REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE FERHAT ABBAS – SETIF 1

THÈSE

Présentée à l'Institut d'Optique et Mécanique de Précision

Pour l'obtention du Diplôme de

Docteur en Science

En optique et mécanique de précision

Par

M^{me} MOUHOUBI BALI Sabira

Thème

Comportement à la rupture du composite à fibres végétales.

Soutenue le : **09/07/2017** devant la Commission d'Examen :

Président Hamidouche Mohamed Prof. - UFAS 1

Directeur de thèse Abdeslam Saad M C A - IOMP- UFAS 1

Co-directeur de thèse **Osmani Hocine** Prof. UFAS 1

Examinateur Mili Fayçal Prof. Université de Constantine-1

Examinateur Bouzid Abderrezak Prof. l'Université de BBA

Examinateur Ati Abdelaziz Prof. Université de Bejaia

Remerciements

Mes plus sincères remerciements vont à mes directeurs de thèse, Mr **OSMANI Hocine**, Professeur à l'IOMP-Sétif-1 et Mr **ABDESLAM Saad** maître de conférences à l'IOMP pour leurs conseils enrichissants. Je voudrais en particulier remercier Mr **OSMANI** pour le temps qu'il m'a accordé tout au long de ses années. Je n'aurais jamais pu réaliser ce travail sans votre expertise et vos conseils. J'espère que nous continuerons travailler ensemble.

Je remercie tous les membres de jury de thèse, Pr. **HAMIDOUCHE Mohamed**, Pr. **MILI Fayçal**, Pr. **BOUZID Abderrezak**, Pr. **ATI Abdelaziz** de me faire l'honneur d'assister à ma soutenance et de juger mon travail.

Je suis très reconnaissante à Mr **IMAD Adellatif**, Professeur de l'Université de LILLE, et m'avoir accueilli au sein du Laboratoire de Mécanique de Lille (LML).

Mes remerciements vont également à Monsieur **HERBELOT** Christophe Maitre de conférences de l'Université de LILLE-1, pour l'énorme aide qu'il m'a donné lors de la réalisation des essais au sein du LML.

Je tiens à remercier la société de jute du complexe Jute E.P.E-Bejaïa destiné à la fabrication de sacs d'emballages, pour l'intérêt scientifique et technique qu'il a porté à cette étude, ainsi que pour la fourniture des matériaux étudiés, et à Mr **BAALI Ibrahim**, PDG de MAGRAEB-Pipe de Msila de nous avoir fournir de la matière polymérique.

Mes remerciements vont également à Dr **ROKBI Mansour** de l'université de Msila pour son aide et ses conseils. Ainsi à Monsieur le Professeur **FELKAOUI Ahmed** pour l'aide qu'il m'a donnée concernant l'utilisation du Matlab.

J'adresse mes remerciements à tous les membres du laboratoire des Matériaux Non Métalliques (LMNM).

Enfin, je dédie ce travail à ma famille et plus particulièrement ma très chère Mère, mes enfants (**Aridj**, **Aymen**, **Anes** et **Iyed**) et mon époux **Tarek**. Je te remercie pour tes encouragements, ta patience et ta compréhension.

اللهم ارحم أبى أغلى ما ملكت واعز ما فقدت.

Table des matières

Remerciements	1
Table des matières	2
Listes des figures	5
Listes des tableaux	7
Introduction générale	8
Chapitre I : Fibres végétales dans les composites	10
I. 1. Introduction:	11
I. 2. Domaine d'utilisation des éco-composites :	12
I. 3. Renforts fibreux:	14
I. 4. Procédés de mise en forme :	14
I. 4. 1. Classification des procédés :	15
I. 4. 2. Moulage au contact (hand lay-up):	15
I. 5. Fibres végétales	16
I. 5. 1. Composition de quelques fibres végétales :	18
I. 5. 2. Propriétés des fibres végétales :	18
I. 5. 3. Paramètres influençant les propriétés des fibres végétales	19
I. 5. 4. Aspects statistiques des propriétés mécaniques	22
I. 5. 5. 1. Coefficients de variation (COV)	22
I. 5. 5. 2. Lois de distribution	23
I. 6. Conclusion	24
Chapitre II : Rupture des composites stratifiés	25
II. 1. Introduction:	26
II. 2. Structures composites stratifiées :	26
II. 3. Mécanismes de rupture dans les stratifiés :	27
II. 3. 1. Fissuration matricielle :	28
II. 3. 2. Décohésion fibre matrice :	28
II. 3. 3. Rupture des fibres :	29
II. 3. 4. Délaminage	29
II. 4. Influence de la direction de sollicitation sur les modes de rupture :	30
II. 5. Méthode d'évaluation des endommagements :	31
II. 5. 1. Technique d'émission acoustique (EA) :	31
II. 5. 1. 1. Paramètres de l'émission acoustique	32

II. 5. 1. 2.	Identification des endommagements :	33
II. 6. Conclus	ion	36
Chapitre III :	Procédure expérimentales	37
III. 1. Caractéi	risations des matières végétales :	38
III. 1. 1. Cara	ctérisations physico-chimiques des fibres Alfa :	38
III. 1. 1. 1	. Traitement alcalin :	38
III. 1. 1. 2	2. Détermination de la composition des fibres :	38
III. 1. 1. 3	3. Taux d'absorption d'humidité par la fibre Alfa :	38
III. 1. 1. 4	l. Microscopie électronique à balayage) :	39
III. 1. 1. 5	5. Infrarouge à Transformée de Fourier (IRTF)	39
III. 1. 1. 6	5. Diffraction des rayons X	39
III. 1. 2. Cara	ctérisation mécaniques des fibres Alfa :	40
III. 1. 2. 1	. Traction des fibres :	40
III. 1. 2. 2	2. Détermination de la masse volumique :	40
III. 1. 2. 3	3. Analyses statistiques :	41
III. 1. 3. Cara	ctérisation mécanique du tissu de Jute :	42
III. 1. 4. Cara	ctérisation mécanique des fils de Jute :	43
III. 2. Élabora	tion des composites:	45
III. 2. 1.	Composites stratifiés Jute/polyester :	45
III. 2. 2.	Composite unidirectionnel Jute /polyester (éprouvettes modèles):	46
III. 2. 3.	Caractérisation mécanique des composites :	47
III. 3. Techniq	ue d'Émission Acoustique	48
III. 3. 1.	Chaîne de mesure :	48
III. 3. 2.	Analyse statistique multi-variable des données de l'EA :	49
IV. 1. Fils et ti	ssu de Jute :	53
IV. 1. 1.	Caractérisation mécanique des fils de Jute :	53
IV. 1. 2.	Comportement en traction du tissu :	56
IV. 2. Fibres A	lfa:	58
IV. 2. 1.	Composition chimique	58
IV. 2. 2.	Étude physique de la fibre végétale Alfa :	59
IV. 2. 2. 1	. La masse volumique :	59
IV. 2. 2. 2	2. La perte en masse :	60
IV. 2. 2. 3	3. Taux d'absorption d'humidité des fibres Alfa :	60
IV 2 3	Étuda das propriétés mécaniques:	62

IV. 2. 3. 1. Caractérisation mécanique des fibres brutes	62
IV. 2. 3. 2. Caractérisation mécanique des fibres traitées :	64
IV. 2. 3. 3. Effet du traitement sur la résistance à la rupture σ_R :	66
IV. 2. 3. 4. Effet du traitement sur le module élastique E :	66
IV. 2. 4. Étude structurale de la fibre végétale Alfa :	67
IV. 2. 4. 1. Analyse spectroscopique par infrarouge a transformé de Fourier :	67
IV. 2. 4. 2. Analyse par diffraction des rayons X :	69
IV. 2. 5. Étude morphologique :	71
IV. 3. Conclusion:	75
V. 1. Comportement mécanique des composites élaborés :	77
V. 1. 1. Analyse des courbes charge/déplacement:	77
V. 1. 1. Analyse des courbes R:	79
V. 2. Identification des signatures acoustiques des sources d'endommagement :	83
V. 2. 1. Essai sur éprouvettes modèles :	84
V. 2. 1. 1. Essai de traction sur éprouvette M :	84
V. 2. 1. 2. Essai de traction sur éprouvette UD90 :	85
V. 2. 1. 3. Essai de traction sur éprouvette UD0	87
V. 2. 2. Étude statistique des signatures acoustiques :	88
V. 2. 2. 1. Détermination du nombre de classes :	90
V. 2. 2. Application de l'algorithme k-moyenne :	91
V. 3. Conclusion:	96
Conclusion générale :	97
Annexes:	108

Listes des figures

Figure I- 1 : Pièces bio-composite à différentes fibres végétales	12
Figure I- 2 : Différentes laines végétales	13
Figure I- 3 : Matériels fabriqués en agro-composites	13
Figure I- 4 : Différentes formes de renforts fibreux.	14
Figure I- 5 : Structure des fibres végétales [Rega13]	17
Figure I- 6: Disposition des fibrilles de cellulose dans une fibre végétale [Said15]	17
Figure I- 7 : Courbes de traction des fibres Alfa [Paiv07].	
Figure I- 8 : COV pour la contranite et la déformation à la rupture en fonction du diamètre d	
fibre [Virk10].	
Figure I- 9 :Courbe de distribution de Weibull (a) des fibres de Jute [Doan06], (b) des fibres	
Diss pour différentes longueurs de [Bour14].	
Figure II - 1 : Codification des stratifiés [Gorn10]	
Figure II - 2 : Mécanismes de rupture dans un stratifié [Bert92]	
Figure II - 3 : Images en tomographie aux rayons X de fissuration transverse de la m	
d'échantillons PP/ Chanvre [Gehr13].	28
Figure II - 4 : Micrographies des faciès de rupture d'un composite polyester renforcé	é (a)
par un tissu de jute non traité, (b) par un tissu de jute traité par 1% de naoh [Laks16]	29
Figure II - 5 : Pull-out des fibres, rupture des fibres et délaminage dans la surface de	;
rupture après (a) rupture en traction (b) rupture en flexion (c) rupture par'impact	30
Figure II - 6: Montage d'acquisition d'émission acoustique	32
Figure II - 7 : Représentation d'une salve d'ea	33
Figure II - 8 : Modèle de distribution des amplitudes en corrélation avec	
l'endommagement	34
Figure III- 1 : Préparation des éprouvettes de traction.	
Figure III- 2 : Toile de Jute utilisée.	
Figure III- 3 : Fixation des éprouvettes de tissu de Jute	
Figure III- 4 : Système de fixation du fil textile de Jute	
Figure III- 5: Fil de jute tordu.	
Figure III- 6 : Stratifié Jute /Polyester et Dimensions des éprouvettes CT (dimension	
mm ±0.2)	
Figure III- 7 :Différentes séquences d'empilement des stratifiés élaborés	
Figure III- 8 : Plaques et éprouvettes du composite uni et bidirectionnelles	
Figure III- 9 : Fixation des éprouvettes (a) Traction, (b) Compact tension CT	
Figure III- 10 : Capteurs VS600-Z1 et emplacement sur éprouvette CT	
11guie III 10. Capiculs 10000 21 et emplacement sui eprouvette e 1	40
Figure IV- 1 : Exemple courbes (a) force/ allongement des fils de jute (b) fil de tram	e (h)
Contrainte spécifique/allongement de fils de chaine	
Figure IV- 2 : Distribution de Weibull des probabilités de rupture en fonction de la	55
résistance à la traction des fibres (chaîne) de jute pour différentes longueurs de jauge	5/
	J J4
Figure IV- 3: Distribution de Weibull des probabilités de rupture en fonction de la	EA
résistance à la traction des fibres (trame) de jute pour différentes longueurs	
Figure IV- 4 : Contrainte spécifique en fonction de la longueur	วิวิ

Figure IV- 5: Courbes P- δ des essais de traction sur tissu de Jute sens chaîne	. 56
Figure IV- 6 : Courbes P-δ des essais de traction sur tissus de Jute sens trame	. 56
Figure IV- 7: Variation de la masse volumique en fonction du temps de traitement	
alcalin	. 59
Figure IV- 8 : Perte en masse des fibres en fonction du temps de traitement	. 60
Figure IV- 9 : Prise d'humidité de la fibre Alfa brute	. 61
Figure IV- 10 : Variation de la prise d'humidité en fonction du temps de traitement de la	a
fibre Alfa	. 61
Figure IV- 11: Exemples de courbes charge/allongement des fibres brutes	. 62
Figure IV- 12 : Variation de la dispersion des résultats en fonction de la longueur des	
jauges	. 63
Figure IV- 13 : Variation de la résistance moyenne en fonction de la longueur testée	. 64
Figure IV- 14 : Droites de Weibull pour les essais des fibres traitées	. 65
Figure IV- 15 : Variation de la contrainte à la rupture des fibres Alfa en fonction du	
temps de traitement	. 66
Figure IV- 16: Variation du module de Young des fibres en fonction du temps de	
traitement.	. 67
Figure IV- 17: Spectre IFTR des fibres Alfa brutes.	. 68
Figure IV- 18 : Spectres IFTR des fibres brutes et traitées par NaOH (5%)	. 68
Figure IV- 19 : Spectres DRX pour poudre de fibre végétale Alfa brute et traitées	. 69
Figure IV- 20 : Variation du taux de cristallinité en fonction du temps de traitement	. 70
Figure IV- 21 : Coupe transversale de l'Alfa.	.71
Figure IV- 22: Micrographies des faces extérieures des fibres (a) Brute, (b) traitée	
pendant 2H, (c) traitée pendant 4H, (d) traitée pendant 6H et (e) traitée pendant 8H	. 72
Figure IV- 23: État de surface des fibres traitées (a) pendant 2H, (b) pendant 4H, (c)	
pendant 6H et (d) pendant 8H	. 73
Figure IV- 24 : Coupes longitudinales de fibre Alfa (a) brute, (b) traitée pendant 4H, et	(c)
traitée pendant 8H	. 74
Figure IV- 25 : Fibrilles cellulosiques de fibre Alfa (a) brute, et (b) traitée pendant 6H	. 74
Figure V- 1 : Exemple de courbe charge/déplacement d'un composite CT-A	. 77
Figure V-2: Courbes charge déplacement des composites stratifiés CT (W50)	. 78
Figure V- 3 : Evolution des courbes R du matériau CT-A.	. 80
Figure V- 4 : Courbes KR des composites étudiés.	. 81
Figure V- 5 : Courbes GR des composites étudiés.	. 81
Figure V- 6 : Courbe GR/□a superposée sur la photo de l'éprouvette testée	. 82
Figure V-7: Courbe charge/déplacement avec suivi par émission acoustique sur	
composite CT-A	. 83
Figure V-8: Courbe contrainte/déplacement pour un essai sur résine polyester suivi de	;
l'activité acoustique	. 84
Figure V- 9 : Histogramme de l'amplitude des salves d'EA	. 85
Figure V- 10 : Zone de rupture d'une éprouvette UD90.	. 85
Figure V- 11: Faciès de rupture d'un composite UD90.	. 86
Figure V- 12: Distribution d'amplitude des salves d'EA au court d'un essai UD90	. 86

Figure V- 13 : Distribution de l'amplitude des signaux en fonction du temps au cours d'un
essai UD0
Figure V- 14 : Faciès de rupture d'une éprouvette UD0
Figure V- 15 : Graphe du Cercle de corrélation
Figure V- 16: Diagramme des pourcentages d'inertie
Figure V- 17 : Critère de Davies et Bouldin pour les différents essais
Figure V- 18: Résultats de discrimination des données acoustique d'un essai UD90 92
Figure V- 19: Forme d'ondes pour chaque classe, (a) classe 1 et (b) classe2
Figure V- 20 : Résultats de discrimination des signaux acoustiques d'un essai UD0 94
Figure V- 21 : Courbe charge / Déplacement et classification des évènements pour une
éprouvette CT
Figure V- 22: Localisation planaire des salves acoustiques, (a) en fonction du temps.et (b)
en fonction de l'amplitude96
Listes des tableaux
Tableau I- 1 : Composition chimique de quelques fibres végétales [Mouh08]18
Tableau I- 2 : Propriétés de quelques fibres végétales [Mouh08]
Tableau I- 3 : Changement de la composition chimique de Jute à différents stades de
croissance [Rowe98]20
Tableau II- 1: Mécanismes d'endommagements dans différents composites selon les
amplitudes acoustiques. 34
Tableau II- 2 : Caractéristiques des types de signaux A, B, C et D [Hugu02b]35
Tableau IV- 1: Contexture du tissu de Jute
Tableau IV- 2: Variables des essais de traction sur les fibres
Tableau IV- 3: Résultats des essais de traction sur tissus de Jute
Tableau IV- 4 : Composition chimique de l'Alfa
Tableau IV- 5 : Composition chimique de la matière minérale de l'Alfa
Tableau V- 1: Ténacité est taux de réstitution d'énergie de rupture des différents
matériaux. 82
Tableau V- 2: Paramètres d'acquisition d'EA pour les différents matériaux testés
Tableau V- 3: Nombres de classes correspond à l'indice DB de valeur minimale
Tableau V- 4 : Paramètres acoustiques temporels des deux classes du composite UD90. 92
Tableau V- 5: Paramètres acoustiques temporels des trois classes du composite UD0 94

Introduction générale

L'investissement durable est devenu une préoccupation majeure pour différents secteurs industriels. Les ennuis écologiques et les règlementations environnementales ont également conduit à manifester un intérêt aux matériaux issus de ressources durables. Ces sources n'exigent qu'une faible énergie pour sa production, ainsi que des matériaux recyclables, y compris ceux que l'on trouve par exemple dans les composites à renforts fibres végétales. Elles offrent aussi un excellent ratio masse/rigidité/résistance. Un atout considérable pour la plupart des industriels

Dans ce contexte, nous avons étudié deux fibres végétales :

- i) l'Alfa (*StipaTenacissima L.*), une fibre locale utilisée uniquement dans des applications papetières;
- ii) le Jute, (Corchorus capsularis), une fibre de provenance du Bengladesh, son débouché principal est longtemps resté la fabrication de sac d'emballage et de transport.

L'Alfa est intéressante du point de vue économique. L'abondance de cette herbe permet d'envisager son utilisation pour la production de matériaux composites à base de matrice polymérique. Les fibres végétales, bien qu'elles possèdent de nombreuses qualités, présentent aussi certains inconvénients majeurs lorsqu'il s'agit de les associer aux polymères. En effet, la présence des groupements hydroxyles à la surface des fibres leur donne un caractère hydrophile. Ce dernier les rend incompatibles avec la matrice polymérique à caractère fortement hydrophobe. La modification de la surface des fibres est généralement nécessaire pour créer des liaisons entre la fibre et la matrice. De ce fait, les fibres ont été traitées avec NaOH à une concentration de 5% pendant différents temps qui varient entre 2 et 72 heures. Cependant, les propriétés mécaniques, chimiques, physiques et morphologiques de la fibre Alfa ont été évaluées en fonction du temps de traitement. Cette étude va nous permettre de vérifier la possibilité d'exploiter cette fibre locale dans la fabrication d'un nouveau matériau composite.

En parallèle, nous avons élaboré des composites stratifiés à différentes orientations du tissu de Jute avec une matrice polyester. Le deuxième axe de recherche abordé porte principalement sur l'étude de l'effet des séquences d'empilement et l'orientation des plis sur le comportement à la rupture des stratifiés jute / Polyester. Les

Introduction générale

essais de chargement monotone sont effectués selon la norme (ASTM E399) sur des éprouvettes "CT". Nous avons élaboré des plaques de huit plis (08). Les séquences d'empilement sont [0]₈, [90]₈, [0/90/0/90]_s et [0/90/±45]_s. La fraction massique du renfort fibreux est de l'ordre de 40%. L'accroissance de la fissure est déterminée par la méthode des complaisances sous l'hypothèse d'un comportement linéaire élastique.

Une approche expérimentale est menée pour l'analyse des mécanismes qui opèrent lors de la propagation de fissure. Ces derniers sont principalement: la fissuration de la matrice, le décollement inter-facial fibre/matrice et la rupture des fibres. Pour cela l'émission acoustique (AE) est utilisée.

Les paramètres de rupture (KR et GR) sont calculés à partir des courbes chargedéplacement sous l'hypothèse d'un comportement linéaire élastique. Les résultats obtenus des différentes configurations sont discutés et comparés. L'effet de l'orientation et des séquences des plis sur la ténacité des matériaux sont mis en évidence.

Les travaux présentés dans ce manuscrit s'inscrivent dans la continuité des recherches développées au niveau du LMNM sur ce type de matériau. Dans une première partie bibliographique divisée en deux chapitres, le premier chapitre est consacré à une présentation des matériaux composite à base des fibres végétales : leurs domaines d'utilisation, l'architecture des renforts, les différents procédés de mise en œuvre etc. Dans le second chapitre, nous décrivons les composites stratifiés ainsi que les méthodes employées pour leurs caractérisations mécaniques. Le troisième chapitre décrit le matériel employé, et les méthodologies expérimentales utilisées. Le quatrième chapitre est consacré à la discussion de l'ensemble des résultats obtenus à partir des différents tests effectués afin de caractériser la fibre végétale Alfa. Par contre, le cinquième chapitre est consacré à l'étude portée sur les stratifié toile de Jute/ polyester. Enfin, dans la conclusion, nous faisons le bilan des acquis de cette étude et nous traçons les principales perspectives.

Chapitre I : Fibres végétales dans les composites

I. 1. Introduction:

Les fibres végétales sont des structures biologiques sous forme d'expansion cellulaire filiforme. Elles sont essentiellement composées de cellulose, d'hémicellulose, de lignines et de pectines. Elles peuvent être filée : filament, fil, corde ou tissés. Elles trouvent beaucoup d'applications dans le domaine du textile (habillement, ameublement et emballage). Au cours de ces dernières années, les fibres végétales sont introduites dans de nouvelles applications telles que la plasturgie en tant que renfort en substitution des fibres synthétiques.

Les fibres végétales présentent de nombreux avantages : baisse des coûts et de l'impact environnemental. Au regard des avantages figurent aussi la réduction du temps de cycle et le gain énergétique. Le caractère renouvelable de la ressource, la réduction du contenu en matières premières fossiles et le recyclage sont un atout primordial.

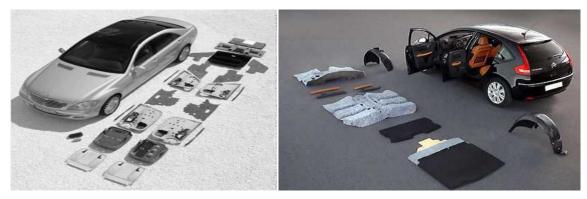
Cependant, l'incorporation de fibres végétales dans les thermoplastiques ou les thermodurcissables est un concept déjà commercialisé. Ces éco-matériaux gagnent d'autres secteurs: le bâtiment, l'isolation, la plasturgie, l'automobile et l'agroalimentaire. Dans ce chapitre, nous allons présenter un aperçu sur les différentes fibres végétales et les composites dont ces dernières sont associées. Ainsi, on présente également certains travaux de recherches réalisées sur les fibres végétales.

I. 2. Domaine d'utilisation des éco-composites :

L'utilisation des fibres végétales n'est plus limitée au domaine du textile. Cependant, elles coopèrent aussi dans la confection de nouveaux matériaux. Ces nouveaux matériaux sont émergés dans d'autres secteurs industriels.

Dans le secteur automobile : les premières épreuves d'introduction des fibres végétales remontent aux années 40. En1941, H. FORD a conçu la voiture « plastic », à partir des polymères d'origine végétale [Ilcz13]. Malgré sa production limitée, l'idée d'utiliser cette ressource naturelle est devenue concrète. Les composites d'origine végétale sont devenus utilisable dans ce secteur industriel.

Les fibres végétales contribuent en effet à la réduction du poids des véhicules donc du taux de l'émission du CO₂ [Faru12]. Aujourd'hui, les grands producteurs de voitures produisent des pièces à base de fibres végétales telles que: accoudoirs, tablettes arrière, garniture de porte, dossier de siège etc. La Figure I. 1 présente de différentes pièces automobile bio composites.



(a) Mercedes classe S [Bled06] (b) Voiture PSA [Guit09]

Figure I- 1 : Pièces bio-composite à différentes fibres végétales

Dans le secteur du bâtiment, l'utilisation des fibres végétales se focalise surtout à la fabrication des isolants écologiques à base de laines végétales (laine de coton, de chanvre, de bois, de lin etc.). Ils servent à l'isolation thermique et phonique des murs et des toitures. La Figure I-2 montre quelques types de laines végétales.

Fibres végétales dans les composites



Figure I- 2 : Différentes laines végétales

Dès les années 90, les bétons à fibres végétales immergent dans la construction des éco-habitats. Ces produits sont composés de matières végétales (chènevotte, granulats de bois) et d'un liant minéral (la chaux). Ils sont destinés à la réalisation de dalles et des murs isolants [Elfo08].

D'autres applications plus variées sont envisagées tels que le nautisme, les sports et loisirs et les instruments de musique etc. La Figure I-3 rassemble quelques produits fabriqués à base de fibres végétales. D'autres perspectives sont envisagées pour ces ressources renouvelables et biodégradables.

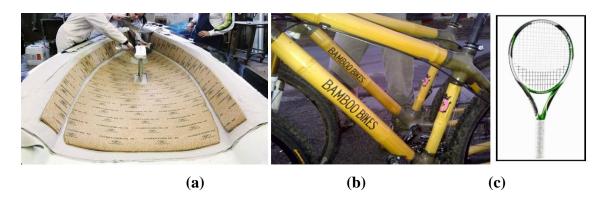


Figure I- 3 : Matériels fabriqués en agro-composites

- (a) Bateau de série "El Nino" (fibres de lin et liège),
- (b) Cadre de vélo "Bamboo Bikes" (fibres de bambou et de lin) [Gay 05],
- (c) Raquette de tennis "Artengo 820" (fibres de lin) [Ilcz13].

