

Analyse de l'endommagement d'un composite à matrice thermoplastique renforcée de fibres de lin par émission acoustique.

Arthur MONTI^a, Abderrahim EL MAHI^a, Laurent GUILLAUMAT^b,
Zouhaier JENDLI^c

a. LAUM - Laboratoire d'Acoustique de l'Université du Maine.

Arthur.monti.etu@univ-lemans.fr

Abderrahim.elmahi@univ-lemans.fr

b. LAMPA - Laboratoire Arts et Métiers Paris Tech Angers

Laurent.guillaumat@ensam.eu

c. ESTACA LAB -Pôle Mécanique des Matériaux Composites et Environnement

Zouhaier.jendli@estaca.fr

Résumé :

L'étude expérimentale proposée a pour objectifs de décrire les mécanismes d'endommagement survenant dans un composite à matrice polymère renforcée par des fibres végétales. Les résultats obtenus au cours d'essais de traction uni-axiale ont été analysés, afin de cerner, qualifier et quantifier les mécanismes en jeu. Des fibres de lin unidirectionnelles continues ont été associées à une résine thermoplastique liquide par infusion. Des éprouvettes du composite stratifié ont été testées selon différentes orientations et différentes séquences d'empilement. Les essais ont été suivis par émission acoustique et les événements enregistrés ont été classifiés de manière non supervisée selon des descripteurs temporels. D'autre part, des analyses microscopiques des fronts de rupture ainsi que des sections d'éprouvettes partiellement sollicitées ont été réalisées afin de tenter de corrélérer à différentes échelles la classification obtenue des événements acoustiques et les mécanismes d'endommagement.

Abstract:

This article presents an analysis of damage mechanisms performed on a composite material made of a polymer matrix reinforced by vegetal fibers. Continuous unidirectional flax fibers have been used with a thermoplastic matrix. Test specimens were manufactured by liquid resin infusion. Mechanical tests have been carried out on unidirectional samples and on specimens with different layups. These tests were monitored by acoustic emission, and the record hits have been processed with an unsupervised pattern recognition method based on temporal features. Then, microscopic analyses on break profiles and partially tested specimens have been performed in order to find out the existing damage mechanisms. A correlation between those physical phenomena and the clusters of acoustic events has been discussed.

Mots clefs : Composite bio sourcé, Fibres de lin, Essai de traction, Emission acoustique, Endommagement.

1 Introduction

Les matériaux éco-composites font l'objet d'un nombre de recherches croissant depuis quelques années [1]. En effet, outre leurs avantages écologiques (ressources naturelles renouvelables, biodégradabilité éventuelle, etc.), ils offrent aussi un excellent ratio masse/rigidité/résistance – un atout considérable pour la plupart des industriels du transport et des sports et loisirs. Toujours dans une optique d'accroissement des performances environnementales, les éco-composites à matrice thermoplastique se développent peu à peu, offrant un potentiel de recyclage intéressant. Certaines solutions sont mêmes totalement biosourcées. La plupart de ces matériaux nécessitent une mise en forme par thermocompression (sous presse ou sous vide). Parmi les différents renforts naturels utilisés, et particulièrement en Europe, les fibres de lin sont appréciées pour leurs performances mécaniques et leur disponibilité [2, 3]. Aujourd'hui, ces matériaux sont restreints à des utilisations non structurelles, en raison entre autres d'un manque de connaissances de leur comportement. Par exemple, la compréhension et l'anticipation des mécanismes d'endommagement est indispensable en vue de toute utilisation semi-structurelle ou structurelle. Dans cette optique, cette étude propose une analyse des mécanismes d'endommagement survenant dans le composite. Des essais de traction suivis par émission acoustique sont réalisés dans différentes configurations privilégiant certains de ces mécanismes. L'objectif est de déterminer leur signatures acoustiques et leur impact sur les propriétés du composite.

1 Essais mécanique et caractérisation expérimentale

1.1 Matériaux utilisés

Les matériaux de l'étude ont été choisis pour permettre la réalisation de pièces éco-composites à matrice thermoplastique renforcée par des fibres « continues » de lin, mis en œuvre par infusion de résine liquide. Contrairement à la thermo compression, ce moyen de mise en œuvre est peu compatible avec les hautes cadences de production. Cependant, il permet la réalisation en petite série de pièces de grandes dimensions et potentiellement complexes (coques de bateaux, pales d'éoliennes, etc.). Ainsi, un voile de fibres de lin unidirectionnel continu de 200g/m² a été utilisé (FLAXTAPE© développé par la société LINEO) [4]. La résine thermoplastique liquide Elium © d'ARKEMA a été utilisée pour la mise en œuvre des composites. Il s'agit d'une résine acrylique activée par du peroxyde. Sa fluidité (Elium RT 150) la rend particulièrement intéressante pour une mise en œuvre par infusion. D'autre part, la rapidité de la polymérisation à température ambiante permet la réalisation facile d'un grand nombre d'échantillons.

1.2 Fabrication des éprouvettes

Les fibres de lin ont été découpées manuellement aux ciseaux, puis séchées en étuve pendant environ 1h à 110°C. Ce cycle présente un assez bon compromis entre séchage des fibres et conservation de propriétés mécaniques [5]. Les différents plis secs sont positionnés manuellement selon la séquence d'empilement souhaitée directement sur un moule plan et lisse préalablement ciré. Les fibres sont recouvertes d'un tissu d'arrache et d'un milieu drainant comportant un film micro perforé. L'ensemble est ensuite placé sous une bâche étanche fixée sur le moule par un mastic approprié. Le vide est réalisé par un tuyau inséré dans le dispositif et relié à une gaine spiralée de sortie. L'arrivée de résine est assurée par un tuyau d'entrée relié à une gaine spiralée, permettant une avancée frontale de la résine. Avant l'infusion, le vide maximal est maintenu pendant une durée d'environ 5heures, afin de permettre le dégazage de la préforme. L'infusion est ensuite réalisée à une dépression de 0.4 bar. Une fois la préforme totalement imprégnée, l'arrivée de résine est coupée et le vide est maintenu jusqu'à ce

que la température (mesurée par un thermocouple positionné en surface de la bache à vide) revienne à la température ambiante après le pic exothermique. La plaque est ensuite démoulée (environ 1h30 après le début de l'infusion), et conditionnée à température ambiante pendant au moins une semaine.

