renforts en fibres de jute non traitées et résine de polyester insaturée. Santulli [10] a étudié le comportement post-impact d'un composite de type textile-tissé de polyester renforcé par des fibres de jute, soumis à de faibles vitesses d'impact, et il a été noté que ce composite présente de mauvaises propriétés à l'impact. De même Pavithran et al. [11] ont déterminé, au moyen de l'essai de Charpy, l'énergie de rupture des composites en fibres de sisal/polyester, fibres de banane/polyester, et des composites en fibres d'ananas/polyester.

Gassan [12] a montré que, sous une sollicitation de fatigue en mode de traction-traction, une meilleure interface fibre/matrice conduit à un module dynamique élevée et à une réduction de la dégradation de la rigidité pour un nombre croissant de cycles à la rupture et pour des contraintes maximales appliquées.

I. Moyens d'essai

On dispose pour cet essai d'une machine hydraulique de fatigue type MAYES, avec une cellule de capacité 2500 N (**Figure 1**). Afin de mesurer la déformation, un extensomètre longitudinal est collé sur la face de l'éprouvette. Toutes les données sont stockées et traitées dans une chaîne d'acquisition. Les essais cycliques, d'un signal de fréquence $f = 1 \text{ Hz}$ (**Figure 2.a**), sont menés en contrôle de charge avec une forme d'onde sinusoïdale de traction ondulée, autour d'une valeur statique $\sigma_{\max}$ constante, avec des amplitudes $\frac{\Delta F}{2}$, et un rapport de charge $R = \frac{F_{\min}}{F_{\max}} = 0.1$ (ce rapport est choisi pour maximiser les effets cycliques sans invoquer les complications au niveau des contraintes de compression et les variations probables des mécanismes de rupture [8]). Un essai préliminaire a été lancé à une fréquence $f = 5 \text{ Hz}$, qui a généré un auto-échauffement. Afin d'éviter un couplage thermo-mécanique la fréquence de $f = 1 \text{ Hz}$ a été choisie [13,14]. Une sonde thermocouple, permettant de mesurer la variation de température, a été collée sur l'éprouvette composite afin de mesurer toute

variation de température ayant pour conséquence des effets secondaires sur le comportement en fatigue du composite (échauffement thermomécanique) causant ainsi des effets non souhaitable pour le bon traitement des données. Différents niveaux de chargement ont été testés, 35%, 50%, 60%, 65%, 75% et 85% de la charge maximale $F_{\max}$ obtenue en statique.



Figure 1 : Montage d'essai de fatigue

Pour des faibles niveaux de chargement, où la rupture n'est pas constatée, un critère d'arrêt est choisi. L'essai est volontairement arrêté à $5 \cdot 10^5$ cycles en cas de non rupture de l'éprouvette.

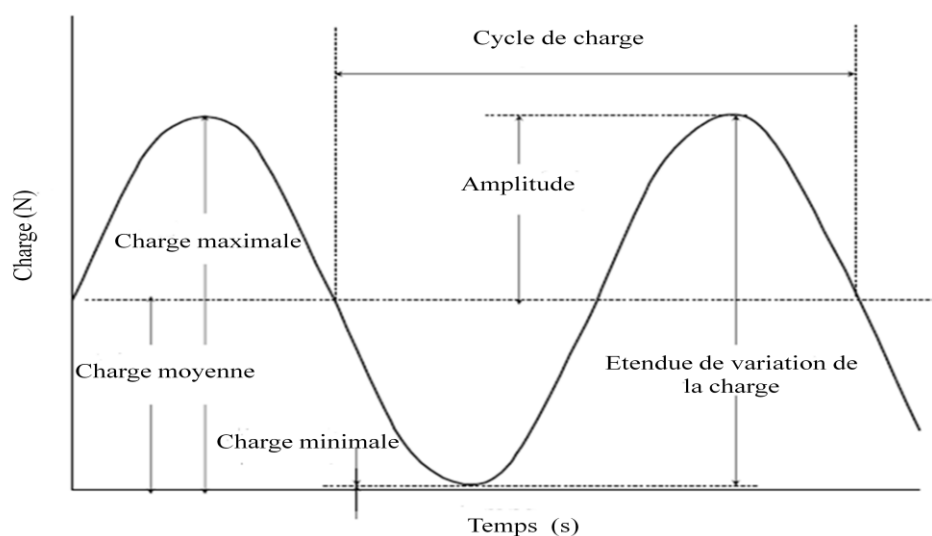


Figure 2.a : Cycle de chargement en traction ondulée à contrainte imposée

La mise en route de l'essai de fatigue est décrite sur la **Figure 2.b**, le chargement est appliqué progressivement à l'aide d'une rampe permettant de se positionner à la charge moyenne F_{moy} en statique. Une fois la valeur moyenne atteinte, le chargement cyclique est ensuite appliqué.

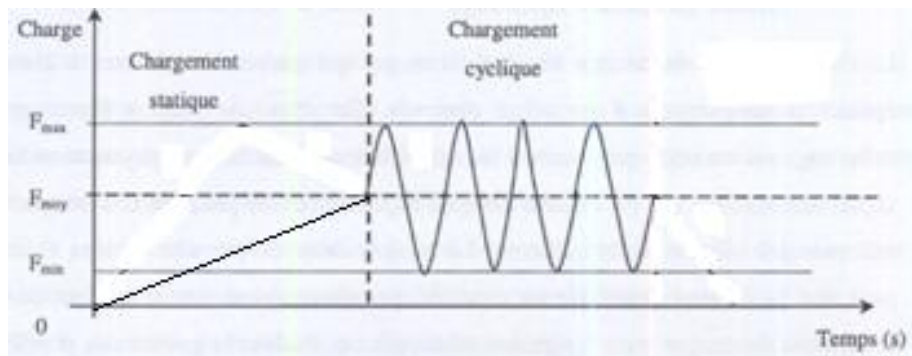


Figure 2.b : Procédure d'essai

II. Durée de vie

La notion de durée de vie est un élément primordial dans l'exploitation des essais de fatigue. Dans le cas des matériaux composites, cette notion peut être associée non pas à la rupture du matériau mais comme une variation d'un paramètre au cours de l'essai tel que le changement brusque de l'évolution de la rigidité par exemple.

Un nombre considérable de paramètres peut influencer le comportement en fatigue des composites. On peut citer la qualité de l'interface fibre/matrice (reliée à la compacité de la matrice), la géométrie des fibres, leur état de surface, leur dimension, leur pourcentage volumique, la fréquence de chargement, le type de signal, le taux de chargement, le taux de contrainte, etc. [1]

Comme cela a été signalé et remarqué dans le cas des essais statiques, le comportement des composites Polypropylène/Chanvre Blanc et Polypropylène/Chênevotte est intrinsèquement lié à l'interface fibre/matrice, dans la mesure où une fois la fissuration de la matrice initiée, le transfert des efforts s'opère vers les fibres, via l'interface. La question qui se pose dans le cas de l'étude du comportement en fatigue est la suivante : le processus d'endommagement sera-t-il contrôlé par le même phénomène d'interface ?

III. Dépouillement des essais de fatigue

D'une façon générale, l'étude des essais de fatigue sur divers matériaux montrent qu'il existe une dispersion importante dans les résultats de durée de vie. Cela est dû à l'hétérogénéité du matériau et au phénomène de fatigue lui-même. Il faut donc effectuer un grand nombre de répétitions pour obtenir un ensemble de valeurs du nombre de cycles représentatif du phénomène réel. En pratique, on effectue plusieurs répétitions pour un niveau de sollicitation donné. Par exemple, dans le cas de composites à renfort fibres végétales, on peut atteindre même 5 éprouvettes par niveau de chargement [2-4]. La loi de distribution de ces durées de vie peut-être caractérisée par une loi log-normale, en faisant intervenir une moyenne et un écart type caractéristiques de la dispersion.

La démarche classique qui permet de représenter la résistance à la fatigue est la détermination de la courbe de Wöhler, ce qui permet de définir une durée de vie de matériau pour un chargement donné et une limite d'endurance. Pour les trois matériaux d'étude (Polypropylène vierge et Polypropylène chargé), nous avons représenté sur la **Figure 3** le rapport de chargement ($\sigma/\sigma_{\max}$) en fonction de la durée de vie du matériau.

Dans le **Tableau 1** sont regroupés les valeurs du nombre de cycles à la rupture de chaque matériau et pour chaque niveau de chargement

Tableau 1 : Données de fatigue des différents matériaux pour différents niveaux de charge

Matériau	Niveau de chargement r (%)	Charge maximale $F_{\max}$ (N)	Contrainte maximale $\sigma_{\max}$ (MPa)	Nombre de cycles à la rupture
PP Copolymère vierge	35	360.5	9.11	642117 (NR)
	50	515	13.02	597126 (NR)
	60	617.8	15.62	411189±130953.8 (R)
	65	669.5	16.92	41574±9676.7 (R)
	75	772.5	19.53	5687.5±511.2 (R)
	85	875.5	22.13	4436±454.2 (R)
PP/Chanvre Blanc	35	374.3	9.46	570194 (NR)
	50	534.7	13.52	1146000 (NR)
	60	641.6	16.22	555125±133792 (R)
	65	695.1	17.57	179391±70445 (R)
	75	802	20.27	19047±8332 (R)
PP/Chènevotte	85	909	22.98	1700±706 (R)
	35	417.5	10.55	934087 (NR)
	50	596.5	15.1	594402 (NR)
	60	715.8	18.09	291133±93089 (R)
	65	775.4	19.60	149678±43115 (R)
	75	894.7	22.62	20299±7146 (R)
	85	1014.1	25.64	1732±1278 (R)

Notation :

- NR : pour désigner la non rupture de l'échantillon, surtout pour les grands nombres de cycles,
- R : pour désigner la rupture de l'échantillon.

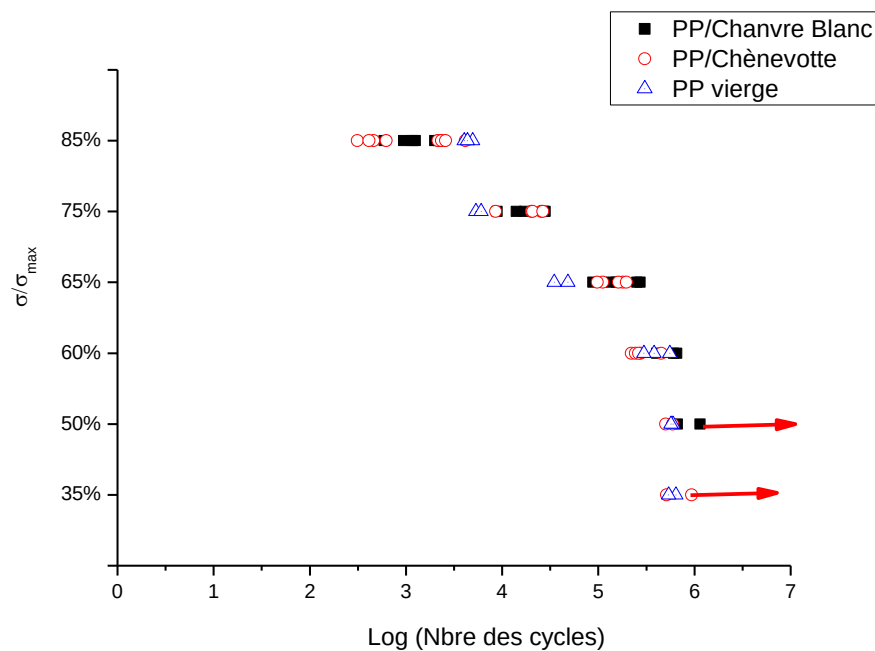


Figure 3 : Niveau de chargement en fonction de la durée de vie

Nous constatons bien évidemment que la durée de vie augmente avec la diminution du niveau de chargement r . Ainsi, pour un niveau de chargement faible, la rupture n'est pas atteinte même lorsque le nombre de cycles est supérieur à 10^5 cycles (un critère d'arrêt de l'essai à $5 \cdot 10^5$ cycles a été appliqué), alors que pour des valeurs élevées de r , la rupture est observée au bout de quelques centaines de cycles.

On peut constater, sur la même **Figure 3**, que les matériaux présentent une limite d'endurance $\sigma_D = 50\%$ de la charge maximale en statique, ce qui correspond à peu près à la valeur seuil, pour un chargement statique, à l'apparition de l'endommagement. Cette valeur est la même pour les trois matériaux. Notons que la durée de vie augmente avec la diminution du niveau de chargement.

La représentation de la courbe de Wöhler dans une échelle semi-logarithmique (**Figure 3**) peut être décrite par une régression linéaire de la forme

$$r = A - B * \log(N_R)$$

Avec les paramètres : r : rapport de niveau de chargement appliqué ($r = \sigma/\sigma_{\max}$),

A et B : constantes intrinsèques aux matériaux où B représente la pente de la droite d'endurance,

N_R : nombre de cycles à la rupture ou durée de vie correspondant au chargement appliqué

Cette forme de description permet de mieux visualiser la tenue en fatigue des matériaux par l'intermédiaire de la valeur de la pente B (voir **Tableau 2**). En effet, cette valeur est très proche pour les différents matériaux et ne montre pas une différence significative (les trois valeurs de la pente sont de même ordre de grandeur). Une première constatation nous conduit à dire que le Polypropylène chargé ou non, présente le même comportement en fatigue, alors que pour des niveaux de chargement faibles, on atteint toujours la même limite d'endurance.

Tableau 2 : Valeurs des constantes A et B

Matériau	$\sigma_{\max}$ (MPa)*	A	B
PP/Chênevotte	27.31	1.1706	- 0.047
PP/Chanvre Blanc	24.46	1.249	- 0.053
PP vierge	22.77	1.3928	- 0.068

$\sigma_{\max}$ (MPa)* : valeur de la contrainte maximale déterminée en statique : traction monotone à $v=2$ mm/mn

La résistance à la fatigue du Polypropylène non chargé vient de l'irréversibilité du changement de la structure associée au comportement viscoélastique non linéaire, qui est progressivement stocké dans le matériau polymère durant l'essai de fatigue [18].

Les renforts (fibres de Chanvre et Chênevotte) ne montrent pas clairement leurs effets sur le comportement en fatigue, comme ceux qui ont été remarqués dans le cas de comportement en statique. Pour le chargement à 85% UTS (UTS : Ultimate Tensile Strength=Résistance maximale de traction), les deux composites PP chargés présentent presque la même durée de vie, mais cette durée reste toujours faible par rapport à celle du Polypropylène non chargé.

Les essais d'endurance se caractérisent par une dispersion des valeurs de la durée de vie dépendant de plusieurs paramètres. D'une manière générale, cette dispersion est principalement liée à la nature hétérogène des composites. En outre, les éprouvettes composites n'ont pas toujours des caractéristiques comparables : fraction volumique en fibres V_f , distribution des défauts, résistance à la rupture en statique. La rupture en fatigue dépend d'une série de processus aléatoires, dont la conjugaison se traduit par une dispersion dans les résultats de durée de vie entre les éprouvettes soumises à un même niveau de chargement r et sollicitées dans les mêmes conditions [7].

O'Brien [19] explique que la grande dispersion des données de la résistance à la fatigue est la même pour tous les composites à renforts fibres courtes ceci est du à la nature aléatoire du procédé d'accumulation de dommages.

Bien qu'aucun dommage évident n'ait été trouvé sur les échantillons chargés à des faibles niveaux de contrainte à savoir pour les valeurs de contraintes correspondants à 60% et 65% de la contrainte maximale. Alors que pour des valeurs de chargement plus élevés à savoir 75% et 85% de la contrainte maximale, des micro-fissures transversales à la direction de sollicitation de diverses longueurs peuvent être observées évidemment à l'œil nu sur les surfaces de l'échantillon (surtout pour le niveau de 85% UTS). La densité et la taille de ces

micro-fissures augmentent avec le niveau de chargement r (%) et semblent être induites par les contraintes élevées.

IV. Mécanisme de la fatigue

Afin d'étudier les mécanismes qui sont responsables de l'endommagement et la rupture par fatigue des composites, plusieurs méthodes et/ou techniques ont été utilisées pour déterminer l'état d'avancement et le pilotage du dommage dans le matériau à chaque instant de l'essai et de quantifier avec précision l'endommagement du matériau en lui faisant correspondre le mécanisme physique responsable : à savoir la rupture de résine, plasticité, effet visqueux, échauffement du matériau, rupture d'interface, etc.... On distingue :

IV.1. Méthode d'évolution du module de rigidité

Trois différents niveaux de rapport de charge ($r = 50\%$, $r = 65\%$ et $r = 85\%$) ont été choisis. Pour suivre l'évolution de la rigidité E rapportée à la rigidité initiale du premier cycle de chargement E_0 , en fonction du nombre des cycles à la rupture.

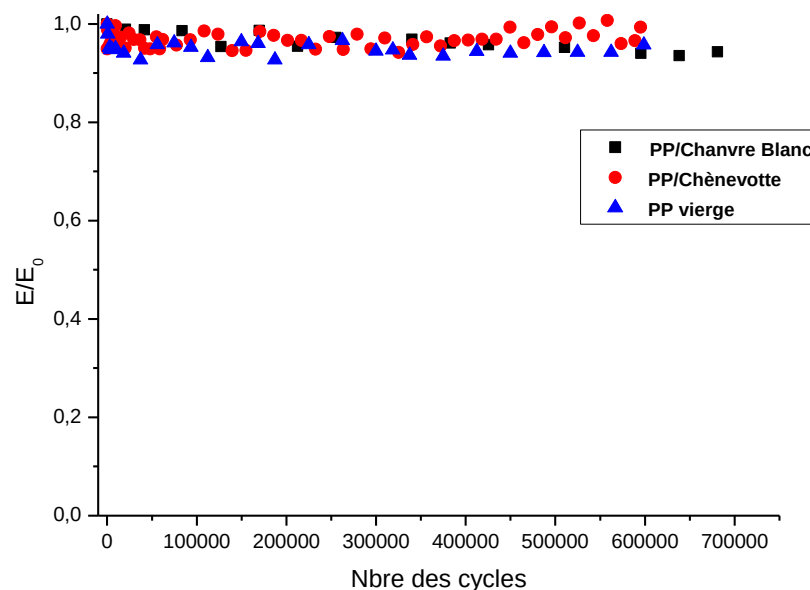


Figure 4 : Perte de rigidité pour $r = 50\%$ UTS

Sur la **Figure 4**, pour un rapport $r = 50\%$ UTS, nous constatons que les trois matériaux ont la même réponse et la perte de rigidité E/E_0 en fonction de nombre de cycles est pratiquement une droite linéaire. A la limite d'endurance, les trois matériaux ont également le même comportement en fatigue polycyclique : il n'y a visiblement pas d'endommagement ce qui explique la grande durée de vie.

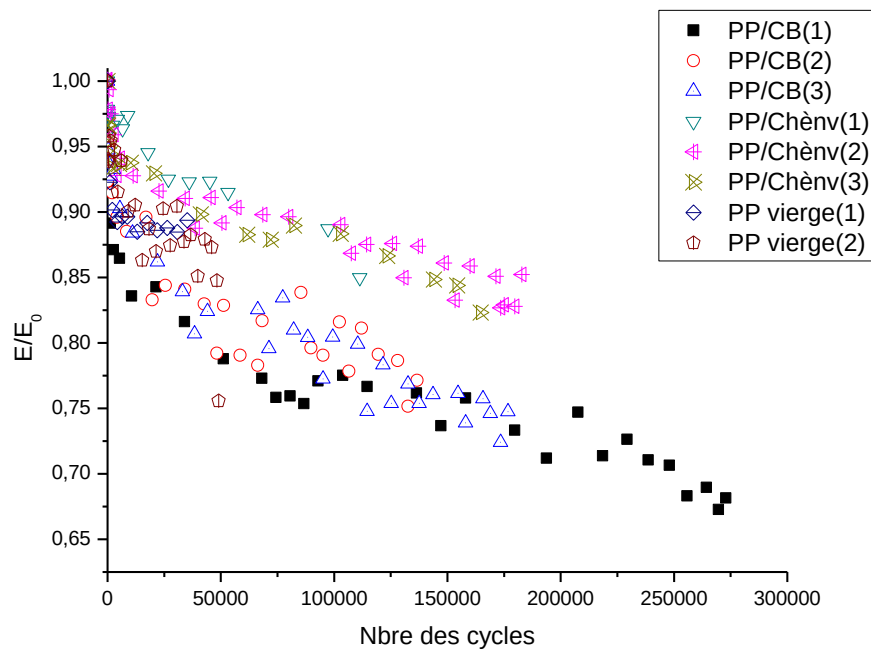


Figure 5 : Perte de rigidité pour $r = 65\%$ UTS

La **Figure 5**, pour un niveau de chargement intermédiaire appliqué $r = 65\%$ UTS, le Polypropylène chargé (Chanvre Blanc ou Chènevotte) montre une meilleure résistance à la fatigue que celle de Polypropylène vierge.

Avec presque le même nombre de cycles à la rupture, le renfort montre son influence et son effet sur le comportement en fatigue. En effet, le PP/Chanvre Blanc présente plus que 65% de rigidité résiduelle à la fin d'essai alors que le PP/Chènevotte présente presque 85 % de rigidité résiduelle. Cette différence peut être expliquée à priori, comme en statique, par l'influence de l'interface renfort/résine qui est meilleure dans le cas de la Chènevotte.

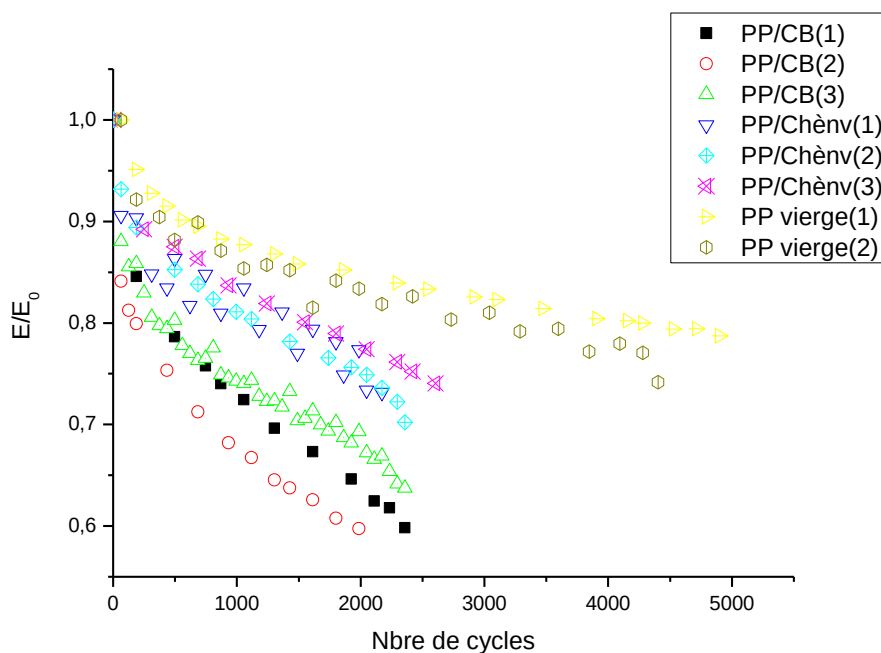


Figure 6 : Perte de rigidité pour $r = 85\%$ UTS

Par contre, pour un niveau de chargement élevé $r = 85\%$ UTS, présenté dans la **Figure 6**, les composites PP chargés (Chanvre Blanc et Chènevotte) présentent pratiquement la même durée de vie avec le même nombre de cycles à la rupture. Le PP/Chènevotte présente une rigidité résiduelle plus élevée que celle du PP/Chanvre Blanc (à peu près 70% et 60% respectivement), ce qui est dû peut être à la qualité de l'interface renfort/résine. Alors que le Polypropylène Copolymère vierge présente un comportement en fatigue, pour ce rapport de chargement de 85% UTS, différent de ce qui a été remarqué pour les autres niveaux. En effet, le Polypropylène présente un nombre de cycles à la rupture plus élevé, voir le double de celui des Polypropylènes chargés, ainsi qu'une rigidité résiduelle après rupture plus intéressante (le matériau présente approximativement 80% de son module initial).

Bien que la dégradation de la rigidité du Polypropylène montre également une tendance à la baisse, l'ampleur de la dégradation est inférieure à celle des deux composites PP/Chanvre Blanc et PP/Chènevotte, ce qui implique que le taux de dommages développé dans le Polypropylène est plus lent que celui des composites. De plus l'absence d'initiateurs de dommage telles que les extrémités de fibres (la présence des fibres présente une hétérogénéité dans le matériau et par conséquent une discontinuité de la matière : donc ce sont des précurseurs de l'amorçage des fissures) augmentent la concentration des contraintes dans le composite (contraintes locales) par l'introduction de micro-dommages.

Le réalignement des chaînes de polymères dans la direction du chargement peut également contribuer à ralentir la dégradation de la raideur.

Donc, pour des niveaux élevés de chargement, le renfort n'a aucune influence sur le comportement de fatigue et ne portera aucune amélioration de celui-ci.

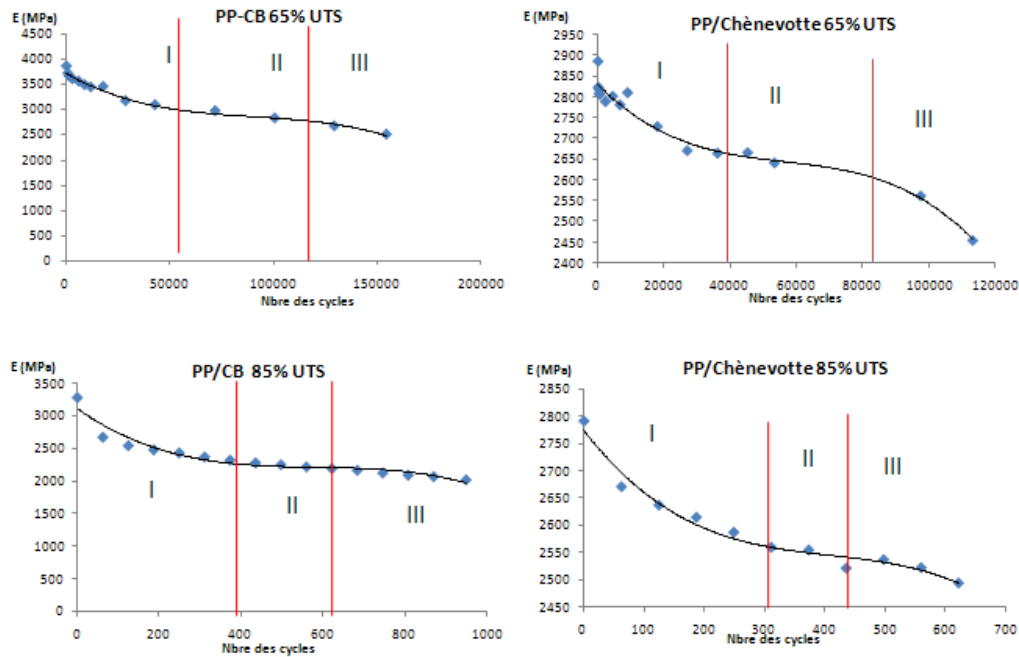


Figure 7 : Processus et mécanismes de fatigue

Au cours de la sollicitation cyclique de fatigue à charge imposée, on a pu distinguer trois phases dans l'évolution du module E en fonction de nombre de cycles. Elles sont représentées sur la **Figure 7** pour les deux composites PP/CB et PP/Chênevotte, et pour deux niveaux de chargement $r = 65\%$ UTS et $r = 85\%$ UTS, nous décrivons les :

Phase I : chute importante et rapide du module de rigidité E , pendant laquelle les premières fissures dans la matrice vont se former. Cette dégradation est décrite par l'initiation de l'endommagement gouvernée par l'apparition des microfissures dans différents endroits de la matrice et aux interfaces fibre/matrice.

Phase II : un plateau légèrement incliné traduisant une baisse modérée du module de rigidité (phase la plus longue) et l'établissement d'un régime stable avec une lente évolution de dommage correspondant à la multiplication des fissures transverses. Cette phase est caractérisée par la coalescence et la croissance des microfissures.

Phase III : décroissance accélérée du module, développement rapide de fissures et macrofissures, correspondant à l'endommagement final et à la ruine de l'éprouvette.

Remarque

Comme le montre la figure ci-dessus, la durée de la phase II est, entre autres, le reflet de l'agressivité des sollicitations. En effet, si le chargement est important (cas où $r = 85\%$ UTS), la phase II est très courte.

On rappelle que le matériau composite étudié a une composition massique de 30% de fibres et 70% de résine Polypropylène et, d'après les analyses des essais en statique, le

comportement du composite est g  r   par celui de la r  sine. Autrement dit, la r  sine impose son effet visqueux    l'ensemble du composite.

Ainsi, dans le cas d'un mat  riau    comportement visco  lastique, chaque cycle de chargement g  n  re de l'  nergie dissip  e. Ce qui nous a permis de proposer une autre m  thode pour caract  riser l'endommagement.

IV.2. M  thode   nerg  tique

Le traitement des fichiers d'acquisition des donn  es de fatigue montre un certain retard entre le signal de la force et celui de la d  formation, malgr   que les deux signaux enregistr  s aient la m  me forme (forme sinuso  dale). Ce retard est associ   au comportement visco  lastique des mat  riaux test  s. Le d  phasage φ (avec $0^\circ \leq \varphi \leq 90^\circ$) peut renseigner sur la pr  dominance   lastique ou visqueuse du mat  riau.

Dans le cas de nos essais de fatigue,    chaque cycle de chargement parfaitement sinuso  dal, l'  nergie dissip  e par unit   de surface W_D (ou W_i) (exprim   en J/m^2) est donn  e par la relation :

$$W_i = \pi * \varepsilon_i * \sigma_i * \sin(\varphi_i)$$

W_i : l'  nergie dissip  e au cycle i

ε_i : l'amplitude de la d  formation au cycle i

σ_i : l'amplitude de la contrainte au cycle i

φ_i : d  phasage entre la d  formation et la contrainte au cycle i

L'  nergie dissip  e W_D , ou commun  ment utilis  e par certains auteurs sous le terme de Specific Damping Capacity (capacit   sp  cifique d'amortissement [15] utilis  e comme un outil tr  s sensible pour le suivi de la progression de dommage dans le mat  riau), repr  sente la surface de la courbe d'hyst  r  sis repr  sent  e dans le plan contrainte-d  formation. Elle augmente pendant l'essai pour diff  rentes raisons :

- L'angle de d  phasage $0^\circ \leq \varphi \leq 90^\circ$ est une fonction croissante du nombre de cycles,
- L'essai   tant contr  l   en charge, l'amplitude de d  formation augmente pendant l'essai.

Sur la **Figure 8**, pour un niveau de chargement donn   $r = 65\%$ UTS et dans le cas du composite PP/Ch  nevotte, sont repr  sent  s les cycles d'hyst  r  sis avec les   nergies dissip  es W_i correspondantes.

Malgr   que l'  nergie dissip  e est faible mais elle montre une augmentation au fur et    mesure que l'essai progresse dans le temps : ce qui traduit un   tat d'endommagement remarquable dans le mat  riau.