I. 3. Renforts fibreux:

Le renfort fibreux est le constituant principal du composite. Son rôle fondamental est d'assurer au matériau une bonne résistance mécanique notamment dans le sens de sollicitation. Généralement, le renfort fibreux se présente sous différentes formes géométriques dont les principales :

- Fibres longues tissées (Tissu) se présentent principalement sous trois formes de base : Toile, Satin et Sergé.
- Fibres longues non tissées se présentent sous deux formes d'armure: le haut module et l'unidirectionnel.
- Fibres courtes aléatoires, généralement destinées à la fabrication des mats à fibres courtes ou à fibres longues.

La Figure I.4 présente les différentes formes des armures tissées.

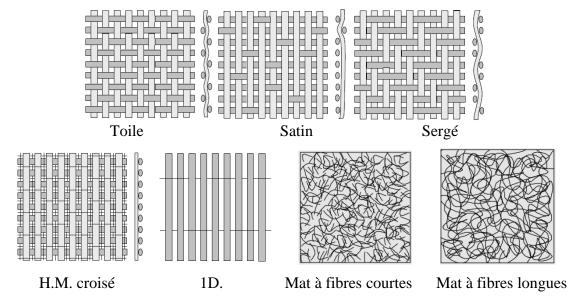


Figure I- 4 : Différentes formes de renforts fibreux.

I. 4. Procédés de mise en forme :

Le choix de l'un ou l'autre des procédés de mise en forme des composites dépend de plusieurs facteurs :

- Type de matrice;
- Forme du renfort;
- Taille et géométrie de la pièce;
- Nombre de pièces à produire;
- Qualité attendu etc.

I. 4. 1. Classification des procédés :

Selon la nature des matières premières, les procédés de mise en forme peuvent être classés en deux grandes catégories

<u>Procédés en moule ouvert</u>: Dans ce cas, la résine est en contact avec l'air ambiant. Ces procédés sont caractérisés par l'émission des taux élevés de composants organiques volatiles comme le styrène [Nico14]. On peut citer dans cette catégorie les techniques suivantes:

- Moulage au contact
- Moulage par projection simultanée
- Moulage par enroulement filamentaire

<u>Procédés en moule fermé</u>: à l'opposé de la technique précédente, la résine s'infiltre à moule fermé et étanche. La fermeture est assurée soit par : bâches à vide, contre-moules souples ou contre-moules rigides. Le moule reste étanche de l'introduction de la matrice jusqu'à la solidification de la pièce.

Les principaux procédés en moule fermé sont :

- Pultrusion;
- RTM (Resin Transfert Molding);
- SMC (Sheet Molding Compound);
- BMC (Bulk Molding Compound).

Dans ce qui suit, on s'intéresse uniquement au procédé de moulage au contact.

I. 4. 2. Moulage au contact (hand lay-up):

Le moulage au contact est plutôt commode pour la réalisation des pièces simples en petites séries même de très grandes dimensions.

Le procédé de moulage au contact en moule ouvert est peu couteux. Il ne nécessite que peu d'investissements en matériels et en outillages. Cependant, on mentionne certains inconvénients tels que la faible cadence et une main d'œuvre qualifiée. Notons aussi que le de taux de renfort demeure faible avec une répartition irrégulière des épaisseurs. Une bonne imprégnation des fibres et l'élimination des bulles d'air sont relativement délicats.

Chaque procédé de mise en œuvre possède ses propres avantages et peut s'adapter à des situations particulières. Néanmoins le moulage au contact est le moins couteux. A titre de comparaison, la Figure 1-5 présente un classement des différents procédés de fabrication.

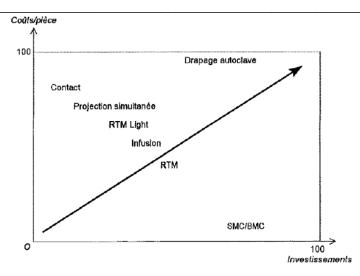


Figure I- 5 : Comparaison des procédés de fabrication des composites selon les coûts d'investissement [**Miha11**].

Ce procédé consiste à imprégner les couches de renfort sous forme de mats ou de tissus avec une matrice appropriée dans un moule ouvert. Les étapes essentielles du procédé sont :

- Déposition d'un agent démoulant sur les surfaces de moule;
- Imprégnation du renfort dans la résine ;
- Empilement successif des couches;
- Débullage des inclusions d'air ;
- Polymérisation de la résine.

L'application d'une pression pendant la polymérisation de la résine et/où l'aspiration de l'air s'avère parfois indispensable. Cette opération favorise l'augmentation de la fraction volumique des fibres.

I. 5. Fibres végétales

Les fibres végétales sont des structures biologiques sous forme d'expansion cellulaire filiforme. D'un point de vue microscopique, une fibre végétale peut être assimilée à un matériau composite, dont la matrice, principalement constituée d'hémicellulose et de lignine, est renforcée de micro-fibrilles de cellulose. Ces trois polymères sont les constituants essentiels des fibres végétales et sont complétés par la présence de pectines et de protéines.

Les fibres végétales sont constituées de faisceaux de fibres élémentaires. La structure détaillée des fibres unitaires révèle deux parois principales dont la seconde peut

être subdivisée en trois couches (S1, S2, S3). La figure I-6 présente la structure des fibres végétales.

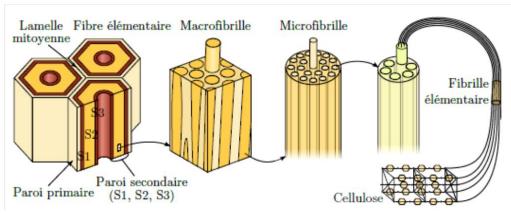


Figure I- 5 : Structure des fibres végétales [Rega13]

Chacune des fibres unitaires est reliée par une fine couche de pectine amorphe appelée lamelle mitoyenne. La paroi primaire, plutôt pauvre en cellulose et riche en pectine, est constituée de micro-fibrilles qui forment un maillage très élastique permettant de s'adapter à la croissance de la cellule. La paroi secondaire, procure à la fibre une grande partie de ses propriétés mécaniques [Rega13]. Cette couche est constituée de fibrilles de cellulose qui sont orientées en hélice suivant un angle nommé angle micro-fibrillaire (Figure I-7).

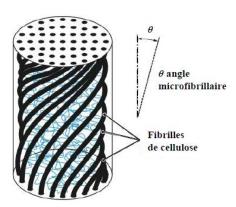


Figure I- 6: Disposition des fibrilles de cellulose dans une fibre végétale [Said15]

Dans une fibre végétale, les propriétés physiques sont principalement déterminées par la composition chimique et physique, la structure, le pourcentage de cellulose, l'angle micro-fibrillaire, la section et le degré de polymérisation.

I. 5. 1. Composition de quelques fibres végétales :

Une grande variété de fibres végétales peut être utilisée pour le renforcement ou comme charges. Les fibres végétales peuvent être issues de différentes parties de la plante : fibres libériennes (extraites de la tige), fibres de feuille, de graine, de poile ou de fruit etc. Le tableau. I-1 rassemble la composition de certaines fibres végétales.

	Fibres	(%)	(%) Lignine	(%)	
		Cellulose		Hémicelluloses	
	Riz	28-36	12-16	23-28	
Eibras da paillas	Blé	29-35	16-21	27(26-32)	
Fibres de pailles	Orge	31-34	14-15	(24-29)	
	Avoine	31-37	16-19	(27-38)	
	Maïs	38-40	7-21	28	
Fibres d'herbes	Alfa (Esparto)	33-38	17-19	27-32	
	Sabai	22	23,9	24	
	Fibres de roseaux	44,75	22,8	20	
<u>Fibres</u>	Lin	43-47	21-23	16(24-26)	
<u>périlibériennes</u>	Kenaf	31-39	15-19	19(22-23)	
	Jute	45-53	21-26	15(18-21)	
	Chanvre		3,7–13	14–22,4	
	Ramie	68,6–91	0,6–0,7	5–16,7	
	Coco	36-43	41-45	0,15-0,25	
Fibres de feuilles	Abaca (Manila)	60,8	8,8	20(15-17)	
	Sisal (agave)	43-56	7-9	12(21-24)	
	Henequen	77,6	13,1	4–8	
Ananas		70-82	5-12	18	
	Banane	60-65	5-10	6-8	
Fibres de graines	Linters de coton	80-85	-	1-3	

Tableau I-1: Composition chimique de quelques fibres végétales [Mouh08]

I. 5. 2. Propriétés des fibres végétales :

Les propriétés mécaniques et physiques dépendent de la nature et les compositions chimiques des fibres végétales. Le tableau I-2 rassemble les caractéristiques de certaines fibres végétales couramment utilisées comme renfort des composites.

Fibre	ρ (g/cm ³)	φ (μm)	ε max (%)	σR (mpa)	E (gpa)	Taux d'absorption
						d'humidité (%)
Cotton	1.5-1.6	12-25	3.0-10.0	287–597	5.5–12.6	8-25
Jute	1.3-1.46	5-25	1.5-1.8	393-800	10-30	12
Lin	1.4-1.5	12-30	1.2-3.2	345-1500	27.6-80	7
Chanvre	1.48	16-50	1.6	550-900	70	8
Ramie	1.5	-	2.0-3.8	220-938	44-128	12-17
Sisal	1.33-1.5	110-400	2.0-14	400-700	9.0-38.0	11
Coco	1.25	-	15.0-30.0	175-220	4.0-6.0	10
Bois tendre	1.5	-50-250	-	1000	40.0	-
Banane	-	50-280	1.8-3.5	-	7-22	-
Abaca	-	-	2.1-2.4	980	-	-

Tableau I-2: Propriétés de quelques fibres végétales [Mouh08]

I. 5. 3. Paramètres influençant les propriétés des fibres végétales

De nombreux paramètres peuvent influencer les propriétés physico-mécaniques des fibres végétales. Les conditions climatiques et de culturation (température, pluviométrie, saison de récolte, maturité etc.), influencent ces paramètres tels que :

- Taux d'humidité contenu dans les fibres;
- Composition chimique des fibres;
- Taux de zones en celluloses cristallines et amorphes;
- Variations géométriques des fibres (longueurs et diamètres).

Notons qu'une attention particulière doit être prise lors des essais mécaniques dont on cite:

- Température d'essai;
- Dimensions des jauges (longueur et diamètres des fibres testées);
- Vitesse de sollicitation.

Ces paramètres ont fait l'objet de nombreuses recherches. La plupart de ces travaux sont faites sur les fibres largement utilisées dans les composites à matrice organiques (lin, sisal, et chanvre). Les fibres de Jute et d'Alfa feront une bonne partie de notre travail

Le module d'élasticité et la contrainte à la rupture des fibres de lin diminuent avec l'accroissement du diamètre des fibres et de la vitesse de sollicitation [Char07]. Thuault a également montré que les propriétés mécaniques des fibres (E et σ_R) diminuent avec l'élévation de la température et la vitesse de l'essai [Thua11]. Par contre, un taux d'humidité relative plus élevé favorise mieux l'allongement à la rupture (ϵ). En outre, le cumul de la température élevée s'ajoutant à une pluviométrie abondante peut améliorer

les performances mécaniques du lin. Roudier et al **[Roud12]** ont trouvé que le taux d'humidité plus élevé réduit le module de Young et la résistance des fibres de lin.

La température d'essai a un effet néfaste sur le comportement des fibres. Son élévation provoque la chute du module d'Young et la résistance des fibres à la traction [Plac12]. Notons qu'il y a une relation inverse entre le taux d'humidité et les propriétés mécaniques de la fibre de chanvre [Plac12, Hoth08]. Le diamètre de fibres affecte également de manière significative la contrainte à rupture et le module de Young. Plus le diamètre des fibres est grand, plus les propriétés diminueront [Muna07, Duva11]. Pickering et al. [Pick07] ont mis en évidence l'existence de durée de croissance (maturité) optimale pour les performances mécaniques des fibres de chanvre Jute et Alfa

L'influence des différents paramètres sur le comportement des fibres de Jute a fait l'objet de plusieurs travaux de recherche. Mukherjee et al [Mukh86] ont suivi la morphologie de la fibre de jute à divers stades de croissance. Au premier stade, il y a formation incomplète de la lamelle médiane dans la paroi cellulaire. Davantage, les faisceaux parallèles de fibrilles sont orientés de manière hélicoïdale par rapport à l'axe de la fibre. L'angle de l'hélice diminue progressivement avec la croissance. Au bout de 35 jours, les fibrilles s'étendent parallèlement à l'axe des fibres.

D'après Rowell et Stout [Rowe98], la composition chimique des fibres de jute à différentes périodes de croissance est motionnée dans le tableau I-3:

	Stades de croissance				
Constituant	Pré-bourgeon	Bourgeon	Fleur	Cossette	Cosse
Cellulose α	58.3	57.6	59.4	58.7	59.1
Holocellulose	86.8	87.8	87.3	87.1	86.8
Xylène	15.5	14.8	14.4	13.7	13.9
Lignine	12.1	12.7	12.4	12.0	12.0
Cendre	0.57	0.53	0.47	0.67	0.47
Longueur (cm)	201.2	277.4	283.5	292.6	326

Tableau I- 3 : Changement de la composition chimique de Jute à différents stades de croissance [Rowe98].

Cichocki et al **[Cick02]** ont conclu que le module d'élasticité, la résistance à la rupture en traction et le coefficient de poisson diminuent avec l'élévation de la température. On note aussi que les propriétés en traction des fibres de jute sont

proportionnelles à leurs sections transversales, et aux longueurs de jauges [Doan06, Fide13, Saha10].

De nombreuses études sont faites sur les effets des modifications de surface de la fibre sur ces propriétés et celles de l'interface fibre/matrice [Saha10, Moha00, Kuma06, Seve12]. Les traitements de surface destinés à l'amélioration de l'interface de la fibre de Jute affectent fortement les propriétés mécaniques.

Au cours de ces dernières années, la fibre Alfa a attiré l'attention de plusieurs chercheurs. Les caractéristiques de cette fibre permettent son utilisation pour la production des matériaux composites. S. Hattalli [hatt02] a déterminé la composition chimique de l'herbe alfa. Il montre qu'elle contienne une proportion de cellulose >45%. La fibre Alfa a une limite élastique d'environ 250mpa avec un module d'élasticité de 20gpa [Paiv07]. Pour un composite stratifié à 4 plis (1D, Vf 45%) de fibres d'Alfa/Polyester. Les propriétés mécaniques spécifiques sont similaires à ceux du composite verre/polyester (Tableau I-4). Ces résultats leur permettre de conclure qu'il est possible de substituer des pièces structurales fabriquées avec des fibres de verre par celles des fibres Alfa.

Propriétés spécifiques	Alfa-Polyester	Fibre de verre E-Polyester	
Module de Young longitudinale E _L (GPa)	9	13	
Module de Young transversale Young E_T (GPa)	3.6	3.5	
Module de cisaillement Gx (MPa)	1780	1400	
Coefficient de poisson v_x	0.362	0.353	
Contrainte à la rupture longitudinale σ_L (mpa)	108	460	
Contrainte à la rupture ytansversale σ_T (mpa)	13	13	

Tableau I-4: Comparaison des propriétés mécaniques spécifiques en traction des composites Alfa / Polyester et fibres de verre / Polyester [Benb07].

D'autres études sont menées sur l'influence des traitements chimiques par (acétylation, anhydride maléique, acide acrylique et silane). Ces traitements (en particulier par silane) mènent à la réduction de l'absorption d'humidité et améliorent l'adhésion entre la fibre Alfa et la résine de polyester [Bess07, Bess09].

Après une succession de traitements adéquats (mécanique et chimiques), Dallel a conçu pour la première fois, des fils de cellulose à base de fibres d'Alfa (jusqu'à 90%) [Dall13]. Donc ça fait une nouvelle débauche pour cette source abondante et renouvelable.

I. 5. 4. Aspects statistiques des propriétés mécaniques

Les propriétés mécaniques des fibres végétales présentent des dispersions très importantes. Cette forte dispersion est attribuée à la géométrie de la fibre et sa composition. À titre d'exemple: l'erreur induite lors du calcul de l'aire de la section se répercute sur la résistance ultime en traction et le module d'Young [Ilcz13]. Sur la figure I-8 on donne un exemple de courbes de traction des fibres Alfa. Il apparaît clairement que les contraintes à la rupture présentent une importante dispersion. Cette importante dispersion des valeurs ne peut être évaluée par une valeur moyenne d'où la nécessité d'une étude statistique.

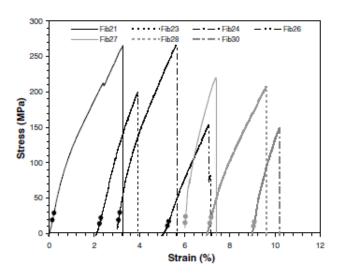


Figure I-7: Courbes de traction des fibres Alfa [**Paiv07**].

I. 5. 5. 1. Coefficients de variation (COV)

Le coefficient de variation (COV) est une mesure relative de dispersion des données autour de la moyenne. C'est le rapport entre l'écart type d'une population (s) et sa valeur moyenne (\bar{x}) , et s'exprime en pourcentage. Il permet de comparer le degré de variation d'un échantillon à un autre, même si leurs moyennes sont différentes

$$COV = \frac{s}{\bar{x}} \times 100\% \tag{I-1}$$

Virk et al [Virk10] ont testé en traction 785 fibres de Jute. Ils ont utilisé le diamètre apparent pour le calcul de la section transversale de la fibre (supposé circulaire). Ils ont mesuré les COV sur la déformation maximale (ϵ) et la contrainte ultime (σ) pour différentes longueurs de fibres (Figure I-9). Les COV pour la déformation (ϵ) sont constamment inférieurs à ceux de la contrainte à la rupture (σ). Cette dernière est dépendante de la précision de mesure des sections des fibres.

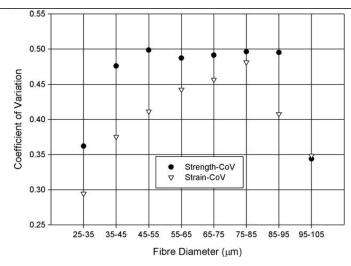


Figure I- 8 : COV pour la contranite et la déformation à la rupture en fonction du diamètre de la fibre [Virk10].

I. 5. 5. 2. Lois de distribution

Dans le cas des fibres naturelles, généralement de nature fragile, le modèle de Weibull est le plus utilisé. Weibull suppose une répartition aléatoire des défauts dans le volume des échantillons de mêmes propriétés.

Doan et al [Doan06] ont utilisé la distribution de Weibull pour intégrer l'effet de la longueur de jauge sur la distribution de la résistance des fibres de Jute. Les résultats montrent que cette loi s'accorde bien avec les données expérimentales (figure I-10). L'analyse statistique des données expérimentales montre un bon ajustement avec la distribution uni-modale de Weibull pour quatre longueurs différentes de jauges. En occurrence, d'autres études montrent que la résistance des fibres de Diss et de lin suit plutôt des distributions multimodales [Bour14].

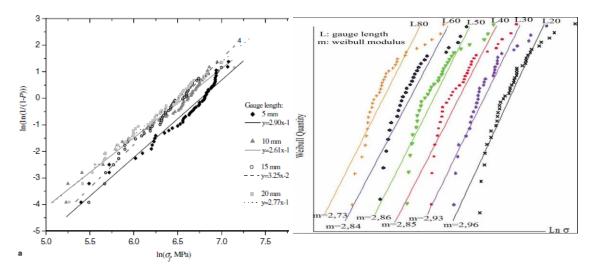


Figure I- 9 :Courbe de distribution de Weibull (a) des fibres de Jute [**Doan06**], (b) des fibres de Diss pour différentes longueurs de [**Bour14**].

I. 6. Conclusion

L'essentiel de ce chapitre est la présentation des fibres végétales et leur utilisation dans les composites. Différents domaines industriels font appel à ces sources naturelles renouvelables, moins couteuses, souvent abondantes et surtout respectueuses de l'environnement. Cependant leur utilisation nécessite l'étude de leurs propriétés. Plusieurs facteurs peuvent améliorer ou dégrader ces propriétés. La littérature était assez étendue sur ce sujet.

En effet, les fibres végétales sont variées et se caractérisent par une grande richesse d'usage. Pour certaines applications spécifiques, elles représentent des matériaux dotés de performances techniques parfois supérieures à celles des matériaux traditionnels

A l'échelle industriel, les fibres de chanvre et de lin sont les plus utilisés en écocomposites. Un aperçu sur certains travaux sur les caractéristiques et les propriétés de ces fibres sont présentés. Nous avons résumé les différents travaux réalisés sur les fibres de Jute et d'Alfa.

Chapitre II: Rupture des composites stratifiés

II. 1. Introduction:

Dans les composites, l'initiation de fissure se produit généralement bien avant son observation à l'échelle macroscopique. Lors de la propagation, les mécanismes d'endommagements de nature souvent complexes s'opèrent de manière simultanée. Dans ce qui suit, nous allons présenter les différents mécanismes d'endommagement qui peuvent se développer au sein d'un stratifié. On s'intéresse plus particulièrement au suivi en temps réel de l'endommagement par l'application de la techniques (EA).

II. 2. Structures composites stratifiées :

Un stratifié est l'empilement successif de plusieurs couches (plis) de renfort imprégné de résine. L'empilement se fait selon des séquences et des orientations bien définies

Les strates unidirectionnels où bidirectionnels se codifie de la même manière. Simplement pour les tissus, le fil de référence est celui de la trame. La codification se fait de la façon suivante [Gorn10]:

- Chaque couche est désignée par l'angle de l'orientation des fibres (fils de référence) par rapport à l'axe de référence x;
- Les couches sont nommées successivement entre crochet en allant de la face inférieure à la face supérieure et séparées par un slash exemple [-45/45/-45/-45/-45];
- Les couches successives de même orientation sont désignées par un indice numérique, par exemple : [0/452/90/-452/0];
- En cas de stratification hybride (différents renforts), il faut préciser par un indice la nature de la couche ;
- En cas de structures symétriques, la codification se fait seulement sur la moitié du stratifié. On ajoute le symbole *s* pour indiquer la symétrie :

[-45/45/-45/-45/45/-45] devient [-45/45/-45]s.

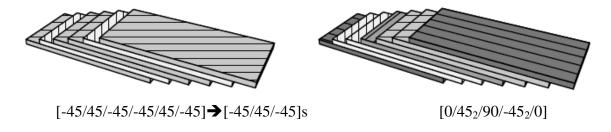


Figure II - 1 : Codification des stratifiés [Gorn10]

II. 3. Mécanismes de rupture dans les stratifiés :

Dans un stratifié de différents mécanismes élémentaires d'endommagements peuvent apparaître selon la déformation à la rupture:

- Fissuration de la matrice ;
- Décohésion fibre matrice;
- Rupture et extraction des fibres.
- Délaminage;

Les différents mécanismes d'endommagement opèrent simultanément et se développent selon la nature des constituants, les séquences d'empilement et le mode de sollicitation mécanique. La figure II-2 illustre les différents mécanises de rupture qui peuvent exister au sein d'un stratifié à fibres longues.

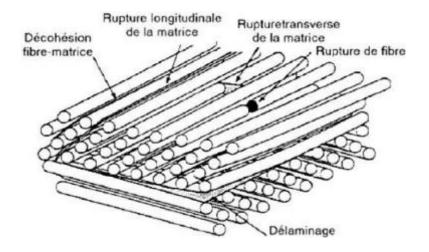


Figure II - 2 : Mécanismes de rupture dans un stratifié [Bert92].

II. 3. 1. Fissuration matricielle:

Dans le cas des matrices fragiles, les fissures s'initient dans la matrice en premier lieu ($\varepsilon_m^r < \varepsilon_f^r$). La fissuration de la matrice se produit, soit par fissuration transverse ou longitudinale. Selon la nature de l'interface fibre-matrice, on assiste à une décohésion entre les fibres et la matrice ou au cisaillement de la matrice (τ_c). Cette dernière aura lieu losque la contrainte de décohésion est supperieure à (τ_c) [Osma88].

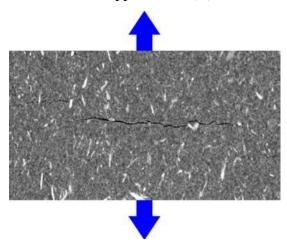


Figure II - 3 : Images en tomographie aux rayons X de fissuration transverse de la matrice d'échantillons PP/ Chanvre [Gehr13].

II. 3. 2. Décohésion fibre matrice :

La fissuration de la matrice est accompagnée d'une redistibution des contraintes en faisant intervenir les frottements à l'interface fibre/matrice [Roub05]. On assiste à une perte d'énergie, nécessaire à la création de nouvelles microfissures dans l'interface. Ce mécanisme de fissuration dépend fortement de la nature de l'interface fibre /matrice. Cette caractéristique peut être controlée par de différents traitements adéquates de la fibre ou même par l'addition d'agents de couplages. Lakshmanan et al [Laks16] ont montré que le traitement alcalin du tissu (toile) de Jute améliore sa compatibilité avec la résine polyester (Figure II- 4). Par conséquent, il y a une nette amélioration des propriétés mécaniques des composites (en traction, en flexion, et cisaillement interlaminaire du composite à renfort traité). Ces propriétés sont supérieures àcelles du composite à base de jute non traité.

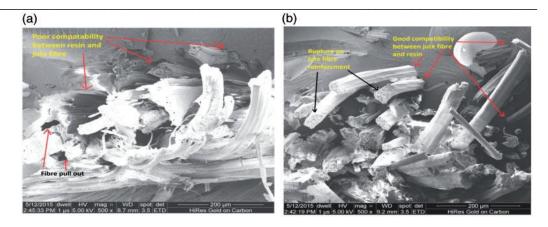


Figure II - 4 : Micrographies des faciès de rupture d'un composite polyester renforcé (a) par un tissu de jute non traité, (b) par un tissu de jute traité par 1% de NaOH [Laks16].