Pour cette étude, 5 séries d'éprouvettes ont été préparées :

- UD-0° : Une série d'éprouvettes unidirectionnelles coupées dans le sens des fibres.
- UD-45° : Une série d'éprouvettes unidirectionnelles coupées à 45° par rapport à l'axe des fibres.
- UD-90° : Une série d'éprouvettes unidirectionnelles coupées à 90° par rapport à l'axe des fibres.
- CR-0/90 : Une série d'éprouvettes croisées à [0/90/0/90/0], le sens longitudinal des éprouvettes correspondant à l'axe 0° des fibres.
- CR - +45/-45 : Une série d'éprouvettes croisées à [45/-45/45/-45/45], le sens longitudinal des éprouvettes correspondant à l'axe 0° des fibres.

La découpe a été réalisée avec un disque diamanté à eau. Par la suite, les éprouvettes ont été séchées en étuve puis conditionnées. Dans le cadre de cette étude, pour éviter l'introduction de signaux acoustiques parasites, les éprouvettes ont été testées sans talons. Seules celles pour lesquelles la rupture est survenue loin des mors ont été considérées pour le post traitement des données d'émission acoustique.

1.3 Propriétés mécaniques des composites

Le composite Lin/Elium présente un taux de fibre volumique compris entre 35% et 40%, mesuré en connaissant la masse surfacique des renforts et par pesée hydrostatique de nombreux échantillons. Le taux de porosité est compris entre 5% et 10%. La densité globale du composite, mesurée par pesée hydrostatique, est estimée à 1.27. Le composite a été caractérisé lors d'une campagne précédente par des essais de traction destinés à mesurer les modules de l'ingénieur du pli unidirectionnel en contraintes planes (ASTM D3039). Le Tableau 1 synthétise les propriétés élastiques et ultimes principales du pli UD.

Propriétés élastiques			Propriétés à la rupture		
Grandeur	Moyenne	Ecart Type	Grandeur	Moyenne	Ecart Type
E_1 (GPa)	23,3	1,16	S_1 (MPa)	225	8,85
E_2 (GPa)	3,22	0,12	S_2 (MPa)	7,51	0,29
E_{45} (GPa)	0,35	0,01	S_{45} (MPa)	12,0	2,13
ν_{12}	3,65	0,14	S_{12} (MPa)	9,98	
G_{12} (GPa)	1,29				

Tableau 1 : Propriétés mécaniques du pli UD en contraintes planes

1.4 Essais de traction suivis par émission acoustique

Les essais de traction ont été réalisés sur une machine de traction MTS universelle équipée de mors auto serrant et d'un capteur d'effort de 100 kN. Les essais ont été suivis par émission acoustique au moyen de deux capteurs de bande passante 100kHz – 1MHz, maintenus sur les éprouvettes, et reliés à un système d'acquisition EPA (Euro Physical Acoustic). Durant les essais, les signaux perçus par les

capteurs avec une fréquence d'échantillonnage de 5MHz sont amplifiés à l'aide d'un préamplificateur de gain 40dB, traités par la carte PCI et convertis en différents paramètres d'émission acoustique. La Figure 1 illustre le banc d'essai utilisé.

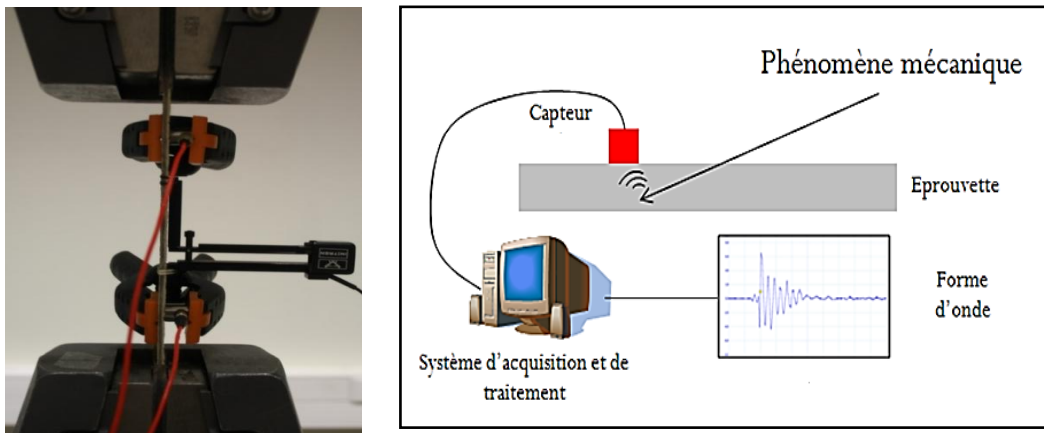


Figure 1 : Dispositif d'acquisition des données d'émission acoustique

La valeur seuil d'acquisition des signaux a été fixée à 38dB, et les paramètres d'acquisition temporels ont été définis tels que PDT = 50 μ s, HDT = 100 μ s, HLT = 200 μ s [9].

2 Analyse de la rupture des composites

L'observation visuelle et à la loupe binoculaire des profils de rupture des différentes éprouvettes testées permet de faire une première synthèse des mécanismes d'endommagement ayant eu lieu.

- Les éprouvettes UD-90 présentent une rupture nette et droite perpendiculairement à l'axe de traction. Néanmoins, après rupture, les deux moitiés de l'éprouvette restent reliées par quelques fibres dont on peut noter un déchaussement progressif si l'on continue l'essai.
- La rupture des éprouvettes UD-45° a lieu pour des valeurs de charge plus élevées. La rupture est nette et rectiligne, orientée à 45° par rapport à l'axe de traction, et les deux moitiés de l'éprouvettes présentent là aussi quelques fibres déchaussées.
- Les éprouvettes UD-0° rompent pour un niveau de chargement beaucoup plus élevé. La rupture s'initie dans la zone utile de l'éprouvette et se propage transversalement sur quelques millimètres, et se propage longitudinalement.
- Dans le cas des éprouvettes CR-0/90, le front de rupture se propage exclusivement dans le sens transverse. De nombreuses fibres déchaussées sont visibles. Il ne semble pas y avoir de délaminage.
- Les éprouvettes CR-+45/-45 présentent une rupture par délaminage bien visible. De nombreuses fibres déchaussées de quelques millimètres sont visibles. Certains faisceaux de fibres sont manifestement rompus.

Pour compléter les observations précédentes, deux types d'observations microscopiques ont été réalisées. Des coupes microscopiques ont été préparées sur des éprouvettes UD-0°. L'une non sollicitée est utilisée comme éprouvette de référence. L'autre est sollicitée à 50% de la charge maximale (au delà de la limite élastique). Les sections ont été enrobées à froid et les surfaces polies jusqu'à un grain de 1 μ m. Elles ont été observées au microscope électronique à balayage. Les profils de ruptures des différentes catégories d'éprouvettes ont aussi été analysés.