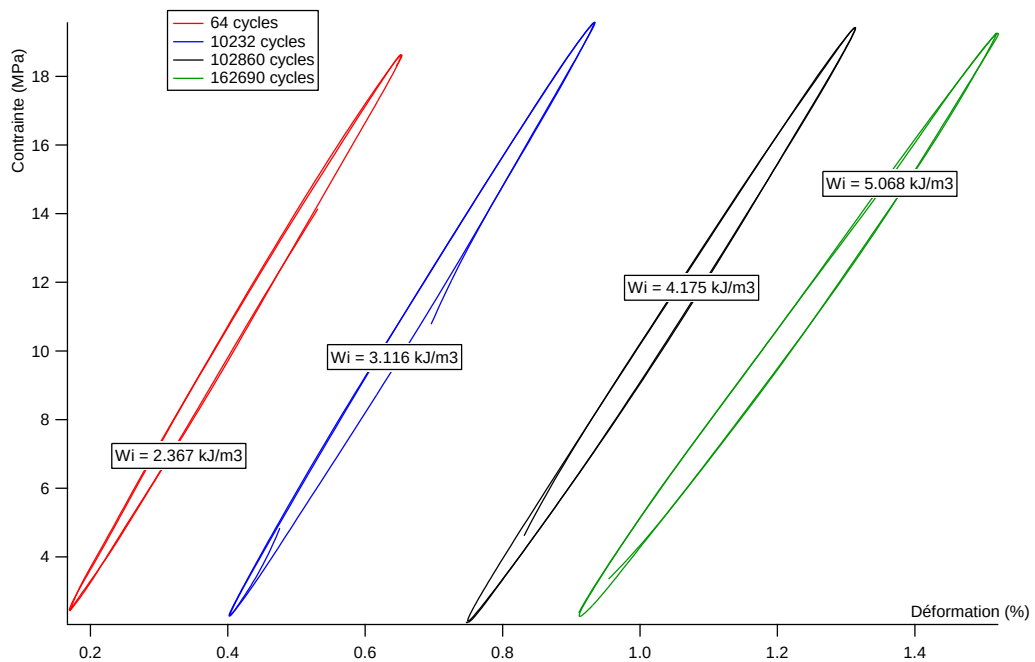


Figure 8 : Boucles d'hystérésis et perte d'énergie pour $r=65\%$ UTS dans le PP/Chênevotte

Pronk [5] affirme qu'une partie de l'énergie dissipée n'est pas transformée en chaleur et participe à la création de microfissures.

Le but de cette méthode consiste à établir une relation entre la durée de vie du matériau (en nombre de cycles à la rupture) et l'énergie dissipée au cours de l'essai.

Afin d'exploiter la notion d'énergie dissipée dans le matériau, certains auteurs [16, 17] expliquent le processus de fatigue dans les composites par le fait que les dommages sont diffus et se développent par décollement de la liaison fibre/matrice ou rupture de celle-ci. Les propriétés des composites montrent une réduction progressive de la résistance et la rigidité. Celles-ci seraient liées à une augmentation significative de la perte d'énergie. Ces deux caractéristiques (perte de rigidité et perte d'énergie) peuvent être suivies en fonction de nombre de cycles qui dépend de l'intensité du chargement appliqué.

Les plus importants mécanismes d'amortissement (perte d'énergie) résultent de [18]:

- de la nature viscoélastique de la résine et de la fibre,
- de l'amortissement thermoélastique,
- de l'amortissement de friction de Coulomb dû au glissement entre fibre/matrice ou au décollement interfacial,
- à la dissipation d'énergie lors de processus de l'endommagement.

Lorsqu'on exploite les différentes phases décrivant la courbe d'évolution de l'énergie dissipée par cycle W_D , on peut définir un nombre de cycles à la rupture, noté N_2 , correspondant à la bifurcation de la courbe.

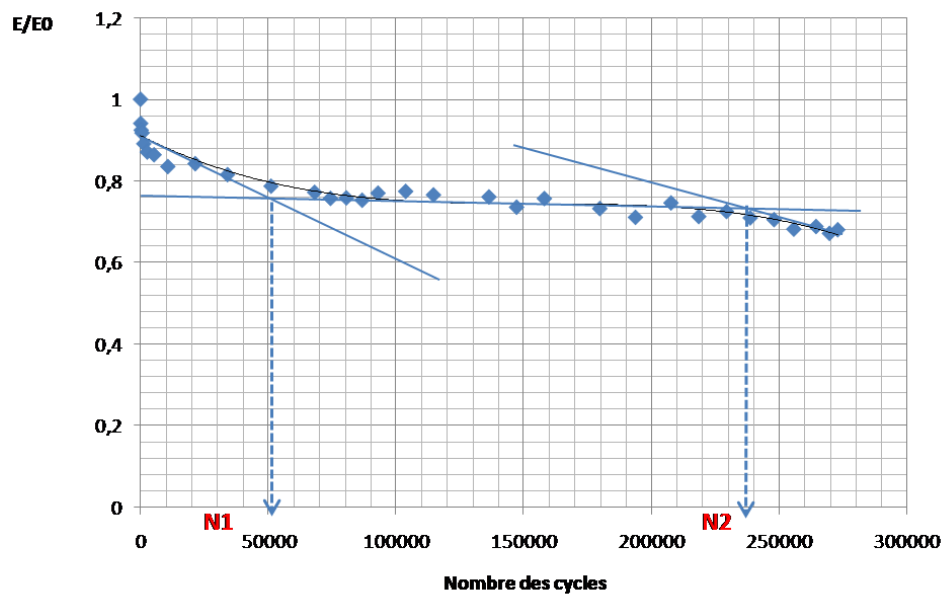
La courbe d'évolution de la perte de rigidité E/E_0 (**Figure 9.a**) peut être décomposée en trois principales phases : phase I, phase II et phase III (comme le montre la **Figure 7**). Ces

trois phases peuvent être formalisées à travers trois valeurs de pentes différentes. On suppose que l'importante dégradation des propriétés mécaniques du composite et le début de la ruine de matériau se produisent au nombre de cycles de chargement, noté N_2 , qui est donné par l'intersection des deux pentes.

IV.2.1. PP/Chanvre Blanc

On a essayé de représenter la perte de rigidité E/E_0 et la perte d'énergie W_d en fonction du nombre de cycles jusqu'à la rupture du matériau. On s'est intéressé au comportement de fatigue des composites Polypropylène/Chanvre Blanc et Polypropylène/Chênevotte.

Le but de ce paragraphe est de trouver une correspondance (ou une corrélation) entre les deux méthodes déjà cités précédemment : la méthode de perte de raideur et la méthode de perte d'énergie par boucle d'hystérésis. Pour confirmer ce résultat, différents niveaux de chargement ont été étudiés ($r = 85\%$ UTS, $r = 75\%$ UTS et $r = 65\%$ UTS).



W_d (kJ/m³)

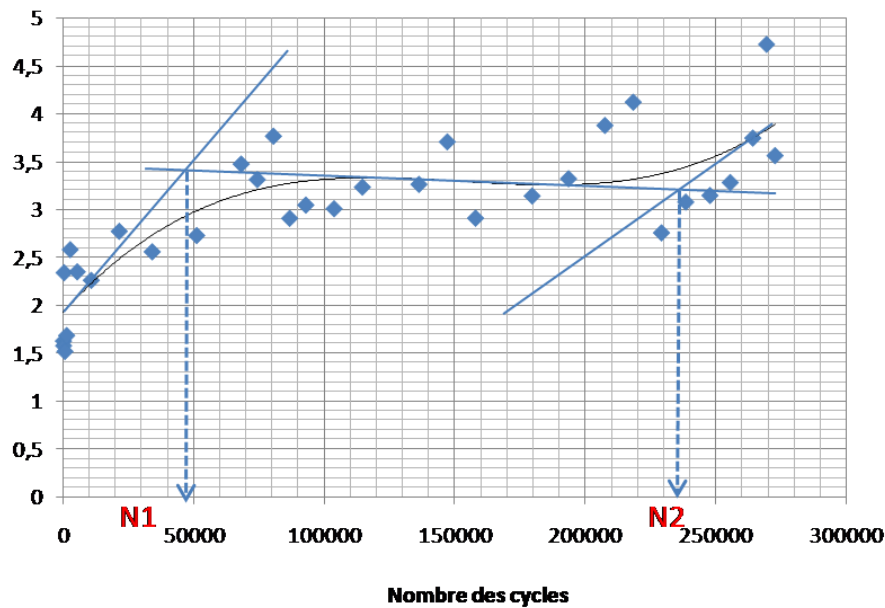


Figure 9.a : Corrélation entre la perte de rigidité et la perte d'énergie pour le Polypropylène/Chanvre Blanc pour $r = 65\%$ UTS

En mode « contrôle de charge », l'énergie dissipée par cycle, est une fonction croissante du nombre de cycles (représentée sur la figure ci-dessus sous forme d'une interpolation polynomiale d'ordre 3) liée à l'augmentation de l'angle de phase φ et de l'amplitude de déformation ε_A .

Le premier point N_1 est obtenu par l'intersection de la tangente à la première zone I avec la tangente de la courbe dans la zone II, (les différentes zones sont déjà décrites précédemment sur la **Figure 7**). Ce point définit le moment où une fissure macroscopique s'amorce dans le matériau.

Le deuxième point N_2 , défini de la même façon par l'intersection de la tangente à la zone II avec la tangente à la zone III, correspond à la propagation des fissures macroscopiques dans le composite. Ce point définit, la rupture du matériau et pourra servir de critère définissant le début de la ruine macroscopique du matériau composite.

La première remarque qui pourrait découler de la **Figure 9.a** est la présence d'une correspondance entre les deux points N_1 et N_2 de deux graphes de perte d'énergie et perte de rigidité ($N_1 \approx 50000$ cycles et $N_2 \approx 235000$ cycles). Ceci explique, d'une part, que le phénomène de fatigue pourra être défini par l'une ou l'autre des deux techniques (perte de rigidité E/E_0 et perte d'énergie W_D), et d'autre part, ces deux techniques sont liées par la présence de l'endommagement dans le matériau au cours de l'essai.

En étudiant d'autres niveaux de chargement plus élevés, exemple le cas où nous avons observé une rupture rapide du matériau pour deux niveaux de chargement $r = 75\%$ UTS et $r = 85\%$ UTS. On pourra noter les mêmes constatations que celles montrées précédemment pour des niveaux plus bas. En effet, à part la différence que le nombre total de cycles jusqu'à la

rupture marque une diminution par rapport à celui pour le niveau $r = 65\%$ UTS (ce qui est logique vu que le niveau de chargement a augmenté par conséquent le nombre de cycles va diminuer : fatigue oligocyclique). Le matériau présente pour ce niveau de chargement un palier plus réduit ce qui permet de suggérer qu'on précipite l'endommagement et la rupture. Ceci pourra être dû à une rupture anticipée de la résine et de l'interface avec une importante coalescence des microfissures déjà présentes dans le matériau sachant que le matériau à ce niveau de chargement est déjà endommagé.

On applique le même principe pour la détermination des points N_1 et N_2 . Dans le **Tableau 3**, ci-dessous, on regroupe les valeurs du nombre de cycles correspondant à chaque point.

Tableau 3 : Récapitulatif des valeurs du nombre de cycles correspondant aux points N_1 et N_2 pour différents niveaux de chargement

PP/Chanvre Blanc	r = 65% UTS		r = 75% UTS		r = 85% UTS	
	$E/E_0 = f$ (Nbre de cycles)	$W_d = f$ (Nbre de cycles)	$E/E_0 = f$ (Nbre de cycles)	$W_d = f$ (Nbre de cycles)	$E/E_0 = f$ (Nbre de cycles)	$W_d = f$ (Nbre de cycles)
N_1 (cycles)	50000	50000	2600	3000	130	200
N_2 (cycles)	235000	235000	14400	14500	2100	2150

L'existence de légères différences entre les valeurs de nombre de cycles, déterminées à partir de la perte de rigidité, et celles déterminées à partir de la perte d'énergie, pourra être due au caractère expérimental des résultats de mesure. En effet, le choix de l'interpolation même peut engendrer des différences, par exemple, une bonne interpolation (joignant les points expérimentaux) est liée peut être à un nombre assez grand des valeurs dépouillées. Aussi la détermination expérimentale du nombre des cycles à la rupture dépend de la position de la tangente qui dépend du nombre des points dépouillées.

Comme nous l'avons signalé précédemment, le nombre de cycles diminue avec le niveau de chargement (**Tableau 1**). Donc, pour des niveaux élevés, on précipite l'endommagement et la rupture par fatigue du composite Polypropylène/Chanvre Blanc.

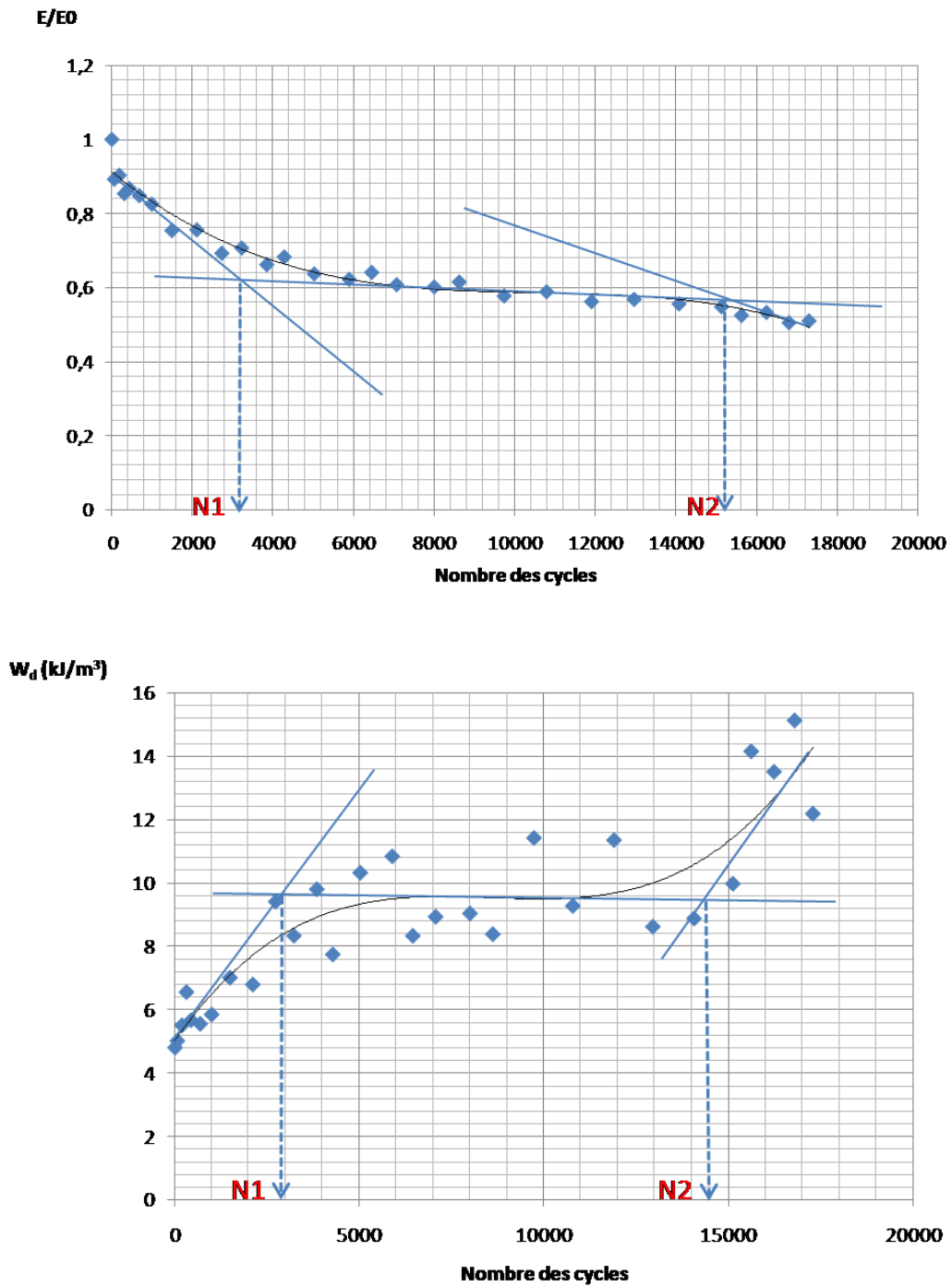


Figure 9.b : Corrélation entre la perte de rigidité et la perte d'énergie pour le Polypropylène/Chanvre Blanc pour $r = 75\%$ UTS

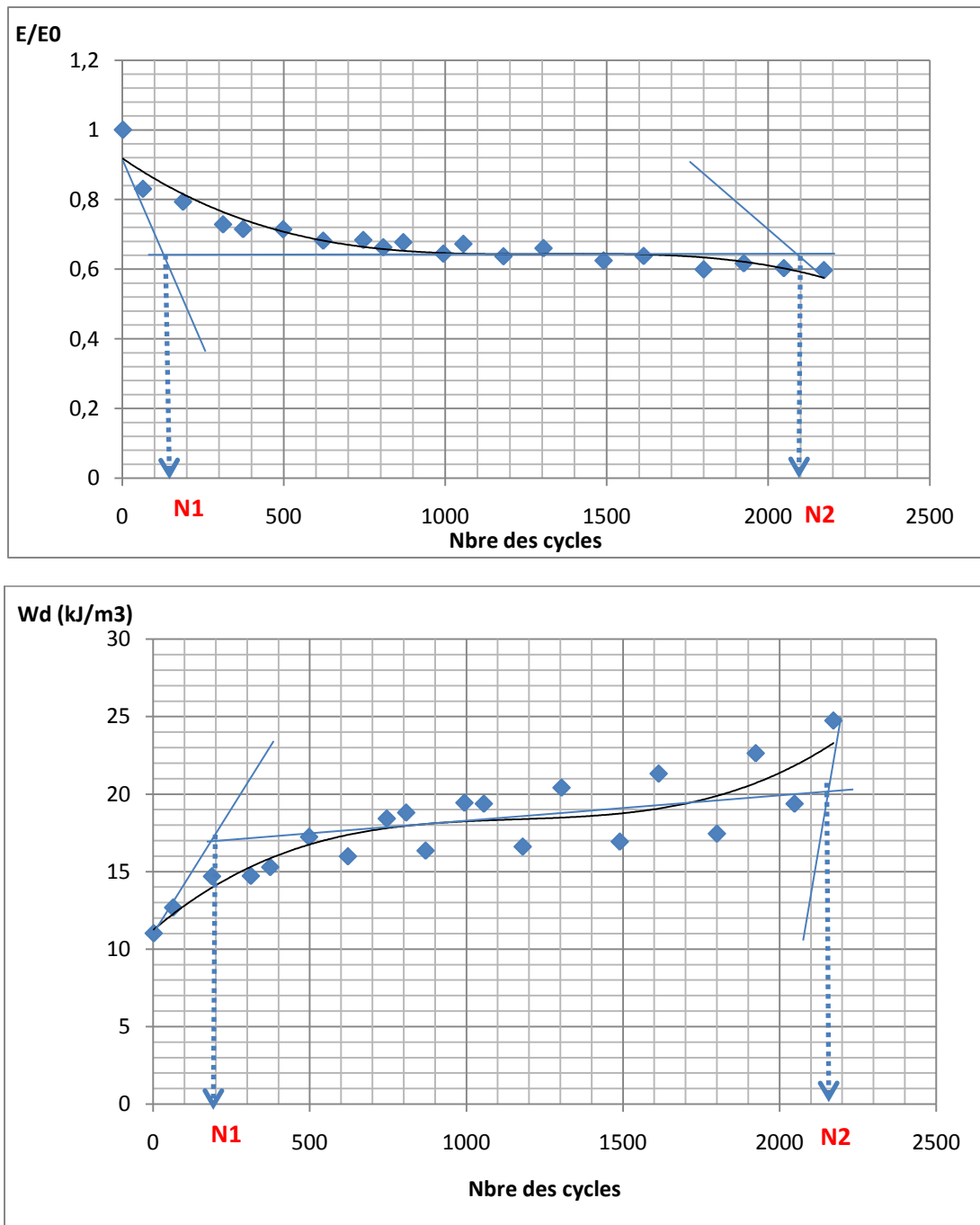


Figure 9.c : Corrélation entre la perte de rigidité et la perte d'énergie pour le Polypropylène/Chanvre Blanc pour $r = 85\%$ UTS

Les **Figures 9.a, 9.b et 9.c** représentent les pertes d'énergie W_d (exprimée en kJ/m³) pour trois niveaux de chargement. Elles sont croissantes en fonction du temps (ou en fonction du nombre de cycles, la fréquence d'essai $f = 1$ Hz). Elles sont également des fonctions croissantes avec le niveau de chargement (elles dépendent du rapport de chargement r).

En effet, l'énergie dissipée par unité de volume et par cycle est, par exemple, de 1.45 kJ/m³ pour le niveau $r = 50\%$ UTS (correspondant à la limite d'endurance). A ce niveau là, le matériau ne présente pratiquement pas une variation de l'énergie dissipée. Alors que pour un rapport élevé $r = 85\%$ UTS, l'énergie dissipée W_d atteint une valeur de 19 kJ/m³. Sur la

Figure 10 est représentée la courbe d'évolution de la perte d'énergie W_d en fonction du rapport de chargement r pour le composite PP/Chanvre Blanc.

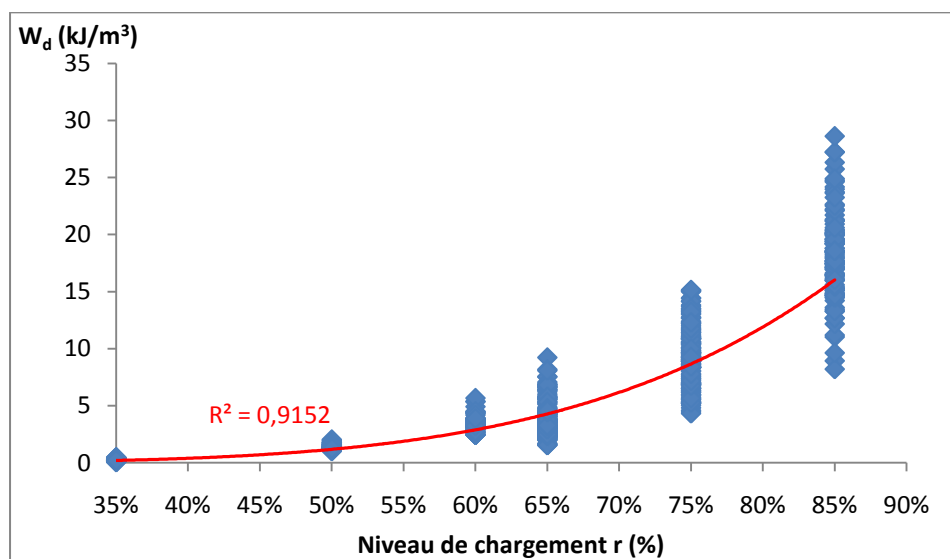


Figure 10 : Evolution de la perte d'énergie du PP/Chanvre Blanc

L'évolution de l'énergie est croissante en fonction du niveau de chargement appliqué. L'énergie est en partie consommée dans le processus de dégradation de la fibre, alors qu'une grande partie de celle-ci est dissipée sous forme d'un frottement interne dû à la déformation viscoélastique des fibres [12]. En effet, Gassan et al. pensent que ce comportement viscoélastique est lié à la structure de la fibre qui est elle-même une structure composite (matrice composée de cellulose et de lignine renforcée par des micro-fibrilles de cellulose). Ainsi, la dégradation de la fibre est la conséquence d'une dégradation micromécanique cumulée, et par conséquent une rupture de la structure micro-fibrillaire.

IV.2.2. PP/Chènevotte

La même démarche a été adoptée pour le composite Polypropylène/Chènevotte, et pour différents rapports de chargement ($r = 65\%$, 75% et 85% de la charge maximale en statique). Nous avons essayé de suivre simultanément les évolutions de la perte de rigidité E/E_0 et de la perte d'énergie W_d par boucle d'hystérésis en fonction du nombre de cycles. Dans le but de montrer l'existence d'une corrélation entre ces deux types de représentation, nous avons proposé de tracer, pour chaque niveau, les deux courbes de perte de rigidité et d'énergie.

On peut déterminer sur la **Figure 11.a** la présence de deux instants, correspondant aux points N_1 et N_2 , qui délimitent les trois stades d'endommagement déjà mentionnés précédemment sur la **Figure 7**.

Une interpolation polynomiale d'ordre 3 montre que ces deux courbes varient inversement. En effet, une perte de rigidité est liée, d'une part, à un endommagement du composite qui se manifeste par une augmentation de l'énergie dissipée au sein du matériau

composite, traduisant ainsi une dégradation des propriétés internes, et d'autre part, aux frottements à l'interface fibre/matrice, sans oublier le caractère viscoélastique du matériau (la composition du composite à dominante résine, à laquelle s'ajoute le comportement de la fibre).

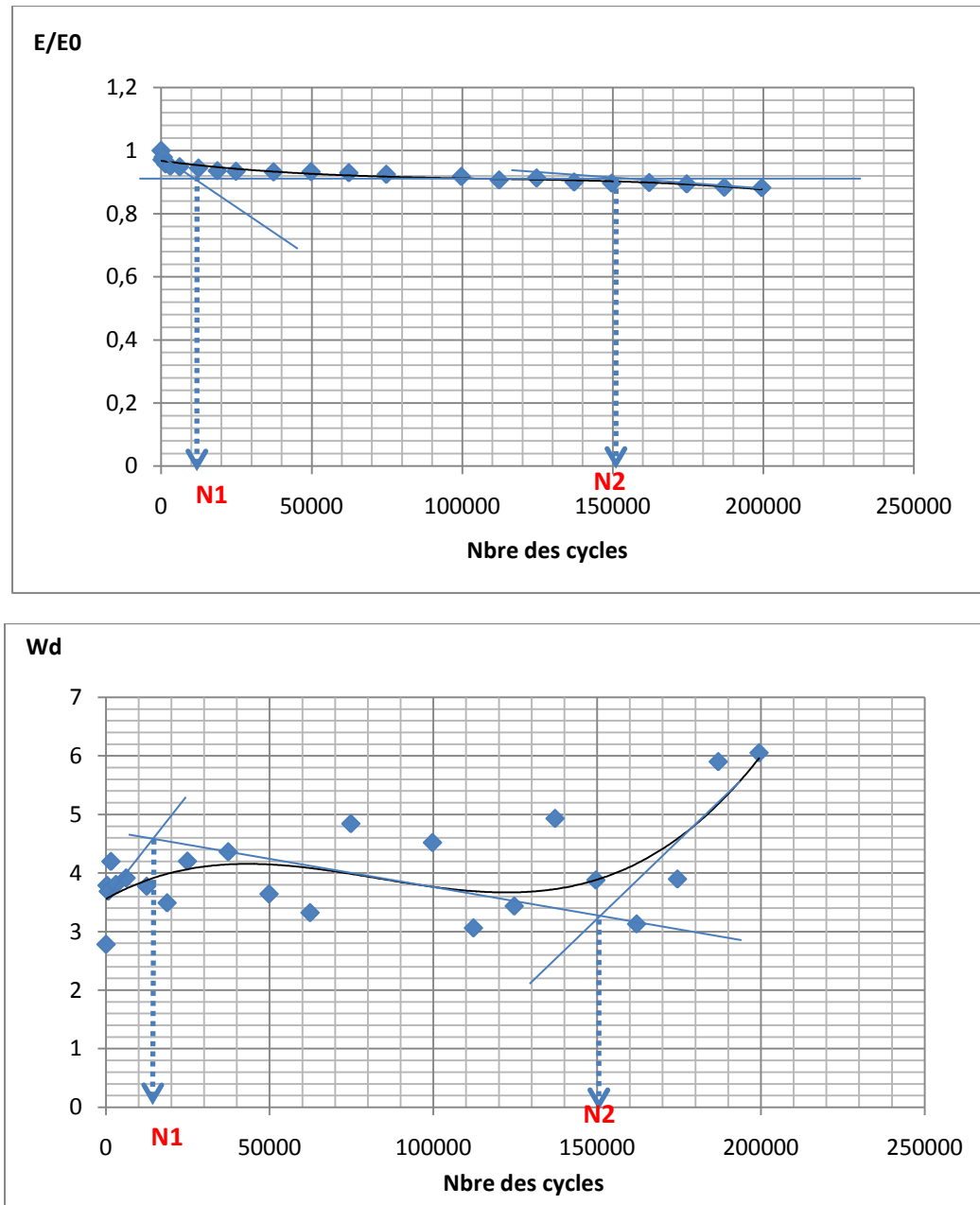


Figure 11.a : Corrélation entre la perte de rigidité et la perte d'énergie pour le Polypropylène/Chênevotte pour $r = 65\%$ UTS

Pour des niveaux plus élevés ($r = 75\%$ UTS et $r = 85\%$ UTS), le composite présente les mêmes stades d'évolution du dommage. Les **Figures 11.b** et **11.c** montrent que si le niveau de chargement augmente, le nombre de cycles à la rupture diminue et la perte de rigidité augmente aussi. Le composite dissipe plus d'énergie pour des niveaux de contraintes plus élevés.

En effet le processus de dommage est accéléré pour des niveaux de chargement élevés du matériau, ce qui mène à la ruine précoce du composite.

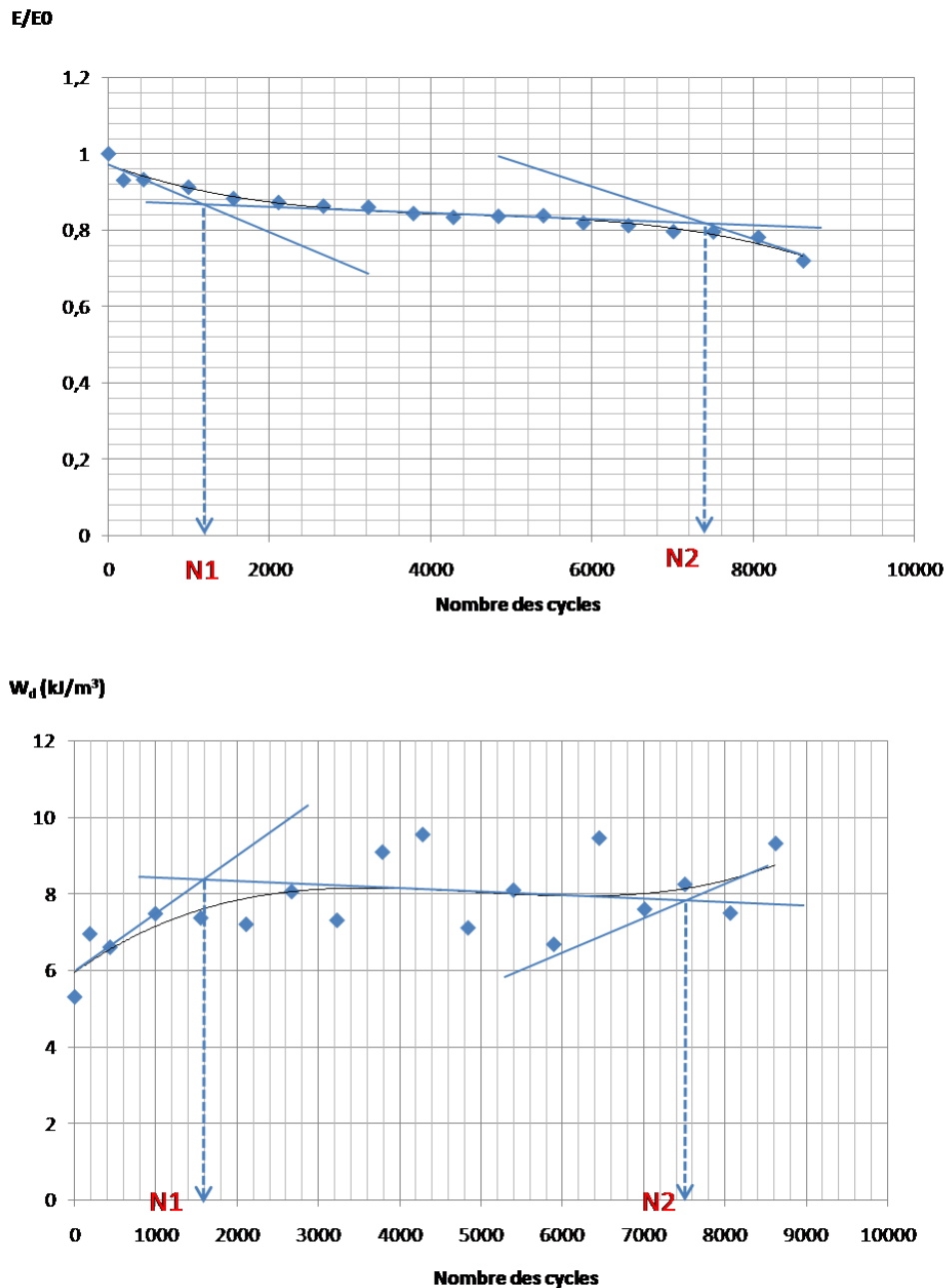


Figure 11.b : Corrélation entre la perte de rigidité et la perte d'énergie pour le Polypropylène/Chênevotte pour $r = 75\%$ UTS

Dans le **Tableau 4** ci-dessous, nous avons regroupé les différentes valeurs de N_1 et N_2 déterminées graphiquement pour chaque niveau de chargement.