Une contrainte de cisaillement interfaciale faible favorise le processus de décohésion. Dans le cas contraire (cas lié), le comportement du matériau se traduit par une rupture brutale. Tandis que pour une contrainte intermédiaire, la rupture du composite est de type semi controlé [Grue04]. À ce stade la charge est transmise au fibres et au torons du renfort (fissuration inter-toron).

II. 3. 3. Rupture des fibres :

Après la fissuration matricielle, si la contrainte de rupture des torons est atteinte, on assiste à la rupture de ces derniers. La rupture des fibres et des torons aura lieu de part et d'autre de fissure principale. Les longueurs déchaussées (lc) sont controlées par la distribution des défauts les plus sévères. Si le module de Weibull des fibres est grand, toutes les fibres se rompent au meme endroit et les longueurs déchaussées sont relativement faibes.

II. 3. 4. Délaminage

C'est la décohésion entre les couches qui apparaît sur le bord libre et à l'intérieur du strate. Il se produit principalement dans les stratifiés à empilement de plis croisés du au fait de la différence de module entre les couches [Bert03]. A cause des contraintes inter-laminaires élevées près des bords, le délaminage s'amorce généralement à cet endroit, puis progresse entre les couches. Dans de nombreuses situations (notamment lors d'un impact) la fissuration matricielle et le délaminage sont des phénomènes fortement couplés. La Figure II- 5 présente des micrographies MEB des faciès de rupture de composite hybride (tissu de jute/Mat de fibres de verre/résine époxy) à différents essais mécaniques. On note la présence du délaminage lors de la flexion et de l'impact, en outre en traction ce mécanisme n'a pas apparu [Rafi16].

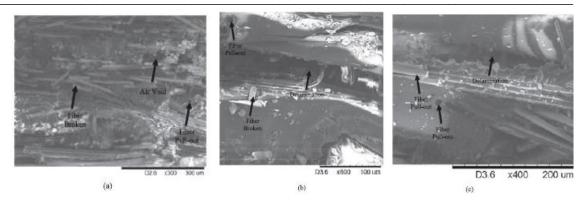


Figure II - 5 : Pull-out des fibres, rupture des fibres et délaminage dans la surface de rupture après (a) rupture en traction (b) rupture en flexion (c) rupture par'impact

II. 4. Influence de la direction de sollicitation sur les modes de rupture :

Selon le type de composite et le mode de sollicitation, notamment la direction de sollicitation par rapport à la direction des renforts, certains mécanismes d'endommagement peuvent être favorisés.

- O En traction dans l'axe des fibres, trois modes de rupture interviennent : microfissuration de la matrice et se développe ensuite perpendiculairement aux fibres avec décohésion aux interfaces. Des zones de concentration de contraintes se forment aux interfaces et provoquent la rupture de fibres qui conduisent à la rupture finale du matériau.
- o En traction perpendiculaire aux fibres, la matrice et les interfaces sont les seules sollicitées. Des microfissures se développent au niveau des défauts. La qualité d'adhésion des interfaces fibre/matrice détermine le type de microfissures qui se propagera et mène à la rupture du matériau.
- En traction à 45° par rapport à l'axe des fibres, l'endommagement inter facial est favorisé par cisaillement.
- o En traction déviée par rapport à l'axe des fibres, la matrice, les fibres et les interfaces sont toujours sollicités et peuvent s'endommager. La répartition entre les différents mécanismes d'endommagement varie en fonction de l'inclinaison des fibres par rapport à la direction de sollicitation.

II. 5. Méthode d'évaluation des endommagements :

Le contrôle et le suivi des mécanismes d'endommagement au cours du chargement d'un composite est primordial pour une éventuelle utilisation. L'endommagement est souvent étudié par de différentes techniques. Ces dernières visent à caractériser les défauts et les mécanismes d'une manière ponctuelle ou par un suivi au cours d'essais. Nous pouvons distinguer deux catégories de techniques :

<u>Méthodes de contrôle discret</u> : qui permettent de déterminer l'état d'une structure à un moment précis. Cette catégorie comprend notamment les méthodes de contrôles non destructif (CND). Ces méthodes fournissent des informations très précieuses. Parmi les méthodes les plus couramment employées on cite : l'ultrason, la thermographie infrarouge active et la radiographie et la tomographie à rayons X

<u>Méthodes de suivi en continu:</u> contrairement aux méthodes discrètes, ces méthodes permettent de suivre le comportement d'une structure sollicitée. Elles sont utilisées pour les pièces en service. L'excitation de la pièce et les perturbations induites permettent son contrôle. Ces méthodes et techniques permettent le suivi de l'endommagement et l'évolution des caractéristiques du matériau en temps réel, sans perturber la sollicitation ou le matériau. Dans cette catégorie on peut citer :

L'émission acoustique (EA),

La corrélation digitale d'images (CDI),

La thermographie infrarouge passive (TI).

Dans le cadre de notre étude, nous nous intéressons particulièrement à l'émission acoustique.

II. 5. 1. Technique d'émission acoustique (EA) :

La technique de l'émission acoustique consiste à détecter des ondes élastiques transitoires générées par tout événement dans le matériau. Ces ondes transitoires préviennent de différents mécanismes : déformation plastique, fissuration, transformations de phase, mouvements des fluides, rupture de fibres, fissuration de la matrice ...etc. Les ondes sont décelées par des capteurs piézo-électriques. Ils sont couplés en surface de l'échantillon à contrôler avec un couplant (ex. Graisse silicone). Deux types de capteurs sont utilisés en EA : Les capteurs large bande modifient peu la forme réelle du signal, mais en revanche, ils ont une faible sensibilité. Les capteurs résonnant ont une bande de fréquence moins large. Cette caractéristique entraîne une modification de l'allure des

signaux ainsi que leur contenu fréquentiel [Nech04]. Cependant, le choix du capteur est adapté en fonction du type de la source à étudier, des caractéristiques environnementales, de la sensibilité, et en fonction du filtrage fréquentiel induit par la propagation dans le matériau. La technique de l'émission acoustique permet de détecter des endommagements en temps réel. La figure II-6 montre un montage typique d'acquisition d'émission acoustique.

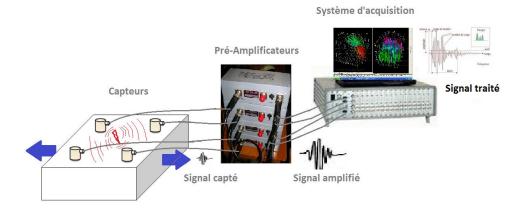


Figure II - 6: Montage d'acquisition d'émission acoustique

À la sortie des capteurs, les niveaux des signaux sont très faibles. Il est alors nécessaire d'amplifier, de filtrer éventuellement en fréquence (filtre passe bande) et de conditionner le signal (adaptation d'impédance pour le transport du signal). C'est le rôle du préamplificateur . Ce dernier permet la gestion de la configuration du système (paramètres d'acquisition, visuels type graphiques, de localisation), mais également l'analyse par extraction des caractéristiques EA lorsque la salve est numérisée.

La localisation de la source d'EA dans un matériau s'effectue en utilisant plusieurs capteurs (au moins deux). Elle a pour but de déterminer les coordonnées des zones où s'est produit l'événement acoustique. La mesure des différents temps d'arrivée des salves détectées par plusieurs capteurs, permet de localiser la source d'EA selon des algorithmes bien connus de triangulation en deux dimensions ou trois dimensions

II. 5. 1. 1. Paramètres de l'émission acoustique

Les signaux successifs d'EA enregistrés lors des différentes expériences sont appelés salves. Chaque salve est liée à un événement d'endommagement dans le matériau. L'amplitude de la salve doit dépasser un seuil de déclenchement défini par l'opérateur. Le seuil d'acquisition doit dépasser le bruit du fond tout en conservant le maximum d'information provenant du système étudié. Les principaux paramètres (descripteurs) qui peuvent être extraits du signal d'émission acoustique sont :

Le nombre de coups (*Counts*) : correspond au nombre de fois où l'amplitude dépasse le seuil fixé.

L'amplitude : le niveau maximal atteint par la salve. Elle s'exprime en décibels [db] ;

La durée (*Duration*) correspond au temps écoulé entre le premier et le dernier dépassement de seuil [µs];

Le temps de montée (*Rise Time*) : est associé au temps compris entre le déclenchement de la salve et le coup de la plus grande amplitude [µs];

La fréquence moyenne : nombre de coups d'une salve divisé par sa durée [khz];

Le nombre de coups au pic (count to peak) : le nombre de coups compris entre le déclenchement et le coup de plus forte amplitude ;

L'énergie absolue : elle représente l'intégrale du signal au carré sur la durée de la salve. Cette intégrale est exprimée par :

$$E(T) = \int_{T} |A|^2 dt \quad [aj]$$
 (II-1)

NB: $1aj = 10^{-18}J$.

La figure II- 7 rassemble les différents descripteurs d'une salve.

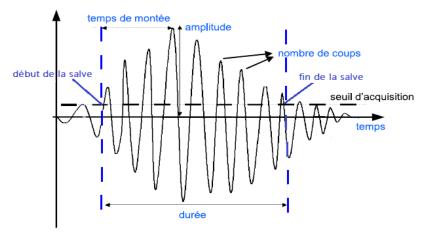


Figure II - 7: Représentation d'une salve d'ea

II. 5. 1. 2. Identification des endommagements :

De nombreuses études ont montré que les mécanismes sources d'ea intervenants lors d'une sollicitation mécanique peuvent être identifiés en utilisant un ou plusieurs paramètres temporels extraits des salves enregistrés. La plupart des études portent sur l'amplitude des signaux acoustiques. Ils affirment que la rupture des fibres, quelque soit leurs nature, génère de haute amplitudes. L'endommagement de la matrice engendre des signaux plus faibles. Par contre l'extraction des fibres génère des salves d'amplitudes intermédiaires [Carm09].

Le tableau I-1 récapitule une synthèse des intervalles d'amplitudes associées aux différents mécanismes d'endommagements pour de différents types de composites sous de différents modes de sollicitation.

Auteurs	Composites	Structure du	Fissurations	Décohésion	Délaminage	Rupture
	fibre/matrice	renfort	matricielles			fibre
Benzeggagh et al	Verre/ PP	Fibres courtes	40-55db	60-65db	-	85-95db
[Benz92]						
Ceysson [Ceys96]	S-UD Verre/	Fibres longues	50 db	-	62db	-
	Polyester					
Kim et Lee [Kim	S-UD Carbone	Fibres longues	40-70db	-	-	60-100db
97]	/Polymère					
Kotsikos et al	S-UD Verre/	Fibres longues	40-55db	55-70db	-	>80db
[Kots99]	Polyester					
Laksimi et al	UD Verre/	Fibres longues	33-45db	58-67 db	-	85-100 db
[Laks99]	Polypropylène					
Elouaer et al	Chanvre et	Mats	40-60db	60-65db	_	85-95db
[Elou11, Elou09]	chènevotte/					
, ,	polypropylène					
De Rosa et al	S hybride : Jute/	Tissus	40-60db	60-70db	70-80db	>80db
[Dero09]	Verre/Époxy					
El Mahi et al	UD Lin/ Époxy	Fibres longues	42-60db	60-70db	-	>70db
[Elma10]						
Aslan [Asla13]	Lin/LPET		40-50db	45-60db		80-96db
Bravo et al	Bois de bouleau/		35-55db	55-85db		
[Brav13]	PE					

S: Stratifié et UD: unidirectionnel.

Tableau II- 1: Amplitudes acoustiques des différents mécanismes d'endommagements des composites.

La figure II-8 présente un modèle de distribution des amplitudes en corrélation avec l'endommagement [Benm04].

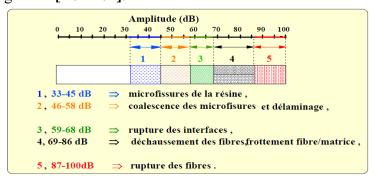


Figure II - 8 : Modèle de distribution des amplitudes en corrélation avec l'endommagement

Les valeurs des zones d'amplitudes varient avec 1 es modes d'endommagements. D'autant plus, on souligne l'existence d'une certaine interférence entre les différentes gammes d'amplitude. Pour la distinction entre ces différentes gammes, des analyses simultanées de plusieurs paramètres de l'émission acoustique sont envisagées.

Huguet et Godin [Hugu02a, Godi05] ont procédé à une analyse conventionnelle simultanée de plusieurs paramètres d'EA. Cette étude est menée sur des échantillons modèles de composites unidirectionnels verre/polyester et verre/époxy. Les échantillons modèles (résine seule, UD 45° et 90°, mono-filamentaire 0° et des stratifiés à plis croisés) ont pour but de favoriser un ou certains mécanismes au détriment des autres. Ces essais ont permis d'identifier quatre types de signaux dénommés signaux de type A, B, C et D respectivement. Les principales caractéristiques de ces derniers sont regroupés dans le tableau II-2.

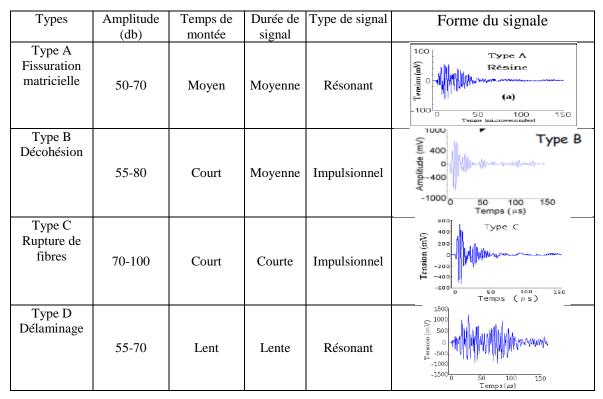


Tableau II-2: Caractéristiques des types de signaux A, B, C et D [Hugu02b].

Notons qu'à partir des différents descripteurs il est possible de faire différents types d'analyses [Benm03, Dero09, Nech13].:

- Analyse temporelle : permet d'étudier l'évolution des descripteurs dans le temps,
- Analyse statistique : permet de séparer les mécanismes sources d'EA en traçant les courbes de distribution cumulée des salves en fonction d'un descripteur,
- Analyse de corrélation : consiste à tracer un descripteur en fonction d'un autre et de déterminer différents groupes de signaux,
- Analyse multi-variables : permet de ranger les signaux acoustiques dont les caractéristiques sont similaires pour déterminer des groupes de signaux.

II. 6. Conclusion

Ce second chapitre présente la complexité et l'évolution des mécanismes d'endommagements qui coexistent dans un composite stratifié soumis à une sollicitation mécanique. Pour contrôler et étudier ces endommagements, différentes techniques sont développées : soit par faire un contrôle discret des structures, soit par l'étude de l'apparition et l'évolution des modes d'endommagement. Dans cette dernière catégorie, nous intéressons particulièrement, à l'émission acoustique et la corrélation digitale d'image. Les travaux répertoriés dans cette revue bibliographique montrent les opportunités de la technique d'EA dans la caractérisation des endommagements des structures composites. L'identification des ces mécanismes d'endommagement se fait selon différentes études (temporelles, fréquentielles, temps/fréquence..) Des signaux acoustiques en utilisant certaines méthodes statistiques d'analyse.

Chapitre III : Procédure expérimentales

Ce chapitre a pour but de présenter les matériaux utilisés dans notre étude. Il est divisé en deux parties. La 1^{ere} partie est dédiée à l'étude des substances végétales : la fibre Alfa, le fil et le tissu de Jute. Ces deux derniers sont caractérisés mécaniquement du fait qu'ils sont introduits dans les composites Jute/Polyester. La fibre Alfa à fait l'objet d'une étude plus approfondie (mécanique, chimique, physique, etc.). La 2^{eme} partie sera consacrée à l'étude des matériaux composites Jute/Polyester. Les constituants de base, les architectures des renforts, les composites et les procédés de mise en œuvre sont détaillés.

III. 1. Caractérisations des matières végétales :

III. 1. 1. Caractérisations physico-chimiques des fibres Alfa:

III. 1. 1. 1. Traitement alcalin:

Les fibres sont immergées dans une solution alcaline à 5 % de NaOH et maintenues dans une étuve à la température de 30°C. Les temps de traitement sont 2h, 4h, 6h, 8h, 16h, 24h, 48h et 72h. L'élimination de l'excès de la soude adsorbée sur la surface de la fibre nécessite un rinçage avec de l'eau douce. Pour la neutralisation du NaOH, les fibres sont rincées avec de l'acide acétique dilué puis avec de l'eau distillée. Enfin les fibres sont séchées à la température ambiante pendant 48 h puis étuvées à 100° C pendant 6 h.

III. 1. 1. 2. Détermination de la composition des fibres :

Pour déterminer les taux des constituants des fibres Alfa, nous avons utilisé différents protocoles de dosage chimique (Annexe 1):

- Taux de la matière sèche, minérale et organique [Tapp93];
- Taux des constituants extractibles [Tapp88];
- Taux de lignine [ASTM84];
- La méthode de VAN SOEST et WNE, est appliquée pour la détermination des taux de la cellulose et de l'hémicellulose [Thiè95].
- La composition minéralogique est déterminée par la fluorescence X.

III. 1. 1. 3. Taux d'absorption d'humidité par la fibre Alfa:

Dans le but de déterminer le taux de reprise d'humidité on a utilisé la méthode de Wilson. Donc, la masse d'un échantillon de 5g (w_1) de fibres brutes est pesée à plusieurs intervalles réguliers (w_2). L'échantillon est préalablement séché pendant 24 heures dans une étuve, à la température de 105° C [NF V03 903]. Les pesées sont faites à température

et pression ambiante et à un taux d'humidité constant de 90%. Afin d'assurer le taux de 90% d'humidité, l'échantillon est placé dans une enceinte fermée à 25°C contenant une solution d'acide sulfurique 18,5 % (Wilson) [Thiè05]. La différence de masses permet alors de calculer le pourcentage d'humidité à l'équilibre absorbée à 90% d'humidité relative :

$$T_{AH}$$
 (%) = $\frac{w_2 - w_1}{w_1} \times 100\%$ (III-1)

Avec : w₁ masse de l'échantillon au départ

W₂ masse de l'échantillon après un mois d'exposition dans le milieu humide.

Concernant les fibres traitées à différents temps (2, 4, 6, 8, 16, et 24H), nous avons suivi les même étapes. Les échantillons sont pesés avant (w_1) et après 1 mois d'exposition dans l'atmosphère humide (w_2) .

III. 1. 1. 4. Microscopie électronique à balayage) :

Les échantillons sont préalablement déshydratés (2 à 3 jours, à 100°C), puis métallisés (or, sous plasma d'argon). Les observations sont effectuées à l'aide d'un microscope électronique à balayage JEOL-840.

III. 1. 1. 5. Infrarouge à Transformée de Fourier (IRTF)

L'appareil utilisé est un spectromètre (Perkin Elmer), assisté par un micro ordinateur. Les différents spectres de la transmittance (%) en fonction du nombre d'onde (cm-1) sont obtenus à partir des pastilles d'épaisseur ≈ 1/20 mm et d'un diamètre de 12mm. Les échantillons sont un mélange de Kbr et de fibres finement broyées soit traitées ou non, sous une pression de 10 tonnes.

III. 1. 1. 6. Diffraction des rayons X

L'évolution de la structure cristalline (taux de cristallinité) en fonction du temps de traitement chimique est étudiée par diffraction des rayons X. Les échantillons ont subi un broyage mécanique fin et puis broyées manuellement à sec dans un mortier en céramique et tamisées (< 150 μ m).

Le diffractomètre utilisé est de type "X'PERTPRO-PAN" (P. ANALYTICAL diffractometer). La vitesse de balayage est de 2°/min avec des pas d'enregistrement de 0.02 sec. L'angle de diffraction est pris entre 5 et 75°.

III. 1. 2. Caractérisation mécaniques des fibres Alfa:

III. 1. 2. 1. Traction des fibres :

Pour déterminer les propriétés mécaniques des fibres Alfa, des essais de traction sont réalisés sur des lots de 50 fibres de différentes longueurs (60, 90, 120, 150 et 180 mm). Nous avons fait des talons en polyester aux extrémités des fibres pour éviter le glissement et l'écrasement des fibres (Figure III-1). Pour les fibres traitées pendant différents temps la longueur des jauges est fixées à 90mm.

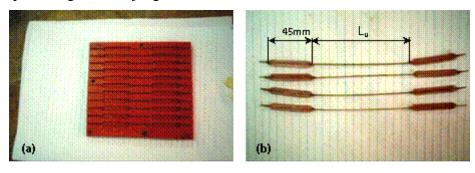


Figure III- 1 : Préparation des éprouvettes de traction. (a) Moule en polyamide, (b) Fibres avec talons.

Pour les essais de traction sur les fibres Alfa, nous avons utilisé une cellule de force de (5KN) et une vitesse de la traverse mobile de 1 mm/min.

III. 1. 2. 2. Détermination de la masse volumique :

La masse volumique des fibres Alfa à été déterminé par la méthode du pycnomètre à eau selon la norme [NF T 51 063 – B]. Cette méthode permet de mesurer la masse volumique des fibres par pesés dans l'eau avec un volume constant. Les masses volumiques des fibres Alfa (brute et traitée) sont calculées comme suit :

$$\rho = \rho_{eau} \, \frac{m_2 - m_1}{m_2 - m_3} \tag{III-2}$$

d'où:

m₁: masse de l'eau

 m_2 : eau + matière

m₃: matière dans l'eau

On a mesuré la masse volumique moyenne de trois échantillons de 2g de matière végétale. Les pesées sont effectuées à l'aide d'une balance de précision (0.0001g).

nous avons:

$$\left.\begin{array}{l}
\rho = m/V \\
\text{et} \\
V = S \times l
\end{array}\right\} \Rightarrow S = m/\rho \times l \times 10^{-2} \tag{III-3}$$

D'où : ρ est la masse volumique des fibres (g/cm³)

V est le volume des fibres (cm³)

M est la masse de la fibre (g);

L est la longueur de la fibre testée (cm)

S est la section de la fibre testée (mm²).

Par conséquent, on peut déduire la contrainte à la rupture de la fibre comme suite :

$$\sigma_R = \frac{P_R}{S} \tag{III-4}$$

III. 1. 2. 3. Analyses statistiques:

Lors des essais de traction (fil de Jute et fibre Alfa) nous avons constaté que la contrainte ultime présente une dispersion relativement importante. Ces dispersions sont évaluées par deux méthodes statistiques :

Le coefficient de variation relative (COV): c'est le rapport entre l'écart type d'une population (s) et sa valeur moyenne (\bar{x}), et s'exprimé en pourcentage. Il permet de comparer le degré de variation d'un échantillon à un autre, même si leurs moyennes sont différentes:

$$COV = \frac{s}{r} \times 100\%$$
 (III-5)

La Distribution de Weibull : La théorie de Weibull est fondée sur la notion du lien le plus faible, qui est directement liée au caractère fragile de la rupture. Lors des essais à la rupture des matériaux fragiles, on observe les constatations suivantes :

- La contrainte ultime est fortement dispersée,
- La contrainte ultime moyenne dépend du volume de matière sollicité. Cela provient du fait que la rupture du matériau est due à la propagation d'un défaut préexistant et que les défauts préexistants présentent des tailles (ou des sévérités) distribuées. La statique de Weibull permet de décrire ce comportement. La rupture d'un matériau fragile est contrôlée par le défaut le plus critique. La probabilité de rupture selon Weibull est:

$$P_R = 1 - P_S = 1 - e^{\left[-L\left(\sigma_f/\sigma_0\right)^m\right]}$$
 (III-6)

D'où : P_S : probabilité de survie

L : longueur de jauge

 σ_f et σ_0 sont respectivement contrainte de rupture de fibre et contrainte seuil.

M: est le module de Weibull.

L'estimateur de probabilité selon la norme [EN 843] est :

$$P_R = \frac{n - 0.5}{N} \tag{III-7}$$

Avec : n c'est le numéro d'ordre de l'éprouvette;

N c'est le nombre total des éprouvettes rompues.

L'équation (III-6) s'écrit aussi comme suite :

$$\operatorname{Ln}\left[\ln\left(\frac{1}{1-P_R}\right)\right] = \ln(L) + m\operatorname{Ln}\left(\sigma_f^R\right) - m\operatorname{Ln}(\sigma_0)$$
 (III-8)

Cette équation permet de déterminer le module de Weibull m.

III. 1. 3. Caractérisation mécanique du tissu de Jute :

Le renfort textile utilisé est un tissu de jute de provenance du complexe Jute E.P.E-Bejaïa destiné à la fabrication de sacs d'emballages. Tissé d'une armure toile dont le fil de trame est doublé, sa masse surfacique est de 430 gr/m² (Figure III-2). La contexture du tissu est déterminée selon la norme [NFG104] (Tableau VI-1).



Figure III- 2 : Toile de Jute utilisée.

La détermination des propriétés mécaniques est indispensable pour l'évaluation de la rigidité du tissu. Ces caractéristiques diffèrent d'une direction à l'autre. De ce fait, les essais de traction uni-axiale sont effectués dans les deux directions orthogonales chaine et trame. Les essais sont réalisés sur cinq éprouvettes de dimensions conformément à la norme [NFG001] (largueur = 50mm, longueur entre mors = 200mm).

Pour éviter le glissement des éprouvettes on rajouté une longueur supplémentaire pour pouvoir faire un pli par couture. Ce pli loge la tige en acier qui assure la fixation de l'éprouvette entre les mâchoires de serrage (Figure III-3). Sur chaque mâchoire on à collé une bande en plastique afin d'éviter l'écrasement de l'éprouvette.



Figure III- 3 : Fixation des éprouvettes de tissu de Jute.