Sur les coupes microscopiques présentées en Figure 2, on constate de nombreuses zones de fissuration. On observe des fissures exclusivement dans la matrice (1), mais aussi à l'intérieur de faisceaux de fibres (2), témoignant d'une séparation longitudinale. La mouillabilité est en effet réduite dans ces zones du fait de la forte concentration de fibres. De nombreuses décohésions d'interface ont aussi été observées sur les coupes microscopiques. Ces mécanismes de décohésions peuvent avoir lieu soit à l'interface entre la matrice et la couche de pectine et de cires entourant les faisceaux de fibres (3). Ces décohésions sont généralement plus larges que celles survenant à l'interface entre les fibres et la matrice (4).

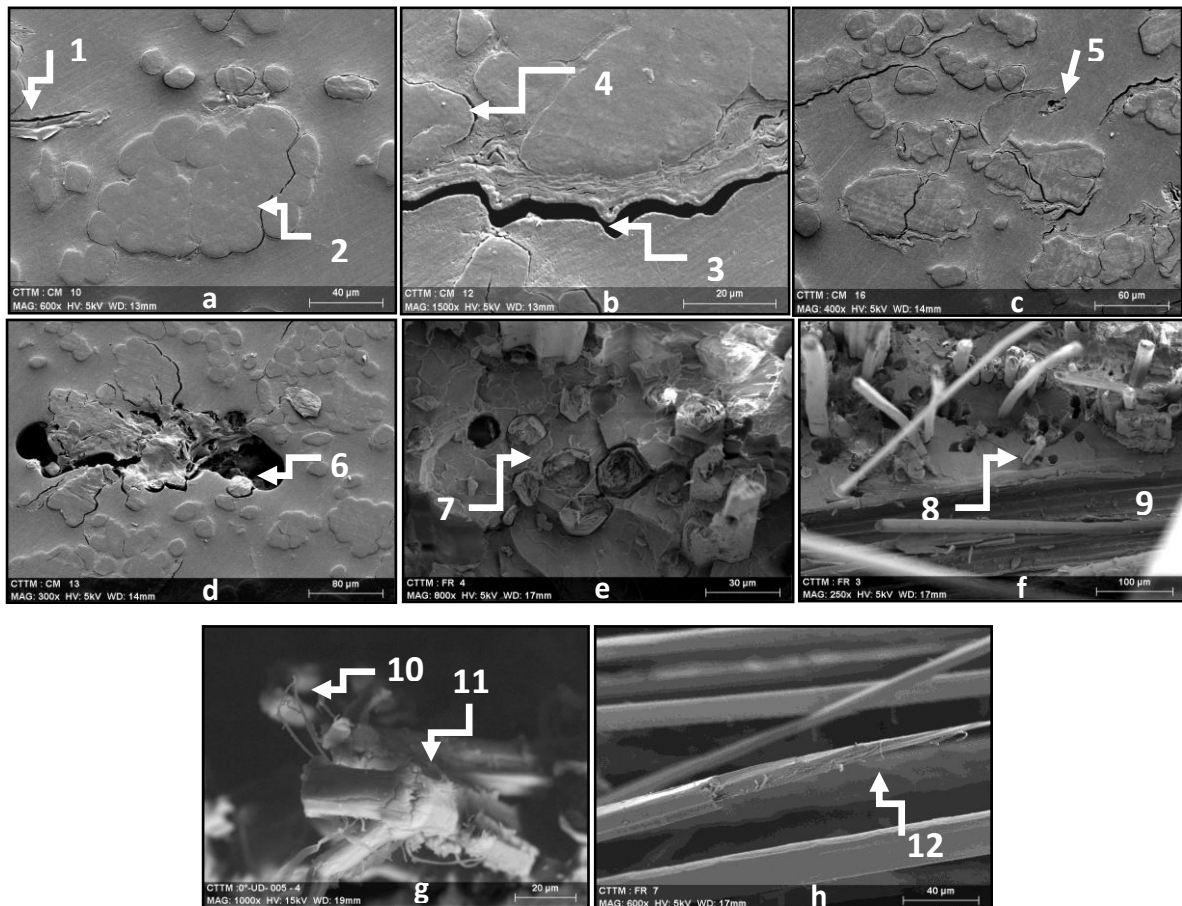


Figure 2 : Analyses MEB de coupes microscopiques et de profils de ruptures

De petites porosités(5) de l'ordre de 15 à 20 microns peuvent être observées, mais sont relativement rares. En revanche, il existe des porosités de plus grandes tailles, de l'ordre de 100 à 200 microns (6), et qui semblent être à l'origine de nombreuses fissures.

Sur les profils de ruptures des éprouvettes, on peut observer des zones de rupture nettes des fibres unitaires au ras de la matrice (7), témoignant d'une bonne qualité de l'interface par endroits. Néanmoins, de très nombreux déchaussements de fibres (8) sont visibles, soit sous la forme de fibres sortantes de la matrice, soit sous la forme de trous dans cette dernière. La micrographie référencée en(Figure 2, f), prise sur un profil de rupture d'éprouvette CR-0/90, illustre ce mécanisme. Les fibres peuvent se déchausser longitudinalement (8), suite à une rupture de l'interface par cisaillement, ou se décoller des plis transverses (9). De plus, du fait de la nature complexe des fibres de lin, différents mécanismes d'endommagement propres aux fibres peuvent être observés, comme le pelage (10), ou la fissuration transverse particulièrement présente sur les zones de discontinuité (11). Certaines fibres ont même rompu longitudinalement(12).

Ainsi, les observations macroscopiques et microscopiques ont démontré l'existence de nombreux mécanismes d'endommagement, pour la plupart liés à la matrice, à l'interface entre les fibres et la matrice, ou aux fibres elles mêmes.

3 Analyse des données d'émission acoustique

Les données d'émission acoustiques ont été traitées avec les logiciels NOESIS et MATLAB. Dans cette étude, seuls des descripteurs temporels ont été utilisés. Après une analyse de la matrice de corrélation des différents descripteurs existants, les 5 paramètres suivants ont été sélectionnés pour la classification :

- L'amplitude maximale de la salve, exprimée en dB.
- Le temps de montée de la salve, exprimé en ms, qui correspond à la durée entre le début de la salve et le pic maximal
- La durée de la salve, exprimée en ms.
- L'énergie absolue de la salve (exprimée en atto-joules).
- Le nombre de coups au pic, correspondant au nombre de dépassement de seuils depuis le début de la salve jusqu'au pic maximal.