Les deux méthodes aboutissent pratiquement aux mêmes valeurs (avec de légères différences). Ceci montre d'une part l'efficacité de la technique de perte d'énergie, comme méthode de détermination de l'état d'avancement de dommage dans le matériau, et d'autre part, la méthode en question pourra pallier certaines difficultés que la technique de perte de rigidité seule, ne pourra pas expliquer clairement. C'est le cas, par exemple, de

l'augmentation de la dissipation W_d qui marque non seulement la présence de l'endommagement mais aussi de la présence d'une composante visqueuse.

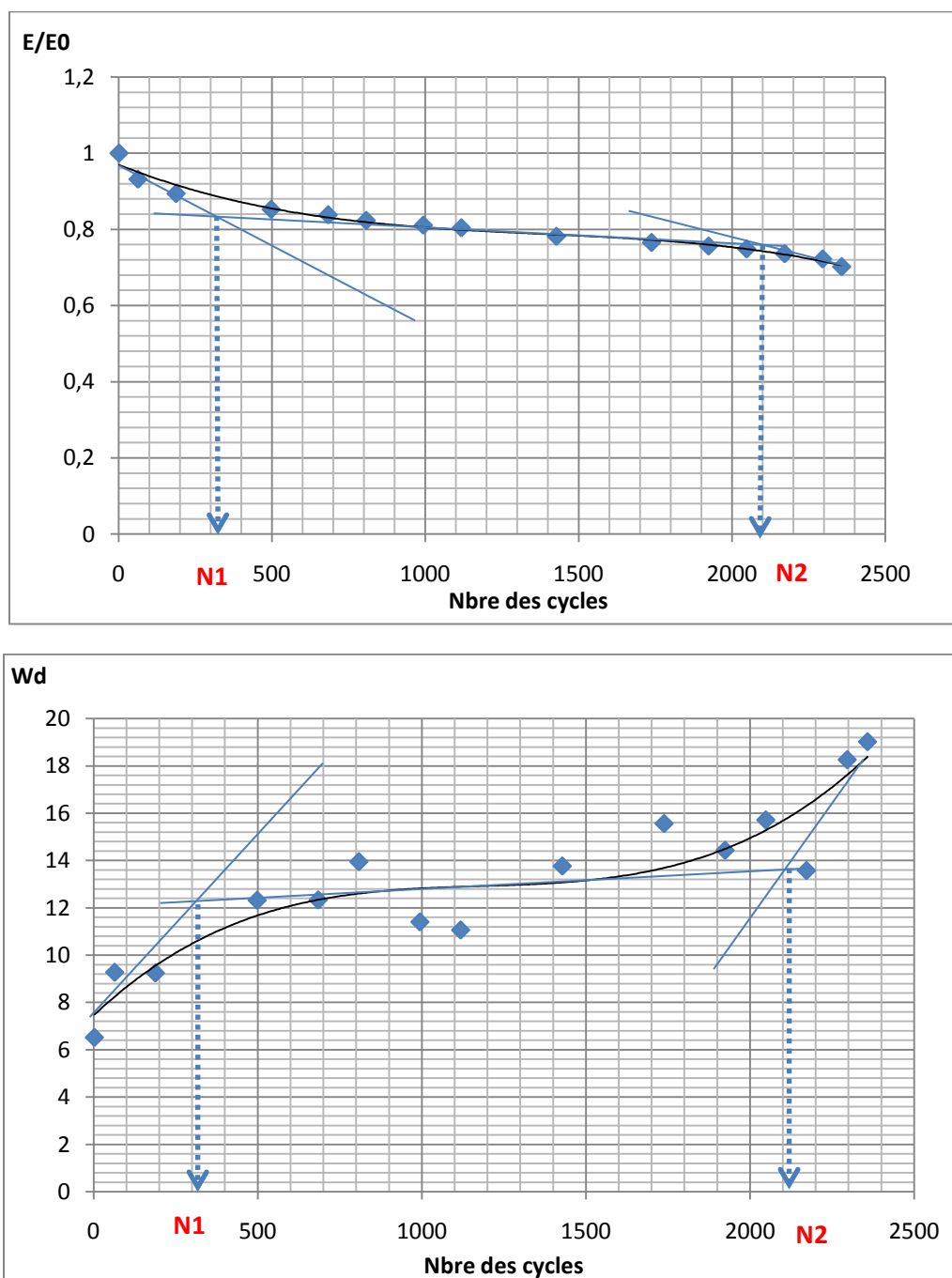


Figure 11.c : Corrélation entre la perte de rigidité et la perte d'énergie pour le Polypropylène/Chênevotte pour $r = 85\%$ UTS

La correspondance entre les valeurs données par les deux techniques prouve l'efficacité de l'approche énergétique pour la détermination de la durée de vie en fatigue, pour ce type de composite.

Tableau 4 : Récapitulatif des valeurs du nombre de cycles correspondants aux points N_1 et N_2 , pour différents niveaux de chargement

PP/Chènevotte	r = 65% UTS		r = 75% UTS		r = 85% UTS	
	$E/E_0 = f$ (Nbre de cycles)	$W_d = f$ (Nbre de cycles)	$E/E_0 = f$ (Nbre de cycles)	$W_d = f$ (Nbre de cycles)	$E/E_0 = f$ (Nbre de cycles)	$W_d = f$ (Nbre de cycles)
N_1 (cycles)	14000	15000	1200	1600	310	310
N_2 (cycles)	150000	150000	7400	7450	2100	2110

Comme dans le cas du composite PP/Chanvre Blanc, les dispersions des résultats de fatigue et l'hétérogénéité au sein du même matériau peuvent expliquer en partie les légères différences qui existent entre les deux techniques appliquées.

La **Figure 12** montre l'évolution de la perte d'énergie en fonction du niveau de chargement. Celle-ci suit une loi exponentielle qui montre l'importance du dommage au sein du matériau, qui se manifeste par une dissipation continue de l'énergie.

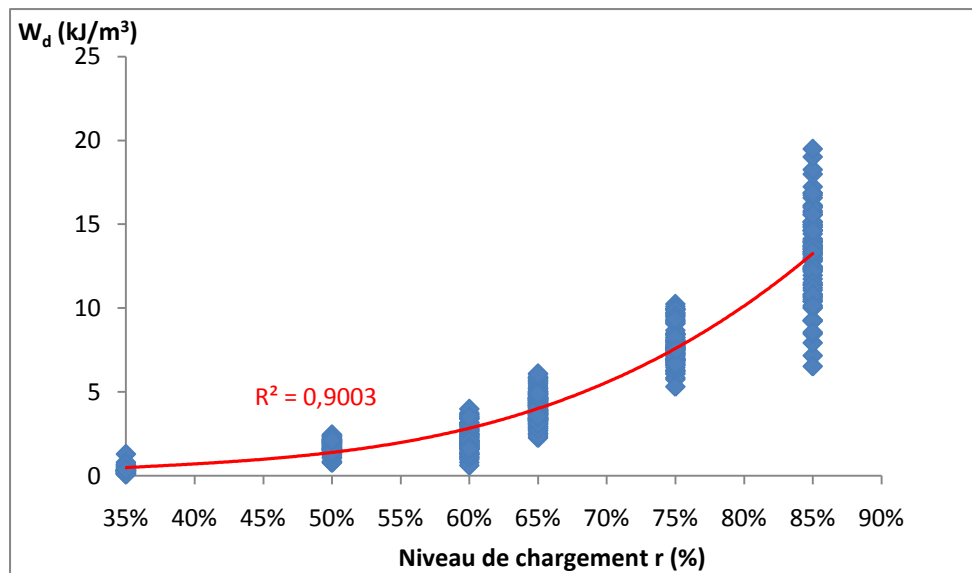


Figure 12 : Evolution de la perte d'énergie du composite PP/Chènevotte

IV.2.3. Analyse de perte d'énergie par boucle d'hystérésis

L'utilisation des boucles d'hystérésis pour évaluer les propriétés, tels que la perte de rigidité et les frottements internes au cours du chargement de fatigue, donne une idée sur le développement du dommage et la nature de la liaison chimique entre la fibre et la matrice [20]. En reportant dans le plan contrainte-déformation les boucles d'hystérésis des composites PP/Chanvre Blanc et PP/Chènevotte, on voit que l'énergie dissipée après chaque cycle de décharge croît d'une façon monotone.

Dans le **Tableau 5**, nous avons regroupé quelques valeurs de l'énergie dissipée par unité de volume dans le cas du composite PP/Chanvre Blanc.

Tableau 5 : Perte d'énergie par boucle d'hystérésis du PP/Chanvre Blanc

Composite	Niveau de chargement (%)	Nombre de cycles	W_d (kJ/m ³)
PP/Chanvre Blanc	85	2	9.62
		2358	24.9
	75	2	5.18
		27282	10.11
	65	2	1.63
		272864	3.56
	60	304	3.4
		403514	4.35

L'augmentation de l'énergie dissipée par rapport aux premiers cycles est liée à l'augmentation de l'aire des boucles d'hystérésis. Ceci peut être du, d'une part, au comportement visqueux du composite, et d'autre part, à la qualité de la liaison fibre de Chanvre résine Polypropylène [20]. En effet, la dissipation d'énergie pourra être un bon indicateur sur la qualité de l'interface fibre/matrice. Cette interface devient plus faible quand le niveau de chargement devient plus élevé (par exemple, pour un rapport $r = 85\%$ UTS, l'énergie dissipée W_d à la rupture est de 24.9 kJ/m³ contre une énergie à la rupture de 4.35 kJ/m³ pour un rapport de $r = 60\%$ UTS).

Dans le cas du composite PP/Chênevotte, on retient pratiquement les mêmes remarques avec les résultats présentés dans le **Tableau 6**.

Tableau 6 : Perte d'énergie par boucle d'hystérésis du PP/Chênevotte

Composite	Niveau de chargement (%)	Nombre de cycles	W_d (kJ/m ³)
PP/Chênevotte	85	2	6.52
		2358	19.02
	75	2	5.31
		8620	9.32
	65	2	2.78
		199456	6.05
	60	64	1.86
		455020	3.53

En effet, pour un rapport de chargement élevé $r = 85\%$ UTS, le composite PP/Chênevotte présente à la rupture un $W_d = 19.02$ kJ/m³ alors que pour un niveau plus faible correspondant à un nombre des cycles plus élevé, la dissipation n'est que de 3.53 kJ/m³. Donc, l'énergie W_d pourra aussi être un indicateur de la qualité de l'interface fibre de Chênevotte/résine Polypropylène. À la différence, l'interface Chênevotte/Polypropylène est plus meilleure dans ce cas que celle de la fibre de Chanvre Blanc/Polypropylène. Ceci s'explique par le fait que la Chênevotte dissipe moins d'énergie lors de la rupture (pour $r =$

85% UTS, $W_d = 24.9 \text{ kJ/m}^3$ et 19.02 kJ/m^3 respectivement pour le PP/Chanvre Blanc et le PP/Chènevotte).

Cette constatation vient en conséquence confirmer la remarque déjà faite en statique à propos de la contrainte maximale de traction. En effet, elle est meilleure dans le cas du composite PP/Chènevotte comparée au PP/Chanvre Blanc à cela s'ajoute un W_d plus faible. Ces deux résultats ont un seul facteur en commun qui est l'interface, c'est-à-dire que la Chènevotte adhère mieux à la résine, ce qui lui confère une meilleure résistance mécanique qui aura également une influence sur le comportement en fatigue.

Conclusions

L'approche énergétique pour la prédiction de la durée de vie en fatigue part du principe que l'énergie dissipée est utilisée pour endommager le matériau. Or cette hypothèse a été infirmée par certains auteurs. En effet, dans le cas d'un matériau parfaitement élastique, toute l'énergie est libérée par le matériau lors de la décharge et l'énergie dissipée reste nulle.

Dans notre cas, la dissipation d'énergie montre sa part de responsabilité dans la rupture des liaisons (interface fibre/matrice) dans le matériau. Cette énergie contribue en partie à l'apparition des phénomènes visqueux et à l'endommagement interne du composite qui se manifeste par une diminution du module de rigidité du composite.

Une étude du comportement en fatigue des composites à renforts fibres naturelles et à matrice thermodurcissable et/ou thermoplastique a été effectuée par Gassan [12]. L'utilisation d'une sollicitation de fatigue, en mode de traction ondulée ($R=0.1$), montre qu'une forte interface (liée à un traitement chimique de la surface de fibre) conduit à un module dynamique élevé [21] et à une réduction de la dégradation de la rigidité pour un nombre de cycles croissant, et pour des contraintes maximales appliquées. Ceci a montré que la fatigue est due à l'évolution de l'endommagement, donc à des microfissures dans la structure.

De plus, la résistance à la fatigue des composites est décrite par un ensemble de facteurs tels que [12]:

- Le type de renfort,
- L'influence de l'architecture : la répartition et l'emplacement des fibres dans la matrice (des plis, tissés, aléatoires),
- L'influence de l'adhésion interfaciale fibre/matrice : fortement liée au traitement et/ou ensimage appliqué aux fibres et au degré de mouillabilité de ce compatibilisant ou agent de couplage avec la résine,
- L'influence des propriétés mécaniques de la fibre (résistance et module élastique) : il est bien connu que la sensibilité à la fatigue est fortement liée aux propriétés de la fibre. En effet, l'influence de la rigidité et de la résistance des fibres traitées peuvent expliquer l'augmentation de l'énergie dissipée. Dans le cas des composites unidirectionnels (fibres longues), la rupture de la matrice s'initie sous une charge σ_c (déterminée en statique) et croit quand le module de la fibre E_f augmente et son diamètre R diminue

$$\sigma_c = \left[\frac{6 * E_f * f^2 * \tau * E^2 * \Gamma_m}{E_m^2 * (1 - f) * R} \right]^{1/3}$$

Avec **f** est la fraction volumique en fibre, **τ** la contrainte de cisaillement interfaciale, **E** le module d'Young du matériau composite, **E_m** le module de Young de la matrice et **Γ_m** l'énergie de rupture de la matrice.

- L'influence de la teneur en fibre (fraction volumique en fibre).

Afin de bien comprendre le processus de dommage et les différents mécanismes qui les régissent, et dans le but de lier la notion de perte d'énergie au processus de fatigue, nous avons proposé de suivre l'endommagement, en temps réel, jusqu'à la rupture des composites en utilisant la technique d'Emission Acoustique.

V. Emission Acoustique

On s'est limité à présenter l'enregistrement de l'évolution du cumul des salves et de l'énergie dissipée (exprimée en attoJoules) en fonction du temps, ainsi qu'une représentation en 3D, afin de suivre la répartition des différentes phases de dommage au sein des composites en fonction de l'amplitude. Cela est utile pour distinguer les différents mécanismes responsables de l'endommagement.

Remarque

*Nous nous référons toujours pour l'attribution des amplitudes aux données de l'échelle de la **Figure 15** déjà présentée dans la partie Etude du comportement en statique.*

La **Figure 13.a** ci-dessous représente l'évolution du signal acoustique enregistré lors de l'essai de fatigue pour le PP/Chanvre Blanc et pour un chargement $r = 65\%$ UTS.

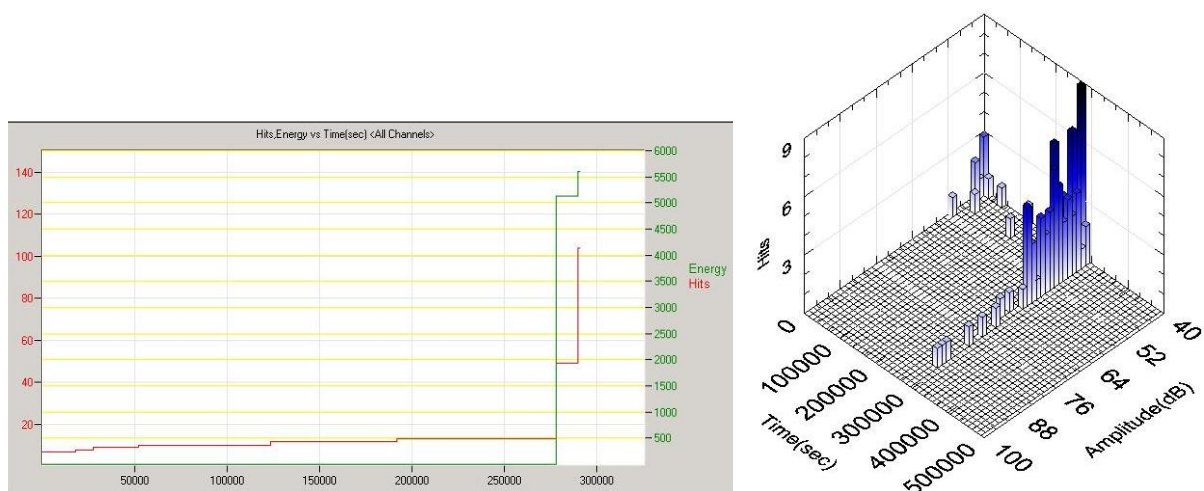


Figure 13.a : Emission Acoustique du composite PP/Chanvre Blanc à 65% UTS

L'énergie garde un niveau constant jusqu'à la rupture où on observe une croissance brusque et intense, liée à la rupture du matériau qui est un phénomène très énergétique.

Pendant les premiers instants et jusqu'à $2.78 \cdot 10^5$ cycles, la représentation 3D montre que des événements acoustiques sont observés dans la gamme d'amplitude 40-55 dB. Cela signifie que la rupture dans le composite est limitée à celle de la résine. Pour des temps plus élevés, et malgré le maintien de la même charge appliquée, le matériau n'émet pas d'Emission Acoustique (on observe quelques salves dispersées liées toujours à la rupture matricielle) : c'est l'Effet Kaiser.

Particulièrement pour ce niveau de chargement $r = 65\%$ UTS, et à quelques heures de la fin de l'essai, on observe des événements acoustiques liés à la décohésion interfaciale fibre/matrice et au déchaussement (qui se manifeste par une énergie absolue de l'ordre de $3 \cdot 10^3$ aJ).

Des événements acoustiques apparaissent au delà de 85 dB et qui sont liés à la rupture des fibres. Cette rupture est quantifiée à une valeur d'énergie absolue égale à $308 \cdot 10^3$ aJ. Mais vu qu'on traite dans notre cas des composites à renforts fibres courtes, la question qui se pose est si cette émission acoustique est vraiment liée à la rupture des fibres ou à un autre phénomène. Donc, pour y parvenir et répondre à cette question, dans le paragraphe suivant, des observations microscopiques au MEB des faciès de rupture des échantillons ont été mise en évidence.

Remarque :

On observe de l'Emission Acoustique au démarrage de l'essai, l'hypothèse émise concernant les sources de cette émission précoce dès les premiers instants de lancement de l'essai peut être due à des défauts (inclusions ou des bulles d'air) ou des impuretés d'injection qui sont présents ou emprisonnés dans le matériau en formant des contraintes résiduelles qui viennent s'ajouter au chargement de fatigue.

De la même façon, et pour des niveaux plus élevés ($r = 75\%$ UTS et $r = 85\%$ UTS), nous avons essayé d'enregistrer l'évolution du nombre de salves et de l'énergie acoustique en fonction du temps (ou en fonction de nombre de cycles vu que la fréquence de sollicitation est de 1 Hz). Les représentations graphiques sont données dans les **Figures 13.b** et **13.c**

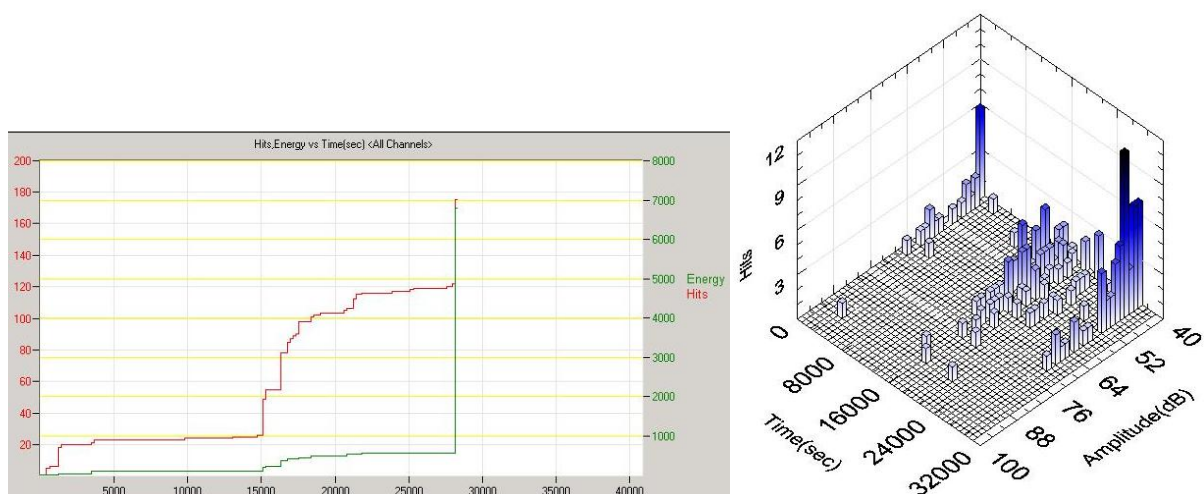


Figure 13.b : Emission Acoustique du composite PP/Chanvre Blanc à 75% UTS

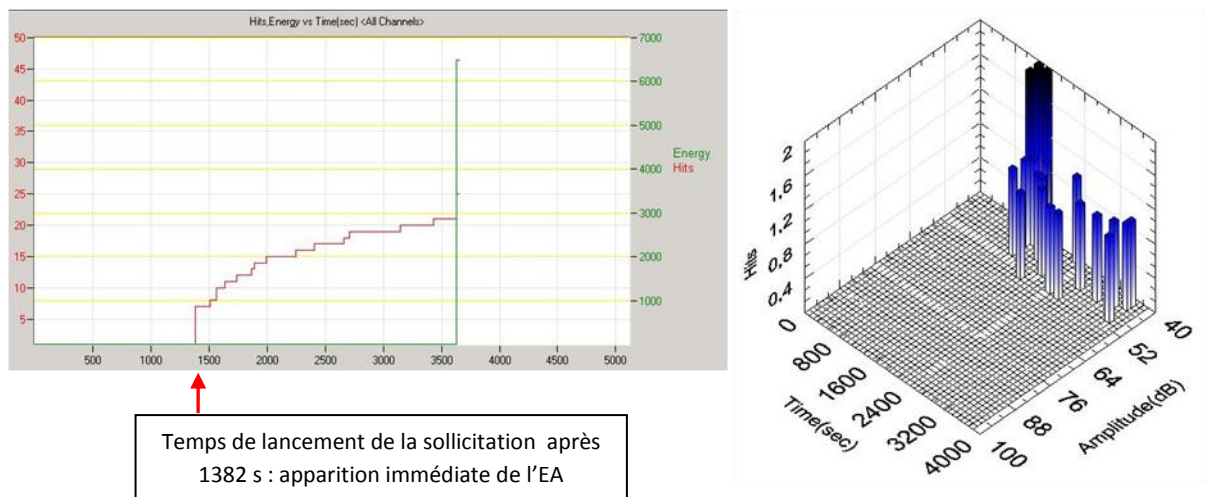


Figure 13.c : Emission Acoustique du composite PP/Chanvre Blanc à 85% UTS

Pour des chargements plus élevés, on détermine les mêmes mécanismes d'endommagement et qui sont répartis en fonction de leurs amplitudes d'apparition, comme le montre la **Figure 13.b**. On observe une rupture de la matrice, une décohésion de la liaison interfaciale pour 60-65 dB, un déchaussement au delà de 65 dB et rupture de la fibre ou une défibrillation (liée à l'endommagement et la dégradation de la structure de la fibre) au delà de 85 dB. Mais dans certains cas, on ne distingue pas tous les mécanismes de rupture d'une façon séparée (dispersion des propriétés mécaniques en fatigue liée à la dispersion des propriétés de la fibre).

Pour certaines éprouvettes, comme dans le cas de la **Figure 13.c**, vu le niveau élevé du chargement appliqué au matériau (pour $r = 85\%$ UTS) l'essai est tellement rapide (avec un faible nombre de cycles: fatigue oligocyclique) que le mécanisme d'endommagement se limite uniquement à une rupture de la résine puis la ruine totale du composite (les autres mécanismes caractéristiques d'endommagement ne sont pas présents voir totalement absents). Alors que dans certains cas, et avec le même niveau de chargement le processus de dommage présentera un spectre d'émission acoustique plus large, et on voit des signaux en relation avec l'état d'endommagement de la fibre. Cette constatation pourra avoir un lien ou explique en partie la dispersion des résultats de fatigue.

On remarque aussi, que pour certains échantillons, une fois l'essai de fatigue est lancé (cas du niveau de chargement pour $r = 75\%$ UTS), des signaux acoustiques apparaissent rapidement. Cette apparition anticipée pourra avoir plusieurs origines :

- Des défauts préexistants dans le matériau et qui une fois le matériau est sollicité se manifestent en émettant de l'Emission Acoustique; exemple : déplacement d'une hétérogénéité ou éclatement d'une inclusion ou un vide (air emprisonné dans le matériau présentant un défaut du moulage).
- A une palstification du matériau: Cette hypothèse a été rejetée. En effet, pour les niveaux de chargement élevés 75% UTS et 85% UTS (ce qui leur correspond une vitesse déformation de $2 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ vitesse déterminée à partir de la courbe

déformation/temps = 100 mm/mn du déplacement de la traverse en statique (**Figure 9.b**)), les contraintes maximales correspondantes à ces rapports sont dans le domaine élastique de la courbe de traction (la plasticité du matériau n'est pas encore atteinte).

De la même façon, nous avons essayé de suivre l'endommagement par fatigue par l'EA dans le cas de PP/Chênevotte. Les premiers résultats sont présentés ci-dessous.

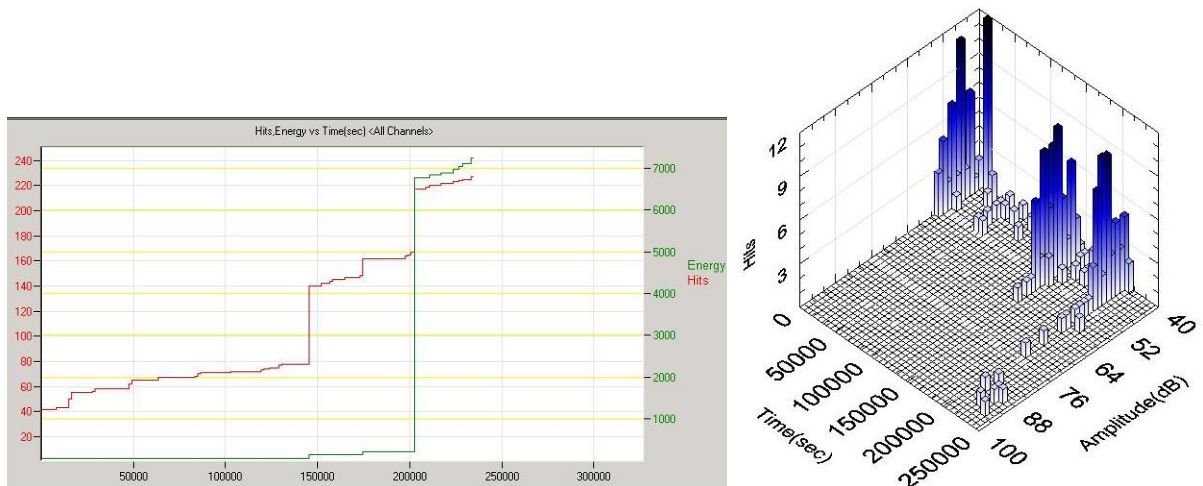


Figure 14.a : Emission Acoustique du composite PP/Chênevotte à 65% UTS

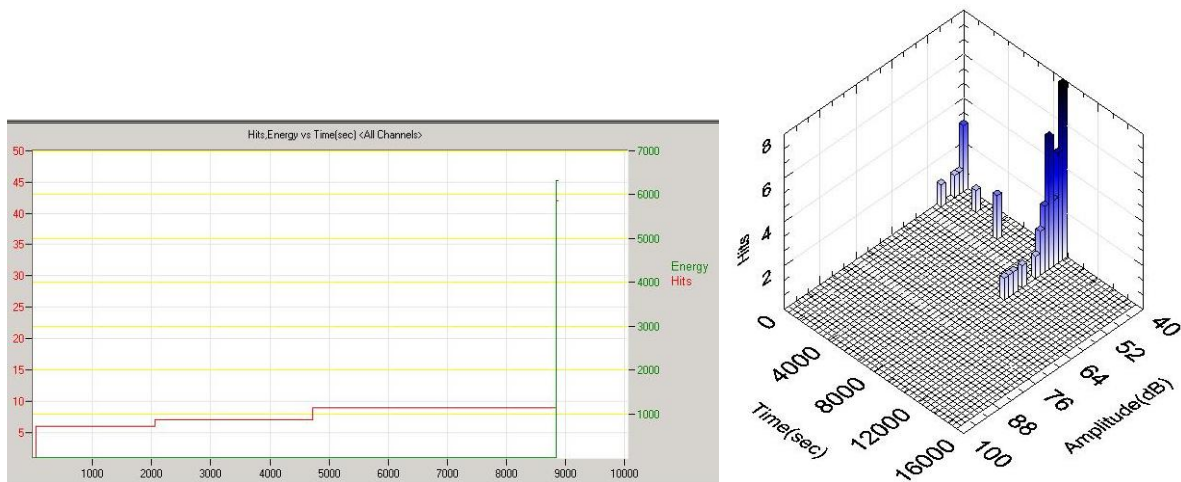


Figure 14.b : Emission Acoustique du composite PP/Chênevotte à 75% UTS

Comme dans le cas de PP/Chanvre Blanc, et pour un rapport de chargement $r = 65\%$ UTS (**Figure 14.a**), le PP/Chênevotte présente à ce niveau là, des signaux d'EA aux premiers instants du démarrage de l'essai. Mais un peu plus tard, et dans certains essais une fois l'essai a bien avancé dans le temps, on note l'apparition de l'effet Kaiser (sur une période du temps remarquable) qui se manifeste par l'absence des signaux acoustiques: ceci pourra être dû à une coalescence et augmentation continue de la taille des défauts telles que les micro-endommagements. Ce phénomène est également observé dans le cas d'un chargement $r = 75\%$ UTS (**Figure 14.b**), mais dans ce cas, on observe que la rupture, d'après le diagramme de la répartition des amplitudes, est limitée à celle de la matrice Polypropylène et à la décohésion interfaciale fibre/matrice. Par contre, pour d'autre échantillons, cette rupture peut

aller jusqu'à l'endommagement et la rupture de la fibre. Ceci met en cause la dispersion des résultats de fatigue et le caractère hétérogène du composite qui ont pour conséquence une dispersion des phénomènes et des mécanismes responsables de la rupture. Dans le cas d'un chargement de 85% UTS (**Figure 14.c**), le matériau s'endommage plus rapidement et on observe une variété de mécanismes d'endommagement, c'est-à-dire parfois la rupture est imposée par la résine (des amplitudes entre 40-55dB), et parfois ce sont les fibres qui imposent leurs lois (on observe des amplitudes jusqu'à 90 dB liées à la rupture des fibres).