III. 1. 4. Caractérisation mécanique des fils de Jute :

Afin de déterminer le comportement des fils, des essais de traction à la rupture sont réalisés sur des fils extraits du tissu. Pour les deux types de fil on a testé quatre longueurs de 100, 150, 200 et 250 mm. Pour chaque longueur nous avons préparé 25 éprouvettes (N=25). Pour des raisons pratiques, les extrémités des fils sont enroulées plusieurs fois autour du cylindre de fixation avant d'être attachée par un nœud sur une vis de fixation (Figure. III-4).

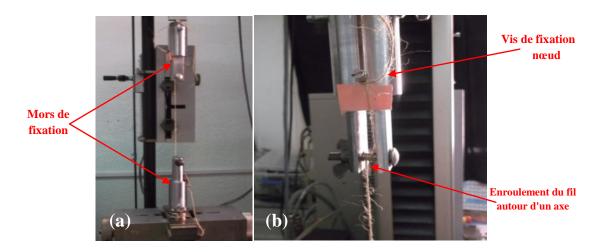


Figure III- 4 : Système de fixation du fil textile de Jute.

Les fils de la toile de Jute sont constitués de écheveaux assemblés par torsion. Cette dernière assure une certaine cohésion entre les filaments et permet d'améliorer la rigidité

du fil. Les fils (chaîne et trame) sont tordus dans le sens "Z". La figue III-5, présente un fil de Jute tordu.

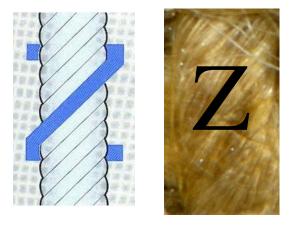


Figure III- 5: Fil de jute tordu.

Le coefficient de torsion du fil K est déterminé selon [NFG07] et s'exprime par :

$$K = T \sqrt{\frac{Titre\ en\ Tex}{1000}}$$
 (III-9)

Avec:

T est la torsion en nombre de tours par mètres obtenue par le torsiomètre,

Titre (tex) est la masse linéique du fil, exprimée par :

$$Titre (Tex) = \frac{M(g)}{L(m)} \times 1000$$
 (III-10)

Où, M est la masse du fil exprimée en gramme et L est la longueur du fil exprimée en mètre.

La contrainte à la rupture spécifique des fils textile (σ s) présente le rapport entre la force à la rupture du fil et sa masse linéique :

$$\sigma_{\rm S} = \frac{P_{\rm R}}{Titre} \tag{III-11}$$

σs s'exprime en Newton par milli tex (N/mtex)

Les essais de traction sont effectués à l'aide d'une machine de traction compression ZWICK/Roell -Z100 dotée d'une cellule de force de 5KN. La vitesse de la traverse mobile est fixée à 2 mm/min.

III. 2. Élaboration des composites:

III. 2. 1. Composites stratifiés Jute/polyester :

Nous avons élaboré des stratifiés de 8 plis de toile de jute et de la résine polyester (NORSODYNE F44273-Cray Vally) par moulage au contact (cf. Annexe 2). Les empilements sont symétriques par rapport au plan moyen (symétrie miroir). Les dimensions des plaques élaborées sont 200x300 mm² (Figure III-6). Une pression d'environ 500 N/m² est appliquée pendant la polymérisation. Cette opération favorise l'augmentation de la fraction volumique du renfort et l'élimination des bulles d'air.

Les éprouvettes sont découpées à partir des plaques élaborées. En utilisant un disque diamanté. Les éprouvettes CT sont pré-entaillées à l'aide d'un disque de 2mm d'épaisseur. Une deuxième entaille est pratiquée à l'aide d'une fraise scie ($e=0,5\,$ mm), de telle sorte que le rapport a_0 /w soit égal à 0,4. L'acuité en fond d'entaille est réalisée par une lame rasoir sur une longueur d'environ 0,5 mm. La figure 2, présente une plaque de matériau composite élaboré et les dimensions des éprouvettes CT.

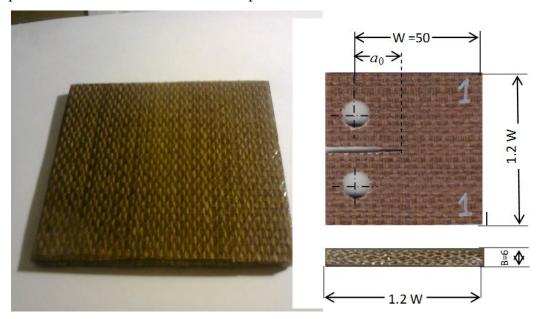


Figure III- 6 : Stratifié Jute /Polyester et Dimensions des éprouvettes CT

Les 8 plis de tissu représentent une fraction massique d'environ 38% de renfort dans le composte final. La Figure III-7 présente les différents stratifiés élaborés.

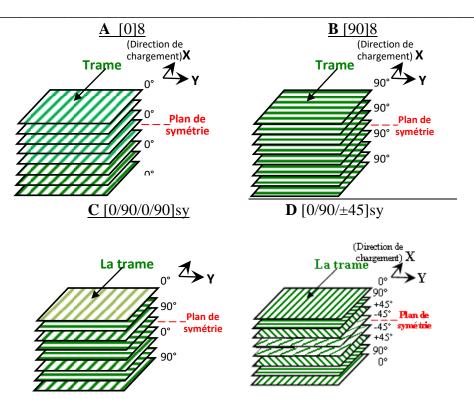


Figure III- 7 : Différentes séquences d'empilement des stratifiés élaborés

III. 2. 2. Composite unidirectionnel Jute /polyester (éprouvettes modèles):

Ces éprouvettes modèles sont destinées uniquement à la discrimination des signaux de l'EA. De ce fait, on a élaboré une plaque de composite unidirectionnel UD (500x300 mm²) à partir du fil extrait du tissu de Jute. En suite, on a découpé des éprouvettes modèles (UD 0°, UD 90°) et d'une autre plaque de résine seule les éprouvettes (M).

La figure III-8 illustre le mode d'élaboration de la plaque UD et les éprouvettes réalisées.

Procédures expérimentales

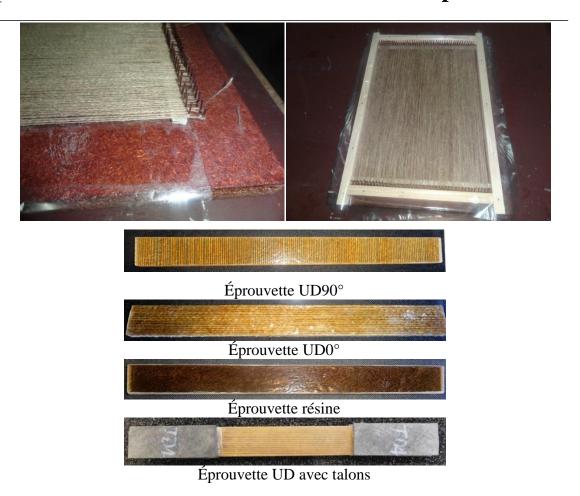


Figure III- 8 : Plaques et éprouvettes du composite unidirectionnelles.

III. 2. 3. Caractérisation mécanique des composites :

Les essais mécaniques sont menés sur une machine de traction/compression INSTRON 5567 (Laboratoire de Mécanique LML-Université des Sciences et Technologies de Lille). La machine d'essai est équipée d'une cellule de force de 30 KN). La vitesse de la traverse mobile est fixée à 0,6 mm.mn⁻¹.

Un système d'acquisition et d'exploitation d'Émission Acoustique est utilisé dans le but de suivre en temps réel les activités de fissuration et d'endommagement du matériau.

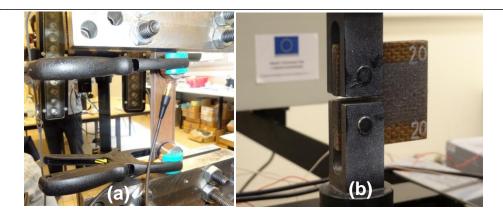


Figure III- 9 : Fixation des éprouvettes (a) Traction, (b) Compact tension CT.

III. 3. Technique d'Émission Acoustique

Dans les composites, les principaux mécanismes d'endommagement sont la fissuration matricielle, le décollement à l'interface fibre/matrice, le délaminage inter laminaire et la rupture et l'extraction des fibres. Ces différents mécanismes sont traduits par des événements acoustiques. Ces ondes (signaux) acoustiques se caractérisent par : l'amplitude, l'énergie, le nombre de coups, et la durée.

III. 3. 1. Chaîne de mesure :

Quatre capteurs piézoélectriques (éprouvette CT) sont répartis autour de la zone soupçonnée de propagation de fissure. La désignation commerciale des capteurs est "VS600-Z1" de Vallen- Système (Figure III-10). La fréquence de travail du capteur est comprise entre 550 et 730 KHz. La fréquence de résonance est de 600 KHz.

Les intervalles de temps d'arrivée de l'onde élastique entre les différents capteurs permettent de localiser les coordonnées de la source de l'émission. Donc, nous pouvons déterminer le moment et le lieu de l'amorçage et de suivre le chemin de la fissure.

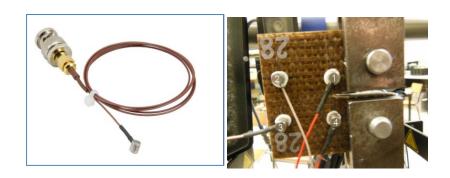


Figure III- 10 : Capteurs VS600-Z1 et emplacement sur éprouvette CT.

Chaque voie de mesure comporte un préamplificateur de type AEP3N. Par défaut, le gain programmable est activé et le réglage du gain peut être modifié à l'aide du logiciel d'acquisition **Vallen Acquisition**. Les modules de filtrage de l'AEP3N peuvent être échangés pour supporter différentes gammes de fréquences. La fréquence d'échantillonnage est de 8 MHz. La bande passante de la carte d'acquisition est de 12 KHz.

III. 3. 2. Analyse statistique multi-variable des données de l'EA:

Les méthodes d'analyse statistique multi-variables permettent de définir les ressemblances ou les différences entre les données. Il existe deux méthodes de classification : la classification supervisée et la classification non supervisée.

Pour les méthodes non-supervisées, on ne connaît pas a priori le nombre de classes. L'objectif d'une telle méthode est de subdiviser l'ensemble des données de manière à ce que les données de mêmes paramètres soient regroupées dans une même classe. Ce type d'analyse est largement utilisé en émission acoustique pour l'étude des matériaux composites [Hugu02b, Mare08, Harizi12, Muno09].

Dans notre étude nous avons utilisé de la méthode des k-moyennes. C'est une méthode itérative basée sur la mesure de distances euclidiennes entre vecteurs représentatifs. Pour deux vecteurs X et Y (composés de n variables), la distance euclidienne est définie par :

$$d(X,Y) = \sqrt{\sum_{i=1}^{n} (X_i - Y_i)^2}$$
 (III-12)

Le but de l'algorithme k-moyennes est de rattacher chaque vecteur aux différents centres de classe. Les centres des k classes sont placés aléatoirement. A la première itération, on calcule la distance euclidienne entre chaque vecteur et les différents centres de classe. Chaque vecteur est affecté au centre de la classe où la distance est la plus courte. Une fois cette opération est accomplie pour tous les vecteurs, de nouveaux centres de classe sont recalculés comme étant la moyenne des vecteurs de la même classe. À la seconde itération, la distance euclidienne est calculée entre chaque vecteur et les nouveaux centres. De nouveau les différents vecteurs sont assignés au centre de la classe pour laquelle la distance est minimale. Les nouveaux centres de classe sont recalculés. Les itérations de l'algorithme sont terminées lorsque les centres de classe ne bougent plus.

Après la réalisation de l'analyse en composantes principales "ACP", l'algorithme des k-moyennes est appliqué sur les vecteurs. Les résultats sont ensuite visualisés dans le

domaine des variables normalisées. Afin de choisir le nombre de classes k, on a utilisé le critère de Davies & Bouldin [Davi79].

L'indice de Davies & Bouldin nous renseigne sur la somme des dispersions intraclasse et inter-classes. Cet indice permet de déterminer mathématiquement le nombre de classes optimal pour un ensemble de données. La dispersion intra-classe, d_i , traduit la distance euclidienne moyenne entre le centre d'une classe et ses différents vecteurs associés. La dispersion intra- classe est définie comme suit :

$$d_i = \sqrt{\frac{1}{T_i} \sum_{j=1}^{T_i} |X_j - C_i|^2}$$
 (III-13)

Avec:

Ti est le nombre de signaux dans la classe i

Xi est le vecteur i dans la classe i

Ci est le vecteur du centre de classe de la classe i

La dispersion inter-classes représente la distance euclidienne entre les centres de classe. Par exemple la dispersion inter-classes entre une classe i et une classe j est définie comme suit :

$$D_{i,j} = \|C_i - C_j\|_2 = \sqrt{\sum_{i=1}^n |C_{l,j} - C_{l,j}|^2}$$
 (III-14)

Avec:

 $D_{i,j}$ la dispersion inter-classe entre les classes i et j

Ci et Cj vecteurs des centres respectifs des classes i et j composés de n paramètres $C_{l,i}$ et $C_{l,j}$ les composantes l des centres de classe i et j

Pour chaque classe i, le rapport Ri,j est calculé entre la classe i et les autres classes comme suit :

$$R_{i,j} = \frac{d_j - d_i}{D_{i,j}} \tag{III-15}$$

Pour le calcul de l'indice de Davies et Bouldin, l'algorithme choisit le rapport $R_{i,j}$ par classe le plus important (Mi).

$$M_i = \max_{i \neq j} R_{i,j} \tag{III-16}$$

Le critère de Davies et Bouldin est défini comme la moyenne des valeurs de *Mi* avec k le nombre de classe.

$$R_{DB} = \frac{1}{k} \sum_{i=1}^{k} M_i \tag{III-17}$$

Pour un nombre de classe k optimal, le critère de Davies et Bouldin sera minimal.

D'un point de vue mathématique, il est également possible d'évaluer la « qualité » des classes obtenues. La fonction « silhouette » disponible sous Matlab donne également une information sur la classification. Cette fonction tient compte à la fois de la distance intra et inter classes. Pour chaque vecteur i la fonction calcule une valeur de silhouette comme suit :

$$S_{(i)} = \frac{(\min_{i}(b_{i},k) - a_{i})}{\max_{i}(a_{i},\min_{i}(b_{i},k))}$$
(III-18)

Avec:

 a_i la distance moyenne entre le point i et les autres points de la même classe b_i , k la distance moyenne entre le point i et les points d'une autre classe k

La valeur silhouette évalue donc la différence entre la distance moyenne intra classe a_i à la valeur $\min_i(b_i,k)$, qui représente la distance moyenne inter classes de la classe k la plus proche, et la compare à $\max_i(ai)$, $\min_i(bi,k)$, soit la valeur maximale entre ai et $\min_i(b_i,k)$. Ainsi la valeur S obtenue d'un signal sera au maximum de 1 lorsque la valeur de ai est petite, ce qui traduit que le signal est très proches des signaux de son groupe, et que la valeur de b, k est grande, ce qui veut dire que le signal est loin des signaux de la classe la plus proche ($S \approx (bi, k)/(bi, k) \approx 1$). Inversement lorsque le signal est mal classé, la valeur S sera de -1 ($S \approx -ai/ai \approx -1$)

La valeur S obtenue pour chaque signal est comprise entre [-1; +1] (+1 signifie que le signal est le plus proche possible de sa classe, -1 signifie que le signal est mal classé).

Chapitre IV:

Étude des renforts

Les résultats expérimentaux obtenus des différents tests effectués sur la fibre Alfa et les constituants du renfort Jute, seront présentés et interprétés. Pour le fil et le tissu de Jute nous nous somme limiter à la caractérisation mécanique. En revanche, pour la fibre Alfa nous avons étudié l'évolution des caractéristiques morphologiques, mécaniques, chimiques et physiques en fonction du temps de traitement alcalin.

IV. 1. Fils et tissu de Jute:

La contexture du tissu qu'on a utilisé pour l'élaboration de nos stratifiés est présentée dans le tableau IV- 1 :

	Masse surfacique	Composition			Compte	Coefficient de	Titre	Sens de
ns	(g/m^2)				(fil/cm)	torsion K	(tex)	torsion
Tis	430	100% Jute	Fils	Trame	6	74,4	360	Z
				Chaîne	4	77,8.	400	Z

Tableau IV- 1: Contexture du tissu de Jute

On constate qu'il y a une différence notable entre les fils trame et chaîne. Cette différence influence les propriétés mécaniques du composite dans les deux sens. Donc nous allons tester les deux fils, et le tissu en traction dans les deux direction (chaîne et trame).

IV. 1. 1. Caractérisation mécanique des fils de Jute :

La figure IV-1 présente l'évolution de la charge en fonction du déplacement d'un fil de chaîne (a) et d'un fil de trame (b).

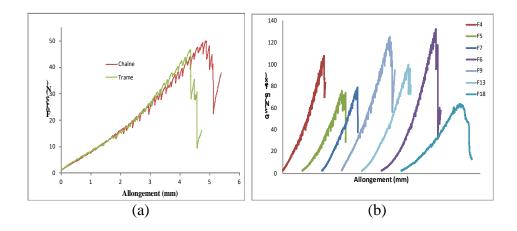


Figure IV- 1 : Exemple courbes (a) force/ allongement des fils de jute, (b) Contrainte spécifique/allongement de fils de chaine.

Le comportement mécanique des fils (chaîne et trame) montre la présence d'une non-linéarité au début de la sollicitation suivie d'un comportement linéaire jusqu'à la rupture du fil (Figure IV-1-a). La partie linéaire de la courbe de traction est liée à l'angle de torsion des écheveaux. Ainsi, un certain déplacement est requis avant que toutes les fibres soit sous tension et commencent à être sollicitées. Au-long de la partie linéaire on note la présence de décrochements. Ces chutes sont attribuées à la nature du fil de jute (écheveaux). Ainsi, la rupture du fil est provoquée par le glissement des fibres qu'à leurs ruptures. Le module de Young est évalué par la mesure de la pente de la partie linéaire.

Les mesures de la contrainte à la rupture montrent une dispersion très marquée (Figure IV-1-b). Par conséquent une valeur moyenne de la contrainte à la rupture n'est plus significative d'où la nécessité d'une analyse statistique. La figure IV-2 présente la forme linéarisée de la distribution des résistances mécaniques selon la loi de Weibull des fils de Jute de différentes longueurs.

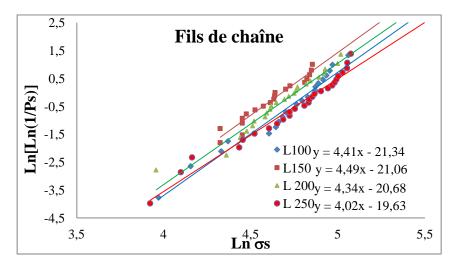


Figure IV-2: Distribution de Weibull des probabilités de rupture en fonction de la résistance à la traction des fibres (chaîne) de jute pour différentes longueurs de jauge.

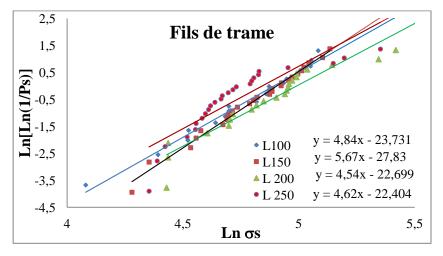


Figure IV- 3 : Distribution de Weibull des probabilités de rupture en fonction de la résistance à la traction des fibres (trame) de jute pour différentes longueurs.

Les droites de Weibull pour chaque type de fil ne présentent pas d'importante différence. Les fils présentent pratiquement des contraintes à la rupture identiques pour les deux orientations (chaine et trame) et pour les mêmes longueurs. Les résultats extraits des essais de traction sur les fils sont résumés dans le tableau IV- 2.

L(mm)	100		150		200		250	
Fil	chaine	trame	chaine	trame	chaine	trame	chaine	trame
m	4,41	4,84	4,49	5,67	4,34	4,54	4,02	4,62
P _R (N)	45,83	44	44,42	45	44,12	48,34	47	41
σ_s (N/mTex)	114	122	104	125	110	134	119	116
COV (%)	23,05	22,5	17,52	20,44	22,76	26,73	25,87	27,34

Tableau IV-2: Variables des essais de traction sur les fibres.

Les modules de Weibull se situent entre (4< m <6) avec des coefficients de variation compris entre 17<COV<28. Les valeurs des modules de Young sont relativement faibles. Ceci est en bonne concordance avec les dispersions observées. Notant que la longueur de jauge n'a pas d'effet notable sur les valeurs mesurées. La figure IV-4 présente l'évolution de la contrainte moyenne en fonction de la longueur utile des fils de jute testés.

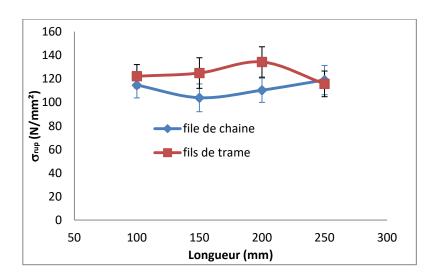


Figure IV- 4 : Contrainte spécifique en fonction de la longueur.

De ces courbes on constate qu'il n'y a pas de différence marquante entre les contraintes moyennes des fils de trames et celles de chaine. La contrainte à la rupture ne dépend pas de la longueur. Nous constatons que les écheveaux et par conséquent les fibres constituant le fil de jute ont des longueurs inférieures aux longueurs testées. Donc la force de rupture est juste la force pour effilocher le fil de jute.

IV. 1. 2. Comportement en traction du tissu:

Lors des essais de traction sur des tissus de Jute dans les deux sens (chaine et trame) nous avons tracer les courbes charge/déplacement (Figure IV- 5 et 6). Les courbes (P-δ) dans le sens de la chaine (90°) et celui de la trame (0°) présentent une bonne reproductibilité.

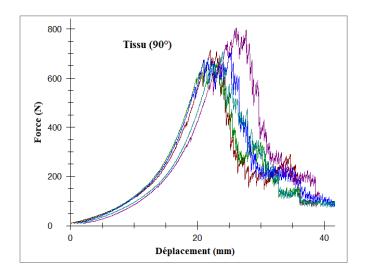


Figure IV- 5: Courbes P-δ des essais de traction sur tissu de Jute sens chaîne.

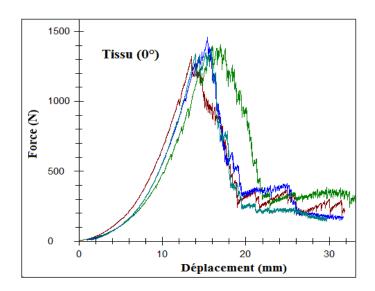


Figure IV- 6 : Courbes P- δ des essais de traction sur tissus de Jute sens trame.

La rupture est de type plus ou moins contrôlée. L'aspect non linéaire est plus visible dans les réponses en traction des tissus que celles des fils. Ceci met en évidence l'effet du tissage et de la contexture. Les liaisons et les ondulations entre les deux réseaux conduisent à des non linéarités géométriques locales [**Drid10**].

Les résultats des essais dans les deux sens sont regroupés dans le tableau IV-3.

		Tissu (0°) sens	trame	Tissu (90°) sens chaîne			
Éprouvette	Nbr _T	$F_{\text{max}}(N)$	σs (N/tex)	Nbr _C	$F_{max}(N)$	σs (N/tex)	
1	30	1322,4	3,67	18	715,3	1,78	
2	32	1407,5	3,91	16	705,4	1,76	
3	32	1460,7	4,05	17	668,1	1,67	
4	30	1389	3,85	17	709,6	1,77	
5	30	1355,8	3,76	19	804,82	2,01	
Moyennes		1387,1	3,84		720,6	1,82	

Tableau IV- 3: Résultats des essais de traction sur tissus de Jute

On voit que la charge maximale des tissus (0°) est quasiment le double de celle des tissus (90°) . Il y a plus de fils dans le sens trame que dans le sens chaîne.

IV. 2. Fibres Alfa:

IV. 2. 1. Composition chimique

Les constituants de la fibre alfa sont déterminés par de différents dosages. Les résultats obtenus sont mentionnés dans le tableau IV-5. Pour de plus amples détails se conférer à l'annexe 1.

Ī	ıts					nposée de	:			
	uar	6)	e. le	e que	se	ne	se	Constitua	ants extrac	tibles par
	onstit	ière ne	ıtièr éra	ière	lulc	igni	ni- Iulc	Éthanol	Ethano1	L'eau
	Cor	Mat sècł	Ma min	Matorga	Cel	Ĺį	Hér Cel	/toluène		chaude
	%	99,5	4,3	95,7	39± 1	21 ± 1	34 ± 1	8,22	1,02	10,25

Tableau IV-5: Composition chimique de l'Alfa

Le taux de cellulose de la fibre végétale (alfa de Batna) est de l'ordre de 39%, alors que les fibres (alfa de Djelfa) récoltées dans la même période de l'année contiennent environ 46% de cellulose. Il est rapporté que l'alfa algérien contienne 45,4% de cellulose, 14,9 de lignine et 38,5 de l'hémicelluloses [Hatt02]. En effet, la composition de la fibre est influencé par les conditions climatiques (température, pluviométrie, saison de récolte, maturité... etc.). Donc, d'autant le climat est sévère, la fibre est plus dure.

La matière minérale (4,3% de la masse totale de la fibre) obtenue par calcination est étudiée par la fluorescence X. Le tableau IV-5 rassemble les différents constituants minéraux de la fibre.

Ces résultats sont proportionnels à la masse calcinée (4,3 %). Le tableau IV-6 rassemble les taux des constituants minéraux par rapport à la masse totale de la fibre :

Constituants	SiO_2	K ₂ O	CaO	MgO	Al_2O_3	TiO_2	Fe_2O_3	Na ₂ O
Pourcentage %	2,451	0,901	0,538	0,158	0,096	0,062	0,056	0,016

Tableau IV- 6 : Composition chimique de la matière minérale de l'Alfa.