Une analyse préalable des données dans le plan des deux composantes principales de plus fort poids a été réalisée. Ainsi, un groupe de signaux (représentant environ 1% du total des événements) a été mis en évidence. Ces signaux, caractérisés par un temps de montée et un nombre de coups au pic « anormalement » élevé ont été supprimés de l'ensemble des données. Après analyse de leur forme d'onde, ils ont été attribués à des concaténations indésirables de signaux acoustiques, probablement liés aux réglages des paramètres temporels d'acquisition (HDT, PDT, PLT). Ces signaux surviennent principalement en fin d'essai, justement lorsque la quantité de signaux reçus par seconde devient très importante.

3.1 Méthodologie de classification

Les caractéristiques des signaux acoustiques émis par les mécanismes d'endommagement observés au paragraphe 2 étant à priori inconnus, une méthode de classification non supervisée a été retenue. Ainsi, l'algorithme des k-moyennes a été utilisé dans l'espace vectoriel à cinq dimensions, constitué des classificateurs choisis, avec une norme euclidienne et un partitionnement initial aléatoire. Les données sont préalablement centrées – réduites. Autrement dit, les caractéristiques de chaque descripteur sont ramenées à des grandeurs de moyenne nulle et d'écart type égal à 1. Le nombre optimal de classes de partitionnement a été obtenu par minimisation du coefficient de Davies & Bouldin [6].

Les résultats de cette classification sont présentés en Figure 3 à Figure 7, en amplitude – temps, pour avoir un premier aperçu de la discrimination des classes d'événements. La représentation du nombre de coups cumulés en fonction du temps montre la chronologie d'apparition des événements des différentes classes. D'autre part, le Tableau 2 présente les pourcentages d'événements que constituent les classes obtenues pour les différents types d'éprouvettes.