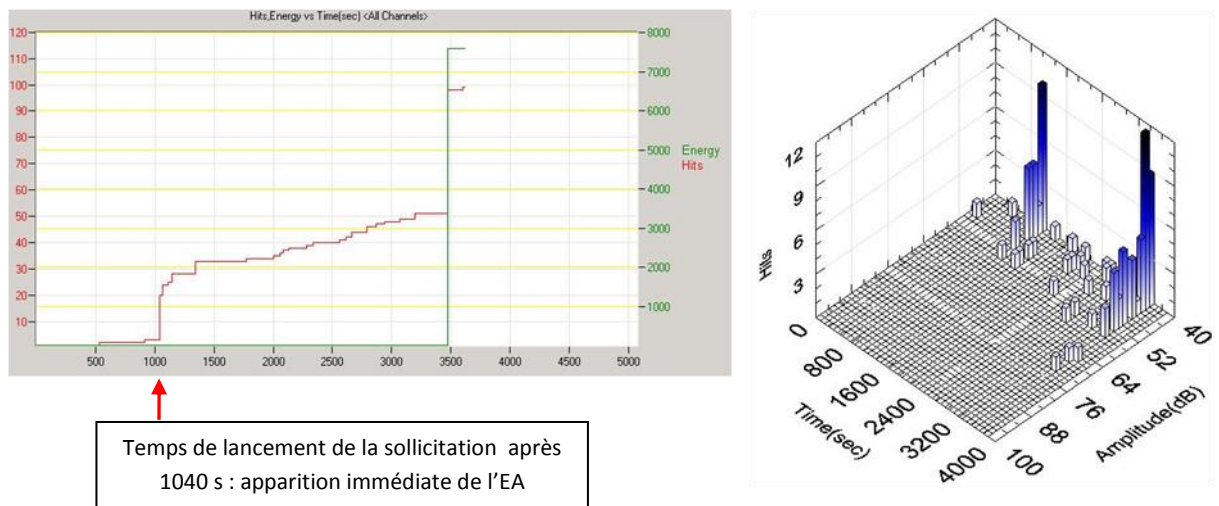


Figure 14.c : Emission Acoustique du composite PP/Chènevotte à 85% UTS

Remarque :

Pour le chargement le plus élevé appliqué dans les essais de fatigue, c'est-à-dire $r = 85\%$ UTS, la sensibilité à l'endommagement du composite PP/Chènevotte est plus élevée que celle du composite PP/Chanvre Blanc. En effet, avant de lancer la sollicitation de fatigue, nous avons essayé de maintenir l'éprouvette, pour certaine durée (quelques dizaines de minutes),

Sous l'effet de la charge statique (on rappelle qu'on pilote en charge) ; nous obtenons de l'activité acoustique « précoce » malgré le non lancement de la sollicitation de fatigue (exemple **Figure 14.c**). Cette activité ne provient pas d'un bruit parasite ou des ondes électromagnétiques, mais plutôt c'est le matériau qui s'endommage suite à l'application d'une telle charge.

Dans le **Tableau 7** sont regroupés les données d'Emission Acoustique des différents matériaux, à différents niveaux de chargement.

Tableau 7 : Données Emission Acoustique

Composite	Niveau de chargement (%)	Nombre de Hits	Nombre des Coups	Energie
PP/Chanvre Blanc	85	25	228	6494
	75	175	1300	6796
	65	104	1143	5609
PP/Chènevotte	85	99	769	7585
	75	42	435	6316
	65	227	1141	7243

En analysant minutieusement les réponses acoustiques des différents matériaux on a pu dégager des propriétés très intéressantes. L'idée était de trouver une corrélation entre les résultats d'émission acoustique et les deux autres méthodes de suivi du dommage précédemment appliquées à savoir la perte de rigidité E/E_0 et celle de perte d'énergie par boucle d'hystérésis évalué à partir de W_D .

A titre de comparaison, on a traité, le cas du composite PP/Chanvre pour deux niveaux différents de chargement $r = 75\%$ UTS et $r = 85\%$ UTS. On regroupe dans le **Tableau 8.a** et **Tableau 8.b** ci-dessous les résultats de mesure récupérés pour les trois techniques (on pourra se référer respectivement aux graphes **Figure 9.b** & **Figure 13.b** et **Figure 9.c** & **Figure 13.c**) :

Tableau 8.a : Corrélation entre les trois techniques dans le cas du PP/Chanvre Blanc pour $r=75\%$ UTS

Points caractéristiques	$E/E_0 = f$ (Nbre des cycles)	$W_D = f$ (Nbre des cycles)	Emi. Acous (Hits = f (Nbre des cycles))
N_1	2600	3000	3062
N_2	14400	14500	14691

Tableau 8.b : Corrélation entre les trois techniques dans le cas du PP/Chanvre Blanc pour $r=85\%$ UTS

Points caractéristiques	$E/E_0 = f$ (Nbre des cycles)	$W_D = f$ (Nbre des cycles)	Emi. Acous (Hits = f (Nbre des cycles))
N_1	130	200	128
N_2	2100	2150	2251

De la même façon, l'exemple du composite PP/Chênevotte a été traité pour deux niveaux différents de chargement $r = 85\%$ UTS et $r = 65\%$ UTS. La corrélation entre les trois techniques de suivi du dommage dans le matériau est donnée dans le **Tableau 9.a** et **Tableau 9.b** ci-dessous (pour les graphes correspondants, se référer respectivement à la **Figure 11.c** et **Figure 14.c** et **Figure 11.a** et **Figure 14.a**).

Tableau 9.a : Corrélation entre les trois techniques dans le cas du PP/Chênevotte $r=85\%$ UTS

Points caractéristiques	$E/E_0 = f$ (Nbre des cycles)	$W_D = f$ (Nbre des cycles)	Emi. Acous (Hits = f (Nbre des cycles))
N_1	310	310	305
N_2	2100	2110	2156

Tableau 9.b : Corrélation entre les trois techniques dans le cas du PP/Chênevotte $r=65\%$ UTS

Points caractéristiques	$E/E_0 = f$ (Nbre des cycles)	$W_D = f$ (Nbre des cycles)	Emi. Acous (Hits = f (Nbre des cycles))
N_1	14000	15000	14691
N_2	150000	150000	145278

Conclusion

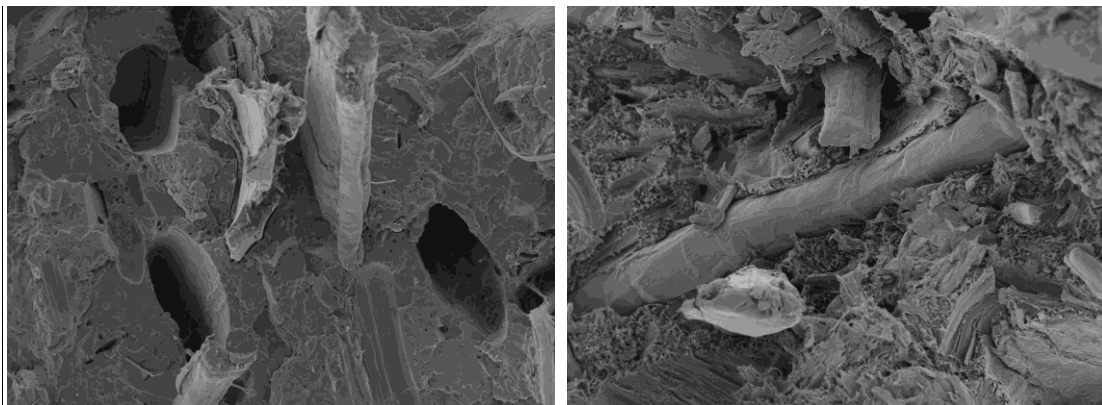
Les trois techniques : perte de rigidité E/E_0 , perte d'énergie W_D et Emission Acoustique montrent une bonne corrélation et ceci est vérifié avec différents niveaux de chargement. Donc, si l'une de technique présente un manque d'informations ou une complexité d'analyse les deux autres techniques peuvent la compléter ou la conforter avec des détails plus importants. Sauf que dans certains cas des matériaux et pour quelques niveaux de chargement (ce qui n'a pas été représenté ici), on ne trouve pas une parfaite correspondance entre les deux techniques de perte d'énergie et celle de l'émission acoustique surtout au niveau du point N_2 qui prépare pour la rupture du matériau. En effet, les boucles d'hystérésis sont le résultat ou bien le cumul de plusieurs phénomènes qui se manifestent dans le matériau à savoir : échauffement du matériau, effet visqueux, plasticité, écrouissage du matériau, endommagement, etc. Tous ces phénomènes participent d'une façon directe à l'augmentation de l'aire des boucles au cours du temps ce qui permet à l'endommagement d'avancer plus rapidement ; et d'une façon indirecte ces boucles traduisent des phénomènes visqueux dans le matériau ce qui posera un décalage entre les deux courbes. Donc, le fait d'avoir ce décalage, ça ne va pas perturber la compréhension ou le suivi de l'évolution du dommage mais plutôt ça va permettre de bien comprendre les phénomènes physiques et les mécanismes qui régissent l'endommagement et la rupture.

VI. Micrographies MEB

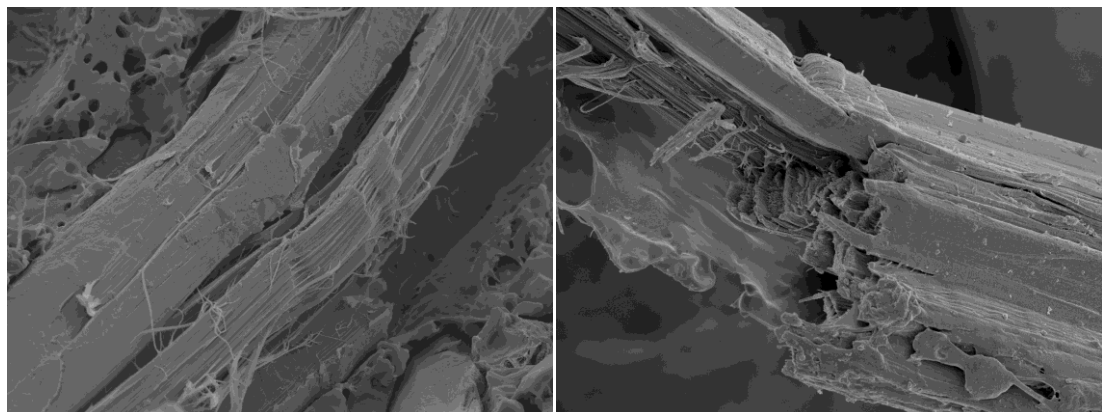
Les observations microscopiques au MEB des faciès de rupture des différents échantillons de fatigue nous montrent les détails suivants :

Les observations sont faites sur des échantillons ayant subi un chargement $r = 60\%$ UTS qui correspond au niveau le plus bas pour lequel des ruptures ont été observées, et $r = 85\%$ UTS qui correspond au niveau le plus élevé de chargement.

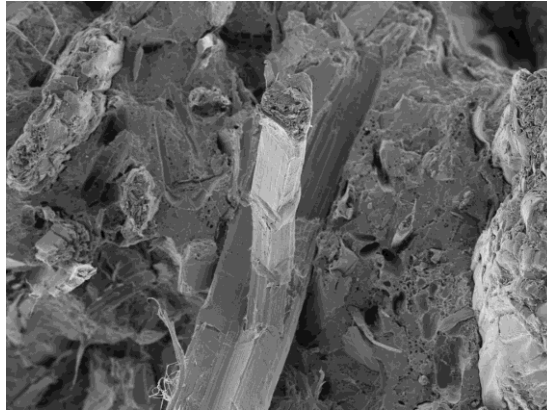
La **Figure 15.a**, montre des fractographies de rupture de PP/Chanvre Blanc pour $r = 60\%$ UTS. La rupture est très marquée par un déchaussement des fibres de Chanvre **Figure 15.a (i)** (phénomène dominant). Pour un niveau plus élevé (pour $r = 85\%$ UTS) on a également une rupture au sein de l'interface **Figure 15.b (i)** (décollement interfacial ou rupture adhésive). Ces décollements à l'interface engendrent par la suite des déchaussements suivis de l'éclatement des fibres. Ceci peut s'expliquer, comme en statique, par la qualité de l'interface qui pourra être attribuée aux propriétés physico-chimiques de la matrice et à son aptitude à s'accrocher à la fibre. On observe aussi l'état dégradé de la fibre de Chanvre **Figure 15.b (ii) et (iii)** suite à cette rupture (défibrillation et endommagement des microfibrilles constituant la structure de la fibre composite), ce qui explique en partie l'existence de certains événements acoustiques au delà de 85 dB qui sont liés nécessairement à l'état d'endommagement de la fibre.



(i)

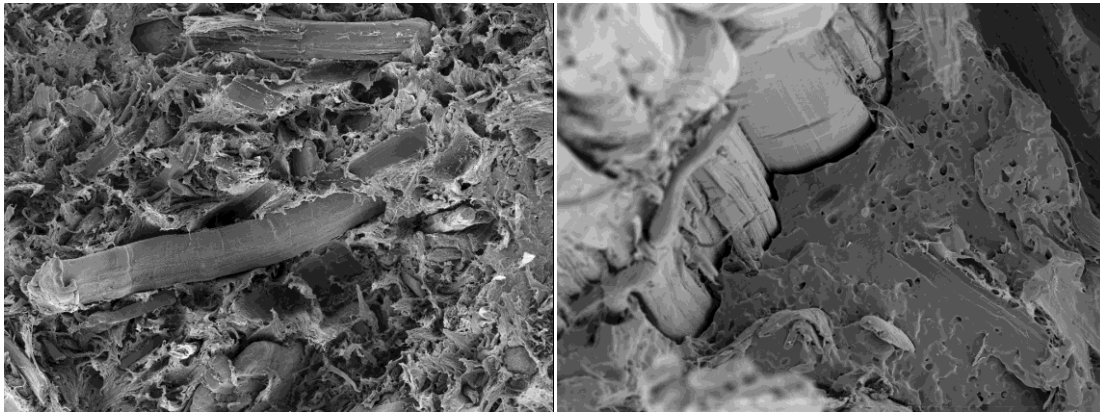


(ii)

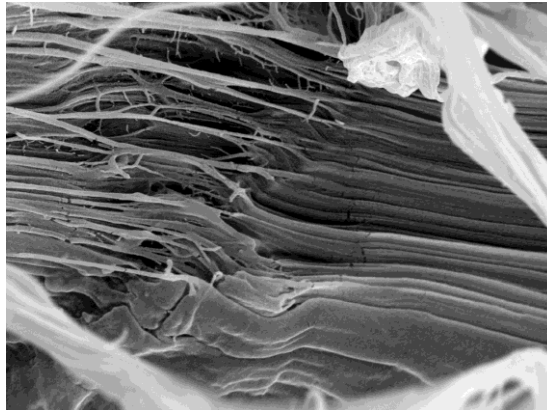


(iii)

Figure 15.a : Micrographies des faciès de rupture de PP/Chanvre Blanc à 60% UTS



(i)

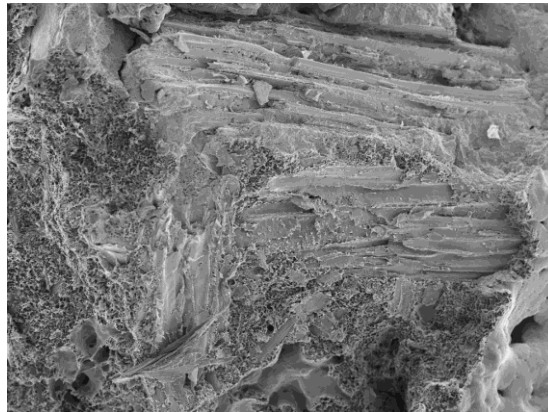


(ii)

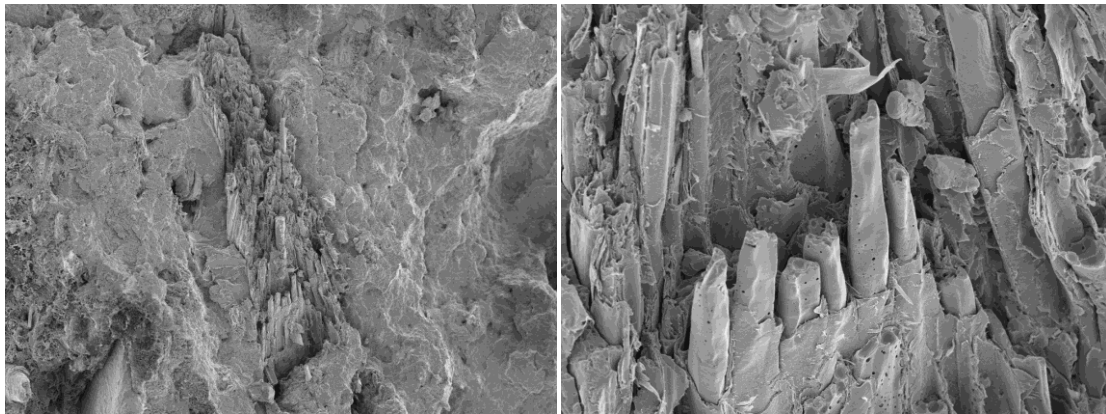
Figure 15.b : Micrographies des faciès de rupture de PP/Chanvre Blanc à 85% UTS

Dans le cas du PP/Chênevotte, les observations microscopiques ont permis de constater que la dégradation de l'interface est du type cohésif **Figure 16.a (i) et (iii)**. Ainsi l'endommagement se développe et se concentre en grande partie au niveau de la matrice (la plupart des évènements acoustiques observées pour différents échantillons se concentrent autour de la rupture matricielle).

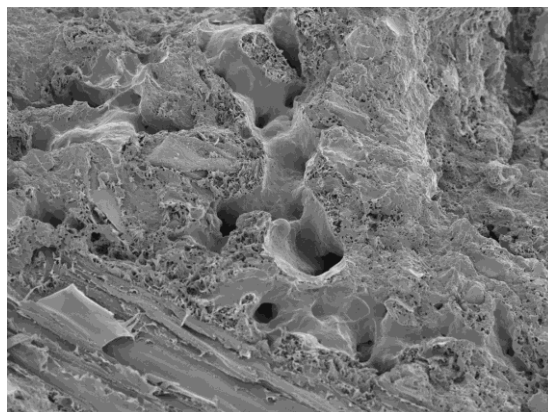
Les ruptures d'interfaces sont alors considérées en partie comme une dégradation de la matrice. Elles n'aboutissent que rarement aux déchaussements de fibre (**Figure 16.b**) et quasiment jamais à la rupture et à la dégradation de la Chènevotte surtout pour les grands niveaux de chargement tel que le cas pour $r = 85\%$ UTS (**Figure 14.c**, absence des pics acoustiques ayant une amplitude > 85 dB synonyme d'une rupture du renfort).



(i)



(ii)



(iii)

Figure 16.a : Micrographies des faciès de rupture de PP/Chènevotte à 60% UTS

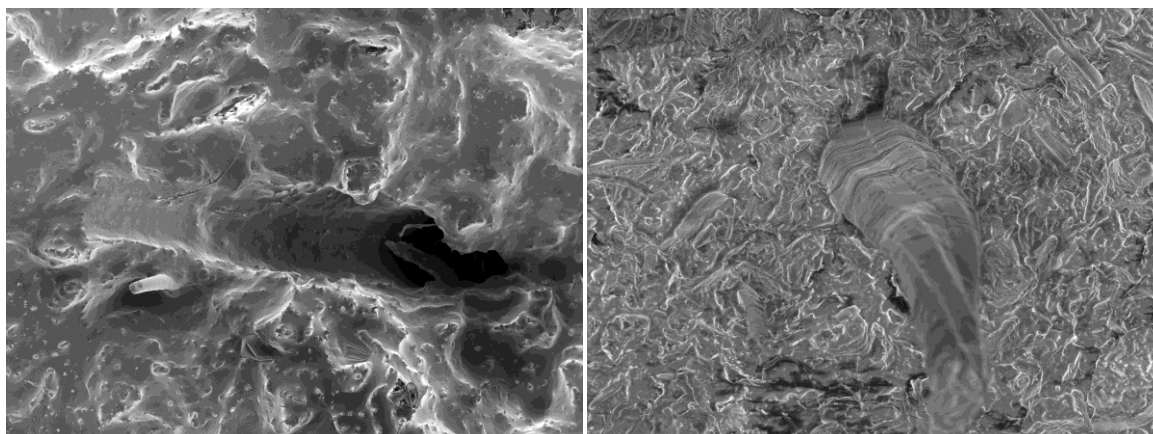


Figure 16.b : Micrographies des faciès de rupture de PP/Chènevotte à 85% UTS

L'aspect des fractographies de Polypropylène Copolymère vierge montre, pour le niveau $r = 60\%$ UTS (**Figure 17.a**), deux aspects de la rupture : un aspect ductile (caractérisé par des filaments étirés de la résine comme une réponse suite à la sollicitation de fatigue) et d'autre part, un aspect de rupture fragile. Alors que pour un niveau plus élevé ($r = 85\%$ UTS) (**Figure 17.b**) la rupture de la résine est purement fragile.

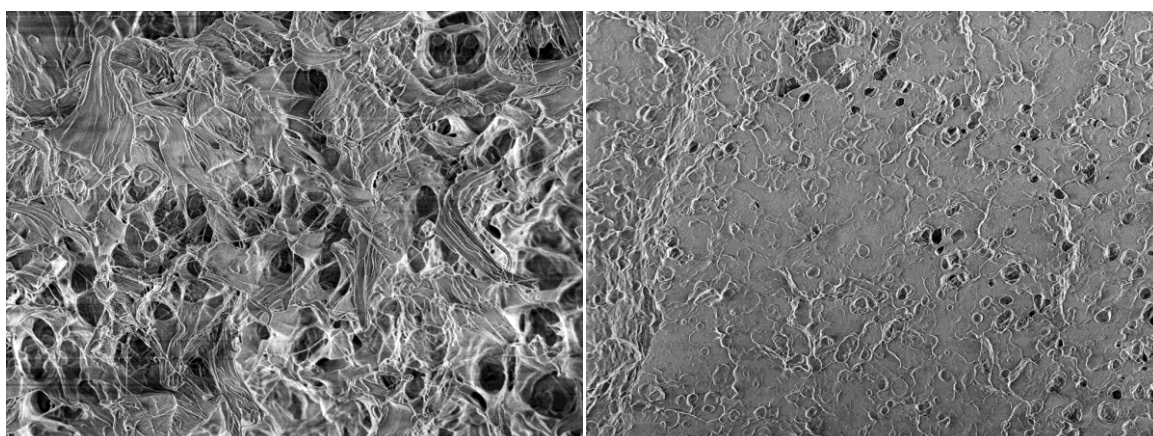


Figure 17.a : Micrographies des faciès de rupture de PP Copolymère vierge à 60% UTS

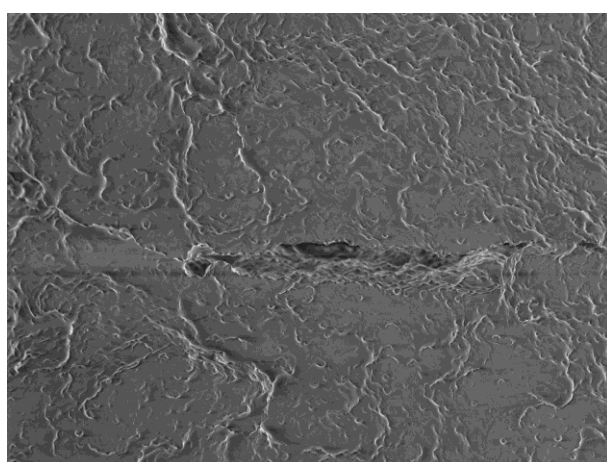


Figure 17.b : Micrographies des faciès de rupture de PP Copolymère vierge à 85% UTS

Conclusion

Dans ce travail, nous nous sommes penchés à étudier l'effet d'une sollicitation de fatigue type traction uniaxiale sur le comportement mécanique. Il s'agissait de définir les différents phénomènes liés à l'endommagement de matériau qui sont nécessairement liés à la structure et à l'architecture de ce dernier. Les courbes d'endurance ont montré qu'à partir d'un certain niveau de chargement « niveau seuil » les matériaux présentent tous la même limite d'endurance. A partir de cette limite, l'influence de l'interface n'intervient plus (pour la fatigue à grand nombre de cycles). La corrélation entre les trois techniques : perte d'énergie, perte de raideur (ou rigidité) et l'émission acoustique, montre l'existence d'un lien étroit entre tous ces techniques de suivi du dommage. Ceci se manifeste par la présence ou la définition des trois différentes zones déterminantes du processus de dommage dans les composites. Toutes ces techniques ont permis une analyse macroscopique globale et détaillée du comportement des matériaux en fatigue cyclique.

Par ailleurs, les observations microscopiques (au MEB) ont permis une analyse microscopique de l'endommagement montrant ainsi, avec la corrélation faite à l'aide de l'émission acoustique, que la perte de raideur est la conséquence de deux types d'évènements qui se produisent successivement à des échelles différentes : la rupture et/ou la défibrillation des fibres et le déchaussement interfacial fibre/matrice qui sont des prémisses de la rupture finale.

Références Bibliographiques

- [1]: E. Parant, «Mécanismes d'endommagement et comportements mécaniques d'un composite cimentaire fibre multi-échelles sous sollicitations sévères : fatigue, choc, corrosion». *Thèse de doctorat*, Ecole Nationale Des Ponts et Chaussées, Année 2003.
- [2]: A. N. Towo, Martin P. Ansell, «Fatigue of sisal fibre reinforced composites: Constant life diagrams and hysteresis loop capture». *Composites Science and Technology*, vol. 68, 2008, pp. 915-924.
- [3]: M. M. Thwe, K. Liao, «Durability of bamboo-glass fiber reinforced polymer matrix hybrid composites», *Composites Science and Technology*, vol. 63, 2003, pp.375-387.
- [4]: J. Gassan, «A study of fibre and interface parameters affecting the fatigue behavior of natural fibre composites», *Composites: Part A*, vol.33, 2002, pp. 369-374.
- [5]: H. Di Benedetto, C. de La Roche, H. Baaj, A. Pronk and R. Lundström, «Fatigue of bituminous mixtures». *Materials and Structures*, Vol. 37, pp. 202-216, 2004.
- [6]: M. Diakhate, «Fatigue et comportement des couches d'accrochage dans les structures de chaussée», *Thèse de doctorat*, Université de Limoges, Année 2007
- [7]: M. Assarar, A. El Mahi, M.K. Farooq, J.M. Berthelot, «Comportement en flexion des poutres en matériaux sandwichs». *Mécanique & Industries*, vol.6, 2006, pp. 589-593.
- [8]: T. Yuanjian, D.H. Issac, «Impact and fatigue behavior of hemp fibre composites». *Composites Science and Technology*, vol. 67, pp. 3300-3307, 2007.
- [9]: K.K. Chawla, A.C. Bastos, «The mechanical properties of jute fibers and polyester /jute composites». In: *Proceedings of the third international conference on mechanical behavior of materials*, Cambridge, UK: Pergamon Press, pp. 1991-196, 1977.
- [10]: C. Santulli, «Post-impact damage characterisation on natural fibre reinforced composites using acoustic emission ». *NDT&E Int* 2001 ; 34 (8), pp. 531-536.
- [11]: C. Pavithran, P.S. Mukherjee, M. Brahmakumar, A.D. Damodaran, «Impact properties of natural fibre composites». *Composites*, 19 (1):79, 1988.
- [12]: J. Gassan, «A study of fibre and interface parameters affecting the fatigue behavior of natural fibre composites». *Composites Part A*, 33 (3), pp. 369-374, 2002.
- [13]: A. Pegoretti, T. Ricco, «Fatigue crack propagation in polypropylene reinforced with short glass fibres». *Composites Science and Technology*, vol. 59, pp. 1055-1062, 1999.
- [14]: J. M. Staehler, S. Mall, L.P. Zawada, «Frequency dependence of high-cycle fatigue behavior of CVI C/SiC at room temperature». *Composites Science and Technology*, vol. 63, pp. 2121-2131, 2003.

- [15]: G.F. Lee, B. Hartmann, «Specific damping capacity for arbitrary loss angle». *Journal of Sound and Vibration*, vol. 211 (2), pp. 265-272, 1998.
- [16]: M. van den Oever, T. Peijs, «Continuous-glass-fibre reinforced polypropylene composites. II. Influence of maleic-anhydride modified polypropylene on fatigue behavior». *Composites Part A*, vol. 29 A, pp 227-239, 1998.
- [17]: K.L. Reifsnider, K. Schulte, J.C. Duke, «Long-term fatigue behavior of composite materials». In: *O'Brien TK, editor. Long-term behavior of composites*, Philadelphia: ASTM, 1983 ASTM STP 813.
- [18]: M.M. Thwe, K. Liao, «Durability of bamboo-glass fiber reinforced polymer matrix hybrid composites». *Composites Science and Technology*, vol. 63, pp. 375-387, 2003.
- [19]: T.K. O'Brien, «Long-term behavior of composites». *Editor*, Philadelphia: ASTM, 1982.
- [20]: A. N. Towo, M. P. Ansell, «Fatigue of sisal fibre reinforced composites: Constant-life diagrams and hysteresis loop capture». *Composites Science and Technology*, Vol. 68, pp. 915-924, 2008.
- [21]: A. N. Towo, M. P. Ansell, «Fatigue evaluation and dynamic mechanical thermal analysis of sisal fibre-thermosetting resin composites». *Composites Science and Technology*, Vol. 68, pp. 925-932, 2008.

Chapitre III

Homogénéisation :

Modélisation Micromécanique

&

Etude Paramétrique

Résumé du chapitre III

Ce chapitre tente de prouver et conforter la validité du modèle micromécanique proposé. En réalité les choses ne sont pas aussi évidentes qu'il y paraît et, si la pertinence du modèle a pu être établie dans sa grande majorité, c'est grâce à des hypothèses simplificatrices émises lors de la modélisation. Le modèle permet de déterminer le tenseur de rigidité (respectivement le tenseur de souplesse) du matériau homogène équivalent à partir de la connaissance des propriétés microstructurales (élastiques et géométriques) de chaque constituant. Mais, vu l'exemple traité dans notre cas surtout qu'on traite des fibres végétales de chanvre, la dispersion et la difficulté de mesurer leurs propriétés élastiques (module d'élasticité longitudinale ou transversale et le coefficient de Poisson) avec une exactitude s'avère une mission difficile voire impossible. Donc, on a proposé une méthode inverse permettant de déterminer et de remonter, connaissant le module et le tenseur de rigidité exact (respectivement le tenseur de souplesse) de chaque matériau, avec certitude les propriétés de chaque constituant Chanvre et Chênevotte.