La silice est l'oxyde prédominant dans la fibre végétale Alfa. La nature siliceuse de la région aride où pousse cette herbe est à l'origine de cette prédominance.

IV. 2. 2. Étude physique de la fibre végétale Alfa :

IV. 2. 2. 1. La masse volumique :

Les masses volumiques. Des fibres Alfa brutes et des fibres traitées ont été déterminées au pycnomètre conformément à la norme NF-T-51-063-B. Les résultats obtenus sont mentionnés dans le tableau suivant :

T _{traitement} (h)	0	2	4	6	8	16	48	48	72
ρ (g/cm3)	1,38	1,45	1,47	1,48	1,52	1,55	1,55	1,56	1,55
Écart type	0,027	0,038	0,040	0,024	0,039	0,035	0,049	0;045	0,032

Tableau IV-7: Résultats des mesures des valeurs de masse volumiques.

la Figure IV-7 présente l'évolution de la masse volumique des fibres Alfa en fonction du temps de traitement.

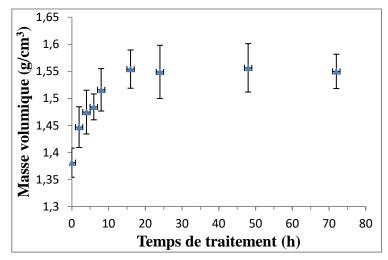


Figure IV-7: Variation de la masse volumique en fonction du temps de traitement alcalin.

La masse volumique augment avec la prolongation du temps de traitement. Elle évolue de 1.38 à 1.52 d'une manière relativement rapide. Cette évolution est due à la dissolution rapide de la lignine et des pectines. La cellulose est moins soluble dans la solution alcaline [Dall13]. D'après la bibliographie, parmi les différentes substances de la tige Alfa, les densités de la cellulose, des hémicelluloses, de la lignine et des pectines pures sont respectivement : 1.63, 1.52, 1.33 et 1.00 [Boye07,Sun05, Dall13]. Donc la cellulose est la substance la moins légère de tous les autres composants de l'Alfa, ce qui explique que plus cette matière est présente en proportion importante, plus la masse volumique de notre échantillon est importante. Ainsi, la mesure de densité constitue également un moyen de vérification de l'élimination des matières non cellulosiques. Ceci est en concordance avec les résultats des mesures de la perte en masse, et la variation du taux de cristallinité mesuré par DRX.

IV. 2. 2. 2. La perte en masse :

En général, tous les traitements alcalins provoquent le rangement des constituants de la fibre végétale. La cinétique de rangement diffère d'un constituant à l'autre. Au début la perte de masse est plus marquée. Cette dernière est d'autant plus importante que le temps de traitement est prolongé ou la concentration de la solution de traitement est plus élevée. Sur la Figure IV-8, On a observe l'évolution de la perte en masse en fonction du temps de traitement alcalin. Cette perte est due à la dissolution des hémicelluloses (les glucides polysaccharides), et les substances solubles dans l'eau.

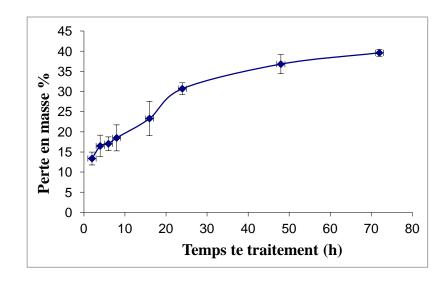


Figure IV- 8 : Perte en masse des fibres en fonction du temps de traitement.

On constate que a perte en masse débute à partir de 2H de traitement. Elle atteint 13 % de la masse initiale. Cette perte croit en fonction du temps de traitement. Elle atteint 16,5 % à 4H de traitement pour atteindre 30,7% au cours de 24H. Au-delà de 48 heures de traitement, la masse des fibres chute d'un taux de 39,6%. Ceci correspond à la détérioration totale de l'hémicellulose (33,5% des constituants de la fibre alfa). En plus de l'hémicellulose, on note la perte d'une certaine quantité de lignine, de cire et des huiles couvrants la paroi cellulaire de la fibre.

IV. 2. 2. 3. Taux d'absorption d'humidité des fibres Alfa :

Le taux d'absorption est un paramètre primordial pour l'élaboration des composites à matrices polymériques. Vu que, les polymères sont de nature hydrophobe, la présence d'eau est très néfaste. La Figure IV-9 présente l'évolution de la prise d'humidité des fibres végétales brutes.

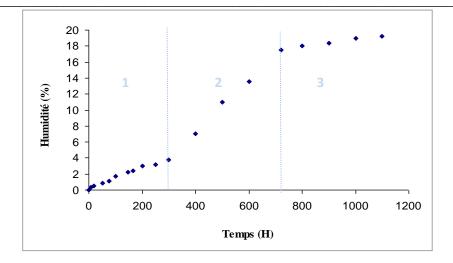


Figure IV- 9 : Prise d'humidité de la fibre Alfa brute.

La courbe d'absorption est composée de trois phases relativement distinctes. Au début le taux d'humidité croit d'une manière régulière pour atteindre un taux de 5 % environ. Au-delà de 15 jours le gonflement des fibres deviennent plus marqué et le pouvoir absorbant croît. La deuxième phase se situe entre 15 et 30 jours (360H et 720H). Dans cet intervalle, le taux d'humidité absorbée augmente de 5% à 17,5%. La saturation a lieu à 30 jours (720H). Ceci est caractérisé par un palier signe de la fin de prise d'humidité.

La Figure IV-10 illustre la variation de la prise d'humidité en fonction du temps de traitement (5% NaOH) de la fibre Alfa après 1 mois (720 heures) d'exposition dans l'atmosphère humide.

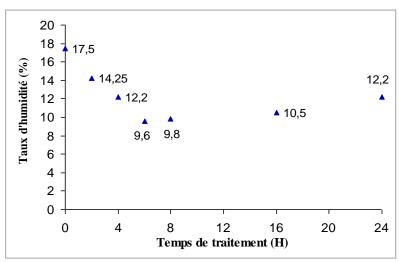


Figure IV- 10 : Variation de la prise d'humidité en fonction du temps de traitement de la fibre Alfa.

Le traitement alcalin cause la rupture de la liaison hydrogène dans la structure de réseau des fibres. Par conséquent, il réduit l'absorption d'humidité par les fibres végétales en remplaçant les sites réactionnels hydroxyles par des groupements hydrophobes. Au Début du temps de traitement, on assiste à une diminution de la nature hydrophobique de la fibre. Cette amélioration atteint son maximum pour un temps de traitement de 6h. Le taux d'humidité est de l'ordre de 9,6%. Ce point représente le minimum de la courbe d'absorption. Pour les temps prolongés, on assiste à une croissance de la courbe.

Comme nous avons mentionné précédemment, la porosité des fibres causée par l'élimination de certains constituants organiques devient plus importante. Les pores existants dans la structure de la fibre agrippent les molécules d'eau. Ce qui explique l'augmentation du taux d'humidité absorbée par les fibres traitées de 8H et plus.

IV. 2. 3. Étude des propriétés mécaniques :

IV. 2. 3. 1. Caractérisation mécanique des fibres brutes

Nous avons testé en traction différentes longueurs de fibres Alfa brutes. Ceci a pour but d'étudier l'influence de la longueur sur le comportement mécanique des fibres. La figure IV-11 présente quelque exemples de courbes de traction de fibres brute :

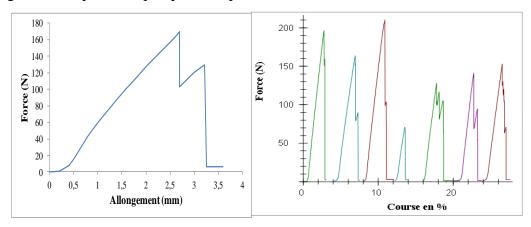


Figure IV-11: Exemples de courbes charge/allongement des fibres brutes.

On constate que les tiges Alfa ont un comportement quasi linéaire en traction. En début de sollicitation les éprouvettes présentent un comportement non linéaire où la contrainte n'est pas proportionnelle à la déformation, ceci peut s'expliquer par le fait que toutes les fibres qui composent le faisceau ne soient pas tendues avant le début des essais. A mesure que les faisceaux sont mis en tension, la rigidité du faisceau augmente [Llcz13, Sobc12].

Également, on distingue une très grande dispersion de la résistance à la rupture. Cette dispersion est liée directement à la structure de la fibre. Les défauts de structure sont issus de la différence de cristallinité de la cellulose d'une région à une autre. Les défauts préexistants présentent des tailles ou des sévérités obéissantes à une certaine distribution. Nous avons utilisé la loi de Weibull pour décrire ce comportement.

La Figure IV-12 présente l'évolution de la linéarisation de la loi de Weibull pour les différentes langueurs de fibres testées.

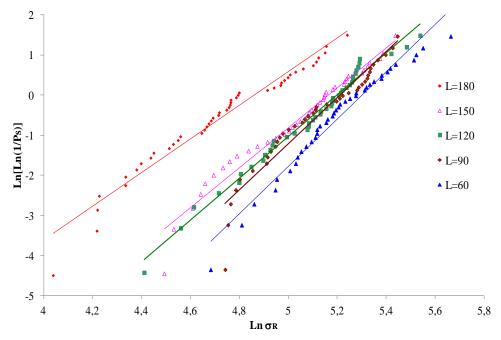


Figure IV- 12 : Variation de la dispersion des résultats en fonction de la longueur des jauges.

D'après les courbes précédentes, on remarque que la contrainte moyenne ainsi la largeur de la distribution des résultats varient selon la longueur de la jauge testée. Le tableau IV-8 rassemble les principaux résultats des essais de traction des fibres brutes à différentes longueurs.

Nbr de fibres rompues	39	39	42	43	45
L (mm)	60	90	120	150	180
Module de Weibull	5,9	5,7	5,2	4,9	4,2
sR (Mpa	186	173	166	160	117

Tableau IV-8: Variables des essais de traction sur les fibres brutes

La contrainte à la rupture diminue au fur et à mesure que L_u augmente. La même tendance est observée pour le module de Weibull. L'analyse du tableau IV-7 montre que la série de la longueur des jauges de 60 mm présente la dispersion la plus étroite (m \approx 6). Cependant il est indispensable de noter les trois facteurs pouvant intervenir en faisant changer les longueurs de jauges L_u . Ces derniers sont la vitesse de déformation, l'énergie élastique emmagasinée et la probabilité de l'existence de défauts plus sévères à travers L_u plus longue.

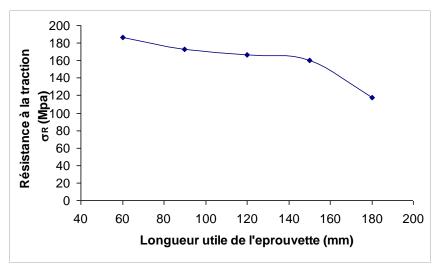


Figure IV- 13 : Variation de la résistance moyenne en fonction de la longueur testée.

La courbe précédente présente la variation de la résistance moyenne en fonction de la longueur des fibres testées. On remarque que plus la longueur testée des fibres augmente, leur résistance diminue. Cela provient du fait que la rupture est due à la propagation des défauts préexistants et que le nombre et la sévérité de ces défauts augmente avec la longueur testée. La variation de la longueur entre 90mm et 150mm, n'a pas d'importante influence sur la résistance à la rupture des fibres.

IV. 2. 3. 2. Caractérisation mécanique des fibres traitées :

Lors du processus du traitement chimique on constate que les fibres se fragilisent d'avantage. Lors de la mise en place de l'éprouvette et au cours du serrage des mors, la moindre déformation en flexion entraîne la cassure des fibres. Donc cette dernière est due principalement à la fragilisation des fibres. Pour des raisons techniques, la longueur adéquate pour la caractérisation des fibres traitées est fixée à 90mm.

Les résultats obtenus des essais sur les fibres traitées présentent aussi une dispersion importante. Nous avons utilisé la statistique de Weibull pour les fibres traitées

tout en essayant de voir l'effet du traitement sur la distribution des valeurs de σ_R . Pour chaque temps de traitement, nous avons préparé 25 fibres. La Figure IV-14 illustre les droites de Weibull tracées pour chaque temps de traitement

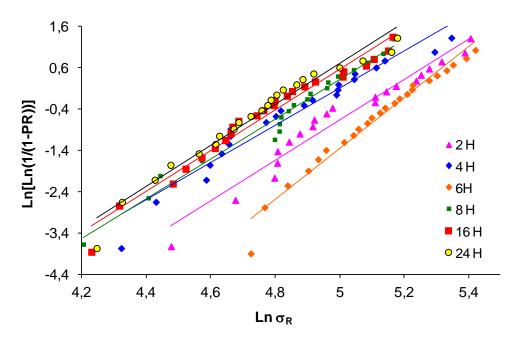


Figure IV- 14 : Droites de Weibull pour les essais des fibres traitées.

D'après les courbes précédentes, on constate que la contrainte moyenne ainsi la largeur de la distribution des résultats varient selon le temps de traitement.

Le tableau IV. 9 rassemble les principaux résultats des essais de traction des fibres traitées à différents temps.

Nbre de fibres	39	21	22	24	20	24	22
T (H)	0	2	4	6	8	16	24
m _{Weibull}	5,73	4,91	4,53	6,18	4,84	4,92	4,94
σ _R (MPa)	173 ± 35	156 ± 37	132 ± 35	169± 31	127± 29	121 ± 29	118± 29
E (GPa)	76	65	70	72	65	60	52

Tableau IV-9: Caractéristiques mécaniques des fibres traitées.

Les valeurs arborées dans le tableau montrent que la série des fibres traitées pendant 6H présente la dispersion des résultats la plus étroite ($m \approx 6,2$), ainsi la résistance à la rupture moyenne la plus élevée. Cela peut être dû au renforcement de la fibre apporté par le traitement chimique.

IV. 2. 3. 3. Effet du traitement sur la résistance à la rupture σ_R :

La Figure IV-15 présente l'évolution de la résistance à la rupture des fibres Alfa en fonction du temps de traitement alcalin (5% de NaOH).

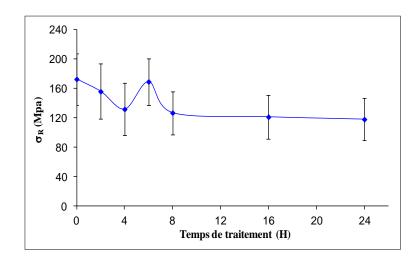


Figure IV- 15 : Variation de la contrainte à la rupture des fibres Alfa en fonction du temps de traitement.

La résistance à la rupture présente une diminution de σ_R jusqu'à un temps de 4h. Cette diminution est attribuée à la dissolution et l'extraction de la lignine et des composés hémicellulosiques et d'autres substances organiques telles que la pectine et les tannins. Une augmentation très marquée de la résistance est observée à la durée de 6h de traitement ($\Box_R \approx 169,6$ MPa). Cette augmentation est suivie d'une légère chute pour des temps de traitement plus prolongés. Ce phénomène est attribué à la dissolution d'un taux approprié de l'hémicellulose et de la lignine. L'extraction excessive de ces composants provoque une chute néfaste vis-à-vis du comportement mécanique de la fibre végétale. La résistance des fibres brutes est toujours supérieure à celle des fibres traitées.

IV. 2. 3. 4. Effet du traitement sur le module élastique E :

La Figure IV-16 présente la variation du module élastique des fibres Alfa en fonction du temps de traitement.

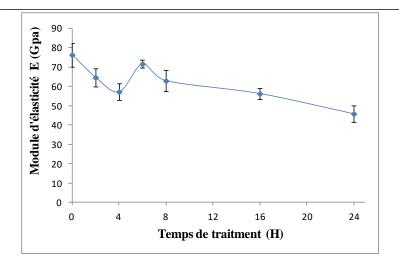


Figure IV- 16 : Variation du module de Young des fibres en fonction du temps de traitement.

On assiste à une diminution du module de Young de 76 GPa pour des fibres brutes à 65,4 GPa pour des fibres traitée pendant 2h. Puis le module de Young remonte à une valeur de ≈ 70 GPa pour un temps de 4h. Cette amélioration atteint son maxima pour un traitement de 6h (72 GPa). Tout prolongement ultérieur du temps de traitement provoquera la chute progressive du module à une valeur minimale de 52 GPa pour un traitement de 24 heures. La fibre maigrit et perd ces caractéristiques mécaniques à cause de la dissolution excessive de l'hémicellulose et d'une partie de la lignine. Ces deux constituants jouent le rôle de la matrice qui enrobe et consolide la cellulose l'élément structurant le plus rigide de la fibre.

IV. 2. 4. Étude structurale de la fibre végétale Alfa :

IV. 2. 4. 1. Analyse spectroscopique par infrarouge a transformé de Fourier :

Pour déterminer l'ensemble des changements de la structure causé par le traitement chimique de la fibre, on a effectué une analyse par IRTF. Les spectres des fibres brutes et traitées sont représentés sur les Figures IV-(17,18).

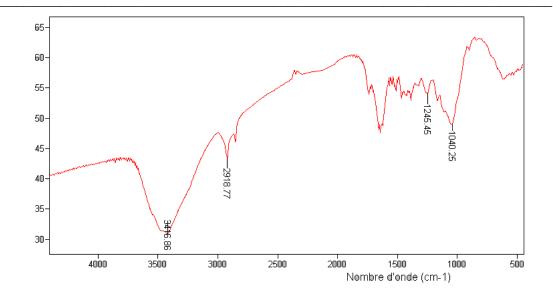


Figure IV- 17: Spectre IFTR des fibres Alfa brutes.

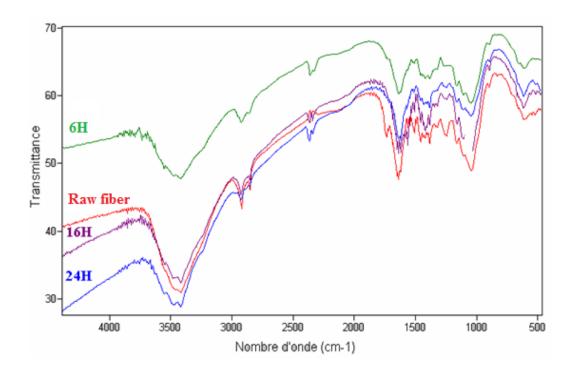


Figure IV- 18: Spectres IFTR des fibres brutes et traitées par NaOH (5%).

Les différents spectres sont semblables sauf pour la disparition du pic à 1745 cm⁻¹ après traitement. Nous observons principalement une large bande d'étirement de l'hydroxyle (OH) centrée à \approx 3400 cm-1. Nous notons que l'amplitude de ce pic pour les fibres brutes est la plus importante. Nous avons également trouvé une bande d'absorption à \approx 1100 cm-1 due à l'étirement glycosidique symétrique C-O-C et à 1045 cm-1, en raison de la vibration d'étirement C-OH du squelette cellulosique. Le pic à \approx 1650 cm-1 indique

l'existence de liaisons doubles C = O associées à la présence de lignine [Bess07, Olss04, Paiv07]. Le pic observé à 1160 cm-1 reflète le squelette glucidique de la cellulose [Olss04; Arra12]. Par contre, le pic particulier réduit par traitement chimique situé autour de 1745 cm-1 indique l'élimination partielle de l'hémicellulose. Les vibrations des chaînes aliphatiques d'étirement C-H saturées de CH et CH2 sont observées à ≈ 2840 et 2920 cm-1 [Paiv07].

IV. 2. 4. 2. Analyse par diffraction des rayons X :

Dans le but d'étudier les changements de la structure causés par le traitement chimique de la fibre, nous avons procédé par une autre technique d'analyse, c'est la diffraction des rayons X. Les spectres des fibres brutes et traitées pendant 2, 6, 16, 24 et 72H sont représentés sur la Figure IV-19.

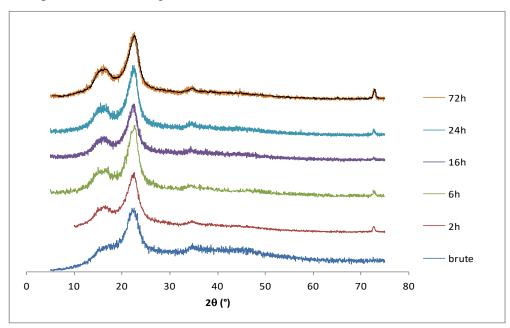


Figure IV- 19: Spectres DRX pour poudre de fibre végétale Alfa brute et traitées.

Les fibres Alfa montrent trois pics bien définis. Ils se situent à $2\theta = 16.8^{\circ}$, 22.5° et 34.4° . D'après les fiches ASTM, le pic à $2\theta = 16.8^{\circ}$ correspond au plan cristallographiques (110). Les deux autres pics à $2\theta = 22.5^{\circ}$ et à 34.4° correspondent respectivement aux platanes (200), et (023) ou (004) [2].

Quand le pourcentage de cellulose est élevé, par rapport aux autres constituants, alors à environ 16 ° on peut observer deux pics (cas des fibres de 6H), mais quand la fibre contient des quantités élevées de matériaux amorphes tels que la lignine, les

hémicelluloses, et la cellulose amorphe, ces deux pics sont enduits, de ce fait, ils s'apparaissent en tant qu'une large crête.

A partir des spectres obtenus par la diffraction des rayons X, on peut suivre l'évolution du taux de cristallinité des fibres. Donc, on quantifie le taux de la cellulose cristalline en fonction du temps de traitement chimique et par conséquent, l'évolution de la décomposition de cette dernière.

Si on suppose que l'aire en dessous du grand pic comprit entre $2\theta = 18^{\circ}$ et 27° des courbes de diffraction est proportionnel à la quantité de la cellulose cristalline présente dans le matériau, on peut avoir une approche du taux de cristallinité relative. L'évolution du taux de cristallinité en fonction du temps de traitement alcalin des fibres est représentée par la Figure IV-20.

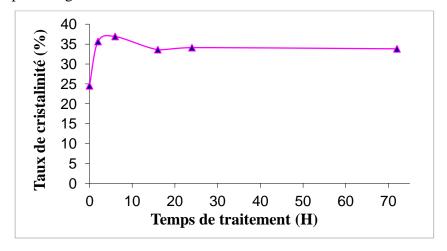


Figure IV- 20 : Variation du taux de cristallinité en fonction du temps de traitement.

Nous remarquons que le taux de la phase cristalline présente une augmentation avec le temps de traitement. Cette élévation atteint une valeur maximale de 36,92% à un temps de traitement de 6H. À partir de 16H de traitement, la quantité de la phase cristalline reste presque constante (≈ 34%). L'accroissement de la phase cristalline est attribué à la dissolution des composants organiques amorphes.

Le traitement alcalin influence directement sur les fibrilles cellulosiques, l'extraction de la lignine et des composés hémi-cellulosiques. Il peut changer l'aspect de la cellulose en changeant son degré de polymérisation [Moha01, Garc98]. Cette dernière est le seul constituant qui peut avoir une structure cristalline, et diminue la quantité des autres substances qui présentent la phase amorphe de la fibre végétale. Au-delà de 16H,

on assiste à une augmentation du taux de la cellulose amorphe au détriment de la cellulose cristalline, due à la dépolymérisation de cette dernière.

IV. 2. 5. Étude morphologique :

L'observation au microscope électronique à balayage de la fibre Alfa brute et traitée, nous permet de visualiser la morphologie de cette herbe. Elle permet également de distinguer l'effet du traitement. La Figure IV-21 montre la coupe transversale de l'Alfa.

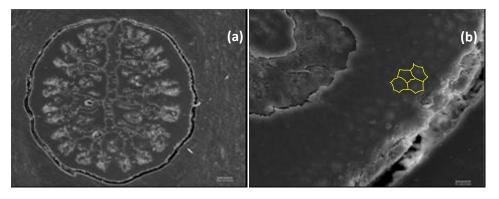


Figure IV- 21 : Coupe transversale de l'Alfa.

Comme, il est signalé précédemment, la fibre alfa est une feuille enroulée avec une surface intérieure fortement ondulée, ceci est bien nette sur l'observation (a). L'observation (b) nous permet de visualiser la structure anatomique de la fibre, tout en observant ces parois cellulaires (retracer en jaune).

Les observations des faces extérieures de la fibre brute et celles des fibres traitées à différents temps sont présentées par la Figure IV-22.

Étude des renforts

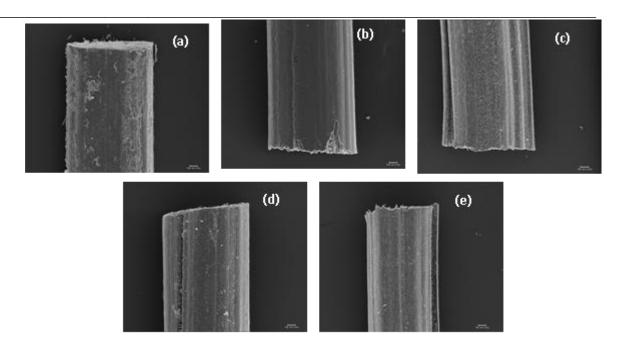


Figure IV- 22: Micrographies des faces extérieures des fibres (a) Brute, (b) traitée pendant 2H, (c) traitée pendant 4H, (d) traitée pendant 6H et (e) traitée pendant 8H.

On remarque une couche de poussière et de cire adsorbée sur la face extérieure de la fibre brute. Cette couche est disparue après 2H de traitement alcalin (5% NaOH), ceci signifie que le traitement alcalin nettoie la fibre. Au fur et à mesure du temps de traitement, on aperçoit de petits débris déposés sur la face extérieure de la fibre. C'est probablement des résidus de la matière grasse extraite de la fibre végétale. Par des observations plus détaillées, présenté par la Figure IV-23 on peut confirmer ce constat.