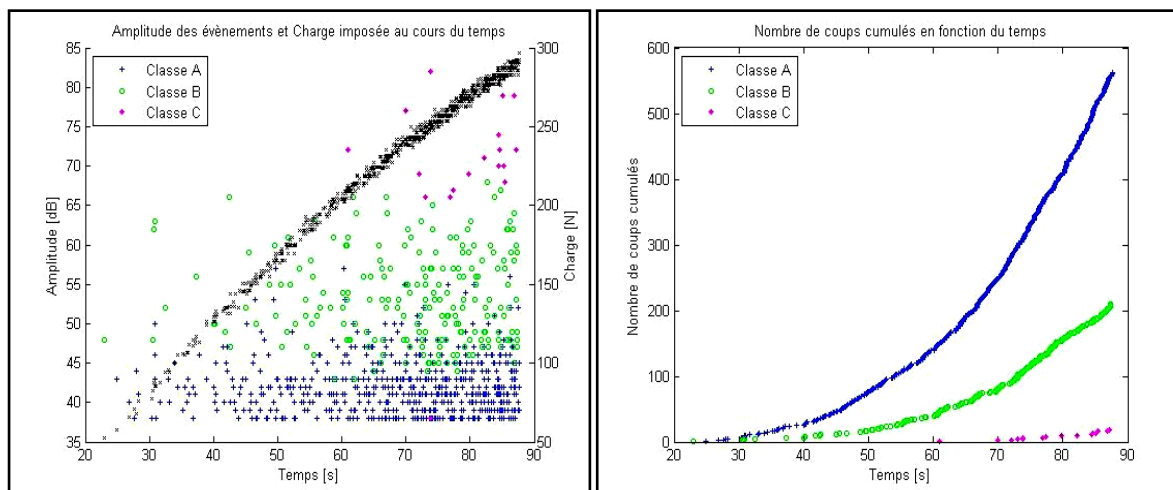


Figure 3 : Classification des événements pour l'éprouvette UD-90°

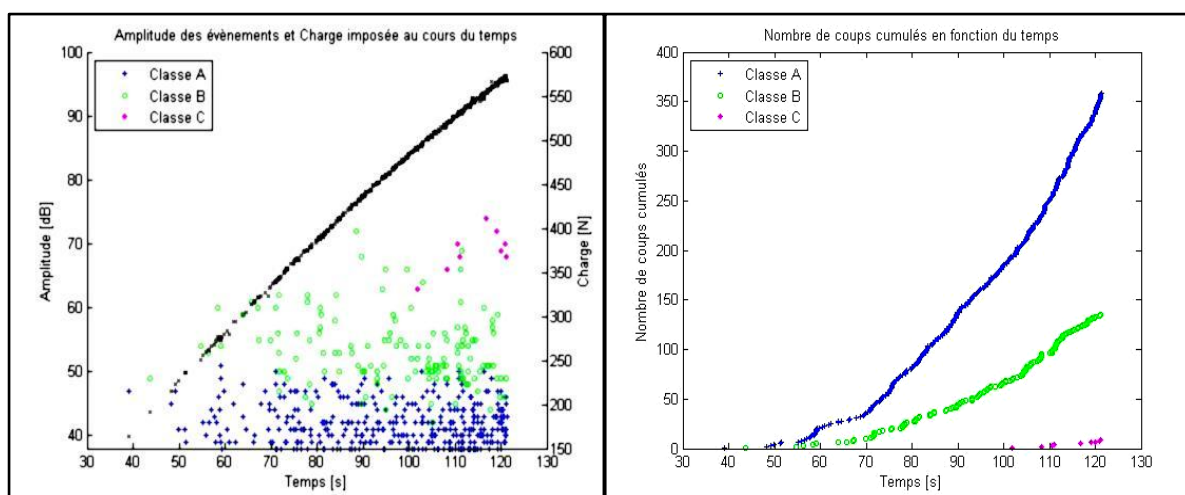


Figure 4 : Classification des événements pour l'éprouvette UD-45°

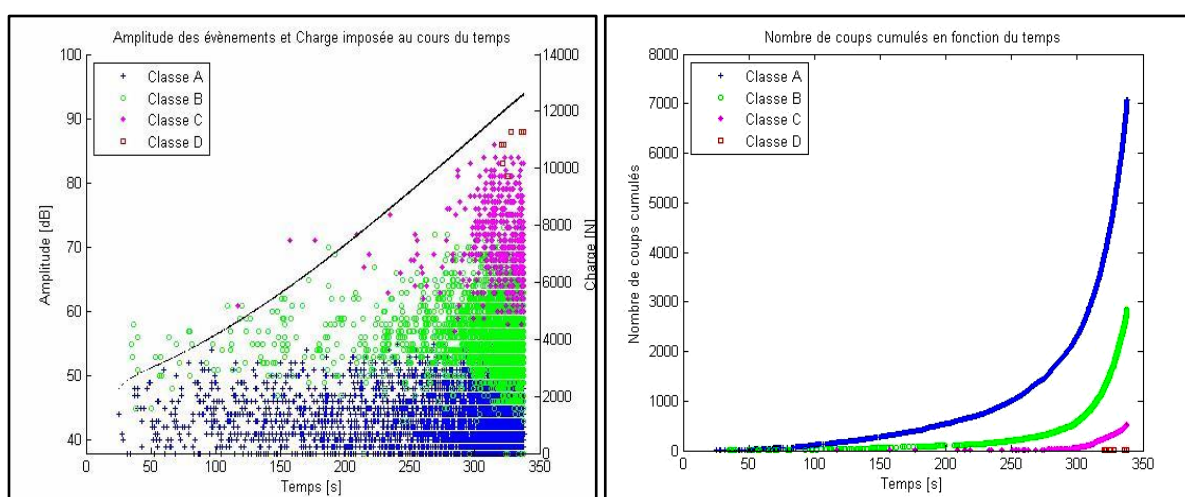


Figure 5 : Classification des événements pour l'éprouvette UD-0°

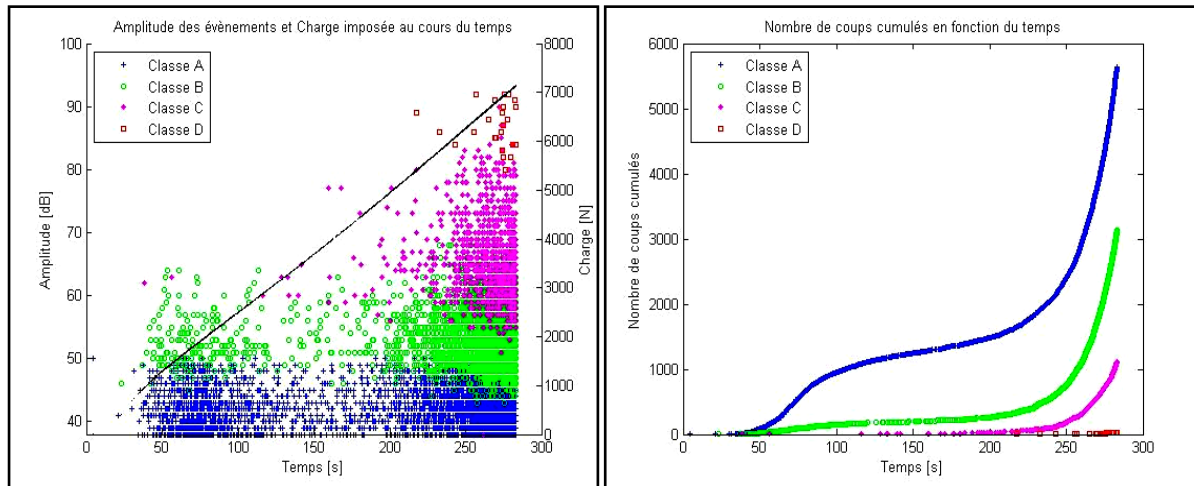


Figure 6 : Classification des événements pour l'éprouvette CR - 0/90

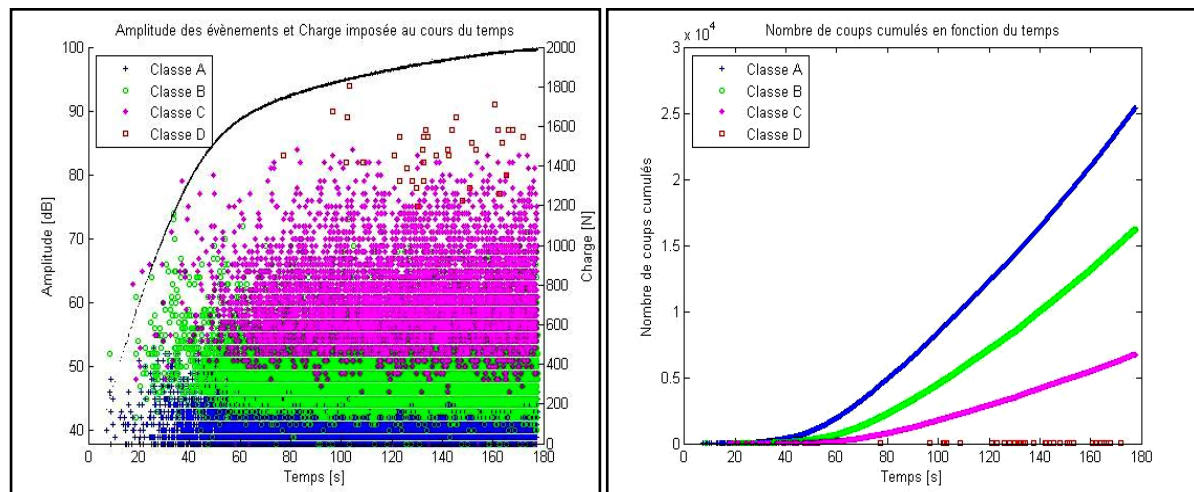


Figure 7 : Classification des événements pour l'éprouvette CR - +45/-45

	<i>Classe A</i>	<i>Classe B</i>	<i>Classe C</i>	<i>Classe D</i>
<i>UD-90°</i>	71,2 %	26,5 %	2,3 %	0,0 %
<i>UD-45°</i>	71,3 %	26,9 %	1,8 %	0,0 %
<i>UD-0°</i>	67,6 %	27,2 %	5,1 %	0,1 %
<i>CR - 0/90</i>	56,9 %	31,5 %	11,3 %	0,3 %
<i>CR - +45/-45</i>	52,5 %	33,4 %	14,0 %	0,1 %

Tableau 2 : Pourcentages des classes

3.2 Analyse des différentes classes

Dans le but d'associer les classes obtenues aux mécanismes d'endommagement survenant dans le composite, les caractéristiques de ces classes ont été relevées pour les cinq descripteurs temporels choisis. La Figure 8 présente les propriétés moyennes des quatre classes considérées pour les cinq types d'éprouvettes. Une représentation en échelle logarithmique a été utilisée afin de visualiser l'ensemble des données malgré des écarts relatifs importants entre les différents descripteurs. Ce type de représentation montre l'existence d'une différence nette entre la classe A et les trois autres.

Les classes B, C et D présentent plus de similitudes, mais se différencient principalement par l'énergie absolue des signaux, ainsi que par leur durée.

La visualisation des formes d'ondes dans le domaine temporel indiquent une discrimination possible des classes selon les paramètres moyens décrits précédemment. Toutefois, on peut noter une variabilité importante de l'aspect de ces formes d'onde au sein d'une même classe.