Sommaire

ETUDE MICROMECHANIQUE & HOMOGENEISATION

Introduction	168
I. Principe de base en homogénéisation	170
I.1. Méthodologie de l'homogénéisation.....	170
I.1.1. La représentation.....	170
I.1.2. La localisation	170
I.1.3. L'homogénéisation.....	170
II. Modèle micromécanique : modèle de Mori-Tanaka :.....	171
III. Application du modèle de Mori-Tanaka pour l'évaluation numérique du tenseur de rigidité du composite	173
1. Tenseur d'Eshelby.....	173
2. Matrice de rigidité de la résine Polypropylène	175
3. Matrice de rigidité de la fibre de Chanvre.....	176
4. Détermination du tenseur de rigidité homogénéisé	176
VI. Orientation des fibres	177
V. Estimation des modules de rigidités des renforts	179
1. Propriétés du Chanvre Blanc	179
2. Propriétés de la Chènevotte.....	180
VI. Etude paramétrique et sensibilité du modèle proposé	181
1. Influence de la fraction volumique du renfort.....	181
2. Influence du rapport d'aspect du renfort (L/D).....	183
CONCLUSIONS & PERSPECTIVES	189
ANNEXES	214

Introduction

Le comportement mécanique des matériaux au sein de structures sous charge est le résultat des mécanismes actifs au sein de leurs constituants et aux interfaces, ainsi que de l'agencement de ces constituants. La prévision du comportement macroscopique, à partir de ces données, passe par des opérations complexes de changement d'échelle représentant les phénomènes d'interaction entre constituants. C'est dans ce cadre que se situent les méthodes d'homogénéisation.

L'approche classique de la mécanique des solides repose sur une démarche phénoménologique; fondée sur l'expérience. Elle intègre les résultats de tout un ensemble de mesures réalisées sur éprouvettes d'un matériau donné, en réponse à de sollicitations déterminées, dans une représentation unifiée compatible avec ces mesures. La loi de comportement ainsi établie, éventuellement réintégrée dans un cadre thermodynamique qui en assure la cohérence, ne peut avoir comme domaine assuré de validité que celui à l'intérieur duquel elle a été identifiée en relation avec l'expérience. Cette démarche descriptive est d'une grande efficacité pour ce qui concerne la prévision de la réponse des structures mécaniques aux sollicitations de service, tout au moins dans un domaine de sollicitations assurant que chaque élément de matière soit dans un état mécanique couvert par le domaine de validité de la loi de comportement qui lui est attachée [1].

Il est maintenant de plus en plus illusoire de souhaiter modéliser un matériau composite à l'aide d'une approche exclusivement macroscopique et ceci pour deux raisons essentielles. La première est que ce type d'approche masque les phénomènes physiques et ne sait discerner les vraies causes des phénomènes observées à l'échelle macroscopique. La seconde raison est que la puissance des calculateurs permet désormais de résoudre les problèmes d'homogénéisation et de traiter numériquement les procédés multiéchelles. Ainsi la prise en compte de phénomènes fins et complexes s'avère tout à fait réalisable et l'homogénéisation devient un outil efficace d'analyse du comportement des matériaux composites [2].

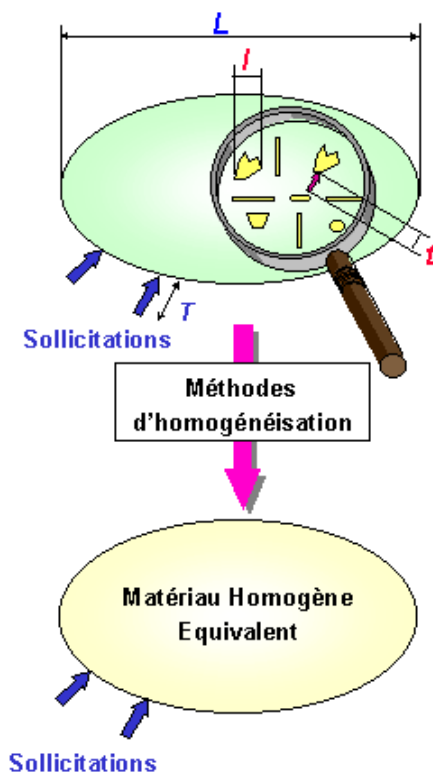
Supposons que le matériau étudié possède une microstructure hétérogène en ce sens qu'elle résulte de l'assemblage de différents constituants supposés homogènes. Si on souhaite comprendre les phénomènes physiques au sein de la microstructure (surcontraintes locales, amorçage puis propagation de fissures ainsi que leurs influences sur le comportement macroscopique), l'analyse doit être réalisée à une échelle qui le permette : celle de la microstructure. Dans ce contexte, au procédé d'homogénéisation dont le but est de fournir le comportement du matériau équivalent au matériau hétérogène étudié, on doit associer un procédé de localisation dont le but est d'évaluer plus ou moins précisément les contraintes et les déformations à l'échelle microscopique. L'ensemble des deux processus (homogénéisation et localisation) constitue un procédé multiéchelle.

Dans le cas des composites renforcés par des fibres, le but des théories d'homogénéisation est celui, une fois connues les caractéristiques mécaniques des phases et la

fraction volumique des fibres, de prédire les caractéristiques mécaniques homologues d'un solide homogène équivalent, qui reste toutefois, dans le cas de fibres orientées, anisotrope. Un concept commun à toutes les théories d'homogénéisation est celui de **volume élémentaire représentatif (VER)**

Le VER (**Figure 1**) est le volume minimum à prendre en considération pour qu'une fois la théorie d'homogénéisation appliquée, le résultat obtenu soit représentatif du comportement macroscopique du milieu hétérogène. Pour cela, il doit être d'une taille telle qu'il soit statistiquement représentatif du matériau étudié et permettre d'obtenir des mesures reproductibles des caractéristiques du comportement. Il faut également signaler que le choix de l'échelle du VER est imposé par la finesse avec laquelle on veut caractériser le milieu et les phénomènes qui s'y produisent.

Un matériau au niveau microscopique est caractérisé par t (la taille des hétérogénéités) et par L (la taille de la structure au niveau macroscopique). Entre ces deux tailles, on convient de fixer la taille du VER du matériau réel hétérogène par un matériau fictif homogène équivalent, tel que les lois de comportement macroscopique de deux matériaux soient les mêmes. Cette méthode est validée si les trois longueurs caractéristiques ci-dessus (**Figure 1**) sont satisfaites à la double condition $t \ll l \ll L$. La première condition $t \ll l$ est nécessaire pour que l'on puisse caractériser le comportement du volume élémentaire représentatif par une loi homogène. La deuxième condition $l \ll L$ est une condition classique qui permet de traiter la structure comme un milieu continu [3].



$$\frac{l}{L} \ll 1 \quad \frac{t}{T} \ll 1$$

l : taille caractéristique du VER

L : longueur caractéristique macroscopique de l'échantillon

T et t : deux temps caractéristiques, lent et rapide, du phénomène physique

Figure 1 : Notion de volume élémentaire représentatif

Diverses approches micromécaniques sont développées pour prédire les propriétés élastiques des matériaux composites renforcés par des fibres courtes. De plus ces approches sont nombreuses et largement abordées dans la littérature.

I. Principe de base en homogénéisation

I.1. Méthodologie de l'homogénéisation

L'objectif de l'étude est, à partir d'un VER de matériau hétérogène qui est formé d'un assemblage complexe de nombreux éléments homogènes de petite taille et de caractéristiques mécaniques et géométriques variables l'un à l'autre, de définir un milieu homogène fictif de même géométrie que le VER et qui, soumis aux mêmes sollicitations que lui, aurait une réponse globale identique. On entrevoit dans ce stade la nécessité de procéder à trois séries d'opérations :

I.1.1. La représentation

Cette étape consiste en une description du matériau (description géométrique et mécanique) à l'échelle microscopique. Dans le cas d'un matériau composite à renforts fibreux on penserait à la fraction volumique de renfort, aux diamètres et longueurs moyennes de fibres, à leur orientation, à leur taux de recouvrement, etc...

I.1.2. La localisation

Une fois le VER remplacé par un modèle de matériau hétérogène défini par un ensemble de caractéristiques mécaniques et géométriques, il nous fait procéder à son analyse mécanique. Cette étape permet la modélisation mécanique et la détermination des relations entre les quantités définies à l'échelle microscopique (σ , ε , ...) et les quantités équivalentes définies à l'échelle macroscopique (Σ , E , ...).

I.1.3. L'homogénéisation

Après la localisation qui permet de descendre à l'échelle locale, la représentation qui permet d'exprimer les relations physiques à cette échelle, il est alors nécessaire de remonter à l'échelle macroscopique. Cette étape vise à l'expression du comportement du milieu homogène équivalent, par l'identification du comportement macroscopique grâce à des opérations moyennes sur les solutions de l'étape de la localisation.

La démarche et la méthodologie générale à suivre pour une telle caractérisation micromécanique sont données sur les **Figures 2.1** et **2.2** [4].

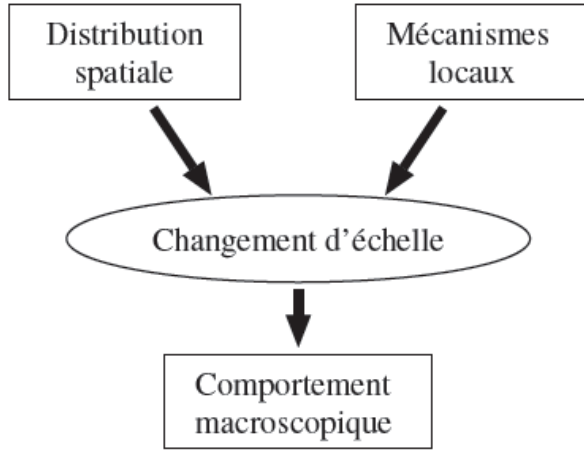


Figure 2.1 : Démarche micromécanique

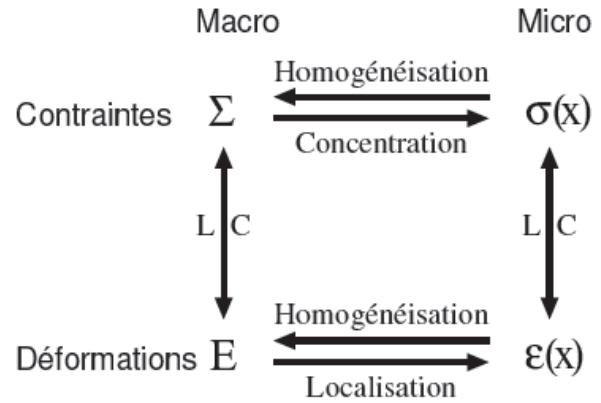


Figure 2.2 : Méthodologie des modèles de changement d'échelle

Cette démarche est commune à tous les modèles micromécaniques. Par la suite l'accès à la connaissance des tenseurs de rigidité ou de souplesse (inverse du tenseur de rigidité) est conditionné par la détermination des autres tenseurs appelés « tenseurs de localisation A et B » (pour plus détails consulter l'**Annexe 2**). Cette détermination est différente d'un modèle à un autre et c'est ce qui constitue la spécificité de chacun d'entre eux.

II. Modèle micromécanique : modèle de Mori-Tanaka :

La littérature est riche en modèles micromécaniques. En commençant par les plus simples qui sont les bornes Voigt et Reuss qui permettent un encadrement des propriétés effectives du matériau homogène équivalent, en passant par la méthode d'Eshelby qui inclut dans son emploi plusieurs méthodes d'homogénéisation pour arriver à la fin au modèle de Mori-Tanaka. Celui-ci tient compte à son tour du problème d'inclusion d'Eshelby et dont les principaux résultats sont rappelés ci-dessous: [16,17]

Remarque

Pour toute démarche et/ou développement analytique consulter l'**Annexe 2**

1. Le pseudo-tenseur de localisation L^i est donné par l'expression suivante :

$$L^i = -[(C^i - C^0)S_{esh}^i + C^0]^{-1}(C^i - C^0) \quad (1)$$

Avec C^i : tenseur de rigidité de l'inclusion,

C^0 : tenseur de rigidité de la matrice,

S_{esh}^i : tenseur d'Eshelby de l'inclusion.

2. Grâce à la loi de Hooke qui met en relation les contraintes et les déformations macroscopiques, ce qui permet alors de déterminer le tenseur d'élasticité du matériau homogène équivalent C^c , donné par la relation suivante :

$$C^c = C^0 \left\{ I + \left(\sum_{i=1}^n f^i L^i \right) \left[I + \sum_{i=1}^n f^i (S_{esh}^i - I) L^i \right]^{-1} \right\}^{-1} \quad (2)$$

Avec I : tenseur identité d'ordre 4,

f^i : fraction volumique en inclusion,

C^0 : tenseur de rigidité de la matrice,

S_{esh}^i : tenseur d'Eshelby de l'inclusion,

L^i : pseudo-tenseur de localisation.

Le tenseur de rigidité du matériau homogène équivalent C^c est fonction des paramètres microstructuraux du matériau, de la fraction volumique, des caractéristiques mécaniques de la matrice et des renforts, ainsi que de la géométrie de ces derniers. Pour traiter le cas des composites à renforts orientés aléatoirement, les orientations sont discrétisées en N familles. Chacune de ces N familles de renforts ayant une orientation particulière ; elles sont donc considérées comme N phases différentes. [5,6]

Remarque

Pouvoir exprimer les tenseurs de rigidité et de contrainte dans les différentes phases permettra par l'intermédiaire de ce modèle (Mori-Tanaka) d'évaluer l'état d'endommagement de chaque phase (voir détails en **Annexe 2**). Dans notre cas d'étude, on se limitera uniquement à la modélisation du comportement élastique linéaire du composite.

Comme la plupart des modèles, celui de Mori-Tanaka présente à son tour des avantages et des limites. En effet, comme il a été noté précédemment, ce modèle est capable de tenir compte d'une grande quantité d'informations microstructurales, et cela sans un coût de calcul élevé. Sa spécificité majeure réside dans la manière dont les renforts interagissent entre eux. Cette interaction s'approche tout particulièrement de la réalité.

Benveniste [7] montre que lorsque plusieurs natures de renforts (ou hétérogénéités) sont noyées dans la matrice et que chacune de ces phases possède des orientations ou des élargissements différents, alors la symétrie du tenseur de rigidité du matériau homogénéisé n'est plus assurée. Ce modèle est satisfaisant lorsque le champ de déformations est effectivement homogène et le même dans toutes les inclusions. Par contre, il existe des composites renforcés par des hétérogénéités de natures différentes. Evidemment ces hétérogénéités n'ont pas les mêmes caractéristiques mécaniques, formes, orientations ; ce qui pose un problème dans l'utilisation du modèle de Mori-Tanaka (dans ce cas, et pour contourner cette difficulté on a recours à une double homogénéisation).

Conclusion

Les modèles tentent à prédire des phénomènes physiques. Ils ne sont fondés que sur une succession d'hypothèses plus ou moins fortes et sont basés sur une certaine forme d'idéalisation de la réalité. Leurs précisions sont fortement dépendantes du degré d'idéalisme choisi. Mais, tenter de se rapprocher de la réalité a fortement un coût (alimenter le modèle de plus de paramètres pourra parfois compliquer dans certains cas le calcul).

L'avantage des méthodes d'homogénéisation est qu'elles permettent d'estimer les propriétés macroscopiques d'un matériau hétérogène à partir des propriétés des différentes phases qui le constituent et de certains paramètres caractérisant leurs répartitions spatiales. Elles permettent d'autre part d'analyser l'influence du taux de résine et de la géométrie des renforts sur le comportement macroscopique [9].

III. Application du modèle de Mori-Tanaka pour l'évaluation numérique du tenseur de rigidité du composite

Un calcul micromécanique a été effectué sous Matlab. Pour le bon déroulement du calcul, dans le cas des composites (PP/Chanvre Blanc et PP/Chènevotte), il suffit d'alimenter le modèle par les données suivantes :

- Connaître la fraction volumique du renfort ;
- Connaître les propriétés élastiques de chaque constituant : le renfort (fibre de Chanvre ou Chènevotte) et la matrice Polypropylène, à savoir le module de Young E et le coefficient du Poisson ν ;
- Déterminer les matrices de rigidité de chaque constituant, avec les hypothèses simplificatrices : on suppose que la fibre a un comportement isotrope (ce qui n'est pas vrai car les fibres végétales en général, et particulièrement la fibre de chanvre, présentent une anisotropie remarquable ; certains auteurs ont montré que le rapport des modules longitudinaux et transversaux est égal à $E_L/E_T = 8.94$ [8]). De même que pour la matrice de rigidité de la résine Polypropylène supposée elle aussi isotrope (ce qui n'est pas le cas puisque la rigidité du polymère dépend du taux de cristallinité qui est lié aux proportions de chaque phase cristalline et amorphe).
- La connaissance de la géométrie des fibres (et surtout le rapport d'aspect) permet de remonter à déterminer le tenseur d'Eshelby (voir **Annexe 2**) ;
- Tenir compte dans le modèle de l'orientation aléatoire des fibres dans les différentes directions.

1. Tenseur d'Eshelby

En se basant sur les observations microscopiques effectuées au MEB, des faciès de rupture des échantillons composites, une géométrie particulière d'une forme cylindrique à

section elliptique a été déterminée pour les fibres de Chanvre. Cette géométrie est semblable, malgré la dispersion, presque pour la majorité des fibres. En estimant une distribution aléatoire particulière des fibres courtes de chanvre dans le composite, on a pu remonter à un modèle géométrique qui pourra représenter toute la structure. Ce choix du Volume Élémentaire Représentatif (VER) sera fixé pour le reste de l'étude pour définir le calcul qui va permettre de remonter au comportement macroscopique du composite. Le VER proposé est donné sur la **Figure 3**.

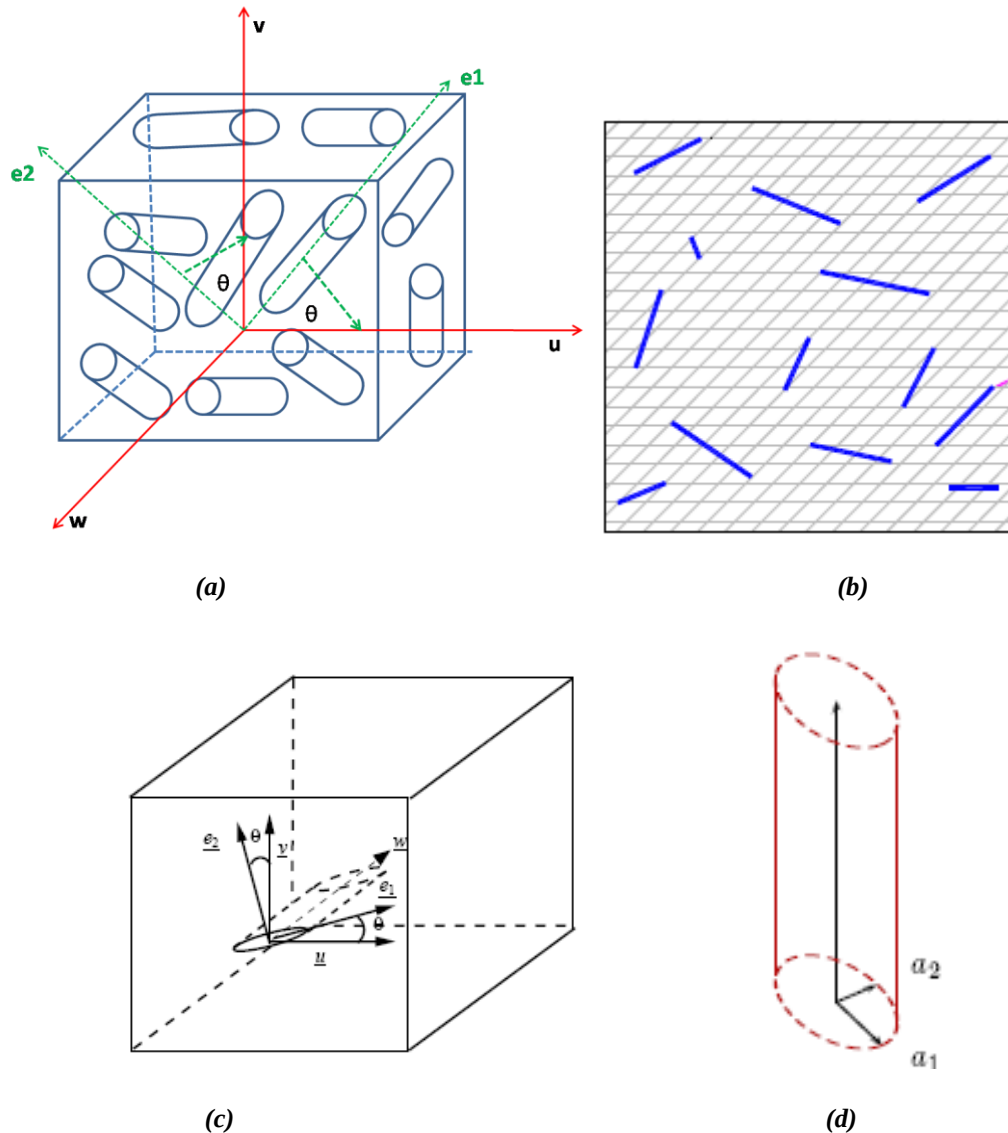


Figure 3 : Définition du VER (a) Répartition spatiale des fibres (c) Répartition aléatoire en 2 D (b) (d) Modèle d'une fibre cylindrique de section elliptique

Le tenseur d'Eshelby ainsi déterminé et correspondant à la description déjà décrite s'écrit sous la forme :

$$S_{esh} = \begin{bmatrix} S_{1111} & S_{1122} & S_{1133} & & & \\ S_{2211} & S_{2222} & S_{2233} & & & \\ 0 & 0 & 0 & & & \\ & & & [0] & & \\ & & & & S_{2323} & 0 & 0 \\ & & & & 0 & S_{3131} & 0 \\ & & & & 0 & 0 & S_{1212} \end{bmatrix}$$

Après calcul nous obtenons le tenseur analytique d'Eshelby suivant

$$S_{esh} = \begin{bmatrix} 0.8245 & 0.2261 & 0.4202 & & & \\ 0.0523 & 0.5638 & 0.2464 & & & \\ 0 & 0 & 0 & & & \\ & & & [0] & & \\ & & & & 0.1848 & 0 & 0 \\ & & & & 0 & 0.3152 & 0 \\ & & & & 0 & 0 & 0.3058 \end{bmatrix}$$

Remarque :

Le tenseur d'Eshelby dépend plutôt de la géométrie des fibres et du coefficient du Poisson de la résine Polypropylène. Ne maîtrisant pas la géométrie de la fibre, différentes géométries ont été testées (elliptique, sphérique, etc, ...) pour éviter toute dispersion des résultats et aboutir à la bonne comparaison, le rapport de forme de la fibre a été utilisé (ou rapport d'aspect = L/D (rapport de la Longueur au Diamètre)). On a remarqué que le tenseur d'Eshelby ne modifie pas la forme du tenseur de rigidité du composite homogénéisé (il est d'une influence négligeable). On rappelle que les dimensions de la fibre de Chanvre sont déterminées grâce des observations au microscope optique et au MEB.

2. Matrice de rigidité de la résine Polypropylène

Pour des raisons de simplification, on a supposé que la résine Polypropylène est isotrope. C'est-à-dire que la phase amorphe et la phase cristalline ont la même rigidité que celle de la matrice globale (cette rigidité est déjà déterminée précédemment à l'aide des essais de traction monotone). Le tenseur de rigidité de la résine aura donc la forme suivante :

$$C^m = \begin{bmatrix} \lambda^m + 2\mu^m & \lambda^m & \lambda^m & & & \\ \lambda^m & \lambda^m + 2\mu^m & \lambda^m & & & \\ \lambda^m & \lambda^m & \lambda^m + 2\mu^m & & & \\ & & & [0] & & \\ & & & & \mu^m & 0 & 0 \\ & & & & 0 & \mu^m & 0 \\ & & & & 0 & 0 & \mu^m \end{bmatrix}$$

Avec C^m , μ^m et λ^m sont respectivement le tenseur de rigidité et les coefficients de Lamé de la résine PP qui sont déterminés par les relation suivantes

$$\lambda^m = \frac{\nu_m E_m}{(1+\nu_m)(1-2\nu_m)} \quad \text{et} \quad \mu^m = \frac{E_m}{2(1+\nu_m)}$$

E_m et ν_m sont le module de Young et le coefficient du Poisson de la résine PP

3. Matrice de rigidité de la fibre de Chanvre

Les propriétés de la fibre étant difficilement évaluables compte tenu des transformations subies (découpe, extrusion, injection, traitement physico-chimique, etc.). On se propose de déterminer ces propriétés par méthode inverse. Ainsi nous balayerons une plage de module allant de [32,70] GPa et calculerons le module macroscopique. Cette démarche inverse permettra de remonter au module de la fibre.

Le tenseur de rigidité de la fibre, est supposé isotrope, et est donné par l'expression suivante :

$$C^f = \begin{bmatrix} \lambda^f(i) + 2\mu^f(i) & \lambda^f(i) & \lambda^f(i) & 0 & 0 & 0 \\ \lambda^f(i) & \lambda^f(i) + 2\mu^f(i) & \lambda^f(i) & 0 & 0 & 0 \\ \lambda^f(i) & \lambda^f(i) & \lambda^f(i) + 2\mu^f(i) & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \mu^f(i) & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \mu^f(i) & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \mu^f(i) \end{bmatrix}$$

Avec C^f , μ^f et λ^f sont respectivement le tenseur de rigidité de la fibre et les coefficients de Lamé de la fibre

$$\lambda^f = \frac{\nu_f E_f}{(1+\nu_f)(1-2\nu_f)} \quad \text{et} \quad \mu^f = \frac{E_f}{2(1+\nu_f)}$$

E_f et ν_f sont le module d'Young et le coefficient du Poisson de la fibre

L'indice (i) est introduit pour designer, dans l'algorithme traité via l'interface de calcul Matlab, que les constantes de Lamé du tenseur de rigidité sont variables, puisqu'elles dépendent de la valeur de E_f qui, elle aussi, varie dans l'intervalle déjà mentionné ($E_f \in [32,70] \text{ GPa}$ proposé par la littérature). Vu qu'on ne maîtrise pas la valeur exacte de la rigidité longitudinale de la fibre de Chanvre, on a préféré balayer toute les valeurs dans l'intervalle déjà précisé.

4. Détermination du tenseur de rigidité homogénéisé

Le but ultime du calcul est d'estimer les valeurs des caractéristiques mécaniques du matériau homogène équivalent (MHE). C'est dans cette optique qu'a été introduit le tenseur d'Eshelby et son évaluation analytique déterminée précédemment. Le tenseur de rigidité du composite PP/Chanvre Blanc, pour une fraction volumique de fibres $V_f = 0.216$, est donné par :

$$C^c = \begin{bmatrix} 6.5336 & 3.1364 & 2.5759 & & & \\ 3.1364 & 6.5336 & 2.5759 & & & \\ 2.5759 & 2.5759 & 4.4972 & & & \\ & & & [0] & & \\ & & & 0.91281 & 0 & 0 \\ & & & 0 & 0.91281 & 0 \\ & & & 0 & 0 & 1.661 \end{bmatrix}$$

Analytiquement, la structure du tenseur de rigidité du composite est celle d'un matériau isotrope transverse d'axe d'isotropie l'axe 3 : tenseur se caractérisant par 5 coefficients indépendants. (voir **Figure 6** en Annexe).

Vu le procédé de mise en œuvre appliqué (injection-moulage) pour préparer les échantillons, les composites étudiés montrent une dispersion aléatoire des renforts. La prise en compte de l'orientation aléatoire des renforts a donné le tenseur de rigidité C^c déjà définie. Dans le paragraphe suivant on décrit la démarche faite pour y aboutir.

VI. Orientation des fibres

Le modèle de Mori-Tanaka ne prévoit pas initialement la possibilité de tenir compte de l'orientation aléatoire des fibres. Or les matériaux de l'étude sont renforcés par des fibres courtes pour lesquels l'orientation est purement aléatoire. Il faut donc discrétiser l'ensemble des orientations en n pas angulaires équidistants pour une orientation totalement aléatoire des fibres, ou selon une fonction de distribution lorsque des directions sont privilégiées. Ainsi, cela revient à considérer n phases de renforts ou n familles d'orientations. Dans l'équation (2), la sommation sur les n hétérogénéités devient une sommation sur les n familles d'orientations. Si l'orientation est totalement aléatoire, ce qui est le cas de notre étude, toutes les fractions volumiques de fibres f^i seront identiques et égales au rapport de la fraction volumique totale sur le nombre de familles d'orientations n .

Tous les tenseurs caractéristiques de la phase i et intervenant dans les relations doivent être affectés d'un changement de base. Un changement de base est effectué, pour la famille d'orientation i , sur le tenseur S^i et exprimer le tenseur L^i en fonction de ce nouveau tenseur. Une matrice rotation T doit alors être utilisée.

Le changement de base par rotation peut s'exprimer grâce à :

$$S_{esh}^{i,glb} = RT_i R^{-1} S_{esh}^i RT_i^{-1} R^{-1} \quad (3)$$

Avec T_i le tenseur de rotation de la famille i autour de l'axe 3 et R le tenseur de Reuter :

$$T_i = \begin{bmatrix} c^2 & s^2 & 0 & 0 & 0 & 2cs \\ s^2 & c^2 & 0 & 0 & 0 & -2cs \\ 0 & 0 & 1 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & c & -s & 0 \\ 0 & 0 & 0 & s & c & 0 \\ -cs & cs & 0 & 0 & 0 & c^2 - s^2 \end{bmatrix} \text{ et } R = \begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 1 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 2 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 2 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 2 \end{bmatrix}$$

Avec $c = \cos(\theta_i)$, $s = \sin(\theta_i)$

θ_i est l'angle que fait le grand axe de la famille d'orientation i avec l'axe x_3''' du repère global représenté sur la **Figure 4** et qui correspond à la direction de traction de l'éprouvette.

Remarque : le cas réel considère que l'influence de l'orientation des fibres sur le comportement effectif du composite est présentée en introduisant les trois angles d'Euler (Φ, θ, Ψ) (**Figure 4**) [10,11].

Dans notre cas, on va se limiter à une étude dans le plan en introduisant un seul angle variable θ (comme indiqué précédemment), en tenant compte du tenseur de rotation T et en se référant, pour tout changement de base, à l'équation de transformation (3) qui permet de tout reproduire dans le repère global de la structure composite.