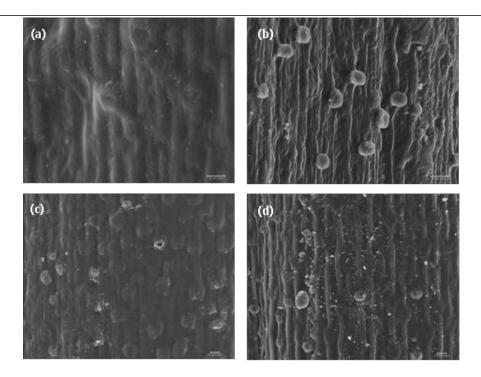


Figure IV- 23: État de surface des fibres traitées (a) pendant 2H, (b) pendant 4H, (c) pendant 6H et (d) pendant 8H.

L'état de surface se dégrade en fonction du temps de traitement, donc la rugosité extérieure augmente, ce qui favorise une bonne adhésion par ancrage mécanique avec les matrices en particulier les polymères. Cette tendance est très bénéfique pour la mise au point des composites.

La coupe longitudinale de la fibre montre qu'elle est constituée de plusieurs filaments élémentaires multiples arrangés en paquets. Chaque filament se compose de fibrilles de cellulose enfoncées à des intervalles plus au moins réguliers dans une matrice polymérique. Cette dernière est constituée principalement de lignine et des composés hémi-cellulosiques. Donc la fibre même est un matériau composite. La Figure IV-24 illustre des coupes longitudinales d'une fibre non traitée, d'une fibre traitée pendant 4H et d'une autre traitée pendant 8H.

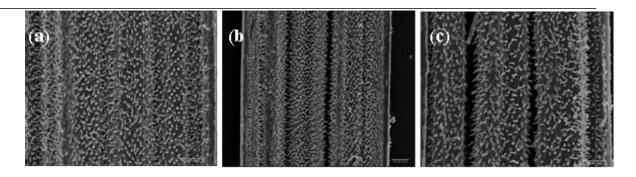


Figure IV- 24 : Coupes longitudinales de fibre Alfa (a) brute, (b) traitée pendant 4H, et (c) traitée pendant 8H

Avec un grossissement plus approprié, on voit nettement l'effet du traitement chimique à l'intérieur de la fibre, sur les différents constituants. Sur la Figure IV-25 on présente deux micrographies. La première (a) est celle d'une fibrille de cellulose d'une fibre brute, et celle d'une fibre traitée pendant 8H (b).

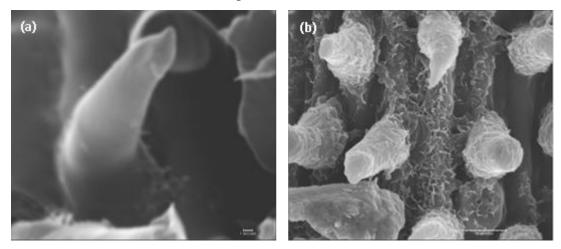


Figure IV- 25: Fibrilles cellulosiques de fibre Alfa (a) brute, et (b) traitée pendant 6H.

On constat que la fibrille de cellulose non traitée ainsi l'endroit dont elle est noyée, ont une surface extérieur bien lisse (a). Ceci provient de la couche cireuse entreposée sur les composants organiques de la fibre végétale. Ces composants peuvent être attaqués par la soude (b), en résultant une dégradation de l'état de surface due à la dissolution de la matière grasse, ainsi à l'extraction de certains constituants.

IV. 3. Conclusion:

Comme nous avons vu précédemment, le traitement chimique de la fibre végétale a conduit à la diminution de sa densité, et à la création des pores dans la structure de la fibre. Le traitement alcalin des fibres contribue à une diminution du taux d'absorption d'humidité. Il donne des fibres avec un taux de cristallinité élevé, qui passe par un maximum marqué pour le temps de 6H. L'analyse physique a permis de montrer que les fibres traitées présentent deux stades de perte de masse, et que le traitement rend la fibre moins dense et plus poreuse. L'analyse morphologique a montré que la fibre Alfa a une structure tridimensionnelle. Elle est sous forme de faisceaux élémentaires multiples arrangés en groupes. Le traitement alcalin dégrade l'état de surface de la fibre ce qui permet une meilleur adhésion à l'interface fibre/matrice polymérique

Donc on peut conclure que pour la concentration 5% de NaOH dans une température de 30°C, le temps de traitement adéquat c'est 6 heures.

Chapitre V:

Composites toile de Jute/Polyester

Ce chapitre sera consacré à l'étude du comportement mécanique des composites qu'on a fabriqué. Les différents types d'essais effectués seront présentés successivement, ainsi que l'analyse des signaux d'EA recueillis. Cette analyse est orientée vers l'identification des signatures acoustiques des mécanismes sources d'endommagement présents dans ces matériaux. Elle sera procédée selon une progression qui permet d'identifier successivement les signatures acoustiques des différents mécanismes d'endommagement.

V. 1. Comportement mécanique des composites élaborés :

V. 1. 1. Analyse des courbes charge/déplacement:

Les essais de traction monotone menés sur les éprouvette CT des différents composites étudiés sont suivis par enregistrement des courbes (P-δ). La Figure V-1 présente un exemple de courbe charge déplacement d'une éprouvette CT-A.

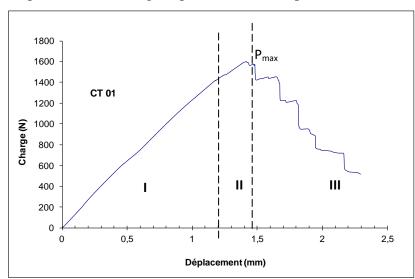


Figure V-1: Exemple de courbe charge/déplacement d'un composite CT-A.

La courbe est constituée de trois zones pratiquement distinctes. La première zone, correspond à la raideur du composite. La pente est pratiquement linéaire. Le début de la seconde partie de la courbe se carractérise par l'initiation de la fissure matricielle. La microfissuration de la matrice et le décollement à l'interface se poursuivent jusqu'à la charge maximale. Au-delà de la charge maximale, la zone d'endommagement atteint sa densité maximale en microfissuaration et commence à se déplacer à travers le ligament formant ainsi la fissure principale. On constate que la fissure se propage avec des sauts. Ces derniers correspondent pratiquement à la rupture des fils dans la direction de

sollicitation. La rupture simultanée des fils est la cause principale de ces instabilités. Cette instabilité est moins marquée pour les composites CT- D. La figure V-2 regroupe les courbes P-δ des différents composites étudiés.

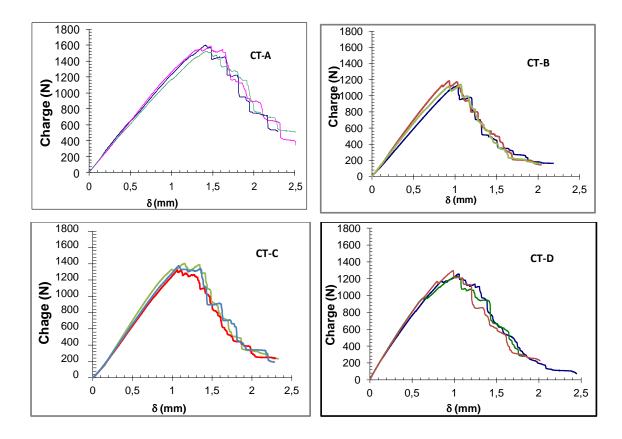


Figure V- 2: Courbes charge déplacement des composites stratifiés CT (W50).

Les courbes $(P-\delta)$ de différentes familles étudiées présentent des allures similaires avec une reproductibilité acceptable. Nous notons que le rapport $(w/a_0=0,4)$ est identique pour tous les composites. L'orientation des tissus par rapport à la direction de chargement a un effet sur la résistance mécanique du composite. Le tableau V-1 rassemble les principaux résultats récoltés des courbes $P-\delta$.

Stratifiés	CT-A	CT-B	CT-C	CT-D
Configuration	$[0]_{8}$	[90] ₈	[0/90/0/90] _S	$[0/90/\pm 45]_{S}$
Nbre de fils	288	216	252 (145 trame	
	(trame)	(chaîne)	+108chaîne)	
Masse linéique (kTex)	103,7	86,4	95,4	_
$P_{max}(N)$	1612	1130	1400	1320
δ (mm)	1,53	0,92	1,14	1,08
Wof (Joule)	2047	1057	1427	1470

Tableau V- 1: Caractéristiques mécaniques des différents composites testés.

Le composite CT-A la où les torons de trames résistant à la traction, possède le meilleur comportement mécanique vis à vis de la charge maximale (Pmax) et du travail de rupture (Wof). Le nombre de fils/cm contribue à l'amélioration de la ténacité du composite. La comparaison entre les comportements des composites montre le rôle du nombre de fils dans le ligament de matière restant. Notons que le nombre de fil de trame (6 f/cm) est plus élévé que celui de la chaine (4 f/cm). A titre indicatif, le nombre totale des fils de trame pour les éprouvette CT-A, est d'environ 288 fils, multipliés par leur masse linéique (360 Tex), on aura 103,7 kTex. Par contre, celui des éprouvettes CT-B, le nombre de fils de chaîne est d'environ 216 fils, multipliés par le tex de la chaîne (400 tex), on aura 86,4 kTex. C'est cette différence en nombre de fils qui fait que le composite résiste mieux dans le sens [0]. La valeur moyenne de la contrainte à la rupture des éprouvettes dans le sens de la trame est de 9,8 MPa. Par contre celle de la chaîne est de l'ordre de 7 MPa.

Les composites CT-C et CT-D, présentent une caractéristiques intermediaires vis à vis Pmax et travail de rupture par rapport au cas précédents. Rappelant que, le composite CT-C est composé de 4 couches direction trame et 4 couches direction chaine. La masse linéaique des fils paralleles à la direction de solicitation est de l'ordre de 95,4 kTex. Par contre, le composite CT-D se compose de 4 couches (2 à 2 chaîne et trame) subisent un éffort de traction, et les quatre autres couches orientées de \pm 45° symétriquement. Les fils de ces couches subisent une effort de scisaillement.

V. 1. 1. Analyse des courbes R:

Les énergies de rupture sont déterminées sous l'hypothèse d'un comportement linéaire élastique. La figure V-3 illustre un exemple d'évolution des courbes KR et GR d'un composite CT-A.

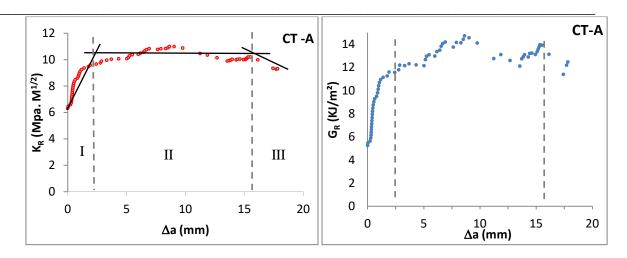


Figure V-3: Evolution des courbes R du matériau CT-A.

A l'initiation de la fissure le facteur d'intensité de contrainte critique (K_{IC}) est de l'ordre de 6 MPam $^{1/2}$ pour un taux de restitution d'énergie critique G_{IC} égale à 5,2 KJ/m². La fissure se propage d'une manière stable, elle est caractérisée par une augmentation progressive en valeurs des facteur K_R et G_R .

Les courbes KR et GR accroissent pour atteindre des valeurs aux plateaux de 9,8 MPa.m $^{1/2}$ pour le KR et 12 KJ/m 2 pour GR à un accroissement de fissure $\Delta a = 2,5$ mm. Durant cette partie (plateau) la zone endommagée ZE atteint sa taille maximale et se propage à travers le ligament de l'éprouvette. La stabilité de la propagation de fissure reflète qu'une diversité d'absorption d'énergie survient lors du processus d'endommagement. Lorsque la fissure s'approche de la surface arrière de l'éprouvette, elle se propage en mode mixte et l'énergie de rupture mesurée n'est plus associée à une taille de fissure: c'est l'effet de bord.

Les courbes KR et GR des éprouvettes CT de différentes familles sont présentées par les Figures V-4 et V-5.

Composites Jute/Polyester

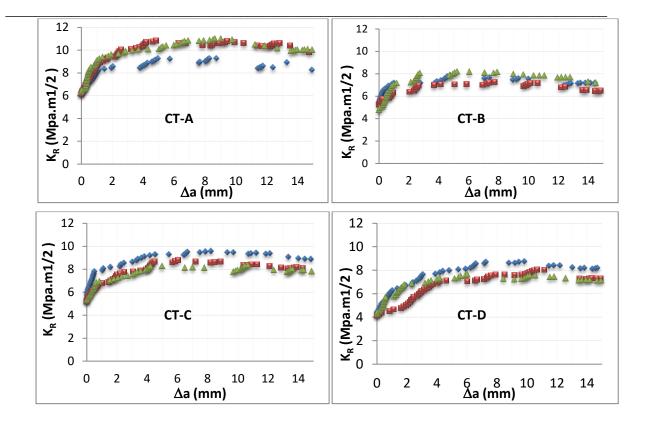


Figure V- 4 : Courbes KR des composites étudiés.

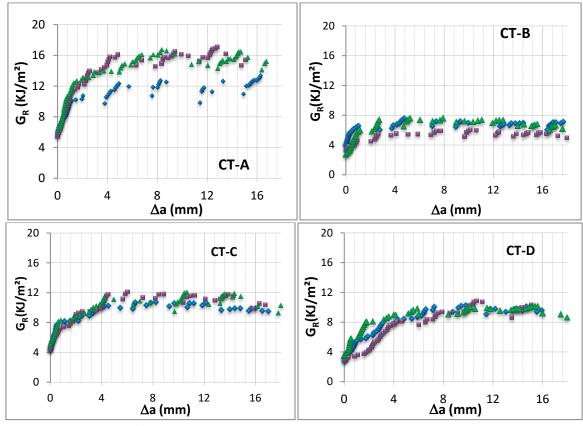


Figure V-5: Courbes GR des composites étudiés.

Le tableau V-2 rassemble les valeurs des ténacités est les taux de réstitution des énergies de rupture des différents matériaux

Stratifiés	CT-A	CT-B	CT-C	CT-D
K_{IC} (MPa.m ^{1/2})	$6 \pm 0,1$	$5 \pm 0,3$	5 ±0,4	4 ±0,2
K _{plateau} (MPa.m ^{1/2})	11 ±0,9	6 ±0,4	8± 0,4	7 ± 0.6
$G_{IC}\left(KJ/m^2\right)$	5 ±0,3	3±0,6	4±0;1	3±0,1
G _{plateau} (KJ/m ²)	14±1,3	7±0,8	10±0,6	9±0,4

Tableau V-2 : Ténacité est taux de réstitution d'énergie de rupture des différents matériaux

Le composite CT-A la où les torons de trames résistant à la traction, possède le meilleur comportement mécanique vis à vis Pmax et travail de rupture (Wof). Dans ce cas le plan de l'entaille est perpendiculaire aux fils de trames A l'initiation le facteur d'intensité de contrainte critique est de l'ordre de 6 MPa mm^{1/2}. Cette valeur croit avec l'accroissement de la fissure pour atteindre un plateau compris entre 10 à 12 MPa mm^{1/2}. La pente de la courbe correspond au développement de la zone endommagée. Puis elle se propage à travers le ligament de matière restant.

On constate que l'orientation de l'entaille selon la chaine ou la trame présente un effet très notable. On note aussi que la longueur de l'accroissement de fissure est influencée par l'orientation malgré que les deux nuances ont le même ligament.

La Figure V-6 présente une supperposition de la courbe de l'energie (G_{IC}) avec la photo réelle de l'éprouvette (CT-A).

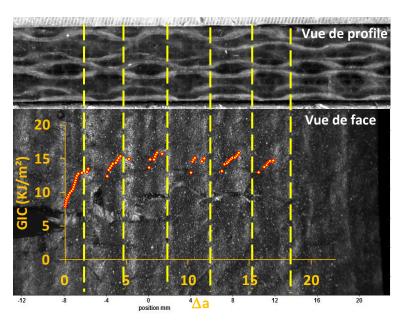


Figure V- 6 : Courbe GR/Δa superposée sur la photo de l'éprouvette testée.

La supperposition de la courbe de l'energie (G_{IC}) avec la photo réelle de l'éprouvette testée témoigne que la rupture se fait d'une manière saccadée (cf : V. 1. 1)

V. 2. Identification des signatures acoustiques des sources d'endommagement :

Dans ce qui suit nous allons présenter les résultats de suivi par émission acoustique des essais de rupture. La Figure V-7 présente courbe charge déplacement avec suivi des événements par émission acoustiques d'un essai de traction sur éprouvette CT-A. L'activité acoustique commence dès le début de la sollicitation mécanique et évolue avec la charge jusqu'à la rupture de l'éprouvette. Le nombre d'événement d'EA augmente avec l'augmentation de la charge et devient très important au-delà de la charge maximale. Ces événement présentent les différent mode d'endommagement intervenant lors de la rupture du matériaux.

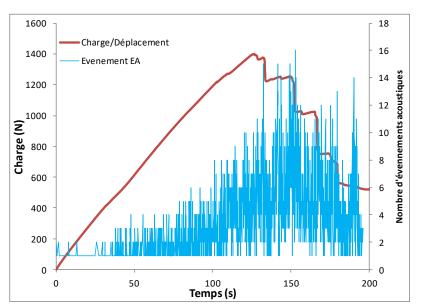


Figure V-7 : Courbe charge/déplacement avec suivi par émission acoustique sur composite CT-A.

Ces événements acoustiques sont le résultat de différentes ondes élastiques émises par l'endommagement des différents constituants du composite. L'identification des signatures acoustiques de ces mécanismes d'endommagement nécessite l'élaboration des essais sur des éprouvettes modèles. Ces essais spécifiques permettent de relier plus facilement les événements détectés par EA aux mécanismes d'endommagement.

Le tableau V-3 résume les différents paramètres acoustiques des essais effectués. Les essais sont conduits jusqu'à la rupture des éprouvettes avec suivi par EA. Les vitesses moyennes des ondes élastiques sont estimées expérimentalement.

Matériaux		Vitesse	Nbre	fréquence	THR
	Désignation	d'ondes	de	d'échantil-	(dB)
		élastique (m/s)	salves	lonnage (KHz)	
Résine polyester	M	3400	1932	1	36
Unidirectionnels à 90°	UD90	3100	2410	1	36
Unidirectionnels à 0°	UD0	3100	14995	1	36
Stratifiés Jute/polyester	CT	2700	3410	0, 12	27

Tableau V-3: Paramètres d'acquisition d'EA pour les différents matériaux testés.

V. 2. 1. Essai sur éprouvettes modèles :

V. 2. 1. 1. Essai de traction sur éprouvette M :

Pour la détermination de la signature acoustique de la matrice, nous avons effectué des essais de traction sur la résine polyester. La courbe contrainte/déformation est associée aux tracés des événements acoustiques sur la Figure V-8 où on présente également le nombre de coups cumulé et l'amplitude acoustique.

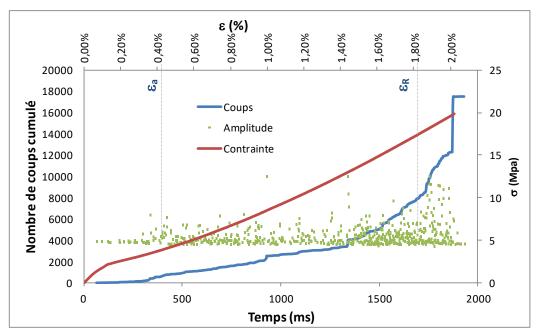


Figure V- 8 : Courbe contrainte/déplacement pour un essai sur résine polyester suivi de l'activité acoustique

L'initiation de l'activité acoustique de l'éprouvette a lieu à partir d'une déformation $\epsilon_A=0,36\%$ à $t=360 \mathrm{ms}$, jusqu'à l'atteinte de la déformation à la rupture $\epsilon_R=2\%$ ($t=1800 \mathrm{ms}$). Au moment de la rupture de l'échantillon, un grand nombre de coups sont enregistrés. Une partie de ceux-ci, de très forte énergie, correspond à la rupture de l'échantillon. La Figure V-9 présente l'histogramme des amplitudes des salves d'EA (1932 salves) lors de cet essai.

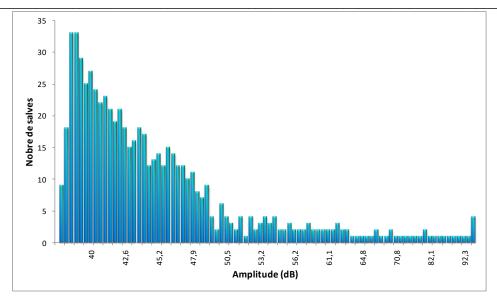


Figure V-9: Histogramme de l'amplitude des salves d'EA

L'activité acoustique en terme d'amplitude est caractérisée par des signaux majoritairement répartis entre 36 (seuil d'acquisition) et environ 50 dB. Évidemment, le seul mode d'endommagement qu'on peut attendre dans ces éprouvettes est la fissuration de la matrice. Ces résultats sont en bonne concordance avec la bibliographie [Hugu02, Brav13, Godi05, Marec08].

V. 2. 1. 2. Essai de traction sur éprouvette UD90 :

Deux modes d'endommagement peuvent intervenir dans ces matériaux : fissuration matricielle et décohésion fibre/matrice. La Figure V-10 illustre une photo d'une éprouvette UD90 rompue.

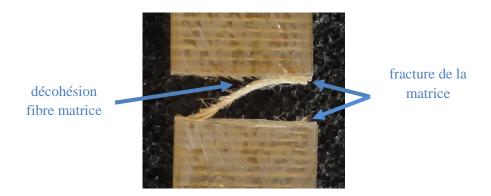


Figure V- 10 : Zone de rupture d'une éprouvette UD90.

Usuellement deux modes de rupture peuvent intervenir pour ce type d'éprouvette. C'est la fissuration de la matrice et la décohésion à l'interface entre la fibre et la matrice. néanmoins l'observation des faciès de rupture au MEB montre la présence des fibres fracturées (Figure V-11).

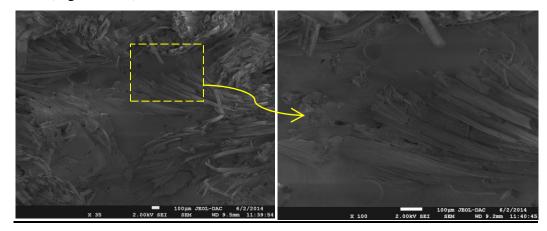


Figure V- 11: Faciès de rupture d'un composite UD90.

Les écheveaux composants le fil de jute contiennent des fibres d'orientation aléatoire. Sous sollicitation mécanique, ces fibres subissent des efforts composés traction et cisaillement. Notons que seul un nombre limité de filaments est désorientés par rapport à l'axe de sollicitation.

La Figure V-12 présente l'évolution de l'amplitude acoustique en fonction du temps, ainsi que les histogrammes d'amplitude des salves d'EA sur cet essai.

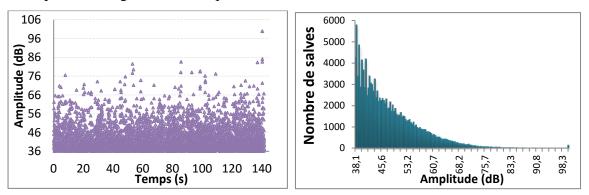


Figure V- 12: Distribution d'amplitude des salves d'EA au court d'un essai UD90.

Pour cet essai, le nombre de salves enregistrées (2410) est plus important que celui de l'essai sur la matrice seule. L'histogramme des amplitudes est relativement concentré sur une plage plus large par rapport au cas précédent. Cette plage s'étale de 36 dB à 72 dB. Contrairement au résultat de Marec [Mare08], ce résultat semble montrer l'existence d'un seul type d'endommagement. Il n'a y pas de distinction entre de différentes zones. Dans

l'objectif de classifier ces signaux nous avons utilisé la méthode non supervisée des kmoyennes.

V. 2. 1. 3. Essai de traction sur éprouvette UD0

Pour cette configuration, on remarque que la plage des amplitudes est plus étendue par rapport aux essais précédents. La Figure V-13 présente la variation de l'amplitude en fonction du temps d'une éprouvette UD0.

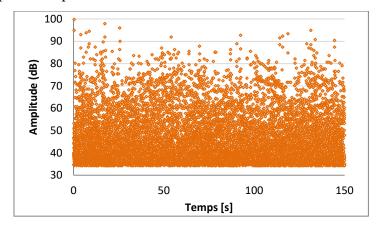


Figure V- 13 : Distribution de l'amplitude des signaux en fonction du temps au cours d'un essai UD0

Pour un essai de traction sur une éprouvette UD0, on enregistre 14995 salves. Les amplitudes varient entre le 36 dB et 99 dB. Les signaux issus de la rupture des fibres ont des amplitudes plus importantes. L'observation des faciès de rupture montre, en plus de la rupture matricielle, la décohésion à l'interface et la rupture des fibres (Figure V-14).

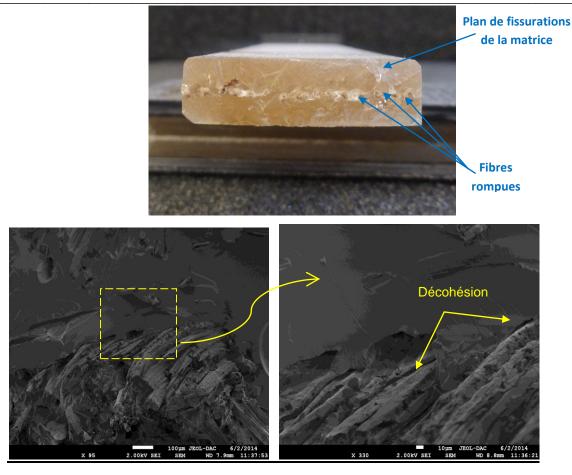


Figure V- 14 : Faciès de rupture d'une éprouvette UD0

En fait, il y a trois modes de rupture dans ce type de composite : fissuration matricielle, décohésion à l'interface et rupture des fibres.