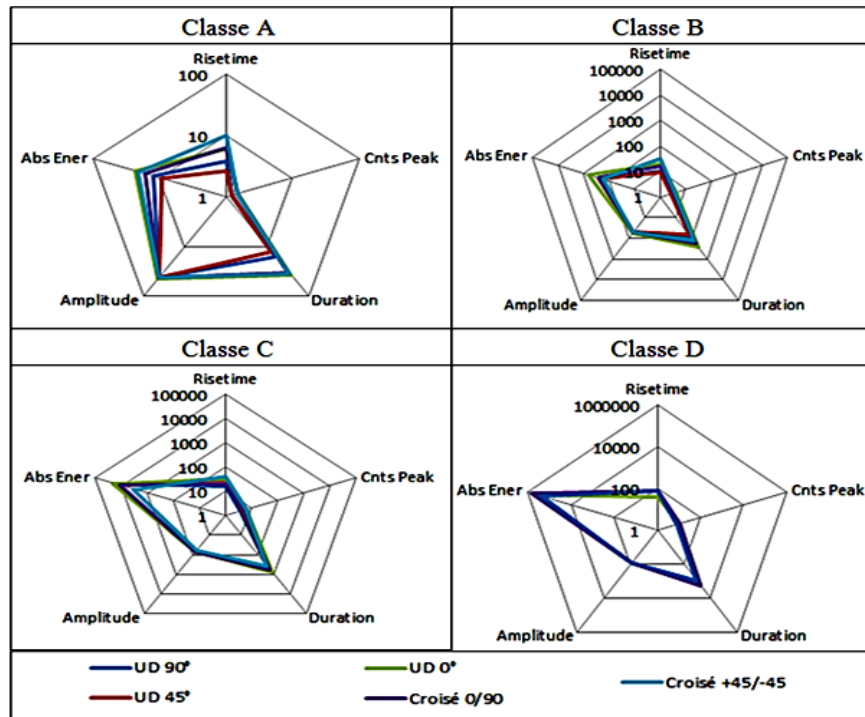


Figure 8 : Propriétés moyennes des classes d'événements

Une comparaison des propriétés moyennes n'est pas suffisante. L'étude de la distribution des événements des différentes classes pour tous les types d'éprouvettes a été réalisée. La Figure 9 présente ainsi les diagrammes en boîtes des classes pour les cinq paramètres temporels. Ces diagrammes renseignent sur l'étendue des distributions, mais aussi sur leur symétrie ou leur asymétrie. Les « pattes » des diagrammes en boîtes délimitent l'étendue, en excluant les valeurs considérées comme extrêmes, c'est-à-dire hors d'un intervalle $[q_1 - 1.5(q_3 - q_1), q_3 + 1.5(q_3 - q_1)]$ (avec q_1 et q_3 le premier et le troisième quartile de la série).

Les classes A et B présentent des distributions d'événements relativement similaires pour les cinq types d'éprouvettes et pour les cinq descripteurs. La classe D montre aussi des similitudes pour les différentes éprouvettes. Toutefois, sa distribution apparaît beaucoup plus étendue pour l'éprouvette CR-0/90 en temps de montée et en nombre de coups au pic. Certaines valeurs importantes peuvent être dues à des signaux mal fenêtrés évoqué en 3. La classe C est celle qui présente le plus de différences, notamment en amplitude, durée et énergie. On peut toutefois supposer que ces variations de distributions peuvent être accrues par les différences importantes du nombre d'événements enregistrés dans les différentes configurations (Figure 3 à Figure 7).

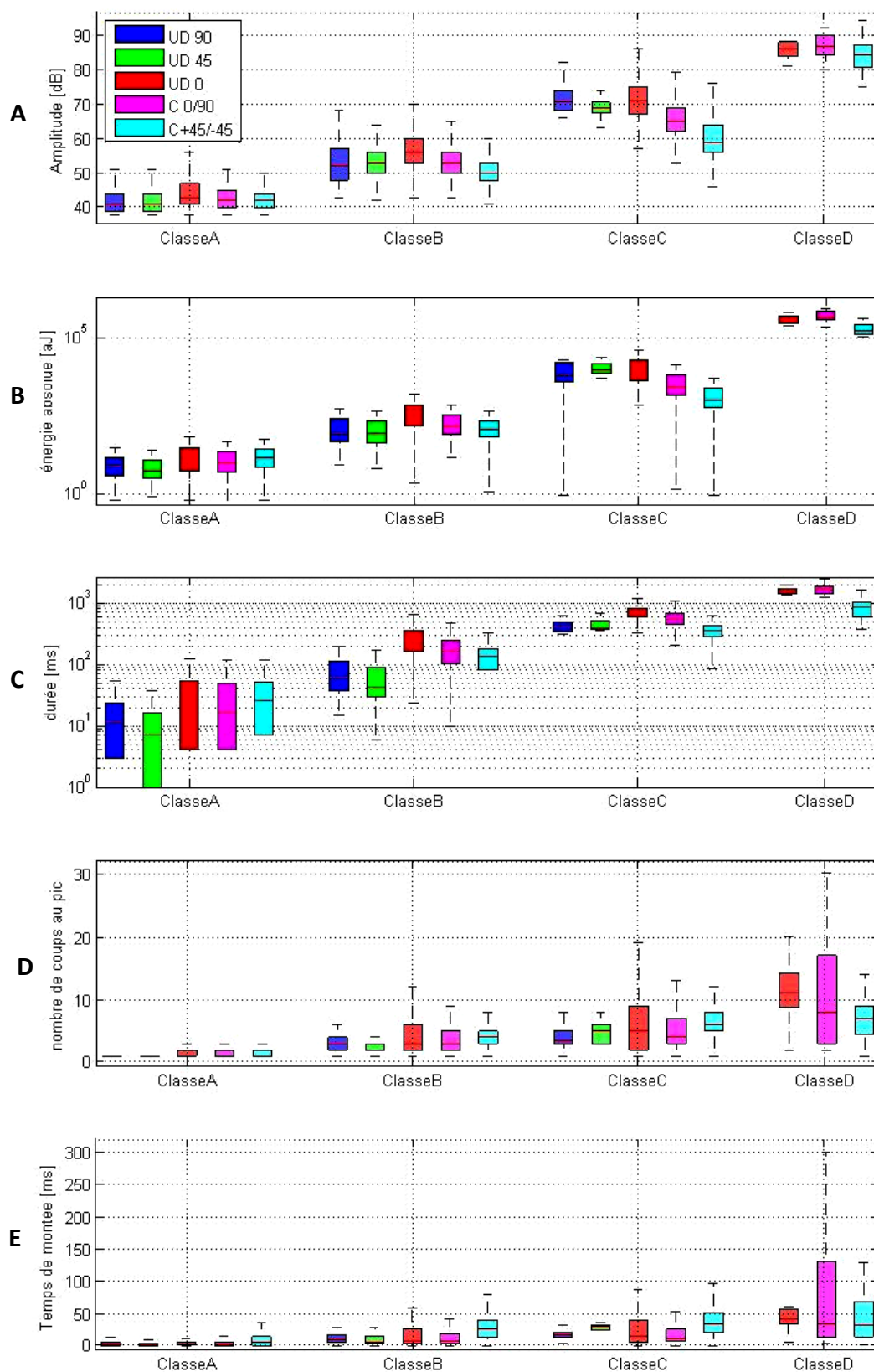


Figure 9 : Distribution des classes pour les 5 types d'éprouvettes selon les descripteurs choisis (B et C en échelles logarithmiques)