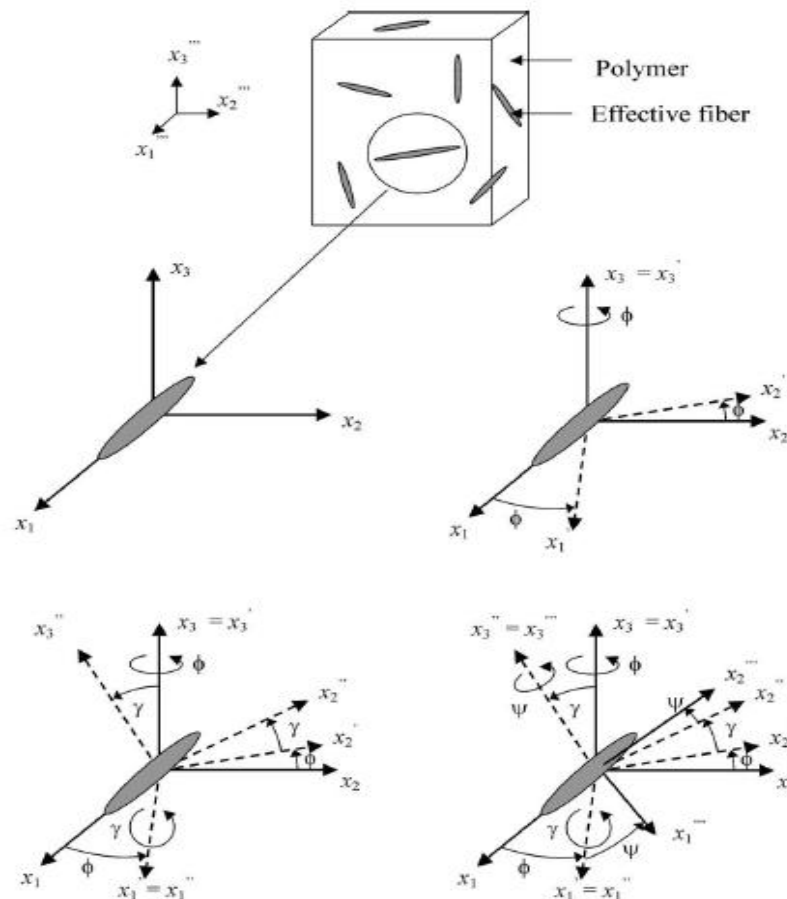


Figure 4 : Orientation spatiale des fibres selon les différents angles d'Euler

On rappelle dans le **Tableau 1** (ci-dessous) les caractéristiques mécaniques du composite ainsi que celles de chaque constituant (fibre et résine)

Tableau 1 : Tableau récapitulatif des différents paramètres du composite

Fibres						Matrice	
E_f (GPa)	$\nu_f^{(*)}$	V_f (%)	L_f (mm)	a_1 (μm)	a_2 (μm)	E_m (GPa)	ν_m
32-70	0.12	21.6	0.786	31.2	53.2	1.735	0.4

(*) Le coefficient du Poisson de la fibre de Chanvre a été pris de la référence : Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites (*Techniques de l'Ingénieur de C. Baley*)

Comme on l'a signalé auparavant, les dimensions de la fibre de chanvre sont déterminées grâce aux observations microscopiques (microscope optique et au MEB). Ces valeurs sont en bonne cohérence avec les résultats de l'article traitant de l'« étude de la recyclabilité de composites polypropylène renforcés par des fibres de Chanvre et de sisal » de **A. Bourmaud** et **C. Baley**. Car ce sont ces données qui vont permettre de déterminer le rapport d'aspect (L/D) du renfort (que l'on trouve en bonne cohérence avec la littérature).

La valeur du coefficient de Poisson de la fibre ν_f est donnée elle aussi à titre indicatif dans le **Tableau 1** car on ne connaît pas sa valeur exacte (valeur donnée en se référant à la bibliographie). A cela s'ajoute l'hypothèse que le comportement de la fibre est isotrope ; ce qui n'est pas vrai dans la réalité (comportement anisotrope : module longitudinale de la fibre $E_L = 44.52$ GPa et le module transversale $E_T = 4.98$ GPa d'après les données de Christophe Baley [8]).

V. Estimation des modules de rigidité des renforts

1. Propriétés du Chanvre Blanc

En utilisant le modèle de Mori-Tanaka et en faisant évoluer les propriétés de la fibre nous obtenons la **Figure 5** donnant le module E macroscopique du composite en fonction du module E de la fibre.

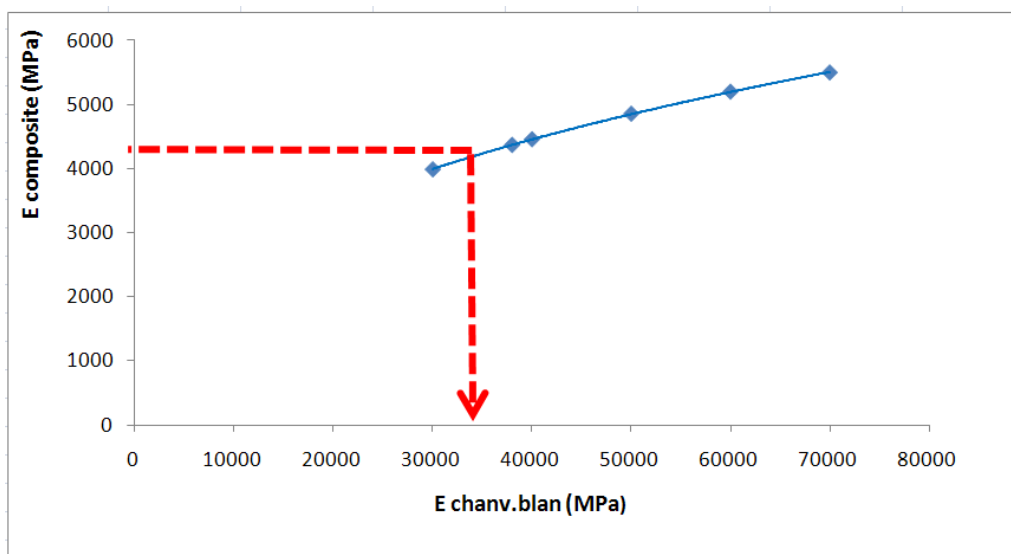


Figure 5 : Détermination du module de rigidité de la fibre de Chanvre

Ainsi, pour un module $E_c = 4.5$ GPa du composite PP/Chanvre Blanc ; on déterminera un module analytique de la fibre $E_f = 34$ GPa, et un coefficient de Poisson dans le plan $\nu_{12} = 0,16$

Par rapport à l'ensemble des résultats expérimentaux effectués sur plusieurs fibres longues de Chanvre, on a pu avoir une moyenne de $E_f = (43.51 \pm 44.1)$ GPa (cette valeur paraît, malgré la grande dispersion, très proche et en adéquation avec celle trouvée par C. Baley (44.52 ± 19.1) GPa qui a travaillé sur la même variété de fibres [12])

Cet écart entre la valeur expérimentale sur fibres longues et la valeur issue de la démarche inverse de la modélisation provient probablement de l'altération de la fibre suite aux différents processus de mise en œuvre.

2. Propriétés de la Chènevotte

L'approche inverse proposée s'adapte parfaitement à la Chènevotte vue qu'il n'est pas possible de la caractériser, comme la fibre de Chanvre, par des essais de traction longitudinale sur fibre unique.

En effet, connaissant le module d'élasticité longitudinale du composite PP/Chènevotte, déterminé expérimentalement à l'aide des essais de traction, avec $E_c = 3.33$ GPa. On détermine analytiquement, un module de rigidité longitudinale de la Chènevotte qui est de 19 GPa (grâce à une interpolation linéaire sur le graphe de la courbe de la **Figure 6**), et un coefficient de Poisson dans le plan $\nu_{12} = 0.17$

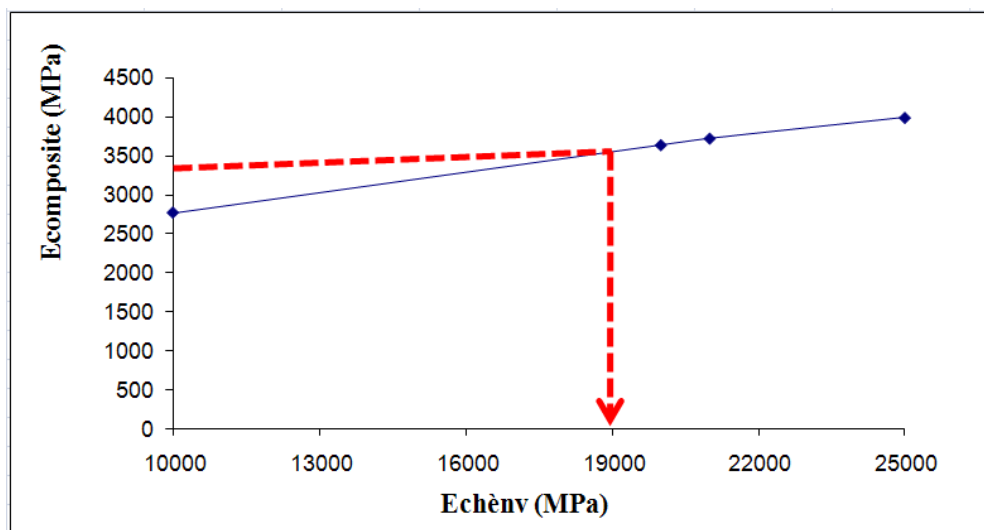


Figure 6 : Détermination du module d'élasticité de la Chènevotte

Analytiquement, le module d'élasticité de la fibre de Chanvre $E_f = 34$ GPa est supérieur à celui de la Chènevotte qui est de 19 GPa. Cette comparaison paraît logique et prévisible vu que la fibre présente une rigidité plus importante que celle de la Chènevotte. On rappelle que la Chènevotte est la paille de la tige de Chanvre (les débris ou les déchets), en plus de sa structure caractérisée par une forte porosité due aux nombreux capillaires :

structure tubulaire (on peut noter la part prépondérante occupée par l'air : une particule contient environ 78% d'air en volume, dans la Chènevotte, l'air représente 92% du volume total occupé). Par contre, la fibre de Chanvre est plus dense et plus rigide [13].

Dans la section suivante, nous proposons une étude paramétrique qui va nous permettre de voir l'influence de certains paramètres sur le comportement mécanique élastique de nos matériaux composites PP/Chanvre Blanc et PP/Chènevotte.

VI. Etude paramétrique et sensibilité du modèle proposé

Dans ce paragraphe, l'étude paramétrique permet de comprendre le rôle de la plupart des variables microstructurales, comme par exemple, la fraction volumique en renfort, la longueur de la fibre, la rigidité de la fibre, etc....

Tous les paramètres microstructuraux n'ont pas été intégrés dans cette étude paramétrique, seuls certains sont retenus pour leur évidente importance. Ainsi, l'influence de la fraction volumique des renforts, des caractéristiques élastiques des constituants de base (surtout celles du renfort) sur les résultats du calcul est successivement été abordée.

Vu que les deux matériaux étudiés ont les mêmes proportions massiques 30% en fibre (21.6% en termes de fraction volumique). L'étude paramétrique est menée pour les deux composites (PP/Chanvre Blanc et PP/Chènevotte) afin d'estimer et valoriser l'influence de la variation des paramètres sur le comportement global de chaque matériau.

Un seul paramètre varie et tous les autres sont considérés comme constants. Cette façon de procéder a l'avantage d'être simple, par contre les effets de synergie entre les paramètres ne sont pas mis en évidence dans le cadre de cette étude.

1. Influence de la fraction volumique du renfort

Sur la **Figure 7** est représentée l'évolution du module de Young E du composite en fonction de la fraction volumique V_f . Cette évolution est pratiquement linéaire pour les deux composites PP/Chanvre Blanc et PP/Chènevotte. La simulation s'étant restreinte à 30% en volume, le modèle aurait pu continuer plus loin. Néanmoins, la réalité montre qu'au-delà de 40% en poids (respectivement 28.1% en volume) de renforts le process devient très difficile. Certaines études [14,15] montrent une chute des propriétés pour de fortes valeurs de V_f dû à l'arrangement local des fibres.

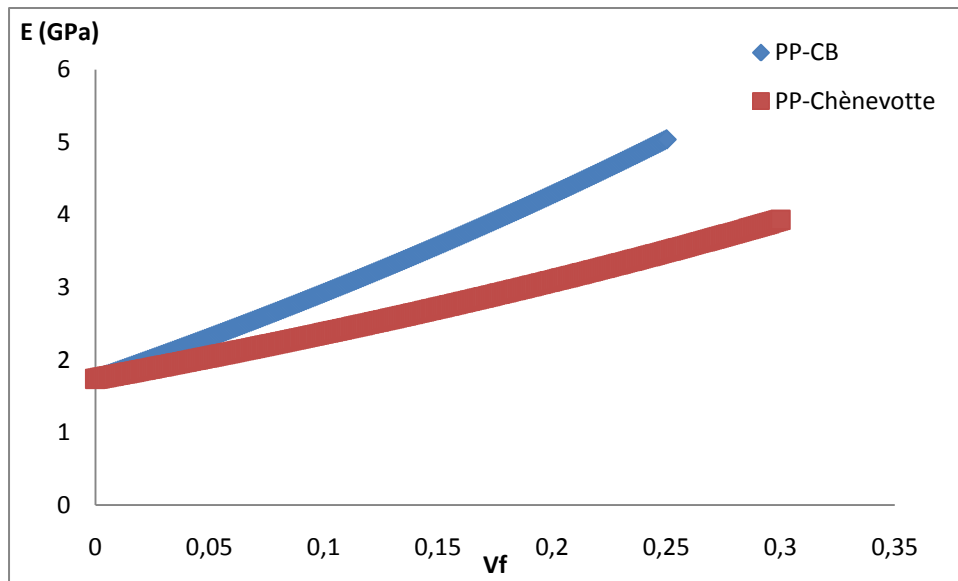


Figure 7 : Evolution du module de rigidité élastique E avec la fraction volumique de renfort

L'influence de la variation de fraction volumique en fibres sur le module de cisaillement plan G_{12} , donnée par le graphe de la **Figure 8** ci-dessous, montre le même effet. En effet, on observe pratiquement et pour les deux matériaux les mêmes allures que la **Figure 7**, vu que les deux composites présentent un caractère quasi-isotrope dans le plan.

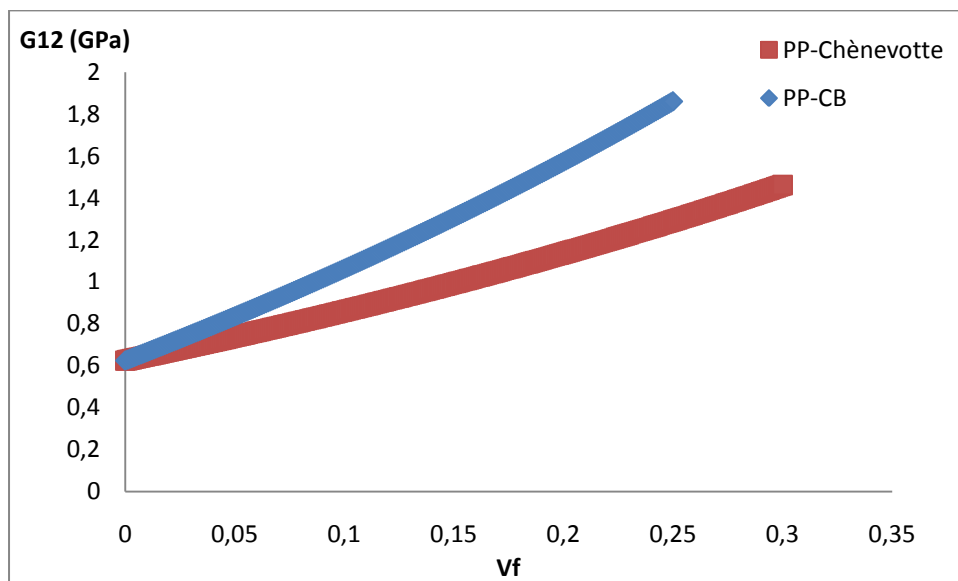


Figure 8 : Evolution du module de cisaillement G_{12} avec la fraction volumique de renfort

Sachant que la valeur du coefficient de Poisson de la fibre est une donnée indéfinie. On a essayé, par le biais du modèle micromécanique de Mori-Tanaka, d'étudier l'évolution du coefficient de Poisson du composite avec la fraction volumique du renfort. Nous avons obtenu pour les deux matériaux les résultats regroupés sur la **Figure 9**

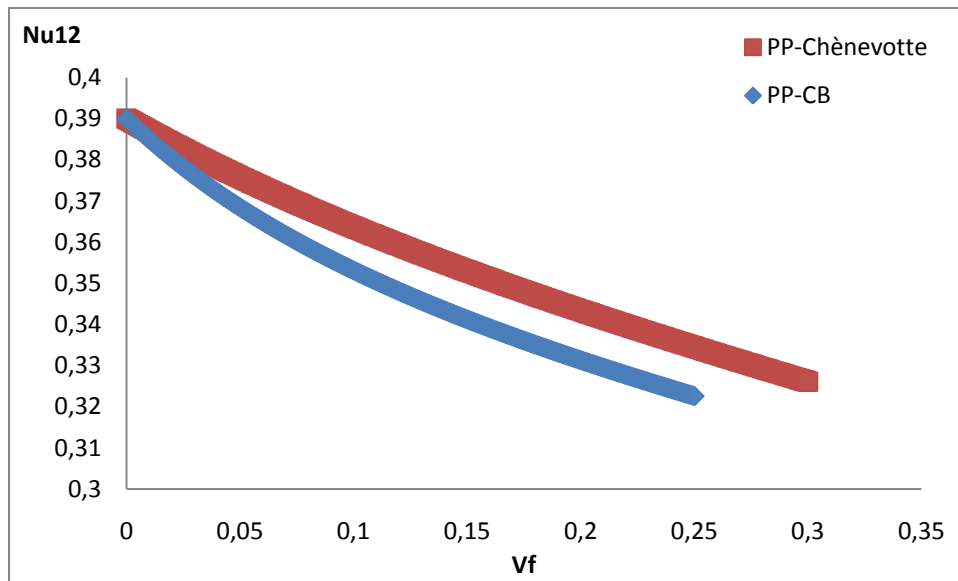


Figure 9 : Evolution du coefficient de Poisson ν_{12} avec la fraction volumique de renfort

Le coefficient du Poisson évolue en sens inverse avec la fraction volumique de fibre. Donc la présence des fibres fait diminuer les coefficients de Poisson et ceci est vrai dans les deux cas de composite PP/Chanvre Blanc et PP/Chènevotte.

2. Influence du rapport d'aspect du renfort (L/D)

Ce paragraphe traite l'influence du rapport de forme ou l'élancement (L/D) du renfort sur les propriétés élastiques du composite. On a essayé de voir la sensibilité du modèle pour quelques valeurs particulières de l'élancement la réponse en termes de comportement mécanique en élasticité. Cette étude consiste à déterminer l'évolution des propriétés intrinsèques d'un composite choisi au hasard, tel que le PP/Chènevotte avec le rapport d'aspect du renfort. Sur les figures suivantes, on trouve :

1. La rigidité du composite E (**Figure 10**),
2. Le module de cisaillement G_{12} (**Figure 11**),
3. Le coefficient du Poisson ν_{12} (**Figure 12**).

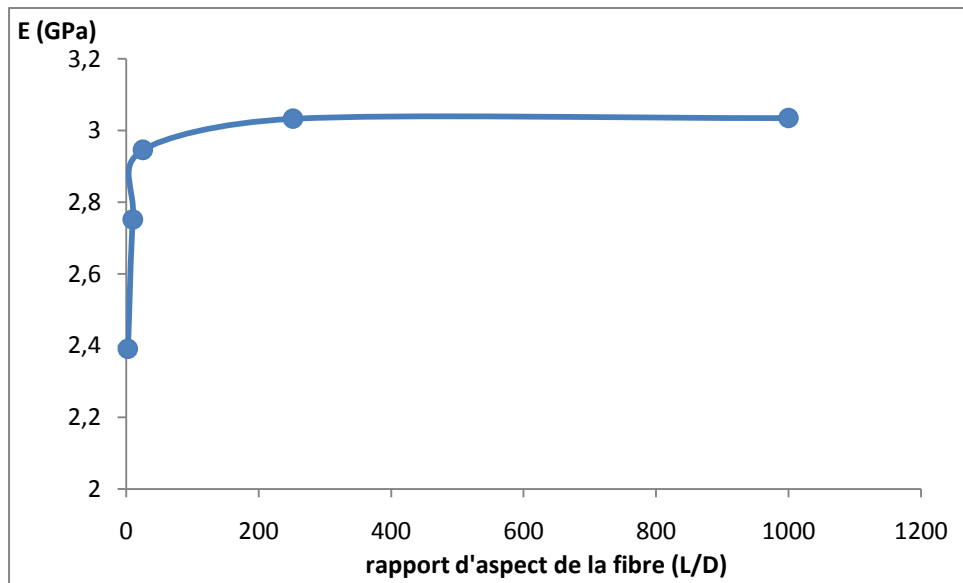


Figure 10 : Evolution du module de rigidité élastique E avec le rapport d'aspect du renfort

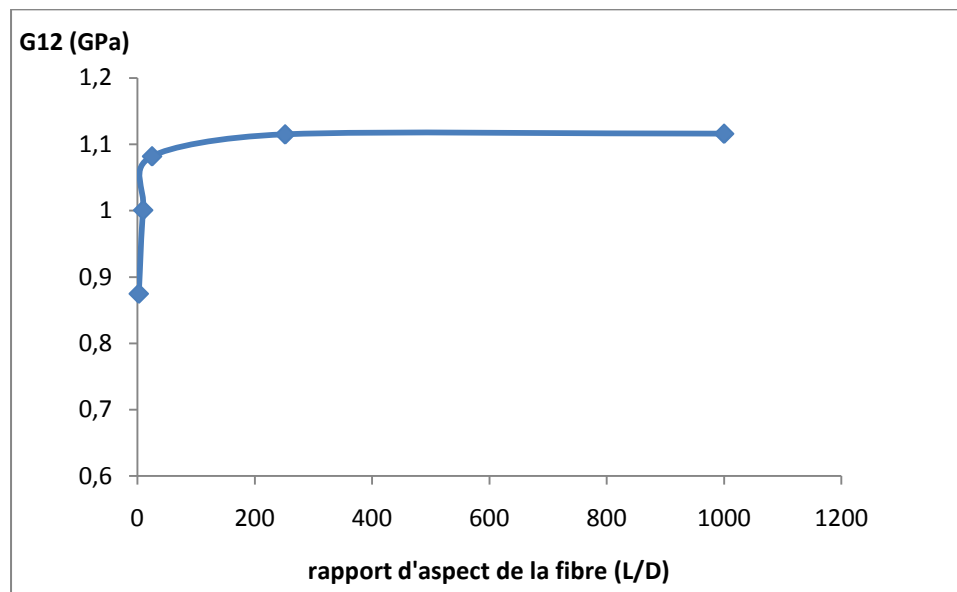


Figure 11 : Evolution du module de cisaillement G_{12} avec le rapport d'aspect du renfort

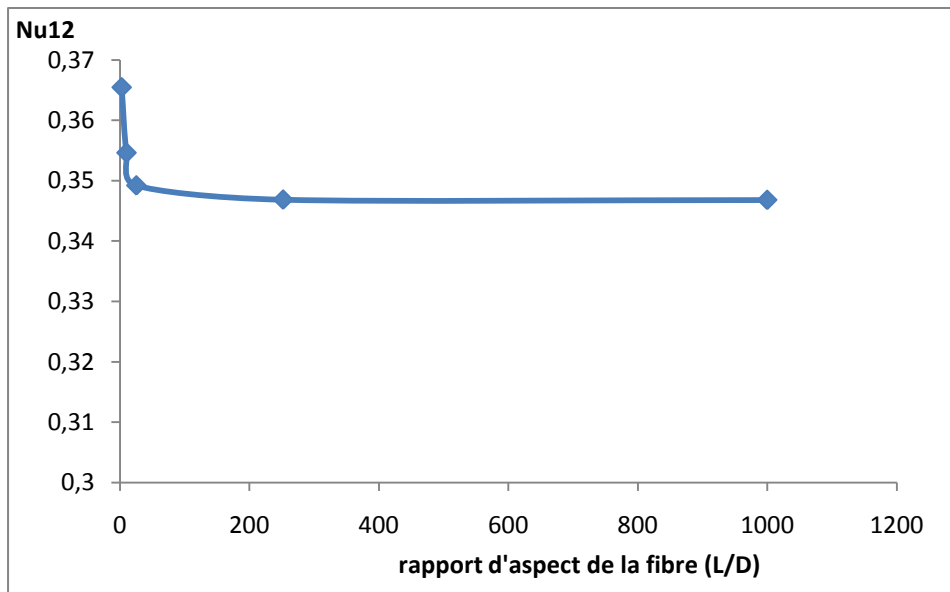


Figure 12 : Evolution du coefficient de Poisson ν_{12} avec le rapport d'aspect du renfort

Pour différents rapport de forme (L/D) du renfort 2.52, 10, 25.2, 252 et 1000, on observe que les trois courbes présentent pratiquement la même allure. Pour la rigidité, le module de cisaillement et le coefficient de Poisson, tous ces graphes montrent une variation (croissance ou décroissance), puis une stabilisation pour garder une valeur constante à partir d'un certain rapport (L/D) qu'on va le désigné par la suite comme un rapport de forme seuil, qui lui est associé une longueur critique de la fibre renfort. En effet, si on suppose que le diamètre de la fibre varie très peu ou reste inchangé, avec une stabilisation du rapport (L/D) = 130 on aura une longueur seuil de fibre $L_{\text{seuil}} = 6.8 \text{ mm}$ à partir de laquelle les propriétés intrinsèques sont inchangées.

Remarque

On rappelle que le rapport d'aspect du renfort, mesuré sur les composites de départ est (L/D) = 14.77, on voit sur les Figures 10 et 11, cette valeur se situe dans la partie linéaire, croissante de la courbe.

L'étude paramétrique permet d'optimiser plus finement la sensibilité du modèle micromécanique proposé à tel ou tel paramètre. En fait, la modélisation micromécanique permet une approche physique des phénomènes mais les grandeurs microstructurales nécessaires à la modélisation sont bien souvent difficiles à appréhender (comme le cas de la fibre végétale dans notre étude qui présente un exemple très délicat à maîtriser vue la dispersion des résultats et la délicatesse des essais). Soit parce qu'elles diffèrent suivant qu'elles sont évaluées isolément ou in situ dans le composite, ou soit parce qu'il est simplement impossible de l'isoler, comme les paramètres interfaciaux.

Conclusion

L'étude micromécanique proposée a été limitée uniquement à la modélisation en élasticité linéaire. Les aspects endommagements étant très complexes et des travaux spécifiques devront leur être consacrés.

Un autre point pourrait faire l'objet de discussion ; il s'agit du plan d'action de l'étude paramétrique. En effet, nous avons choisi de ne faire varier qu'un seul paramètre, les autres étant maintenus constants. Cette façon de procéder suppose qu'il n'existe pas de synergie entre les paramètres, ce qui pour notre cas n'est pas exact. A un instant donné de chargement, le processus d'homogénéisation couple les variables les unes avec les autres, ce qui a pour conséquence de modifier l'état de référence pour le pas de chargement suivant. Ceci pourra être observé particulièrement si on a étendu notre étude de modélisation jusqu'à l'endommagement. En résumé, la modification des caractéristiques d'un constituant va non seulement se répercuter sur ce constituant lui-même, mais également sur les autres. Il faudrait alors envisager l'évolution de deux, trois (voir plus) paramètres simultanément et estimer la répercussion sur la réponse du modèle.

Références Bibliographiques

- [1] : M. Bornert, T. Bretheau, P. Gilormini, « Homogénéisation en mécanique des matériaux 1 : Matériaux aléatoires élastiques et milieux périodiques ». *Mécanique et Ingénierie des Matériaux*, Hermès Science, 2001.
- [2] : J. Renard, « Elaboration, microstructure et comportement des matériaux composites à matrice polymère ». *Mécanique et Ingénierie des Matériaux*, Hermès Science, 2005.
- [3] : N. Quoc Vu, « Estimation des propriétés poromécaniques effectives des argilites : apport des méthodes d'homogénéisation ». *Thèse de Doctorat*, Institut National Polytechnique de Lorraine, 2006.
- [4] : M. Bornert, « Morphologie microstructurale et comportement mécanique ; caractérisations expérimentales, approches par bornes et estimations autocohérentes généralisées ». *Thèse de Doctorat*, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, 1996.
- [5]: L. Charles, Tucker III, E. Liang, «Stiffness predictions for unidirectional short-fiber composites: Review and evaluation». *Science Direct*, Composites Science and Technology vol. 59, 1999, pp. 655-671.
- [6]: A. Al-Maghribi, «Comportement des matériaux composites à fibres courtes : applications à l'impact basse vitesse». *Thèse de Doctorat*, Université de Toulouse, Année 2008.
- [7]: Y. Benveniste, G. J. Dvorak, T. Chen, «On diagonal and elastic symmetry of the approximate effective stiffness tensor of heterogeneous media». *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, Vol. 39, Issue 7, 1991, pp. 927-946
- [8]: A. Bourmaud, C. Morvan, C. Baley, « Apport de la nanoindentation pour la caractérisation mécanique de fibres végétales », *JNC 16*, Toulouse 2009.
- [9]: N. Huy-Gia, O. Sophie, G. Elhem, « Une application des méthodes d'homogénéisation pour le comportement élastique de Bétons à Matrices Organiques ». *Revue*. Volume X-n° x/année, pages 1 à 8.
- [10]: G.M. Odegard, T.S. Gates, K.E. Wise, C. Park, E.J. Siochi, «Constitutive modeling of nanotube-reinforced polymer composites». *Composites Science and Technology*, vol.63, pp.1671-1687, 2003.
- [11]: C. Decolon, « Structure Composite-Calcul des plaques et des poutres multicouches ». Hermès, 2000.
- [12] : A. Bourmaud, N. Montrelay, C. Baley, « Rigidité longitudinale et transversale de fibres de chanvre et de sisal ». *RCMA, Renforcement des polymères par des fibres végétales*, vol.18, n°2/2008, pp. 203-208.

- [13] : V. Cérézo, « Propriétés mécaniques, thermiques et acoustiques d'un matériau à base de particules végétales : approche expérimentale et modélisation théorique ». Thèse de Doctorat INSA de Lyon, Année 2005.
- [14]: D. Sedan, C. Pagnoux, A. Smith, T. Chotard, «Mechanical properties of hemp fibre reinforced cement: Influence of the fibre/matrix interaction». *Journal of the European Ceramic Society*, vol.28, 2008, pp. 183-192.
- [15]: B. Madsen, A. Thygesen, H. Lilholt, «Plant fibre composites-porosity and stiffness». *Composites Science and Technology*, vol. 69, 2009, pp. 1057-1069.
- [16]: F. Meraghni, F. Desrumaux, M.L. Benzeggagh, « Implementation of a constitutive micromechanical model for damage analysis in glass mat reinforced composite structures». *Composites Sciences and Technology*, vol. 62, 2002, pp. 2087-2097.
- [17]: F. Desrumaux, «Contribution à l'analyse micromécanique du comportement élastique endommageable de composites monolithiques et sandwichs, intégration dans un code de calculs par éléments finis». Thèse de Doctorat, Université de Technologie de Compiègne, Année Novembre 2002.

Conclusions & Perspectives

Conclusion et Perspectives

La protection environnementale est un enjeu majeur des prochaines décennies et le développement des matériaux dits « verts » devrait y contribuer de manière significative.

Ces travaux de recherches s'inscrivent dans le cadre d'un partenariat entre la société AFT Plasturgie et les laboratoires GRESPI et LACM/DTI, de l'Université de Reims Champagne-Ardenne, et ROBERVAL de l'Université de Technologie de Compiègne. Il s'agit d'une contribution à la compréhension du comportement mécanique des composites à renfort végétaux. Ces derniers complètent la grande famille des matériaux et apportent des avantages et des spécificités qu'il faut, certes, maîtriser. Le renforcement des polymères par des fibres de chanvre et leurs dérivés permet non seulement la valorisation d'une ressource naturelle renouvelable, mais également l'amélioration des propriétés mécaniques ; positionnant ainsi ces nouveaux matériaux, dans certains cas, en concurrence directe avec les composites à renforts en fibres de verre.

A travers cette étude doctorale, nous avons abordé les aspects suivants de mise en œuvre qui conditionnent la qualité du matériau, de caractérisation mécaniques tant en statique qu'en fatigue et de modélisation, afin de remonter aux propriétés des renforts par démarche inverse notamment.

C'est ainsi que trois matériaux ont été élaborés par injection dans une première étape. Le premier matériau étant le thermoplastique PP constituant la matrice et qui a servi de référence. Les deux autres sont des composites à renfort fibres de chanvre et chènevotte. Les conditions de mise en œuvre ont été adaptées à ce type de renfort, afin d'éviter une détérioration trop marquée lors du processus d'injection.

L'étude s'est poursuivie par la caractérisation mécanique des trois matériaux. Le but de cette partie de la thèse est l'évaluation mécanique de la valeur ajoutée que constituent les renforts fibreux végétaux. Cette évaluation quantitative a été accompagnée par une analyse des phénomènes mis en jeux.