V. 2. 2. Étude statistique des signatures acoustiques :

L'identification de la signature acoustique se fera par l'utilisation de l'outil de classification des k-moyennes ou k-means. Les données sont normalisées entre[-1, +1], avant de réaliser l'ACP. Les profils des contributions des descripteurs sur les axes formés de la première et de la seconde composantes principales sont présentés en Figure V-15.

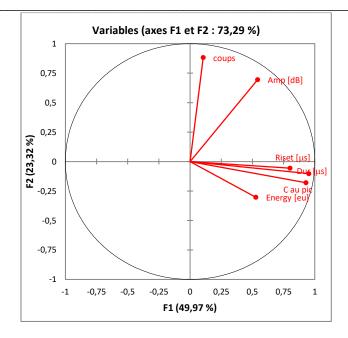


Figure V- 15 : Graphe du Cercle de corrélation

Le choix des descripteurs les plus pertinents à prendre en compte pour la classification peut se faire à partir du cercle de corrélation. Cette représentation montre que le nombre de coups au pic est assez corrélé avec le temps de montée et la durée, donc ils apportent la même information sur les données. On prend la durée comme premier descripteur. Le nombre de coups et l'amplitude sont plus éloignés, ils sont sélectionnés comme descripteur 2 et 3. Enfin, on retiendra l'énergie comme dernier descripteur pour ces données.

On utilise un diagramme de Pareto afin de sélectionner le nombre de composantes principales utilisé. Ce type de graphique représente l'importance de chaque variable en terme de pourcentage de variance totale, ainsi que le pourcentage cumulé de la variance (Figure V-16).

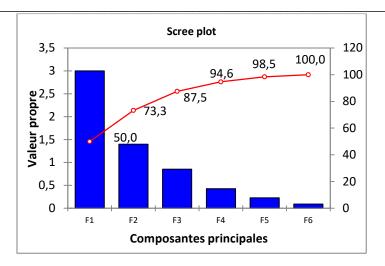


Figure V- 16: Diagramme des pourcentages d'inertie.

On remarque que les trois premières composantes principales décrivent 87,5% de la variance totale. On est donc passé d'une description des signaux avec 6 paramètres à 3 paramètres.

V. 2. 2. 1. Détermination du nombre de classes :

Le critère de Davies et Bouldin DB a été utilisé pour trouver le nombre idéal de classes . Ce critère a été calculé pour un nombre de classe k allant de 1 à 8 pour les différents essais (Figure V-17). Pour chaque essai, le nombre de classe k est optimisé en prenant la valeur minimale du critère DB.

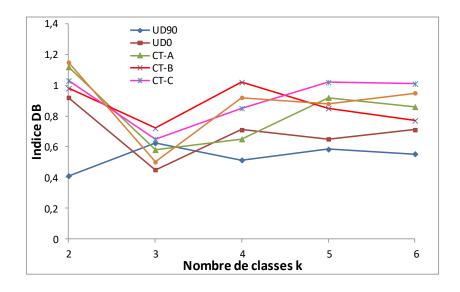


Figure V- 17 : Critère de Davies et Bouldin pour les différents essais.

Donc on peut pour chaque composite retenir les valeurs évoquées dans le tableau cidessous :

Essais	UD 90	UD 0	CT-A	СТ-В	CT-C	CT-D
Valeur min de DB	0.44	0.45	0.58	0.62	0.65	0.5
Nombre de classe k	2	3	3	3	3	3

Tableau V- 4: Nombres de classes correspond à l'indice DB de valeur minimale

Le choix définitif du nombre de classes à prendre pour effectuer la classification s'appuie sur la connaissance des types d'endommagement pouvant intervenir dans le matériau étudié.

V. 2. 2. 2. Application de l'algorithme k-moyenne :

V. 2. 2. 2. 1. Classification des signaux de l'essai UD90

L'objectif de cette classification est de déterminer la signature acoustique du mécanisme de décohésion fibre/matrice. On a exécuté l'algorithme des k-means avec un nombre k=2 (d'après l'indice DB). Les résultats sont présentés par la Figure. V-18-(a, b et c) au regard de l'amplitude des salves en fonction de temps, du nombre des coups et de la durée des salves. La figure V. 18-d présente les valeurs des silhouettes des salves classifiées. Ce critère, permet d'évaluer de manière plus précise la qualité de la discrimination.

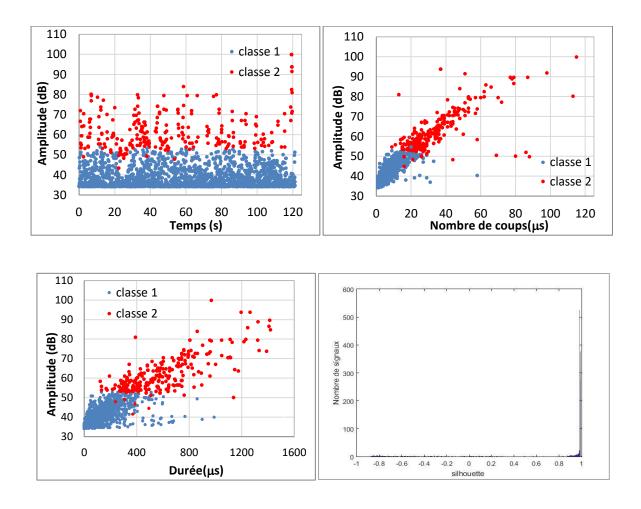


Figure V- 18: Résultats de discrimination des données acoustique d'un essai UD90.

On remarque que la valeur de silhouette pour la plupart des salve est proche ou égale à +1(Figure. V.-17-d). Cela signifie que la majorité des signaux sont bien attribués. Les principaux résultats obtenus de la classification des signaux sont rassemblés dans le tableau suivant :

Classe	Nombre	Ampli	tude (d)	B)	Durée	(µs)		Nomb	re de co	oups	Énergi	e (aJ)	
	de points	Min	Max	Moy	Min	Max	Moy	Min	Max	Moy	Min	Max	Moy
Classe 1	2148	36	61	42	0,8	2407	152	1	58	7	1,86	502	46,4
Classe 2	262	48,3	99,9	63	122	54835	1372	9	1526	52	190	61. 10 ⁷	3. 10 ⁵

Tableau V-5: Paramètres acoustiques temporels des deux classes du composite UD90.

Les signaux des deux classes semblent s'en écarter significativement. Ils présentent des paramètres acoustiques distinct, ainsi que des formes caractéristiques assez différentes,

telle que représentées sur la figure. V-19. Donc, ces signaux sont attribués à des phénomènes sources différents.

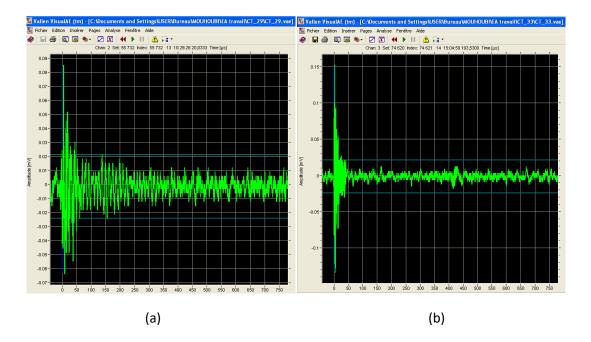


Figure V- 19: Forme d'ondes pour chaque classe, (a) classe 1 et (b) classe2.

A partir des signaux acoustique enregistrés de la matrice seule, et vu la gamme d'amplitude des signaux (cf: V. 2. 1. 1) on peut affirmer que la classe 1 correspond à la fissuration matricielle. Par conséquent, la classe 2 présente éventuellement la décohésion à l'interface fibre/matrice.

V. 2. 2. 2. Classification des signaux prélevés de l'essai UD0:

L'objectif de cette classification est d'identifier les salves d'EA provenant de la rupture des fibres. On a effectué l'algorithme des k-means avec un nombre k=3. La discrimination est présentée par la Figure V-20.

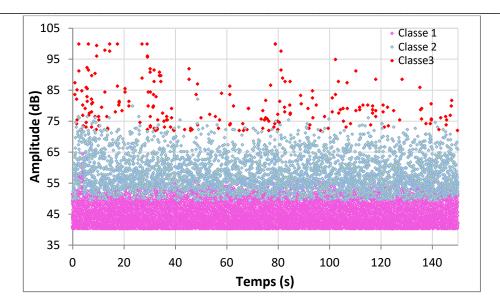


Figure V- 20 : Résultats de discrimination des signaux acoustiques d'un essai UD0.

La première classe de signaux (≈ 70% de la totalité des événements d'EA) a une amplitude comprise entre 38dB et 62dB. Les caractéristiques de ces signaux sont identiques à celles des signaux identifiés sur les échantillons précédemment testés (matrice). Ces signaux correspondent à la microfissuration matricielle. La seconde classe observée (26% des signaux) a une distribution d'amplitude comprise majoritairement entre 50dB et 76dB. Ces signaux sont identiques à ceux observés dans les échantillons UD90 correspondant aux décohésions inter-faciales. La troisième classe (< 2% des signaux d'EA) correspond à une gamme d'amplitude comprise entre 72 et 99dB. Ces signaux très énergiques conviennent surement aux ruptures de fibres. Les caractéristiques de ces salves sont très différentes des autres. Les paramètres temporels des salves d'EA (échantillon UD0) des différentes classes identifiées sont rassemblés dans tableau V-7.

Classe	Nbre de salves	Amplitude (dB)	Durée (µs)	Coups	Énergie (aJ)
Classe 1	12922	36-62	≈ 60	1-21	$< 5.10^{3} aJ$
Classe 2	1600	50-80	> 300	3-82	<10 ⁶ aJ
Classe 3	473	72-99,9	>1000	20-282	>10 ⁵ aJ

Tableau V- 6: Paramètres acoustiques temporels des trois classes du composite UD0.

V. 2. 2. 3. Classification des signaux prélevés de l'essai sur éprouvette CT:

La chronologie d'apparition des classes d'évènements acoustiques est superposée avec la courbe charge déplacement d'un essai de traction monotone sur éprouvette CT-D (Figure V-21). Cette représentation nous permet de visualiser l'évolution de l'activité acoustique en vu des différents modes d'endommagement avec la charge.

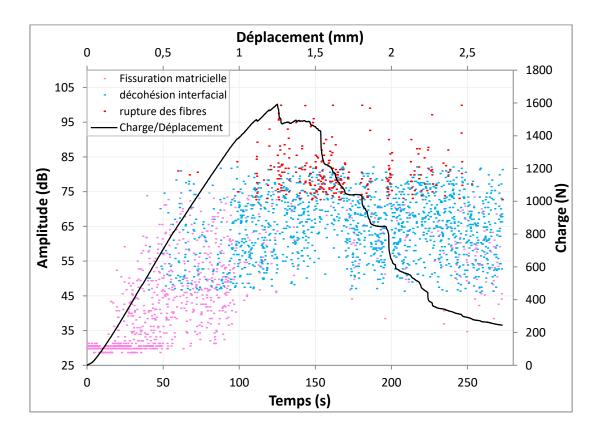


Figure V- 21 : Courbe charge / Déplacement et classification des évènements pour une éprouvette CT.

Cette discrimination montre que la fissuration matricielle est le mécanisme d'endommagement qui intervient en premier lieu. Pendant les 42 sec premiers on n'aperçoit aucun événement correspond à la décohésion fibre/matrice. A partir de 50sec ($\delta \approx 0,5$ mm), au fur-et-à-mesure que la charge augmente, le nombre de salves appartenant à ce mécanisme d'endommagement devient plus important. La rupture des fibres commence pratiquement à partir de 110sec ($\delta \approx 1,11$ mm et F= 1500N). Au-delà de cet instant les trois modes d'endommagement coexistent jusqu'à la rupture totale de l'éprouvette.

La figure V-22 illustre des courbes de localisation des événements acoustique

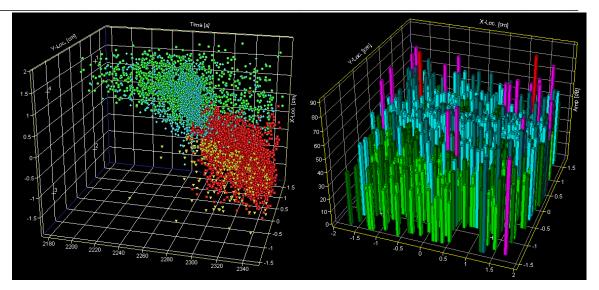


Figure V- 22: Localisation planaire des salves acoustiques, (a) en fonction du temps.et (b) en fonction de l'amplitude

Le logiciel d'EA (Vallen- VesualAE) permet de localiser l'origine des événements par rapport à la position des capteurs. Donc nous pouvons déterminer à quel moment et où se passe l'amorçage et de suivre les localisations au fil du temps. A partir des données de la calcification on peut donc connaître la nature, le temps et l'emplacement d'endommagement qui correspond à chaque événement acoustique.

V. 3. Conclusion:

L'objectif de ce chapitre était l'étude du comportement mécanique des composites à base de polyester renforcés par un tissu de Jute à différentes orientations. Cependant, l'orientation des plis à un effet remarquable sur les propriétés mécaniques des composites. Le meilleur comportement est concédé par la séquence d'empilement [0]₈.

Par le biais de mesures d'émission acoustique et en utilisant la méthode des kmeans, on a pu identifier trois mécanismes d'endommagements se manifestant lors de la sollicitation des différents composites étudiés. Les mécanismes d'endommagement sont : fissuration matricielle, décohésion fibres-matrice et rupture de fibres.

La signature acoustique de la fissuration matricielle est caractérisée par une forme d'onde de durée courte, un temps de montée moyen, une amplitude et une énergie relativement faibles. Les signaux correspondants à la décohésion fibres matrice, sont caractérisés par un temps de montée important, avec une durée, une amplitude et une énergie moyennes. Quant aux salves correspondants à la rupture de fibres, elles ont un temps de montée très court, une durée assez importante, une grande amplitude et une énergie très importante.

Conclusion générale:

Les travaux présentés dans ce mémoire servent à la préparation et la caractérisation de nouveaux composites à base de fibres végétales. Deux fibres végétales ont fait l'objet de nos études :

- une fibre locale : l'Alfa (*StipaTenacissima L.*), n'est utilisée jusqu'à présent que dans des applications papetières;
- une fibre d'origine asiatique (Bengladesh) : le Jute (Corchorus capsularis), son débouché principal est la fabrication de sac d'emballage et de transport.

Notre travail de recherche se compose de deux axes principaux:

Une étude approfondie de la fibre Alfa a fait l'objet du premier axe. L'objectif de cette étude est d'estimer la potentialité d'exploiter l'Alfa pour élaborer un nouveau composite Cette fibre a subit un traitement alcalin (NaOH 5%) pour des temps allant de 2 à 72 heures. Les propriétés mécaniques, chimiques, physiques et morphologiques de la fibre sont évaluées en fonction du temps de traitement.

Le 2^{eme} axe de recherche est l'étude des matériaux composites Jute/Polyester. Quatre stratifiés de 8 plis de toile de jute à différentes orientations et de la résine polyester sont élaborés. Nous avons étudié l'effet de l'orientation des plis sur le comportement mécanique des composites élaborés. De ce fait, nous avons testé en traction des éprouvette CT des différentes orientations. Les essais mécaniques sont menés par suivis par émission acoustique. Les signatures acoustiques des différents modes d'endommagement intervenant lors de la propagation de fissure sont identifiées.

Les principales conclusions de l'étude de la fibre Alfa sont récapitulées dans ce qui suit :

La composition chimique de la fibre Alfa montre qu'elle contienne des proportions des constituants de base suffisantes pour l'employer comme renfort dans les matériaux composites. Ces constituants sont 39% de cellulose, 21% de lignine et 34% d'hémicelluloses. Par le biais de la fluorescence X, nous avons décelé et déterminé les taux de certains éléments minéraux existants dans l'Alfa (ex: SiO₂, K₂O, CaO, ...).

Le traitement alcalin de la fibre végétale conduit à une diminution de la densité et la création de pores dans la structure de la fibre. Ce traitement contribue également à la diminution du taux d'absorption d'humidité. Le taux de cristallinité est maximal pour un traitement de 6H. On assiste aussi à un nettoyage de la surface de la fibre ce qui améliore l'adhésion fibre-matrice.

Des essais de traction sont menés sur la fibre Alfa brute avec de différentes longueurs de jauges (180, 150, 120, 90 et 60 mm). La résistance en traction décroit avec l'accroissement de la longueur testée. Cette décroissance est attribuée à la taille et la distribution des défauts préexistants. Sachant que la densité et la sévérité de ces défauts augmentent avec la longueur testée.

Le traitement alcalin de 6 heures (5% de NaOH) avec la température de 30 C est le temps optimal vis-à-vis des propriétés mécaniques des fibres.

Le second volet de cette étude est consacré à l'élaboration et l'étude du comportement à la rupture des composites Jute/polyester ainsi que leurs constituants. Par conséquent, on a examiné les éléments de base des composite (fils, tissu de Jute et résine) On s'est intéressé également à l'étude de l'influence de l'orientation des plis sur le comportement mécaniques de ces composites. Le composite [0]₈ présente la meilleure configuration vis à vis du comportement à la rupture.

L'analyse des données d'EA a permis la description des différents modes d'endommagement ainsi que les différents mécanismes mis en jeu lors de la propagation de fissure. La méthode de classification non supervisée est retenue et l'algorithme des kmeans a été utilisé dans l'espace vectoriel à quatre dimensions, constitué des descripteurs choisis. Le nombre optimal de classes de partitionnement est obtenu par minimisation du coefficient de Davies & Bouldin.

La méthodologie utilisée consistait en l'analyse des signaux d'EA reçus lors d'essais de traction monotone sur échantillons modèle. Ces modèles sont des échantillons de résine seule et de composites unidirectionnels sollicités dans différentes directions (0 et 90) par rapport aux fibres.

Nous avons identifié deux mécanismes d'endommagement (fissuration matricielle et décohésion fibres-matrice) dans l'essai à 90° par rapport à l'axe de chargement (fissuration matricielle, décohésion fibres-matrice et rupture de fibres). Dans le cas des éprouvettes UD0, on a identifié trois mécanismes, (fissuration matricielle, décohésion fibres-matrice et rupture de fibres).

La signature acoustique de la fissuration matricielle est caractérisée par une amplitude comprise entre 38dB et 62dB. Par contre pour la décohésion fibres/matrice, elle

Conclusion générale

se situe entre 50dB et 76dB. Cependant, la rupture de fibres correspond à une gamme d'amplitude comprise entre 72 et 99dB.

En perspective, la confrontation des résultats des classifications en utilisant d'autre descripteur (énergie, temps de montée, durée...etc.) semble être un outil de validation des classes obtenues. Notons aussi que la classification non supervisée quant à elle peut servir de comparaison avec les résultats obtenus.

- [Asla13] Aslan. M, «Investigation of damage mechanism of flax fibre LPET commingled composites by acoustic emission", Composites: Part B, vol. 54, Pages 289-297, (2013).
- [BenB07] Ben Brahim. S, Ben Cheikh. R, "Influence of fibre orientation and volume fraction on the tensile properties of unidirectional Alfa-polyester composite Composites Science and Technology 67 Pages 140–147, (2007).
- [Benm04] Benmdakhene. S, " Contribution à l'étude des mécanismes d'endommagement par émission acoustique dans le cas des matériaux composites et métalliques", mémoire d'Habilitation a dirigé des recherches, Université des Sciences et Technologies de Lille, (2004).
- [Benz92] Benzeggagh. M, Barre. S, Echalier. B, Jacquemet. R, "étude de l'endommagement de matériaux composites à fibres courtes et à matrice thermoplastique. Journées nationales composites, Paris, France volume 8, pages 703–714, (1992).
- [Bert03] Berthelot. J. M, "Transverse cracking and delamination in cross-ply glass-fiber and carbon-fiber reinforced plastic laminates: Static and fatigue loading", Applied Mechanics Reviews, 56(1) Pages 111–147, (2003).
- [Bert92] Berthelot. J. M. "Matériaux composites : Comportement mécanique et analyse des structures", Livre, édition MASSON- Paris, 2ème édition, (1992).
- [Bess07] Bessadok. A, Marais. S, Gouanve. F, Colasse. L, Zimmerlin. I, Roudesli. S, Métayer. M, "Effect of chemical treatments of Alfa (Stipa tenacissima) fibres on water-sorption properties", Composites Science and Technology 67 Pages 685–697, (2007).
- [Bess09] Bessadok. A, Roudesli. S, Marais. S, Follain. N, Lebrun. L, "Alfa fibres for unsaturated polyester composites reinforcement: Effects of chemical treatments on mechanical and permeation properties", Composites: Part A 40 Pages 184–195, (2009).
- [Bled06] Bledzki. A. K, Faruk. O, Sperber. V. E, "Cars frome biofibers", Macromolecular Materials and Engineering, 291, pages 449- 457, (2006).
- [Bois04] Boisse. P, "Mise en forme des renforts fibreux de composites", Techniques de l'ingénieur (1) AM3734, (2004)

- [Boye07] Boyer. B, Rudie. A « Single fiber lignin distributions based on the density gradient column method », In:Proceedings of TAPPI engineering, pulping and environmental conference, Jacksonville, FL. Atlanta, GA, TAPPI Press (October 2007).
- [Brav13] Bravo. A, Toubal. L, Koffi. D, Erchiqui. F, "Characterization of Tensile Damage for a Short Birch Fiber-reinforced Polyethylene Composite with Acoustic Emission", International Journal of Material Science, (3-13), Pages, 79-89, (2013).
- [Carm09] Carmona. V, "étude de l'endommagement de matériaux composites par tomographie X et émission acoustique", thèse de Doctorat, INSA- Lyon, (2009).
- [Ceys96] Ceysson. O, Salvia. M, Vincent. L, "Damage mechanisms characterisation of carbon fibre/epoxy composite laminates by both electrical resistance measurements and acoustic emission analysis", Scripta Materialia, 34(8), Pages 1273-1280, (1996).
- [Char07] Charlet. K, Baley. C, Morvan. C, Jernot. J. P, Gomina. Moussa, "Characteristics of Hemès flax fibres as a function of their location in the stem and properties of derived unidirectional composites". Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 38, pages 1912-1921, (2007).
- [Cick02] Cickoucch. Jr. F. R, Thomason. J. L, "Thermoelastic anisotropy of a natural fiber", Composites Science and Technology 62, Pages 669–678, (2002)
- [Dall13] Dallel. M, "Evaluation du potentiel textile des fibres d'Alfa (*Stipa Tenacissima L.*): Caractérisation physico-chimique de la fibre au fil", thèse de doctorat de l'universite de haute Alsace, (2012).
- [Davi79] Davies. D. L, Bouldin. D. W, "A cluster Separation Measure", IEEE Transaction on pattern analysis and machine intelligence, PAMI-1(2), Pages 224-227, (1979).
- [Dero09] De Rosa. I. M, Santulli. C, Sarasini. F, Valente. M, "Poste-impact damage characterization of hybrid configurations of jute/glass polyester laminates using acoustic emission and IR thermography", Composites Science and Technology 69, Pages 1142-1150, (2009).
- [Doan06] Doan. T. T. L, Gao. S. L, Mäder. E, "Jute/polypropylene composites I. Effect of matrix modification", Composites Science and Technology 66 Pages 952–963, (2006).

- [Doth11] DO THI Vi Vi "Matériaux composites fibres naturelles/polymère biodégradables ou non", these de Doctorat, université de GrENOBLE et de l'université des Sciences de HOCHIMINH VILLE, (2011).
- [**Duva11**] Duval. A, Bourmaud. A, Augier. L, Baley. C, "Influence of the sampling area of the stem on the mecanical properties of hemp fibers", Materials Letters 65, pages 797-800, (2011).
- [Elfo08] Elfordy. S, Lucas. F, Tancret. F, Scudeller. Y, Goudet. L, "Mechanical and thermal properties of lime and hemp concrete manufactured by a projection process" Construction and Building Materials, Pages 2116–2123 (2008).
- [Elma10] A. El Mahi. A, Ben Salem. I, Assarar. M, Berbaoui. R, Poilane. C, El Guerjouma. R,"Analyse par émission acoustique de l'endommagement des matériaux écocomposites", 10ème Congrès Français d'Acoustique, (2010).
- [Elou09] Elouaer. A, Aboura. Z, Ayad. R, Sabhi. H, Benzeggagh. M, "Suivi de l'endommagement en fatigue des composites à base de fibres végétales", Les 16èmes Journées Nationales sur les Composites, (2009).
- [Elou11] Elouaer. A, "Contribution à la compréhension et à la modélisation du comportement mécanique de matériaux composites à renfort en fibres végétales", Thèse de Doctorat, Université de Reims Champagne-Ardenne, (2011).
- [Faru12] Faruk. O, Bledzki. A. K, Fink H. P, Sain. M "Biocomposites reinforced with natural fibers: 2000–2010" Volume 37, Numéro 11, Pages 1552-1596 (2012).
- [Fide13] Fidelis. M. E, Pereira. T, Gomes. O, Silva. F, Filo. R "The effect of fiber morphology on the tensile strength of natural fibers", Materials Research and technology 2(2) Pages 149 -157, (2013)
- [Fide13] Fidelis. M. E, Pereira. T, Gomes. O, Silva. F, Filo. R "The effect of fiber morphology on the tensile strength of natural fibers", Materials Research and technology 2(2) Pages 149 -157, (2013)
- [Gay05] Gay. D "Matériaux composites", Livre 5eme Edition, Hermes Science Publications, (2005).
- [Gehr13] Gehring. F, "Etude du comportement mécanique et de l'endommagement de composites thermoplastiques renforcés de fibres courtes de chanvre : Approche expérimentale et modélisation", thèse de Doctorat, Université de Loraine, (2013).