4 Liens entre les mécanismes d'endommagement et les classes d'évènements acoustiques

4.1 Revue de la littérature

Plusieurs auteurs ont travaillé sur l'identification par émission acoustique des mécanismes d'endommagement des matériaux éco-composites à différentes échelles [7]. Les sources bibliographiques proposant une classification en amplitude principalement sont très nombreuses. Néanmoins, la considération d'un seul paramètre temporel dans le cas des matériaux composites renforcés de fibres végétales ne semble pas suffisante, du fait du caractère particulièrement amortissant de ces derniers. Les caractéristiques des classes d'endommagement sur des paramètres autres que l'amplitude sont encore peu nombreuses. On trouve quelques descriptions en énergie ou en durée, mais celles-ci sont souvent attribuées à des ensembles de mécanismes d'endommagement. Le Tableau 3, présente quelques résultats de la littérature.

Type d'endommagement	Matériaux	Caractéristiques	Sources
<i>Fissuration matricielle</i>	Lin/LPET	Amplitude [40-50] dB	[8]
	Birch/Polyethylene	Amplitude [35-45] dB Durée [1-80] ms	[9]
	PP/Chanvre et Chénovène	Amplitude [40-60]dB	[10]
	Epoxy/Lin	Amplitude [42-60] dB	[11]
<i>Frottement matrice/matrice</i>	Lin/LPET	Amplitude[40-55] dB Durée [20 -120] ms	[8]
<i>Décohésion d'interface</i>	Lin/LPET	Amplitude [45-60] dB Durée [50-200]ms	[8]
	PP/Chanvre et Chénovène	Amplitude [60-65]dB	[10]
	Epoxy/Lin	Amplitude [60-70]dB	[11]
<i>Frottements fibres/matrice</i>	Birch/Polyethylene	Amplitude [55-85] Durée [100-600] ms	[9]
<i>Déchaussement de fibres</i>	Lin/LPET	Amplitude [60-80] dB	[8]
<i>Fissuration des fibres</i>	Faisceau de fibres de Lin	Amplitude [35 - 60] dB	[12]
<i>Rupture de fibres</i>	Faisceau de fibres de Lin	Amplitude > 60 dB	[12]
	Lin/LPET	Amplitude [80-96] dB	[8]
	PP/Chanvre et Chénovène	Amplitude [85-95] dB	[10]
	Epoxy/Lin	Amplitude [70-100] dB	[11]
<i>Séparation longitudinale des fibres dans un faisceau</i>	Faisceau de fibres de Lin	Amplitude <35 dB	[12]

Tableau 3: Quelques sources de la littérature

Trois grandes familles d'évènements sont la plupart du temps discriminées en émission acoustique : celle associée à la matrice, celle associée à l'interface fibre/matrice, et celle associée aux fibres. Toutefois, certains auteurs utilisent des essais sur des éprouvettes de résines non renforcées de fibres

pour différencier l'initiation des fissurations matricielles, leur propagation, ou encore le frottement matrice/matrice. D'autres introduisent entre la décohésion d'interface fibre/matrice et la rupture de fibre une classe d'évènement associées, selon la configuration de l'éprouvette, à du délaminage, du déchaussement de fibres, ou du frottement fibres/matrices.

4.2 Proposition d'attribution des mécanismes d'endommagement aux classes d'émission acoustique.

Le nombre de mécanismes d'endommagement relevés auparavant est clairement supérieur au nombre de classes obtenu par émission acoustique dans la partie 3, on peut donc en conclure que la présente étude ne permet pas de caractériser la signature acoustique de chaque mécanisme d'endommagement indépendamment les uns des autres. D'autre part, certains évènements, comme la séparation longitudinale des fibres, ne pouvaient aux vues des résultats de Rhomány et al. [12] pas être détectés du fait des paramètres de seuil choisis pour l'acquisition des signaux.

Néanmoins, compte tenu des caractéristiques des différentes classes obtenues au paragraphe 3, associées à des observations des profils de ruptures, ainsi qu'à quelques résultats de la littérature, l'attribution des classes d'évènements à des ensembles de mécanismes d'endommagement semble possible.

La classe A comprend les premiers évènements apparaissant dans la chronologie des éprouvettes. Les distributions des signaux sont relativement semblables pour les cinq types d'éprouvettes et selon les cinq descripteurs temporels. On peut donc l'associer aux mécanismes de fissuration de la matrice. La classification ne permet cependant pas de distinguer l'initiation de la fissure de sa propagation, et englobe vraisemblablement un nombre important de signaux de frottements matrice/matrice.

La classe B s'avère là encore relativement semblable pour les cinq types d'éprouvette et pour les cinq descripteurs utilisés. Du fait de la chronologie d'apparition de ces évènements et de ces caractéristiques, on peut l'attribuer à de la décohésion de l'interface fibre/ matrice.

La classe C, présentant des caractéristiques d'amplitude, d'énergie et de durée plus élevées, peut regrouper les signaux émis par les déchaussements de fibres, et par les frottements fibres/matrices. En effet, l'accroissement important du nombre de ces signaux dans l'éprouvette CR-+45/-45 est cohérente avec l'importance du délaminage observé sur le profil de rupture à l'échelle macroscopique. Toutefois, il n'est pas exclu que cette classe contiennent des évènements associés à de l'endommagement des fibres, tel que de la fissuration transverse.

La classe D contient généralement peu d'évènements, mais ce sont les plus énergétiques. L'apparition de ces évènements annonce la rupture de l'éprouvette. Par conséquent, il semble cohérent de les attribuer à des ruptures de fibres et/ou de faisceaux de fibres. Cette classe est logiquement inexistante pour les éprouvettes UD-90° et UD-45°. Elle apparaît sur les éprouvettes UD-0°, mais contient d'avantage d'évènements pour l'éprouvette CR-0/90 qui présente une rupture transverse uniquement. En revanche, pour l'éprouvette UD-0°, la rupture est initialement transverse puis se propage longitudinalement. L'observation des fibres déchaussées et rompues pour l'éprouvette CR-+45/-45 montre qu'il est cohérent de trouver des évènements de cette classe pour ce type d'éprouvette.