Il en ressort que dans le domaine élastique l'apport des renforts est indéniable sur la rigidité en traction. Une analyse du comportement de ces matériaux, à différentes vitesses de sollicitation, est également effectuée. Il en ressort un comportement viscoélastique, principalement géré par le comportement de la résine. C'est ainsi que nous avons constatée une augmentation de la rigidité en fonction de la vitesse de sollicitation. Mais au-delà d'une vitesse de sollicitation de 100 mm/min, une chute de la rigidité est constatée. De plus, pour les vitesses plus élevées, une autre perte, cette fois-ci, des performances à rupture est observée sur les composites par rapport à la résine vierge.

Le comportement post-élastique est bien évidemment géré en grande partie par le comportement de la résine, offrant ainsi un comportement viscoplastique. L'étude s'est ensuite intéressée au couplage de ce comportement à l'endommagement. Il s'avère que

l'introduction d'hétérogénéités locales (présence des fibres) agit sur l'avènement et la chronologie des endommagements. L'utilisation de la technique de l'émission acoustique, corrélée aux observations microscopiques, et aux réponses mécaniques des matériaux, au-delà de l'élasticité, a permis de tirer certains enseignements. Il en ressort ainsi que la qualité interfaciale de la fibre de chanvre est moins bonne que celle de la chènevotte. D'une façon générale, cette interface constitue un des points faibles de ces composites. L'évolution de la perte de rigidité en fonction du niveau de chargement montre que la présence des renforts précipite les endommagements. L'importance de l'adhésion interfaciale a été montrée sur 4 autres matériaux composites dont la résine a été modifiée. Cette modification a permis une nette amélioration du comportement au-delà de la phase élastique confirmée par la réponse des signaux acoustiques.

Riche des enseignements de cette première partie expérimentale, l'étude a été étendue au comportement en fatigue des ces matériaux, avec toujours le souci d'évaluer l'apport des renforts, tant d'un point de vue qualitatif que quantitatif.

Les matériaux ont été soumis à des sollicitations de fatigue cyclique, à différents niveaux de chargement, afin d'évaluer leur durée de vie. Il en ressort que les trois matériaux présentent la même limite d'endurance σ_D pour un niveau de chargement à 50% de la contrainte maximale en statique. Outre l'aspect de proposer les courbes de Wöhler associées à ces matériaux, nous nous sommes intéressés aux phénomènes qui gèrent cette durée de vie. Comme pour la partie statique, l'EA a été mise à contribution pour le suivi des mécanismes d'endommagement. Le traitement des informations issues de ces essais a été de deux sortes : une mesure classique de la perte de rigidité en fonction du nombre de cycles, et une mesure de la dissipation d'énergie, caractérisée par l'évolution de l'aire des boucles d'hystérésis. Cette énergie renseigne, outre l'aspect endommagement, sur la dissipation d'énergie par d'autres phénomènes tels que la viscosité du matériau ou un échauffement local résultant des cycles de fatigue. Il s'agissait d'évaluer dans quelle mesure ces phénomènes pouvaient interagir avec l'endommagement lié à la rupture de résine, des interfaces ou des fibres.

Il en ressort que le comportement en fatigue est caractérisé par trois phases, la Première, assez courte, correspondante à des endommagements liés au début de chargement, la Seconde, caractérisée par un plateau, constitue une évolution stable des endommagements, avec une activité d'EA très faible. La dernière phase, la plus critique, correspond aux prémisses de la ruine du matériau. L'avènement de ces phases est assez bien corrélé par les trois techniques utilisées, indiquant ainsi que les phénomènes visqueux et thermiques restent négligeables par rapport à l'endommagement lié à la création de fissures. La tenue interfaciale fibre/matrice montre également, pour le comportement en fatigue, toute son importance.

La dernière partie de la thèse a été consacrée à la modélisation. Les techniques d'homogénéisation aléatoires, utilisées dans le cadre des composites à renfort en fibres courtes réparties aléatoirement, ont déjà montré leur capacité dans de nombreuses études. Notre démarche a consisté, sur la base des modèles existants qui ont fait leurs preuves, à remonter par démarche inverse aux propriétés des fibres. En effet, ces dernières subissent tout au long du processus d'élaboration de nombreuses contraintes thermomécaniques qui doivent

inévitablement altéré leurs performances. De plus dans le cas de la chènevotte, contrairement à la fibre de chanvre, il est très difficile de la caractériser seule. Même si nous avons considéré que les renforts étaient isotropes (ce qui est loin d'être le cas) pour des raisons de formalisme du modèle, il en ressort de cette étude des propriétés mécaniques en dessous de celles qui sont proposées dans la littérature et qui ont été identifiées sur des fibres vierges. Cela confirme que le procédé de mise en œuvre agit sur les performances des fibres. Nous avons ainsi proposé des valeurs de propriétés des fibres de chanvre et de chènevotte tenant compte de la mise en œuvre.

Ces travaux de thèse soulèvent bien plus de questions qu'ils n'en résolvent, et nous sommes bien évidemment au début d'une longue aventure sur la connaissance comportementale de ces matériaux. Les perspectives à ces travaux sont, par conséquent, forts nombreuses et sans être exhaustif, nous en proposons quelques uns qui peuvent se résumer par :

1. Etendre les essais de traction uniaxiale à d'autres types d'essais
2. Etablir un lien entre le comportement physico-chimique et le comportement mécanique
3. Analyser l'effet des fibres sur le taux de cristallinité local de la résine
4. Utiliser d'autres techniques d'investigation, en complément avec ceux déjà utilisés, telle que la corrélation d'image numérique ou la thermographie Infra Rouge pour la détection et suivi des endommagements
5. Caractériser, par nano-indentation, les fibres au sein du compound et à la sortie de la presse à injecter afin d'évaluer l'évolution des performances. Comparaison modèle-essais.
6. Etendre la modélisation au comportement endommageable.

ANNEXES

Annexe 1: Désignation et propriétés des composites d'après AFT Plasturgie

DOW C705-44NA HP Polypropylene Resin

Properties	Units	Test Method	Value
Physical			
Melt Flow Rate (230 °C, 2.16 kg)	g/10min	ISO 1133	44
Density	g/cm ³	ISO 1183	0.9
Mechanical			
Flexural Modulus	MPa	ISO 178	1450
Tensile Strength at Yield	MPa	ISO 527-2	28
Tensile Elongation at Yield	%	ISO 527-2	7
Thermal			
HDT B (0.45 MPa)	°C	ISO 75/B	100
Vicat Softening Point A (10 N)	°C	ISO 306/A	152
Impact			
Charpy (notched) Impact Strength (23 °C)	kJ/m ²	ISO 179-1/1eA	7.0
Charpy (notched) Impact Strength (0 °C)	kJ/m ²	ISO 179-1/1eA	5.0
Charpy (notched) Impact Strength (-20 °C)	kJ/m ²	ISO 179-1/1eA	4.0

DOW C706-21NA HP Polypropylene Resin

Properties	Units	Test Method	Value
Physical			
Melt Flow Rate (230 °C, 2.16 kg)	g/10min	ISO 1133	21
Density	g/cm ³	ISO 1183	0.9
Mechanical			
Flexural Modulus	MPa	ISO 178	1450
Tensile Strength at Yield	MPa	ISO 527-2	27
Tensile Elongation at Yield	%	ISO 527-2	8
Thermal			
HDT B (0.45 MPa)	°C	ISO 75/B	100
Vicat Softening Point A (10 N)	°C	ISO 306/A	151
Impact			
Charpy (notched) Impact Strength (23 °C)	kJ/m ²	ISO 179-1/1eA	8.0
Charpy (notched) Impact Strength (0 °C)	kJ/m ²	ISO 179-1/1eA	5.0
Charpy (notched) Impact Strength (-20 °C)	kJ/m ²	ISO 179-1/1eA	4.5

Bondyram 1008 Maleic Anhydride-Modified Polypropylene

Property	ASTM Test Method	Unit	Bondyram 1008
MFI	D-1238, 190 °C/2.16 kg	g/10 min	60
Density	D-792	g/cm ³	0.91
Melting Point	DSC	°C	157
Maleic Anhydride level	FTIR	%	1

Annexe 2 : Homogénéisation & Calcul analytique des tenseurs

I. Méthodologie analytique de l'homogénéisation

On s'intéresse ici à une structure dont le matériau constitutif est élastique linéaire homogène. On suppose que cette structure est à l'état initial naturel : les champs de contrainte et de déformation sont nuls en tout point en l'absence de chargement extérieur. La loi de comportement de ce matériau s'écrit :

$$\begin{cases} \boldsymbol{\sigma}(\underline{\mathbf{z}}) = \mathbb{C} : \boldsymbol{\varepsilon}(\underline{\mathbf{z}}) \\ \boldsymbol{\varepsilon}(\underline{\mathbf{z}}) = \mathbb{S} : \boldsymbol{\sigma}(\underline{\mathbf{z}}) \end{cases} \quad (1)$$

Où $\boldsymbol{\sigma}$ désigne le tenseur des contraintes de Cauchy et $\boldsymbol{\varepsilon}$ désigne le tenseur des déformations. Le tenseur de modules élastiques $\mathbb{C}$ et le tenseur de souplesse $\mathbb{S}$ sont inverses l'un de l'autre :

$$\mathbb{C}(\underline{\mathbf{z}}) : \mathbb{S}(\underline{\mathbf{z}}) = \mathbb{I} \quad (2)$$

$\mathbb{I}$ est le tenseur d'identité du quatrième ordre.

Les tenseurs $\mathbb{C}$ et $\mathbb{S}$ sont symétriques mineurs et majeurs

$$\begin{cases} C_{ijkl} = C_{jikl} = C_{ijlk} = C_{jilk} \\ S_{ijkl} = S_{jikl} = S_{ijlk} = S_{jilk} \end{cases} \quad (3)$$

$$\begin{cases} C_{ijkl} = C_{klij} \\ S_{ijkl} = S_{klij} \end{cases} \quad (4)$$

Au total, en tenant compte des relations de symétrie (3) et (4), $\mathbb{C}$ n'aura (ou $\mathbb{S}$) que 21 composantes indépendantes.

$$\sigma_{ij} = C_{ijkh} \varepsilon_{kh} \quad (a)$$

Où les C_{ijkh} sont les composantes d'un tenseur du quatrième ordre $\mathbb{C}$. $\mathbb{C}$ est le tenseur des modules d'élasticité. Les C_{ijkh} sont les coefficients ou modules d'élasticité. Du fait de la symétrie des tenseurs $\boldsymbol{\sigma}$ et $\boldsymbol{\varepsilon}$, notons que ces coefficients doivent satisfaire les relations de symétrie

$$C_{ijkh} = C_{jikh} = C_{ijhk} = C_{jihk} \quad (b)$$

Nous ferons de plus les deux hypothèses suivantes

(H1) : les coefficients d'élasticité vérifient en outre les relations de symétrie

$$C_{ijkh} = C_{khij} \quad (c)$$

Cette première hypothèse (que l'on peut justifier par des arguments thermodynamiques) est une condition nécessaire et suffisante pour qu'il existe une énergie de déformation w dont dérive la loi de comportement :

$$w(\varepsilon) = \frac{1}{2} C_{ijkh} \varepsilon_{kh} \varepsilon_{ij} \quad , \quad \sigma_{ij} = \frac{\partial w}{\partial \varepsilon_{ij}}(\varepsilon) \quad (d)$$

$$(H2) : \text{il existe } \alpha > 0, \text{ tel que } C_{ijkh} \varepsilon_{kh} \varepsilon_{ij} \geq \alpha \varepsilon_{ij} \varepsilon_{ij} \quad (e)$$

Pour tout $\varepsilon_{ij} = \varepsilon_{ji}$, cette seconde hypothèse équivaut à dire que w est une forme quadratique définie positive des composantes de ε . Il en résulte que la relation (1) sera biunivoque. Compte tenu des relations de symétrie (2) et (3), il est fréquent d'identifier les coefficients C_{ijkh} à l'ensemble des composantes C_{IJ} d'une matrice 6*6 symétrique. La règle habituelle d'échange d'indices est la suivante

$$(I) \leftrightarrow ((i,j) = (j,i)) \quad (f)$$

$$(1,2,3,4,5,6) \leftrightarrow ((1,1), (2,2), (3,3), (2,3), (3,1), (1,2))$$

Cette règle donne

$$\begin{pmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \sigma_{33} \\ \sigma_{23} \\ \sigma_{31} \\ \sigma_{12} \end{pmatrix} = \begin{bmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{13} & C_{14} & C_{15} & C_{16} \\ C_{12} & C_{22} & C_{23} & C_{24} & C_{25} & C_{26} \\ C_{13} & C_{23} & C_{33} & C_{34} & C_{35} & C_{36} \\ C_{14} & C_{24} & C_{34} & C_{44} & C_{45} & C_{46} \\ C_{15} & C_{25} & C_{35} & C_{45} & C_{55} & C_{56} \\ C_{16} & C_{26} & C_{36} & C_{46} & C_{56} & C_{66} \end{bmatrix} \begin{pmatrix} \varepsilon_{11} \\ \varepsilon_{22} \\ \varepsilon_{33} \\ 2\varepsilon_{23} \\ 2\varepsilon_{31} \\ 2\varepsilon_{12} \end{pmatrix} \quad (g)$$

Le coefficient 2 devant les composantes ε_{23} , ε_{31} et ε_{12} de ε est introduit pour compenser le fait que ces composantes apparaissent deux fois dans la sommation $C_{ijkh} \varepsilon_{kh}$

Donc le tenseur des modules d'élasticité peut être représenté par une matrice 6*6 symétrique. Il dépend donc, dans le cas le plus général, de 21 coefficients indépendants. C'est le cas le plus général d'un matériau **anisotrope** dit « **triclinique** » ne possédant aucune symétrie et dont la réponse du VER soumis à une sollicitation, dépend de la direction selon laquelle cette sollicitation est appliquée.

Lorsque le matériau présente l'invariance par rotation autour d'un axe particulier, on dit qu'il est **isotrope transverse**. Un milieu est dit transversalement isotrope d'axe D, s'il est isotrope dans tous les plans orthogonaux à D.

Si l'axe des fibres correspond à l'axe x_1 (cas des plis d'un matériau composite à fibres parallèles noyées dans une matrice), dans la matrice de rigidité du composite, il ne restera que 5 coefficients indépendants

$$\begin{bmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{22} & C_{23} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{23} & C_{33} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & (C_{22}-C_{23})/2 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & C_{66} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & C_{66} \end{bmatrix}$$

Les composantes du tenseur de rigidité sont alors :

$$C_{11} = \frac{E_1(1-\vartheta_{23})}{1-\vartheta_{23}-2\vartheta_{12}\vartheta_{21}}, C_{22} = \frac{E_2(1-\vartheta_{12}\vartheta_{21})}{(1+\vartheta_{23})(1-\vartheta_{23}-2\vartheta_{12}\vartheta_{21})},$$

$$C_{12} = \frac{E_2\vartheta_{12}}{1-\vartheta_{23}-2\vartheta_{12}\vartheta_{21}} = \frac{E_1\vartheta_{21}}{1-\vartheta_{23}-2\vartheta_{12}\vartheta_{21}}, C_{23} = \frac{E_2(\vartheta_{23}+\vartheta_{12}\vartheta_{21})}{(1+\vartheta_{23})(1-\vartheta_{23}-2\vartheta_{12}\vartheta_{21})},$$

$$C_{66} = C_{12}, \quad \frac{C_{22}-C_{23}}{2} = \frac{E_2}{2(1+\vartheta_{23})}$$

Si la réponse à une excitation appliquée au matériau est identique quelle que soit cette direction, on dit que le matériau est **isotrope**. Les propriétés élastiques sont les mêmes dans toutes les directions et la matrice de rigidité est invariante dans tout changement de base orthonormée. La matrice contient uniquement 2 coefficients indépendants

$$\begin{bmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{11} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{12} & C_{11} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & (C_{11}-C_{12})/2 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & (C_{11}-C_{12})/2 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & (C_{11}-C_{12})/2 \end{bmatrix}$$

Généralement, les constantes de rigidité sont exprimées en introduisant les constantes de Lamé λ et $\mu(= G)$:

$$C_{12} = \lambda, \quad \frac{C_{11}-C_{12}}{2} = \mu$$

Les coefficients E et ν sont les plus utilisés car ils sont directement accessibles lors d'un essai de traction

$$E = \frac{\mu(3\lambda+2\mu)}{\lambda+\mu} ; \nu = \frac{\lambda}{2(\lambda+\mu)}$$

I.2.1. L'étape de représentation

On procède par la description à l'échelle microscopique du système étudié. Pour se faire on doit :

- Recenser le nombre de phases

- Caractériser le comportement mécanique de chaque phase qui est prise comme un milieu homogène et continu (coefficients d'élasticité, directions d'anisotropie, nature des interactions entre phases, ...)
- Décrire la géométrie de chaque phase (forme, distribution spatiale, ...)

On considère le VER comme étant le volume interne d'une structure constituée d'un matériau élastique linéaire hétérogène occupant un domaine Ω de frontière $\partial\Omega$ telle que la double condition $d \ll l \ll L$ soit satisfaite. On suppose que le champ des tenseurs d'élasticité C est complètement connu dans le domaine Ω . On suppose également qu'il ya une parfaite adhérence entre les différentes phases du matériau (bonne interface).

I.2.2. L'étape de localisation

Les relations entre les grandeurs microscopiques et macroscopiques sont obtenues par la résolution d'un problème posé sur le domaine Ω occupé par le VER. On formule soit un problème de contraintes homogènes (solicitation homogène en contrainte) ou un problème de déformations homogènes (solicitation homogène en déformation) au contour $\partial\Omega$ du VER.

a. Solicitation homogène en déformation

Dans le but d'établir une relation entre les deux comportements, macroscopique et microscopique, on définit le chargement appliqué au VER à partir des grandeurs macroscopiques. Alors, la condition de déplacement appliquée est $\underline{u}(\underline{z}) = \underline{E} \cdot \underline{z}$ sur $\partial\Omega$ avec $\underline{E}$ la déformation macroscopique homogène et $\underline{u}(\underline{z})$ le champ de déplacement à l'échelle microscopique (**Figure 1**). Comme les efforts de volume et les quantités d'accélération doivent être des infiniments petits du second ordre pour que l'on puisse définir un comportement homogénéisé, donc $\underline{\text{div}} \sigma(\underline{z}) = 0$ sur Ω . La sollicitation appliquée sur Ω s'écrit :

$$\begin{cases} \underline{u}(\underline{z}) = \underline{E} \cdot \underline{z} & (\partial\Omega) \\ \underline{\text{div}} \sigma(\underline{z}) = 0 & (\Omega) \end{cases} \quad (5)$$

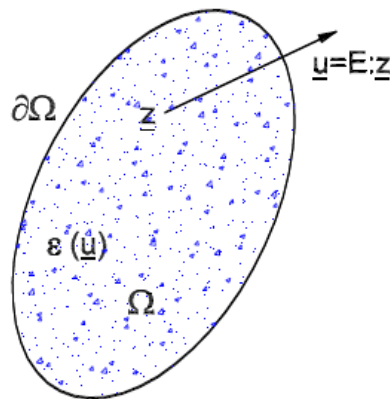


Figure 1 : Conditions de déformations homogènes au contour

A partir de (5), compte tenu de la relation entre les champs de déplacement $\underline{u}(\underline{z})$ et de déformation $\varepsilon(\underline{z})$ et aussi du théorème de Gauss, on a :

$$\begin{aligned} \frac{1}{2} \int_{\Omega} (u_{i,j} + u_{j,i}) d\Omega &= \frac{1}{2} \int_{\partial\Omega} (u_i n_j + u_j n_i) dS = \frac{1}{2} \left[E_{ik} \int_{\partial\Omega} z_k n_j dS + E_{jk} \int_{\partial\Omega} z_k n_i dS \right] \\ &= \frac{1}{2} \left[E_{ik} \int_{\Omega} z_{k,j} d\Omega + E_{jk} \int_{\Omega} z_{k,i} d\Omega \right] = |\Omega| E_{ij} \end{aligned} \quad (6)$$

Alors, on a :

$$\langle \varepsilon \rangle = \frac{1}{|\Omega|} \int_{\Omega} \varepsilon(\underline{z}) d\Omega = \mathbf{E} \quad (7)$$

$\langle . \rangle$ désigne l'opérateur de moyenne sur Ω . Pour un VER occupant le domaine géométrique Ω , la moyenne d'une variable sur Ω est définie par :

$$\langle v \rangle = \frac{1}{|\Omega|} \int_{\Omega} v(\underline{z}) d\Omega \quad (8)$$

Remarque sur l'interprétation mécanique de la formule (7) : les déformations homogènes macroscopiques $\mathbf{E}$, appliquées sur le contour du VER sont égales à la moyenne spatiale des déformations locales dans le VER.

Pour les contraintes, on définira les contraintes macroscopiques Σ par la relation :

$$\Sigma = \langle \sigma \rangle = \frac{1}{|\Omega|} \int_{\Omega} \sigma(\underline{z}) d\Omega \quad (9)$$

Dans le cas du matériau élastique linéaire considéré ici, le problème de localisation est le problème d'élasticité linéaire à la force de volume nulle et au déplacement imposé sur $\partial\Omega$ suivant

$$\begin{cases} \sigma(\underline{z}) = \mathbb{C}(\underline{z}) : \varepsilon(\underline{z}) & (\Omega) \\ \underline{\text{div}} \sigma(\underline{z}) = 0 & (\Omega) \\ \underline{u}(\underline{z}) = \mathbf{E} \cdot \underline{z} & (\partial\Omega) \end{cases} \quad (10)$$

Ce problème est linéaire et admet une unique solution. Le champ de déformation microscopique ε associé au champ de déplacement dépend linéairement de la valeur du tenseur de déformation homogène macroscopique appliqué $\mathbf{E}$, ce qui s'écrit :

$$\varepsilon(\underline{z}) = \mathbb{A} : \mathbf{E} \quad (11)$$

Où $\mathbb{A}$ est un tenseur du quatrième ordre, appelé tenseur de localisation en déformation. On peut démontrer en rapportant (11) dans la relation (7), que la moyenne du tenseur $\mathbb{A}$ est un tenseur identique d'ordre quatre $\langle \mathbb{A} \rangle = \mathbb{I}$. En plus, $\mathbb{A}$ est symétrique mineur $A_{ijkl} = A_{jikl} = A_{ijlk} = A_{jilk}$ mais pas symétrique majeure $A_{ijkl} \neq A_{klij}$.

b. Sollicitation homogène en contrainte

On impose ici la condition en effort $\underline{T} = \underline{\Sigma} \cdot \underline{n}$ sur $\partial\Omega$ avec $\underline{\Sigma}$ homogène, représentant le tenseur des contraintes de Cauchy macroscopique (**Figure 2**). Dans ce cas, la sollicitation appliquée sur Ω s'écrit :

$$\begin{cases} \sigma(\underline{z}) \cdot \underline{n}(\underline{z}) = \underline{\Sigma} \cdot \underline{n}(\underline{z}) & (\partial\Omega) \\ \underline{\text{div}} \sigma(\underline{z}) = 0 & (\Omega) \end{cases} \quad (12)$$

A partir de (12) et du théorème de Gauss, on montre :

$$\begin{aligned} \int_{\Omega} \sigma_{ij} d\Omega &= \int_{\Omega} (\sigma_{ik} z_j)_{,k} d\Omega = \int_{\partial\Omega} (\sigma_{ik} z_j n_k) dS = \Sigma_{ik} \int_{\partial\Omega} z_j n_k dS \\ &= \Sigma_{ik} \int_{\Omega} z_{j,k} d\Omega = |\Omega| \Sigma_{ik} \delta_{jk} = |\Omega| \Sigma_{ij} \end{aligned} \quad (13)$$

Alors, on a

$$\langle \sigma \rangle = \frac{1}{|\Omega|} \int_{\Omega} \sigma(\underline{z}) d\Omega = \underline{\Sigma} \quad (14)$$

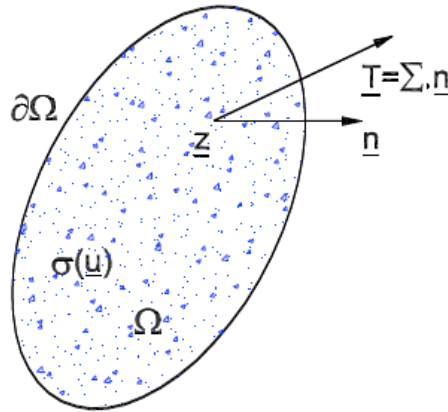


Figure 2 : Conditions de contrainte homogènes au contour

Remarque sur l'interprétation mécanique de la formule (13): les contraintes homogènes macroscopiques $\underline{\Sigma}$ appliquées sur le contour $\partial\Omega$ du VER sont égales à la moyenne spatiale des contraintes locales dans le VER.

Pour les déformations, on définira les déformations macroscopiques $\underline{E}$ par la relation :

$$\underline{E} = \langle \underline{\varepsilon} \rangle = \frac{1}{|\Omega|} \int_{\Omega} \underline{\varepsilon}(\underline{z}) d\Omega \quad (15)$$

Comme pour le cas de la déformation homogène au contour, le problème d'élasticité posé sur le VER s'écrit

$$\begin{cases} \sigma(\underline{z}) = \mathbb{C}(\underline{z}) : \varepsilon(\underline{z}) & (\Omega) \\ \underline{\text{div}} \sigma(\underline{z}) = 0 & (\Omega) \\ \sigma(\underline{z}) \cdot \underline{n}(\underline{z}) = \underline{\Sigma} \cdot \underline{n}(\underline{z}) & (\partial\Omega) \end{cases} \quad (16)$$

De la même façon que le problème précédent, on trouve que :

$$\sigma(\underline{z}) = \mathbb{B} : \underline{\Sigma} \quad (17)$$

Où $\mathbb{B}$ est un tenseur d'ordre quatre, appelé tenseur de localisation en contrainte. Comme pour le tenseur $\mathbb{A}$, la moyenne du tenseur $\mathbb{B}$ est un tenseur identité d'ordre quatre $\langle \mathbb{B} \rangle = \mathbb{I}$. D'autre part, il possède la symétrie mineure $B_{ijkl} = B_{jikl} = B_{ijlk} = B_{jilk}$ mais il n'est pas symétrique majeure $B_{ijkl} \neq B_{klij}$.

I.2.3. L'étape d'homogénéisation

On va identifier maintenant le comportement macroscopique de l'étape précédente. Pour cela, il faut introduire la condition de Hill-Mandel ci-dessous.

a. Condition de Hill-Mandel

Soit $\sigma(\underline{z})$ et $\varepsilon(\underline{z})$ deux champs respectifs de contraintes statiquement admissibles ($\underline{\text{div}} \sigma(\underline{z}) = 0$) et de déformations cinématiquement admissibles avec $\underline{E}$ ($\underline{u}(\underline{z}) = \underline{E} \cdot \underline{z}$ sur $\partial\Omega$ et $\varepsilon = \varepsilon(\underline{z})$ sur Ω), si $\sigma(\underline{z})$ vérifie des conditions de contraintes homogènes au contour $\partial\Omega$ ou si $\varepsilon(\underline{z})$ vérifie des conditions de déformations homogènes sur $\partial\Omega$, on a :

$$\langle \sigma : \varepsilon \rangle = \langle \sigma \rangle : \underline{E} \quad (18)$$

En définissant la contrainte macroscopique par la relation $\underline{\Sigma} = \langle \sigma \rangle$, on en déduit

$$\langle \sigma : \varepsilon \rangle = \underline{\Sigma} : \underline{E} \quad (19)$$

Cette condition assure l'égalité entre le travail macroscopique ($\underline{\Sigma} : \underline{E}$) et la moyenne spatiale du travail microscopique ($\langle \sigma : \varepsilon \rangle$).

Sur la **Figure 3** est schématisé le VER du composite. Son volume est noté D , sa frontière S et le volume des n renforts ou plus exactement phases qu'il contient Ω_i . La phase matricielle quant à elle sera dénommée par l'indice 0. Elle occupe un volume $(D - \sum_i \Omega_i)$

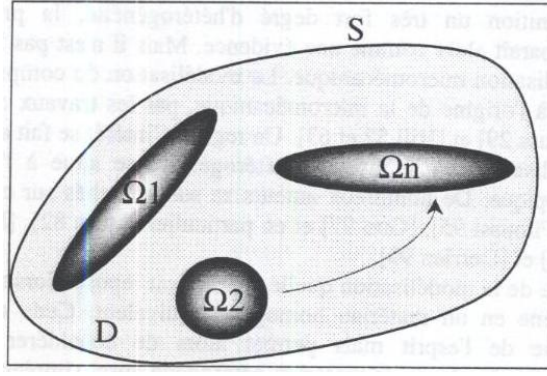


Figure 3 : Les $n+1$ phases du composite, la frontière S et le volume D du VER

Après avoir appliqué l'une ou l'autre des conditions aux limites proposées précédemment, le problème se résume à la détermination de l'une ou de l'autre des réponses duales (c'est à dire si la condition aux limites appliquée est de type contrainte alors c'est la déformation qu'il conviendra de calculer et réciproquement). Ainsi, le tenseur élastique du matériau homogène équivalent pourra être établi.

$$\Sigma = C^c . E \quad (20)$$

Avec C^c : tenseur élasticité du composite

b. L'étape d'homogénéisation

Cette étape permet de remonter à l'échelle macroscopique par le fait que la moyenne spatiale des contraintes et déformations locales sont égales aux contraintes et déformations mais à l'échelle macroscopique, cette particularité a déjà été évoquée ci-dessus dans les relations (7) et (14). Ces relations peuvent encore s'écrire, en utilisant le modèle du VER de la **Figure 3**, en fonction de la fraction f^i de chaque phase :

$$\Sigma = \sum_{i=0}^n f^i \sigma^i = \sum_{i=0}^n f^i C^i \varepsilon^i \quad \text{et} \quad E = \sum_{i=0}^n f^i \varepsilon^i \quad (21)$$

Rappelons que sur la phase de référence, la résine est toujours dénotée par l'indice 0. Si l'on distingue cette phase particulière dans les équations précédentes :

$$\Sigma = f^0 C^0 \varepsilon^0 + \sum_{i=1}^n f^i C^i \varepsilon^i \quad \text{et} \quad E = f^0 \varepsilon^0 + \sum_{i=1}^n f^i \varepsilon^i \quad (22)$$

En combinant ces deux équations, il vient :

$$\Sigma = C^0 E + \sum_{i=1}^n f^i (C^i - C^0) \varepsilon^i \quad (23)$$

En réécrivant l'équation (20) en utilisant l'équation (1) reliant la contrainte à la déformation par l'intermédiaire des tenseurs de rigidité et de souplesse, soit pour la i -ème phase, il vient :

$$\Sigma = f^0 \sigma^0 + \sum_{i=1}^n f^i \sigma^i \quad \text{et} \quad E = f^0 S^0 \sigma^0 + \sum_{i=1}^n f^i S^i \sigma^i \quad (24)$$

Une combinaison des ces deux équations est de nouveau réalisée, on aura :

$$E = S^0 \Sigma + \sum_{i=1}^n f^i (S^i - S^0) \sigma^i \quad (25)$$

En introduisant les relations des localisations (11) et (17) ainsi que la relation (20) dans les relations (23) et (25)

$$C^c = C^0 + \sum_{i=1}^n f^i (C^i - C^0) A^i \quad \text{et} \quad S^c = S^0 + \sum_{i=1}^n f^i (S^i - S^0) B^i \quad (26)$$

Jusqu'à présent, la démarche proposée est commune à tous les modèles micromécaniques. La connaissance des tenseurs de rigidité $\mathbb{C}$ ou de souplesse $\mathbb{S}$ du composite est conditionnée par la détermination des tenseurs de localisation $\mathbb{A}$ et $\mathbb{B}$ (en notation indicielle A^i et B^i). Cette détermination est différente d'un modèle à un autre, ce qui constitue la spécificité de chacun d'entre eux.