- [Godi05] Godin. N, Huguet. S, Gaertner. R, "Integration of the Kohonen's self-organising map and k-means algorithm for the segmentation of the AE data collected during tensile tests on cross-ply composites", Nondestructive Testing and Evaluation (38), Pages 299-309, (2005).
- [Gorn10] Gornet. L, "Généralités sur les matériaux composites", édition ECM Centrale Nante, 1ère édition, (2010).
- [Grue04] Gruescu. C, "Approche par changement d'échelle de l'endommagement des matériaux anisotropes : Application aux composites à matrice fragile", thèse de Doctorat, Université des Sciences et Technologie de Lille 1, (2004).
- [Guit09] Guittat.Y " PSA (Peugeot-Citroën) et les matériaux verts" article publié sur (http://www.automobile-entreprise.com/PSA-Peugeot-Citroen-et-les,1090), le 16 octobre (2009).
- [Hild03] Hild. F, "Mesure de champs de déplacement par corrélation d'image et applications en mécanique des solides", LMT Cachan, Paris 6, (2003).
- [Hoth08] Ho Thi, Thu Nga "Étude de l'influence de la température et de l'humidité sur les propriétés mécaniques en traction des fibres de chanvre et de coco". Thèse de Doctorat, École de technologie supérieure, Montréal,. (2008).
- [Hugu02a] Huguet. S, Godin. N, Gaertner. R, Salmon. L, Villard. D, 'Use of acoustic emission to identify damage modes in glass fibre reinforced polyester', Composites Science and Technology, 62, Pages 1433–1444, (2002).
- [Hugu02b] Huguet. S, " Application de classification aux données d'émission acoustique : identification de la signature acoustique des mécanismes d'endommagement dans les composites à matrice polymèr", Thèse de doctorat, INSA de Lyon, (2002).
- [Ilcz13] Ilczyszyn. F "Caractérisation expérimentale et numérique du comportement mécanique des agro-composites renforcés par des fibres de chanvre", Thèse de doctorat de l'Université de Technologie de Troyes, (2013).
- [Kim 97] Kim. S. T, Lee. Y. T, "Characteristics of damage and fracture process of carbon fiber reinforced plastic under loading-unloading test by using AE method", Materials Science and Engineering, A 234-236, Pages 322-326, (1997).

- [Kots99] Kotsikos. G, Evans. J. T, Gibson. A. G, Hale. J, "Use of acoustic emission to characterize corrosion fatigue damage accumulation in glass fiber reinforced polyester laminates", Polymer Composites 20(5), Pages 689-696, (1999).
- [Kuma06] Kumar, S.,&Verma, I. K.Degradation studies of thermoplastics composites of jute fiber-reinforced LDPE/polycaprolactone blends. Polymer-Plastic Technology and Engineering, 45, Pages 1219–1225, (2006).
- [Laks16] Lakshmanan. A, Ghosh. R. K, Dasgupta. S, Chakraborty. S, Ganguly. P. K, "Optimization of alkali treatment condition on jute fabric for the development of rigid biocomposite", Journal of Industrial Textiles, pages 1-16, (2016).
- [Laks99] Laksimi. A, Benmedakhene. S, Bounouas, L. "Monitoring Acoustic Emission During Tensile Loading of Thermoplastic Composites Materials." Proceeding of ICCM, (1999).
- [LaVis] Site web: http://www.lavision.fr/fr/techniques/digital-image-correlation.php
- [Mare08] Marec. A, Thomas. J.-H, El Guerjouma. R," Damage characterization of polymer-based composite materials: Multivariable analysis and wavelet transform for clustering acoustic emission data", Mechanical Systems and Signal Processing, 22 (6), Pages 1441-1464 2008,
- [Miha11] Mihaluta. M, " Étude de la mise en œuvre industrielle d'un nouveau procédé de mise en forme de produits composites" thèse de Doctorat, l'École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers, Paristech, (2011).
- [Mir 09] Mir. A, Zitoune. R, Collombet. F, Bezzazi. B "Caractérisation mécanique et thermomécanique d'un stratié Jute/époxy = Mechanical and thermomechanical characterization of jute/epoxy laminate", Phillipe OLIVIER et Jacques LAMON. JNC, Toulouse, France. AMAC, 10 p. <a href="https://doi.org/10.2009/jnc.20
- [Moha00] Mohanty. A. K, Khan. M. A, Hinrichsen. G, "Surface modification of jute and its influence on performance of biodegradable jute-fabric/Biopol composites", Composites Science and Technology 60 Pages 1115-1124, (2000).
- [Mouh08] Mouhoubi. S, "Caractérisation de l'interface d'un composite fibre végétale/polypropylène", Mémoire de Magister, UFAS, (2008).

- [Mukh86] Mukherjee. A., Mukhopadhyay. A. K, Mukhopadhyay.U. "Surface characteristics of Jute fibers at different stage of growth", Textile Research Journal 56 (9), pages 562-566 (1986)
- [Muna07] Munawar, S., K. Umemura, and S. Kawai, Characterization of the morphological, physical, and mechanical properties of seven nonwood plant fiber bundles. Journal of Wood Science, 53(2): pages. 108-113, (2007).
- [Müss99] J.Müssig, Caractérisation des fibres de chanvre. Journée scientifique du chanvre, Montjean sur Loire France (1999).
- [Nech04] Nechad. H, "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-Lyon, (2004).
- [NFG01] Essais des étoffes, Détermination de la force de rupture et d'allongement de rupture par traction. Recueil des normes françaises textiles, tome 2, AFNOR, NFG07-001, Pages 60-65, (1985).
- [NFG04] Essais des étoffes, Méthodes de détermination certaines caractéristiques. Recueil des normes françaises textiles, tome 2, AFNOR, NFG07-104, Page 118, (1985).
- [Nico14] Nicolin. A "Dévelopement de matériaux composites à base de résine de tanins et de renfort de fibres végétales", Thèse de doctorat de l'Université de Lorraine, (2014).
- [Paiv07] Paiva. M.C, Ammar. I, Campos. A.R, Ben Cheikh. R, Cunha. A.M, "Alfa fibres: Mechanical, morphological and interfacial characterization", Composites Science and Technology 67, pages 1132–1138, (2007).
- [Pick07] Pickering. K. L, Beckermann. G. W, Alam. S. N, Foreman. N. J, "Optimising industrial hemp fibre for composites", Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 38, pages 461-468, (2007).
- [Plac12] Placet. V, Trivaudey. F, Gucheret-Retel. V, Boubakar. M. L, "Diameter dependence of the apparent tensil modulus of hemp fibres", Modeling the influence of environmental relative humidity on the tensile properties of unitarian hemp fibres" Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 43, pages 275- 287, (2012).
- [Rafi16] Rafiquzzaman. M, Islam. M, Rahman. H, Talukdar. S, Hasan. N, "Mechanical property evaluation of glass–jute fiber reinforced polymer composites", Polymer Advanced and Technology (2016).

- [Ray01] Ray. D, Sarkar. B. K, Rana. A. K, Bose. N. R, "Effect of alkali treated jute fibres on composite properties", Bulling Materials Sciences 24(2) Pages 129-135, (2001).
- [Rega13] Regazzi. A, "Contribution à l'étude du vieillissement couplé thermo-hydro-mécanique de bio-composites PLA/lin", Thèse de doctorat de MINES ParisTech, (2013).
- [Roub05] Rouby. D, "Micromécanique des composites", Cours i3, INSA de Lyon, (2005).
- [Roud12] Roudier. A, "Analyse multi-échelle du comportement hygro-mécanique des fibres de lin, Thèse de Doctorat, Université Blaise Pascal Clermont II, (2012).
- [Rowe98] Rowell. R. M, Stout. H. P, "Jute and Kenaf", Handbook of Fiber Chemistry, Copyright by Marcel Dekker, USA (1998).
- [Saha10] Saha. P, Manna. S, Chowdhury. S. R, Sen. R, Roy. D, Adhikari. B, "Enhancement of tensile strength of lignocellulosic jute fibers by alkali-steam treatment", Bioresource Technology 101 Pages 3182–3187, (2010)
- [Said15] Saidane. E, "Etude de l'effet du vieillissement hygrothermique sur le comportement mécanique d'éco-composites à renfort hybride", Thèse de doctorat de l'Université de Reims Champagne-Ardenne, (2015).
- [Seve12] Sever. K, Sarikanat. M, Seki. Y, Gokhan Erkan. G, Erdogän U. H, Erden. S, "Surface treatments of jute fabric: The influence of surface characteristics on jute fabrics and mechanical properties of jute/polyester composites", Industrial Crops and Products, 35 Pages 22–30, (2012).
- [Sobc12] Sobczak. L, Reinhold. W. L, Andreas. H, "Polypropylene composites with natural fibers and wood General mechanical property profiles", Composites Science and Technology 72, Pages 550–557, (2012).
- [Sun 05] Sun. C. C.« True Density of Microcrystalline Cellulose », Journal of Pharmaceutical Sciences 94 (10), Pages.2132-2134 (2005).
- [Tada73] Tada. H, Paris. P, Irwin. G, The Stress Analysis of Cracks, Handbook. Del Research Corporation, 1973.
- [Thiè95] Thiébaud. S, "Valorisation chimique de compose lignocellulosiques : Obtention de nouveau matériaux" thèse doctorat, INP- Toulouse (1995).
- [Thua11] Thuault. A, "Approche multi-échelle de la structure et du comportement mécanique de la fibre de lin", thèse de Doctorat, Université de Caen Basse Normandie, (2011).

- [Virk. A.S., Hall. W, Summerscales. J, "Failure strain as the key design criterion for fracture of natural fibre composites" Composites Science and Technology 70(6) Pages 995 999, (2010).
- [Zafe07] Zafeiropoulos. N, Dijon. G, Baillie. C, "A study of the effect of surface treatments on the tensile strength of flax fibres: Part II. Application of Weibull statistics", Composites: Part A. (38) Pages 629-638, (2007).

Annexes:

Annexe 1: Composition chimique des fibres Alfa

Taux de matière sèche (MS) :

La matière sèche est déterminée sur un échantillon broyé de 5g, introduit dans un creuset préalablement séché, puis pesé (P₀), et place dans l'étuve à 105°C jusqu'à poids constant (pendant 3h). Après refroidissement dans un dessiccateur, le creuset contenant la matière sèche est pesé (P₁). Le taux de matière sèche est alors :

$$M_S(\%) = \frac{P_1}{P_0} \times 100$$

Sachant que : P₀ : masse du creuset contenant la matière végétale avant étuvage

P₁: masse du creuset contenant la matière végétale après étuvage

Taux de matières minérales (MM) :

La teneur en matières minérales, ou cendres (Norme Tappi T211 om-93) est déterminée sur le même échantillon sec, par calcination dans un four à $T^{\circ} = 525^{\circ}C$ pendant 5 heures. Après refroidissement dans un dessiccateur, le creuset est pesé (P_2). Le taux de matière minérale est alors :

$$M_M$$
 (%) = $\frac{P_2}{P_0} \times 100$

Taux de matière organique est donc déterminé par différenciation :

$$M_O(\%) = \frac{P_1 - P_2}{P_0} \times 100$$

Où : P₂: masse du creuset contenant la matière végétale après calcination

Taux des constituants extractibles :

Les constituants extractibles de l'échantillon (cires, résines, corps gras, tannins, carbohydrates à faibles poids moléculaires libres...) sont tout d'abord extraites par différents solvants à l'aide d'un extracteur Soxhlet selon (Norrne Tappi T 204 om-88). Les différentes étapes d'extraction sont :

- Extraction avec un mélange éthanol/toluène (1:2 en volume) pendant 6 heures;
- Extraction à nouveau pendant 6 heures avec l'éthanol (95%);
- On termine par un lavage à l'eau chaude pour extraire les fractions solubles dans l'eau comme les sucres libres.

Enfin, on procède un séchage pendant 12 heures à 105°C. La perte en masse détermine les taux des extractibles.

Taux de lignine :

Le taux de lignine est déterminé suivant la norme (ASTM D 1106 – 84).

On met 15 ml d'une solution de 72% d'acide sulfurique sont ajoutés à 1g de matière végétale sèche ayant préalablement subit les extractions précédentes. L'échantillon est agité pendant au moins 1 minute puis est laissé 2 heures au repos interrompu par des agitations fréquentes, Le mélange est ensuite dilué à 3% avant d'être porté à reflux pendant 4 heures. L'échantillon est alors filtré puis lavé à l'eau chaude. Après séchage à l'étuve à 105°C pendant 12 heures, une première pesée est effectuée, La seconde pesée détermine la masse de matière minérale obtenue après calcination de l'échantillon dans un four à 550°C pendant 5 heures. La masse de lignine représente la différence entre les deux pesées.

Taux de cellulose et d'hémicelluloses :

La méthode de VAN SOEST et WINE connue sous le nom de méthode A.D.F.-N.D.F. (Acid Detergent Fiber - Neutral Detergent Fiber), consiste à soumettre la matière végétale à l'action successive de deux détergents anionique et cationique.

Le détergent N.D.F. élimine en particulier les protéines et les complexes tanins protéines et solubilise les substances pectiques, Cette méthode permet d'évaluer l'ensemble des hémicelluloses, cellulose et lignine.

Le réactif N.D.F. est préparé à l'aide de 150 g de lauryl sulfate de sodium, 93,05 g d'éthylène dianine tétraacétate de sodium (EDTA), 22,80 g de phosphate disodique, 34,05 g de tétraborate de disodium, 10 H₂O, 50 ml d'éthyl cellulose. Le mélange est complété à 5 litres avec de l'eau distillée.

1 g de matière végétale finement broyée (dont on déterminera parallèlement la teneur en matière sèche), est introduit dans un ballon de 500 ml muni d'un réfrigérant ascendant. 100 ml de réactif N.D.F. y sont ajoutés. Après 1 heure d'ébullition, le résidu est filtré sur un creuset de Gooch de porosité 1, abondamment rincé à l'eau bouillante et séché dans l'étuve à 105°C pendant 12 heures, Après refroidissement dans un dessiccateur, le creuset est pesé. La masse de matière minérale du résidu est déterminée

comme précédemment. La différence entre les deux pesées représente le poids total de cellulose + hémicelluloses + lignine.

Le dosage A.D.F. est effectué par l'action d'un détergent acide. Le résidu obtenu dans ce cas est constitué de lignine et de cellulose, Le réactif A.D.F. comprend 100 g de: bromure de çétyl triméthyl ammonium dans 51 d'une solution d'acide sulfurique à 3,5%.

Le protocole opératoire est identique au précédent, le réactif N.D.F. étant remplacé par le réactif A.D.F. La différence entre les deux pesées représente ici le poids de lignocellulose. Ainsi, la quantité de chacun des constituants des parois cellulaires est calculée par différences entre les trois résultats :

Quantité de cellulose = [quantité lignine + cellulose] (ADF) - quantité lignine

Quantité d'hémicelluloses = [quantité lignine + cellulose + hémicelluloses (NDF)]

- [quantité lignine + cellulose] (ADF).

Les études de reproductibilité des résultats et de pureté des différentes fractions ont montré que cette méthode permet d'obtenir une évaluation fiable de la répartition des principaux constituants des parois cellulaires. L'écart type sur les résultats exprimés par rapport à la matière sèche est : \pm 1 %.

Composition de la matière minérale (par fluorescence X)

Lors de l'analyse par fluorescence (X SHIMAD – XRF 18000), l'échantillon doit être homogène et ayant une face parfaitement plane, dont la composition superficielle reflète la totalité de l'échantillon moyen. Pour ce faire, chaque échantillon est confectionné sous forme de pastille de 200 mg. Ceci est acquis par broyage intensif de la cendre que nous avons eu après la calcination de la fibre Alfa, ensuite par pastillage à la pression de 10 tonnes/cm².

Annexe 2 : Fiche technique de la résine polyester

CRAY VALLEY information technique NORSODYNE® F44273 Résine polyester insaturé Version Septembre 2009 PROPRIETES DE LA RESINE DURCIE NON RENFORCEE (Valeurs moyennes connues à la date du present document) FORME DE PRESENTATION Masse volumique à 20°C 1.17 g/cm³ Propriétés mecaniques Résine liquide limpide Traction ISO 527 - Contrainte de rupture - Allongement à la rupture 22% CARACTERES PRINCIPAUX DE LA RESINE Flexion ISO 178 - Contrainte de rupture 120 MPa - Résine polyester insature isophtalique · Module d'élasticité 3600 MPa - Basse viscosité et réactivité moyenne Proprietés thermomecaniques - Bonne resistance a l'hydrolyse et aux agents HDT ISO 75-2 A 103°C - chimiques Retrait volumique 7.5 % Durete Barcol 45-50 DESIGNATION (seion ISO 3672-1) MODE DE TRANSFORMATION ET INFORMATIONS SUR LA ISO 3572-1 - UP N C/V2R6 MISE EN OEUVRE MARQUAGE (selon ISO 11469) - Contact - Projection simultanee - Pultrusion - RTM - Enroulement filamentaire - Injection DUREE D'UTILISATION ET DE STOCKAGE - Pressage voie humide - Centrifugation A utiliser avant la date limite utilisation (D.L.U) indiquee sur le contenant. Stockage à l'abri de la lumière à une température **APPLICATIONS PRINCIPALES** infeneure a 25°C, emballage non ouvert. -Corps creux (cuves-silos-tuvaux) PRECAUTIONS DE MANIPULATION - Contient du styrene, classe liquide inflammable de 1ere - Nautisme Pièces industrielles - Rappel du "Point Eclair" du styrène (32°C) - Les vapeurs de styrène sont irritantes à concentration élèvée CARACTERISTIQUES Ventilation energique des ateliers et des postes de travail - Le personnei doit être muni de gants et de lunettes - La mise en oeuvre des polyesters nécessité en général l'ajout Masse volumique à 20°C 1.08 g/cm³ Viscosite Brookfield a 25°C de peroxydes organiques dont la manipulation exigé des precautions particulieres. Se réferer à la fiche de données de M2V50 29-35 MP45 securité du fournisseur de catalyseur Teneur en volatils 43 - 46 % Reactivite - Methode R 152 - Temperature d'essa-23°C 1.5 % PMEC 50 % - Systeme catalytique 0.15 % Cobatt 6 % 100 9 - Quantité de résine - l'emps de gel 22 min Cette fiche a été établie selon la norme NF T 50-063 CRAY VALLEY - La Detense 6 - 16-32 rue Horri Regnault - F-92902 PARIS LA DEFENSE Cedex - Tol. : (3)(01-47-96-98-50 - Fax : (3)(01-47-96-98-81 Bureau Commercial F-62320 DROCOURT - Tel (33) 03 21 74 84 80 - Fax (33) 03 21 76 02 41 www.crayvalley.com

111

Les tenactements contenus dans cette notice sont le resolitat de mo étades et de notre expérience. Es sont destinés à server de guide dens l'attaisation de no recolati et ne dovent par être

screnderes comme des lundes de specialisations. Ils se una arent empiajen notic responsabilité instantient es uso d'attende uso, de ets apout évant à des seus

CCP CRAY VALLEY		F44273			44	320	1.08	12		22		45	103		3.1	120	0000	2000	120	I			C	5,7	3,2
Ü		SPEC (PAGE19)cahier des	charge mai 2009	liner iso	39-43	300-500	1,04-1,08	14-20		4-10	155-185	35-45	73 103 (receipt 3)s	100°)	6-7 (recuit 30mm 80°)				80-100	0.2			visco25° M3x50	5	8
	ISO	SPEC(page 15- 16) cahier des	charge aout charge mai 2009		43-47	270-470	1,1-1,14	10-20	<25	15-25	170-190	>40	>120	665	^2	06<	0000	0065<		1>		1 à 35°C		COLUMN	
		SPEC 1er	charge aout	2008	44-48	350-450	1.1-1.15	10-15	<25	10-12	175-195	35-45	115-130	011-66	2.5-3.5	08-09		3600-4000	80-100	<15		temps de gel à 35°C	0,15% cobalt 6%	12	10,
					MONOME %	VISCO mPas	density	IA Mg KOH'er	HOI	GEL TIME min	GEL-PIC min	BARCOL	20 DI		ALLONGE % MENT A LA	CONTRAI N/mm²	RUPTURE	MODULE North	N CONTRAL N/mm² NTE EN	FLEXION Absorption %	d'eau	temps de gel à 25°C fer		14'	22'
rges ISO										の の の 対 対 対 な た 込 !	· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·				71	調						stabilité à 100°C tem		5 h	
har		F44273	H	320	1.08	12		22			45		103		120	3600	120							isophtalique	F44273
Cahier des cha	0		44-48		-1.1	-	30	10-12	10-15	-6/1	35-45	115-	130	2.5-3.5	n² 60-80	n ² 3600-		< 1.5							
0	Col	CI	%	mPas		Mg VOH/or	NO.	mim	mm	ွ		ာ့	00		JRE TE N/mm²	N/mm²	rE N/mm²	ean %						Technobel	Cray valley
0	1		MONOMER	VISCO 25°C	density			GEL TIME	GEL-PIC		BARCOL		HUT	ALLONCEMENT	A LA RUFTURE CONTRAINTE RUPTURE	MODULE EN	CONTRAINTE	Absorption d'eau							Ц

Résumé:

L'utilisation des fibres végétales dans les matériaux composites confère au matériau de nombreuses propriétés: la légèreté, la résistance, un coût plus faible ..etc. Néanmoins, l'atout écologique est le plus essentiel. Dans ce contexte, nous avons étudier deux fibres végétales apparentes : la fibre locale Alfa à l'état brute et la fibre de Jute en forme tissée. Nous nous somme intéressés d'une part à l'évaluation des propriétés mécaniques, chimiques, physiques et morphologiques de la fibre Alfa. Ces propriétés ont été évaluées en fonction du temps de traitement alcalin (5% de NaOH à 30°C) appliqué aux fibre Alfa. Nous avons conclus que le temps de 6 heures est le temps optimal vis-à-vis des propriétés mécaniques des fibres.

D'une autre part, nous avons élaboré des stratifiés à différentes orientations du tissu de Jute avec une matrice polyester. Par conséquent, une étude de l'effet de l'orientation de 8 plis sur le comportement à la rupture des stratifiés à été accomplie. Les séquences d'empilement sont $[0]_8$, $[90]_8$, $[0/900/90]_S$ et $[90_2 / \pm 45]_S$. La fraction massique du renfort fibreux est de l'ordre de 38%. Le composite $[0]_8$ présente la meilleure configuration vis à vis du comportement à la rupture

Noua avons exploité la technique de l'émission acoustique (AE) pour l'analyse des mécanismes qui opèrent lors de la propagation de fissure. Nous avons constaté que la signature acoustique de la fissuration matricielle est caractérisée par une amplitude comprise entre 38dB et 62dB. La décohésion fibres/matrice, se situe entre 50dB et 76dB et la rupture de fibres correspond à une gamme d'amplitude comprise entre 72 et 99dB.

Mots clés : Composites, Alfa, Jute, traitement de surface, rupture, émission acoustique.

ملخص:

إن استعمال الألياف النباتية في تكوين المواد المركبة يسمح بتشكيل مواد ذات مقاومة عالية، خفيفة الوزن، بسعر منخفض... إلخ. لكن المكسب الأهم المرجو من هذا الإدماج هو المساهمة في الحفاظ على البيئة. في هذا السياق قمنا بدراسة نوعين من الألياف النباتية: ألياف محلية و مصدرها نبات الحفاء بوضعه الخام، وألياف الجوت على شكل نسيج. في ما يخص ألياف الحلفاء قد صب جل اهتمامنا على مشكل التجانس بين الألياف النباتية و المادة المبلمرة. حيث قمنا بتحويل الألياف سطحيا بمعالجتها بمحلول قلوي بتركيز 5% لفترات زمنية تتراوح بين ساعتين و 72 ساعة تحت درجة حرارة ثابتة قدرها 30 دم، و هذا قصد تحسين نوعية التجانس و التداخل مع المادة المبلمرة. إن الخصائص الميكانيكية و الكيميائية و المورفولوجية للألياف النباتية و قد تم تقويمها وفقا لتأثير المعالجة الكيميائية المطبقة حسب الأوقات الزمنية المعتمدة. توصلنا إلى أن مدة 6 ساعات هي المدة المثلي من ناحية الخصائص الميكانيكية.

من ناحية أخرى، صنعنا مادة مركبة بين البولستير و نسيج الجوت بعدة توجيهات. و عليه قمنا بدراسة مفصلة عن مختلف المواد المصنعة آخذين بعين الإعتبار تأثير توجيه النسيج. التوجيهات المدروسة هي $_{\rm S}$ [0/90/90], [90], [90], [0/90/ \pm 45] ما عن نسبة الألياف داخل المادة المركبة قدرت ب 38%. تمحور إهتمامنا في دراستنا حول مقاومة المادة المركبة لإنتشار التشققات, كذا الظواهر التي تنشاء أثناء التشقق. ولقد إستعنا بدراسة الأمواج الصوتية (AE) لتحليل الآليات التي تعمل خلال إنتشار الشروخ. وجدنا أن البصمة الصوتية لتصدع المصفوفة معرفة بسعة صوتية محصورة بين 4B3b الما تكسر الألياف فإنه و يقول و 32b، وتشقق السطح البيني ألياف / مصفوفة فإنه يتميز بسعة تمتد من 4B50 إلى 4B76 أما تكسر الألياف فإنه يتولفق مع مجموعة السعات بين 72 و 4B9b

الكلمات المفتاحية: المواد المركبة، ألياف الحلفاء، ألياف الجوت، المعالجة السطحية، سلوك الكسر، الأمواج الصوتية.