5 Discussion

Cette étude présente une méthode de classification des signaux d'émission acoustique acquis durant des essais de traction réalisés sur cinq types d'éprouvettes. Les signaux sont regroupés au moyen d'une méthode de classification non supervisée et selon cinq paramètres temporels (l'amplitude, la durée, le temps de montée, le nombre de coups au pic, et l'énergie absolue). Cette classification fait ressortir quatre groupes d'évènements.

La corrélation entre ces classes et les mécanismes d'endommagement s'effectue par recoupement de plusieurs informations. Les observations des profils de ruptures et des coupes microscopiques renseignent sur les types d'endommagement présents pour les différentes catégories d'éprouvettes. Les connaissances existantes concernant la chronologie de l'endommagement des composites permettent d'ordonner l'apparition des mécanismes observés sur un axe temporel. Par la suite, la chronologie d'apparition des classes d'évènements acoustiques peut être superposée à cet axe. L'observation de l'évolution des classes d'évènement sur les différents types d'éprouvettes, certaines privilégiant des modes d'endommagement, permet d'associer des groupes de mécanismes à des classes d'évènements. La concordance d'une même classe d'une configuration d'éprouvette à une l'autre se fait par comparaison des ses propriétés moyennes et de ses paramètres de distribution. Enfin, les données existantes de la littérature pour des matériaux similaires peuvent être utilisées pour confirmer les caractéristiques des classes sur certains descripteurs.

Cette démarche a permis de dégager quatre groupes d'évènements. Les classes A et B sont attribuées aux endommagements matriciels et ceux de l'interface fibres/matrice qui apparaissent simultanément. Ils induisent une diminution progressive de la rigidité du matériau. La classe C est associée à des phénomènes d'interfaces plus sévères, tels que les déchaussements de fibres, ou le délaminage (sans exclure de possibles mécanismes d'endommagement de fibres). Peu présents en début d'essai, ces évènements sont généralement (selon la configuration de l'éprouvette) précurseurs des mécanismes de classes D, incluant les ruptures de fibres. L'apparition de ces signaux accroît instantanément la fréquence d'apparition des évènements des trois autres classes. La rupture de l'éprouvette survient alors rapidement. On peut déceler une certaine variabilité au niveau des paramètres moyens et des distributions des classes dans les différentes configurations d'essai. Celle-ci peut être expliquée par un possible recouvrement des classes sur certains paramètres. D'autre part, cette variabilité peut témoigner de l'anisotropie de certains mécanismes d'endommagement.

Cette étude confirme donc la possibilité de discriminer les principaux mécanismes d'endommagement du composite Elium/ Lin au moyen de cinq descripteurs temporels d'émission acoustique. De surcroît, elle a permis de faire la synthèse des propriétés de ces mécanismes selon les descripteurs choisis. Celle-ci constitue ainsi une base intéressante utilisable pour classer les signaux reçus de manière supervisée.

Remerciements : Les auteurs souhaitent remercier le Centre de Transfert de Technologie du Mans et plus particulièrement Isabelle GIMENEZ pour son aide concernant la microscopie. Les auteurs remercient également Pierre GERARD de la société ARKEMA pour ses conseils concernant la résine Elium, ainsi que F. VANFLETEREN et B. DELLIER de la société LINEO pour leurs conseils concernant le FlaxTape.

Références

- [1] O. Faruk, A. K. Bledzki, H.-P. Fink et M. Sain, «Biocomposites reinforced with naturel fibers: 2000-2010,» *Progress in Polymer Science*, vol. 37, pp. 1552-1596, 2012.
- [2] L. Yan, N. Chouw et K. Jayaraman, «Flax fibre and its composites - A review,» *Composites: Part B*, vol. 56, pp. 296-317, 2014.
- [3] K. Charlet, C. Baley, C. Morvan, J. Jernot, G. M et J. Bréard, «Characteristic of Hermès flax fibres as a function of their location in the stem and properties of the derived unidirectional composites,» *Composites: Part A*, vol. 38, pp. 1312-1921, 2007.
- [4] M. Khalfallah, B. Abbès, F. Abbès, Y. Guo, V. Marcel, A. Duval, F. Vanfleteren et F. Rousseau, «Innovative flax tapes reinforced Acrodur biocomposites: A new alternative for automotive applications,» *Materials and Design*, vol. 64, pp. 116-126, 2014.
- [5] C. Baley, A. Le Duigou, A. Bourmaud et P. Davies, «Influence of drying on the mechanical behaviour of flax fibres and their unidirectional composites,» *Composites: Part A*, vol. 43, pp. 1226-1233, 2012.
- [6] G. W. Milligan et M. C. Cooper, «An examination of procedures for determining the number of clusters in a data set,» *Psychometrika*, vol. 50, n° 12, pp. 159-179, 1985.
- [7] I. De rosa, C. Santulli et F. Sarasini, «Acoustic emission for monitoring the mechanical behaviour of natural fibre composites: A litterature review,» *Composites: Part A*, vol. 40, pp. 1456-1469, 2009.
- [8] M. Aslan, «Investigation of damage mechanism of flax fibre LPET commingled composites by acoustic emission,» *Composites: Part B*, vol. 54, pp. 289-297, 2013.
- [9] A. Bravo, L. Toubal, D. Koffi et F. Erchiqui, «Characterization of Tensile Damage for a Short Birch Fiber-reinforced Polyethylene Composite with Acoustic Emission,» *International Jouenal of Material Science*, vol. 3, n° 13, pp. 79-89, 2013.
- [10] A. Elouaer, Z. Aboura, R. Ayad, H. Sabhi et M. Benzeggagh, «Suivi de l'endommagement en fatigue des composites à base de fibres végétales,» *Article présenté pour les 16èmes Journées Nationales sur les Composites*, 2009.
- [11] A. El Mahi, I. Ben Salem, M. Assarar, R. Berbaoui, C. Poilane et R. El Guerjouma, «Analyse par émission acoustique de l'endommagement des matériaux éco-composites,» *Article présenté au 10ème Congrès Français d'Acoustique*, 2010.
- [12] G. Romhany, J. Karger-Kocsis et T. Czigany, «Tensile Fracture and Failure Behavior of Technical Flax Fibers,» *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 90, pp. 3638-3645, 2003.