II. Les modèles micromécaniques :

II.1. Bornes de Voigt et Reuss

Ces deux modèles sont certainement les plus simples de la micromécanique. Ils ne permettent la prise en compte que de très peu d'informations microstructurales. Seules les fractions volumiques et les tenseurs de rigidités de chaque phase sont à connaître. La forme, la répartition spatiale et l'orientation des inclusions ne sont pas prises en compte dans ce type de modélisation. Ces deux modèles complémentaires fournissent un encadrement des propriétés mécaniques du matériau composite, d'où le nom de bornes.

a. Borne de Voigt

Considérée aussi comme une approche en déformation, car l'hypothèse utilisée stipule que la déformation est constante dans tout le VER et que celle-ci est égale à la déformation macroscopique E . Autrement dit, pour chaque phase i , la déformation à l'intérieur de celle-ci peut s'écrire :

$$\varepsilon^i = E \quad (27)$$

A partir de la relation (11), cela signifie que le tenseur $A^i = \mathbb{I}$. L'équation (26) peut être alors réécrite :

$$C^c = C^0 + \sum_{i=1}^n f^i (C^i - C^0) = \sum_{i=0}^n f^i C^i \quad (28)$$

b. Borne de Reuss :

Le modèle de Reuss est le conjugué de celui de Voigt. Dans ce cas, au lieu de considérer la déformation comme constante, c'est la contrainte qui est supposée constante.

Dans la phase i , la contrainte s'écrit comme étant la contrainte macroscopique :

$$\sigma^i = \Sigma \quad (29)$$

A partir de la relation (11), cela signifie que le tenseur $B^i = \mathbb{I}$. L'équation (26) peut être alors réécrite :

$$S^c = S^0 + \sum_{i=1}^n f^i (S^i - S^0) = \sum_{i=0}^n f^i S^i \quad (30)$$

Hill a montré que les propriétés mécaniques, estimées par les modèles de Voigt et Reuss constituent un encadrement des propriétés réelles pour un polycristal comme pour n'importe quel matériau.

$$(\sum_{i=0}^n f^i S^i)^{-1} = (S_{Reuss}^c)^{-1} \leq (S_{R\acute{e}el}^c)^{-1} = C_{R\acute{e}el}^c \leq C_{Voigt}^c = \sum_{i=0}^n f^i C^i \quad (31)$$

Ces deux modèles sont les plus simples, ils permettent d'avoir un encadrement des propriétés réelles du matériau hétérogène avec un minimum d'informations ; c'est l'intérêt de l'utilisation de cette approche. Elle est également nommée « loi des mélanges » ou modèles série et parallèle.

II.2. La méthode d'Eshelby

La méthode d'Eshelby constitue le point de départ de bon nombre de modèles micromécaniques. Son principe repose sur la résolution d'une configuration élémentaire, à savoir une inclusion dans un premier temps puis une hétérogénéité plongée dans un milieu appelé matrice. Cette méthode peut alors se décomposer en trois mouvements. Le premier, pour lequel l'inclusion est plongée dans la matrice. Une inclusion est définie par le fait qu'elle possède des caractéristiques mécaniques identiques à la matrice. Pour le deuxième mouvement, il s'agira cette fois-ci d'une hétérogénéité plongée dans la matrice. Contrairement au cas précédent, l'hétérogénéité possède des caractéristiques mécaniques différentes de celles de la matrice. La dernière étape consistera à étendre le cas précédent aux composites, c'est-à-dire où la matrice contient plusieurs hétérogénéités. Seul le cas où la matrice et les hétérogénéités possèdent un comportement purement élastique est considéré.

a. Problème d'inclusion

Il s'agit du premier volet de la méthode d'Eshelby. L'inclusion Ω subit une déformation qualifiée de libre de contrainte (**Figure 4**). Cette déformation ϵ^* est appelée ainsi car elle ne provoquerait pas de contrainte si elle était appliquée au même matériau, pris séparément de son milieu de référence D . Mais dans le milieu de référence, la matrice gêne cette perturbation qu'est ϵ^* ; cette gêne induit en l'occurrence un champ de contrainte et de déformation en tout point du domaine D . C'est précisément la détermination de l'expression de ces champs qui sera l'objet de cette partie. Pour mener à bien cette tâche, deux méthodes sont proposées, l'une analytique et l'autre plus physique basée sur une suite logique d'évènements.

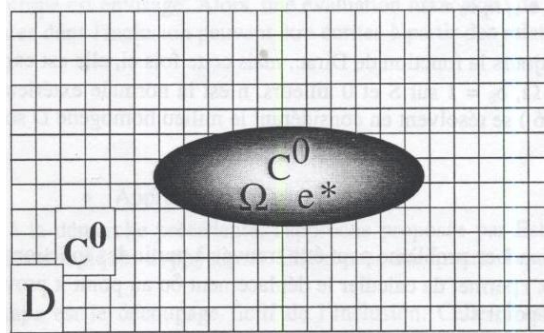


Figure 4 : Les inclusions Ω et $(D - \Omega)$ possédant les mêmes caractéristiques mécaniques

L'approche analytique sera présentée en annexe, on se contente uniquement par la présentation de l'approche intuitive

b. Approche intuitive

L'approche proposée par Eshelby est basée sur une suite d'évènements logiques et physiques. Elle repose sur quatre étapes schématisée sur la **Figure 5**.

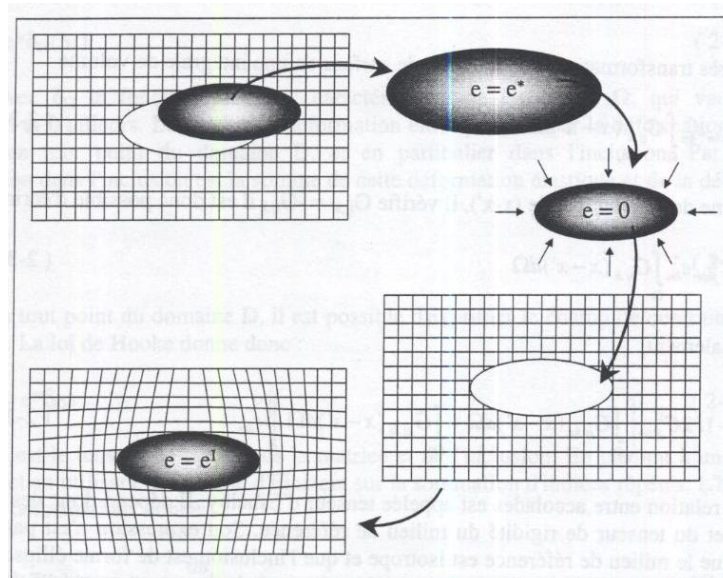


Figure 5 : Problème de l'inclusion d'Eshelby et les différentes étapes pour la résolution

La première étape est le découpage fictif de l'inclusion. Celle-ci est sortie de son milieu de référence. La deuxième étape est l'application d'une déformation libre de contrainte e^* à cette inclusion. La troisième étape consiste à replacer l'inclusion dans son milieu de référence. Pour ce faire, il faut appliquer à celle-ci une force permettant de lui redonner sa taille initiale. La dernière étape est le relâchement de cette force une fois que l'inclusion est replacée dans son milieu initial. Il se crée alors un champ de déformation dans le milieu et dans l'inclusion.

c. Méthode de l'inclusion équivalente

Pour la méthode de l'inclusion équivalente, et contrairement au cas précédent, l'inclusion possède des caractéristiques mécaniques différentes de ceux du milieu de référence. Alors, l'inclusion sera appelée hétérogénéité. En d'autres termes, une hétérogénéité élastique de module C^i est noyée dans une matrice de modules élastiques C^0 . Au voisinage de l'hétérogénéité, la contrainte appliquée macroscopiquement est perturbée par la présence de l'hétérogénéité. Par contre, à l'échelle macroscopique, loin de l'hétérogénéité, la perturbation est négligeable.

Si Σ est la contrainte appliquée à l'infini et E la déformation qui lui correspond :

$$\Sigma = C^c E \quad (32)$$

Si on note σ^{pt} et ε^{pt} les perturbations respectivement des contraintes et des déformations, alors, au voisinage de l'hétérogénéité et dans chacun des deux domaines, les contraintes et les déformations totales peuvent s'écrire $\Sigma + \sigma^{pt}$ et $E + \varepsilon^{pt}$. La loi de Hooke peut être exprimée pour $(D-\Omega)$ et Ω à l'échelle micro :

$$\Sigma + \sigma^{pt} = C^i (E + \varepsilon^{pt}) \text{ dans l'hétérogénéité} \quad (33)$$

$$\text{Et} \quad \Sigma + \sigma^{pt} = C^0 (E + \varepsilon^{pt}) \text{ dans la matrice}$$

Dans le but de se ramener au cas précédent, la méthode de l'inclusion équivalente assimile la perturbation des contraintes, liée à la présence de l'hétérogénéité, par celle provoquée par une inclusion. Si l'on considère maintenant que tout le domaine D est homogène, le tenseur de rigidité C^0 , l'hétérogénéité devient alors une inclusion et elle subit comme pour le cas précédent une déformation libre de contrainte ε^* appelée cette fois ci déformation de transformation. Alors, les équations (33) peuvent s'écrire

$$\Sigma + \sigma^{pt} = C^0 (E + \varepsilon^{pt} - \varepsilon^*) \text{ dans l'inclusion} \quad (34)$$

$$\text{Et} \quad \Sigma + \sigma^{pt} = C^0 (E + \varepsilon^{pt}) \text{ dans la matrice}$$

Pour que les deux problèmes d'inclusion et d'hétérogénéité soit équivalent, il faut que l'expression des contraintes donnée par l'un et l'autre soit identiques :

$$C^i (E + \varepsilon^{pt}) = C^0 (E + \varepsilon^{pt} - \varepsilon^*) \text{ dans } \Omega \quad (35)$$

Le problème de l'inclusion subissant une déformation libre de contrainte permet de relier par le tenseur d'Eshelby cette dernière à la déformation de perturbation.

$$\varepsilon^{pt} = S_{esh} \varepsilon^* \quad (36)$$

Ce qui permet d'exprimer la déformation de transformation, après remplacement dans (35) :

$$\varepsilon^* = [(C^0 - C^i) S_{esh} - C^0]^{-1} (C^i - C^0) E \quad (37)$$

Au final, les déformations dans l'hétérogénéité peuvent être obtenues à partir du fait qu'elles valent $E + \varepsilon^{pt}$, avec la déformation de perturbation exprimée en fonction de la déformation de transformation (36). Après quelques manipulations, il vient :

$$\varepsilon^i = [I + S_{esh}(C^0)^{-1}(C^i - C^0)]^{-1}E \quad (38)$$

Il est alors possible de déterminer les contraintes dans l'inclusion, en utilisant le fait qu'elles valent $\Sigma + \sigma^{pt} = C^i * \varepsilon^i = C^i * (E + \varepsilon^{pt})$. Il vient alors :

$$\sigma^i = C^i [I + S_{esh}(C^0)^{-1}(C^i - C^0)]^{-1}(C^0)^{-1}\Sigma \quad (39)$$

La dernière étape de la méthode d'Eshelby consiste à dire que la déformation dans chaque renfort est donnée par la relation (38). Cela signifie que le renfort est considéré comme étant noyé dans un milieu ayant les propriétés de la matrice seule C^0 et que ce renfort ne subit pas d'interactions avec les autres. Par suite, le domaine d'application d'une telle approche concerne les composites ayant un taux de renfort modéré.

Pour cette approche, les déformations et les contraintes dans les renforts sont données par les relations (38) et (39). Elles sont fonctions des contraintes et déformations macroscopiques, appliquées à l'infini. De ce fait, il est aisé de définir les tenseurs de localisation en déformations et contraintes, respectivement A^i et B^i

$$A^i = [I + S_{esh}(C^0)^{-1}(C^i - C^0)]^{-1} \quad (40)$$

$$\text{et} \quad B^i = C^i * [I + S_{esh}(C^0)^{-1}(C^i - C^0)]^{-1}(C^0)^{-1}$$

Connaissant l'expression des tenseurs de localisation, les propriétés élastiques équivalentes du matériau composite peuvent alors être calculées. Pour ce faire, il suffit de remplacer ces tenseurs de localisation dans les relations (26) :

$$C^c = C^0 + \sum_{i=1}^n f^i(C^i - C^0)[I + S_{esh}^i * (C^0)^{-1}(C^i - C^0)]^{-1} \quad (41)$$

$$\text{et} \quad S^c = S^0 + \sum_{i=1}^n f^i(S^i - S^0)C^i[I + S_{esh}^i(C^0)^{-1}(C^i - C^0)]^{-1}(C^0)^{-1}$$

Les tenseurs d'Eshelby ont été indicés par 'esh' afin d'éviter la confusion avec les tenseurs de souplesse des constituants. En outre, chaque renfort i possède son propre tenseur d'Eshelby. En effet, le tenseur d'Eshelby est fonction de la nature géométrique du renfort, sa forme mais également de son environnement proche (de la nature de la matrice). C'est pourquoi dans la détermination des caractéristiques mécaniques du composite, les tenseurs d'Eshelby sont directement impliqués dans la sommation.

Remarque :

Le modèle d'Eshelby ne peut pas être représentatif d'un matériau dépassant une certaine concentration d'hétérogénéités, car il ne considère que les perturbations locales des

champs de contrainte et de déformation dans la matrice, sans prendre en compte les interactions avec les autres phases. En plus, en utilisant ce modèle, les fractions volumiques doivent être inférieures à 1% [5,6].

d. Le modèle de Mori et Tanaka

Le modèle (ou le schéma) de Mori-Tanaka va tenir compte de l'interaction entre les inclusions dans le processus d'estimation des modules d'élasticité macroscopiques. Pour cela, on estime la moyenne de déformation dans les inclusions par celle qui s'établit dans une inclusion de même forme et de même caractéristiques élastiques, immergée dans une matrice soumise à l'infini à une déformation moyenne E .

A la différence des autres modèles, le modèle de Mori-Tanaka permet de traiter le comportement élastique de matériaux composites renforcés par des hétérogénéités de formes, d'élancements, d'orientations et de nature différentes. De plus, la démarche de résolution de Mori-Tanaka n'est pas directement basée sur la recherche des tenseurs de localisation A^i et B^i . Le processus de résolution repose sur la recherche de la déformation macroscopique E lorsqu'un champ de contrainte macroscopique Σ est appliqué. Ainsi le tenseur d'élasticité peut être déduit par la relation $\Sigma = C^c \cdot E$

Le point de départ est le milieu de référence, à savoir la résine seule sans renforts ni charges. Lorsque celui-ci est soumis à une contrainte Σ , il s'y crée une déformation E , toujours dans ce même milieu de référence :

$$\Sigma = C^0 E \quad (42)$$

La deuxième étape consiste à introduire les fibres dans le milieu de référence, les n renforts (phases) dans la matrice. Alors, par la présence de ces renforts, vient s'ajouter à la contrainte initiale Σ , une contrainte de perturbation. Dans la matrice, le champ de contrainte s'exprime alors :

$$\begin{cases} \sigma^0 = \Sigma + \tilde{\sigma} = C^0(E^0 + \tilde{\varepsilon}) \\ \varepsilon^0 = E^0 + \tilde{\varepsilon} \end{cases} \quad (43)$$

$\tilde{\sigma}$ et $\tilde{\varepsilon}$ sont les moyennes des champs de contrainte et de déformation générés par la présence des renforts.

La troisième étape consiste à exprimer les champs moyens de déformation et de contrainte dans le $i^{ème}$ renfort :

$$\begin{cases} \sigma^i = \Sigma + \tilde{\sigma} + \sigma^{ipt} = C^i(E^0 + \tilde{\varepsilon} + \varepsilon^{ipt}) \\ \varepsilon^i = E^0 + \tilde{\varepsilon} + \varepsilon^{ipt} \end{cases} \quad (44)$$

σ^{ipt} et ε^{ipt} sont les contraintes et les déformations de perturbation par rapport à l'état moyen dans la matrice.

Finalement, et dans le but de déterminer ε^i , la méthode de l'inclusion équivalente est utilisée. Le renfort est remplacé par une inclusion, avec les mêmes propriétés mécaniques que

la matrice, mais se voyant subir une déformation de transformation ε^{i*} l'équation (44) devient alors :

$$\sigma^i = \Sigma + \tilde{\sigma} + \sigma^{ipt} = C^i(E^0 + \tilde{\varepsilon} + \varepsilon^{ipt}) = C^0(E^0 + \tilde{\varepsilon} + \varepsilon^{ipt} - \varepsilon^{i*}) \quad (45)$$

C'est le tenseur d'Eshelby qui relie la perturbation de déformation dans le renfort à la déformation de transformation

$$\varepsilon^{ipt} = S_{esh}^i \varepsilon^{i*} \quad (46)$$

Il est alors possible de déterminer ε^{i*} en combinant les équations (45) et (46) :

$$\varepsilon^{i*} = L^i(E^0 + \tilde{\varepsilon}) \quad (47)$$

Avec
$$L^i = -[(C^i - C^0)S_{esh}^i + C^0]^{-1}(C^i - C^0)$$

L^i est alors défini comme étant le pseudo tenseur de localisation

La relation d'homogénéisation (24) est utilisée. Cela consiste à dire que la moyenne des contraintes dans toutes les phases prise sur le VER tout entier vaut la contrainte macroscopique appliquée. Ce qui peut s'écrire compte tenu de (43) et (45) :

$$\Sigma = f^0 \sigma^0 + \sum_{i=1}^n f^i \sigma^i = f^0 C^0(E^0 + \tilde{\varepsilon}) + \sum_{i=1}^n f^i C^0(E^0 + \tilde{\varepsilon} + \varepsilon^{ipt} - \varepsilon^{i*}) \quad (48)$$

f^i représente la fraction volumique de la phase i. en utilisant (42) et (46), l'équation (48) peut se simplifier pour aboutir à l'expression de la déformation $\tilde{\varepsilon}$. Pour aboutir à cette simplification, il ne faut pas perdre de vue que la somme des fractions volumiques de toutes les phases est égale à 1 (c'est-à-dire $f^0 + \sum_{i=1}^n f^i = 1$) :

$$\tilde{\varepsilon} = -\sum_{i=1}^n f^i (\varepsilon^{ipt} - \varepsilon^{i*}) = -\sum_{i=1}^n f^i (S_{esh}^i - I) \varepsilon^{i*} \quad (49)$$

L'équation (47) permet de remplacer la déformation de transformation dans l'équation (49) :

$$\tilde{\varepsilon} = \left[I + \sum_{i=1}^n f^i (S_{esh}^i - I) L^i \right]^{-1} \left[-\sum_{i=1}^n f^i (S_{esh}^i - I) L^i \right] E^0 \quad (50)$$

Ce qui vient d'être fait pour les contraintes est réitéré pour les déformations, la moyenne des déformations dans toutes les phases prise sur le VER vaut la déformation macroscopique E. C'est le processus d'homogénéisation sur les déformations. En tenant compte des relations (22) et (49), on obtient :

$$E = f^0 (E^0 + \tilde{\varepsilon}) + \sum_{i=1}^n f^i (E^0 + \tilde{\varepsilon} + \varepsilon^{ipt}) = E^0 + \sum_{i=1}^n f^i \varepsilon^{i*} \quad (51)$$

En combinant les équations (51), (50) et (47), il est alors possible d'écrire :

$$E = \left\{ I + \left(\sum_{i=1}^n f^i L^i \right) \left[I + \sum_{i=1}^n f^i (S_{esh}^i - I) L^i \right]^{-1} \right\} E^0 \quad (52)$$

Compte tenu de l'équation (42), il vient une relation entre les contraintes et les déformations macroscopiques. Il s'agit de la loi de Hooke, et cela permet alors de déterminer le tenseur d'élasticité du matériau homogène équivalent.

$$C^c = C^0 \left\{ I + \left(\sum_{i=1}^n f^i L^i \right) \left[I + \sum_{i=1}^n f^i (S_{esh}^i - I) L^i \right]^{-1} \right\}^{-1} \quad (53)$$

Le tenseur de rigidité du matériau homogène équivalent est fonction des paramètres microstructuraux du matériau, de la fraction volumique, des caractéristiques mécaniques de la matrice et des renforts ainsi que de la géométrie de ces derniers. Pour traiter le cas des composites à renforts orientés aléatoirement, les orientations sont discrétisées en N familles. Chacune de ces N familles de renforts ayant une orientation particulière, elles sont donc considérées comme N phases différentes.

Remarque

Pouvoir exprimer les tenseurs de rigidité et de contrainte dans les différentes phases permettra par l'intermédiaire de ce modèle (Mori-Tanaka) d'évaluer l'état d'endommagement de chaque phase. Dans notre cas d'étude, on se limitera uniquement à la modélisation du comportement élastique.

Pour la matrice, on pourra écrire :

$$\varepsilon^0 = E^0 + \tilde{\varepsilon} = A^0 E \quad \text{avec} \quad A^0 = \left\{ I + \sum_{i=1}^n f^i S_{esh}^i L^i \right\}^{-1} \quad (54)$$

$$\sigma^0 = B^0 \Sigma \quad \text{avec} \quad B^0 = C^0 \left\{ I + \sum_{i=1}^n f^i (S_{esh}^i - I) L^i \right\}^{-1} (C^0)^{-1} \quad (55)$$

De la même façon, pour les renforts, les déformations sont exprimées comme étant la somme de la déformation dans la matrice et de la déformation de perturbation. Cette dernière étant déterminée à partir de la relation (46) :

$$\begin{aligned} \varepsilon^i &= \varepsilon^0 + \varepsilon^{ipt} = (I + S_{esh}^i L^i) \varepsilon^0 \\ \varepsilon^i &= \left\{ I - S_{esh}^i \left[(C^i - C^0) S_{esh}^i + C^0 \right]^{-1} (C^i - C^0) \right\} \varepsilon^0 \end{aligned} \quad (56)$$

L'expression de la déformation dans la matrice est obtenue par la relation (54), ainsi le tenseur de localisation des déformations peut être obtenu pour les cas avec renforts :

$$\varepsilon^i = A^i E \quad \text{avec} \quad A^i = (I + S_{esh}^i L^i) \left\{ I + \sum_{i=1}^n f^i S_{esh}^i L^i \right\}^{-1} \quad (57)$$

$$\sigma^i = B^i \Sigma \quad \text{avec} \quad B^i = C^i A^i (C^c)^{-1} \quad (58)$$

III. Composantes du tenseur d'Eshelby

Les composantes, non nulles, du tenseur d'Eshelby pour une **inclusion ellipsoïdale** (**Figure 6**) de rapport d'aspect $\alpha = \frac{a_3}{a_2}$ avec l'axe 3 confondu avec le grand axe de l'ellipsoïde, dans une matrice élastique isotrope s'expriment de la façon suivante :

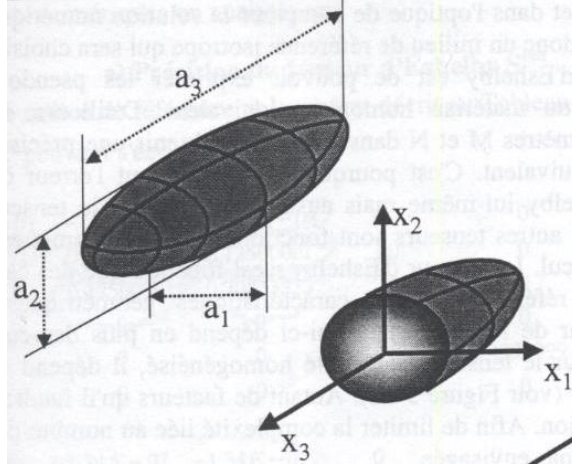


Figure 6 : Dimensions de l'inclusion ellipsoïdale

$$S_{3333} = \frac{1}{2(1-\vartheta_m)} \left\{ 1 - 2\vartheta_m + \frac{3\lambda^2-1}{\lambda^2-1} - \left[1 - 2\vartheta_m + \frac{3\lambda^2}{\lambda^2-1} \right] g(\lambda) \right\} ;$$

$$S_{1111} = S_{2222} = \frac{3\lambda^2}{8(1-\vartheta_m)(\lambda^2-1)} + \frac{1}{4(1-\vartheta_m)} \left\{ 1 - 2\vartheta_m - \frac{9}{4(\lambda^2-1)} \right\} g(\lambda) ;$$

$$S_{1122} = S_{2211} = \frac{1}{4(1-\vartheta_m)} \left\{ \frac{\lambda^2}{2(\lambda^2-1)} - \left[1 - 2\vartheta_m + \frac{3}{4(\lambda^2-1)} \right] g(\lambda) \right\} ;$$

$$S_{1133} = S_{2233} = -\frac{\lambda^2}{2(1-\vartheta_m)(\lambda^2-1)} + \frac{1}{4(1-\vartheta_m)} \left\{ \frac{3\lambda^2}{\lambda^2-1} - (1 - 2\vartheta_m) \right\} g(\lambda) ;$$

$$S_{3311} = S_{3322} = -\frac{1}{2(1-\vartheta_m)} \left[1 - 2\vartheta_m + \frac{1}{\lambda^2-1} \right] + \frac{1}{2(1-\vartheta_m)} \left[1 - 2\vartheta_m + \frac{3}{2(\lambda^2-1)} \right] g(\lambda) ;$$

$$S_{3131} = S_{3232} = \frac{1}{4(1-\vartheta_m)} \left\{ 1 - 2\vartheta_m - \frac{\lambda^2+1}{\lambda^2-1} - \frac{1}{2} \left[1 - 2\vartheta_m - \frac{3(\lambda^2+1)}{\lambda^2-1} \right] g(\lambda) \right\} ;$$

$$S_{1212} = \frac{1}{4(1-\vartheta_m)} \left\{ \frac{\lambda^2}{2(\lambda^2-1)} + \left[1 - 2\vartheta_m - \frac{3}{2(\lambda^2-1)} \right] g(\lambda) \right\} ;$$

Avec ϑ_m le coefficient de Poisson de la matrice et λ l'élancement de l'inclusion $\lambda = \frac{a_3}{a_2}$

$$g(\lambda) = \frac{\lambda}{(\lambda^2-1)^{3/2}} \left[\lambda(\lambda^2-1)^{1/2} - \cosh^{-1}(\lambda) \right] \text{ pour } \lambda > 1 ;$$

$$g(\lambda) = \frac{\lambda}{(1-\lambda^2)^{3/2}} \left[\cos^{-1}(\lambda) - \lambda(1-\lambda^2)^{1/2} \right] \text{ pour } \lambda < 1$$

Dans le cas d'une **inclusion cylindrique de section elliptique** ($a_3 \rightarrow \infty$), les composantes, non nulles, du tenseur d'Eshelby s'écrivent comme suit :

$$S_{1111} = \frac{1}{2(1-\vartheta_m)} \left\{ \frac{a_2^2+2a_1a_2}{(a_1+a_2)^2} + (1 - 2\vartheta_m) \frac{a_2}{a_1+a_2} \right\} ;$$

$$S_{2222} = \frac{1}{2(1-\vartheta_m)} \left\{ \frac{a_1^2+2a_1a_2}{(a_1+a_2)^2} + (1 - 2\vartheta_m) \frac{a_1}{a_1+a_2} \right\} ;$$

$$S_{1122} = \frac{1}{2(1-\vartheta_m)} \left\{ \frac{a_2^2}{(a_1+a_2)^2} - (1-2\vartheta_m) \frac{a_2}{a_1+a_2} \right\} ;$$

$$S_{2233} = \frac{1}{2(1-\vartheta_m)} \frac{2\vartheta_m a_1}{a_1+a_2} ;$$

$$S_{1133} = \frac{1}{2(1-\vartheta_m)} \frac{2\vartheta_m a_2}{a_1+a_2} ;$$

$$S_{2211} = \frac{1}{2(1-\vartheta_m)} \left\{ \frac{a_1^2}{(a_1+a_2)^2} - (1-2\vartheta_m) \frac{a_1}{a_1+a_2} \right\} ;$$

$$S_{1212} = \frac{1}{2(1-\vartheta_m)} \left\{ \frac{a_1^2+a_2^2}{2(a_1+a_2)^2} + \frac{1-2\vartheta_m}{2} \right\} ;$$

$$S_{2323} = \frac{a_1}{2(a_1+a_2)} ;$$

$$S_{3131} = \frac{a_2}{2(a_1+a_2)} ;$$

Matrices de transformation

Quand les directions des fibres ne coïncident pas avec les axes (1-2) ou dans le cas où le plan d'homogénéisation (1-2) n'est pas identique au plan de calcul de la structure composite (par exemple l'axe de la fibre n'est pas parallèle à l'axe de la machine correspondant à la direction de traction de l'éprouvette). Le lecteur est ramené à utiliser les relations de transformations matricielles. Le tenseur de rigidité dans la nouvelle base s'écrit :

$$C'_{ij} = C_{ij} q_{mi} q_{nj}$$

Où q_{ij} représentent les termes de la matrice de transformation qui s'exprime suivant l'équation ci-dessous :

$$q = \begin{bmatrix} \alpha_1^2 & \alpha_2^2 & \alpha_3^2 & 2\alpha_2\alpha_3 & 2\alpha_1\alpha_3 & 2\alpha_1\alpha_2 \\ \beta_1^2 & \beta_2^2 & \beta_3^2 & 2\beta_2\beta_3 & 2\beta_3\beta_1 & 2\beta_2\beta_1 \\ \gamma_1^2 & \gamma_2^2 & \gamma_3^2 & 2\gamma_2\gamma_3 & 2\gamma_3\gamma_1 & 2\gamma_2\gamma_1 \\ \beta_1\gamma_1 & \beta_2\gamma_2 & \beta_3\gamma_3 & \beta_2\gamma_3 + \beta_3\gamma_2 & \beta_1\gamma_3 + \beta_3\gamma_1 & \beta_1\gamma_2 + \beta_2\gamma_1 \\ \gamma_1\alpha_1 & \gamma_2\alpha_2 & \gamma_3\alpha_3 & \gamma_2\alpha_3 + \gamma_3\alpha_2 & \gamma_1\alpha_3 + \gamma_3\alpha_1 & \gamma_1\alpha_2 + \gamma_2\alpha_1 \\ \alpha_1\beta_1 & \alpha_2\beta_2 & \alpha_3\beta_3 & \alpha_2\beta_3 + \alpha_3\beta_2 & \alpha_1\beta_3 + \alpha_3\beta_1 & \alpha_1\beta_2 + \alpha_2\beta_1 \end{bmatrix}$$

α_i , β_i et γ_i sont les cosinus directeurs des angles entre les divers axes (**Tableau 1**)

Tableau 1 : Symbole des cosinus directeur des angles entre es deux bases (u,v,w) et (e₁, e₂, e₃)

axes	u	v	w
e₁	α_1	β_1	γ_1
e₂	α_2	β_2	γ_2
e₃	α_3	β_3	γ_3

Dans le cas particulier d'une simple rotation autour de l'axe 3 ($\alpha_1 = \beta_1 = \cos\beta$), la matrice de rotation prend alors la forme suivante :

$$q = \begin{bmatrix} \cos^2\beta & \sin^2\beta & 0 & 0 & 0 & -2\sin\beta\cos\beta \\ \sin^2\beta & \cos^2\beta & 0 & 0 & 0 & 2\sin\beta\cos\beta \\ 0 & 0 & 1 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \cos\beta & \sin\beta & 0 \\ 0 & 0 & 0 & -\sin\beta & \cos\beta & 0 \\ \sin\beta\cos\beta & \sin\beta\cos\beta & 0 & 0 & 0 & \cos^2\beta - \sin^2\beta \end{bmatrix}$$