

SPIM

Thèse de Doctorat



école doctorale sciences pour l'ingénieur et microtechniques
U N I V E R S I T É D E B O U R G O G N E

Etude de comportement en fatigue des composites renforcés par fibres végétales. Prise en compte de la variabilité des propriétés

■ SHAOXIONG LIANG

SPIM

Thèse de Doctorat



école doctorale sciences pour l'ingénieur et microtechniques
UNIVERSITÉ DE BOURGOGNE

THESE

pour l'obtention du grade de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITE DE BOURGOGNE

Spécialité : Mécanique et énergétique

Présentée par

Shaoxiong LIANG

Le 5 novembre 2012

Etude de comportement en fatigue des composites renforcés par fibres végétales. Prise en compte de la variabilité des propriétés

Membres du jury :

Joël BREARD, Professeur, Université du Havre : Président

Alexis BEAKOU, Professeur, IFMA Campus de Clermont-Ferrand : Rapporteur

Christophe BALEY, Professeur, Université de Bretagne-Sud : Rapporteur

Stéphane FONTAINE, Professeur, ISAT de Nevers : Examineur

Papa Birame GNING, Maître de Conférences, ISAT de Nevers : Co-encadrant de thèse

Laurent GUILLAUMAT, Professeur, ENSAM d'Angers : Directeur de thèse

Remerciements

Je souhaite dans un premier temps exprimer ma reconnaissance à la Région Bourgogne pour avoir financé ma thèse. Je remercie également le Département de Recherche en Ingénierie des Véhicules pour l'Environnement (DRIVE) qui a mis à ma disposition les moyens du laboratoire au cours de ces trois années me permettant ainsi de travailler dans les meilleures conditions.

Je tiens ensuite à remercier messieurs Alexis BEAKOU et Christophe BALEY pour avoir accepté d'évaluer mes travaux, ainsi que messieurs Joël BREARD, Stéphane FONTAINE, Papa Birame GNING et Laurent GUILLAUMAT, pour avoir bien voulu participer au jury de ma thèse.

De plus, je tiens à exprimer toute ma reconnaissance à Monsieur Laurent GUILLAUMAT, directeur de thèse, pour m'avoir accordé toute sa confiance mais aussi pour tout le soutien et les conseils avisés pour l'avancement de la thèse.

Mes remerciements les plus profonds vont à Monsieur Papa Birame GNING, qui m'a encadré au quotidien tout au long de la thèse depuis octobre 2009. J'ai apprécié les discussions professionnelles et personnelles, ses points de vue et ses questions très pertinentes m'ont été très utiles pour approfondir mon raisonnement.

Je remercie vivement le LAMPA (Arts et Métiers Angers) et Welience pour m'avoir permis de réaliser des travaux expérimentaux tels que les observations microscopiques, la DMA, la fatigue à faibles niveaux de charge, etc.

Un grand merci également à l'équipe Composite du laboratoire DRIVE de l'ISAT, Madame Xiao-Jing GONG, Messieurs Shahram AIVAZZADEH, Olivier

SICOT pour ses précieux conseils et particulièrement Monsieur Jérôme ROUSSEAU, qui m'a initié dans le domaine de la recherche.

Merci à mes stagiaires Muhammad Husni Bin Muhammad Sani, Mohd Syuaib Bin Jamaludin, Muhammad Helmi Bin Ngah et Meryem GOUMRI pour leurs contributions dans mon travail.

Enfin, merci du fond du cœur à ceux qui m'ont soutenu, et me soutiennent encore.

Sommaire

Introduction générale	1
Chp.1 Bibliographie	5
1.1 Matériaux composites conventionnels	5
1.2 Composites à renforts de fibres végétales	7
1.3 Composite à renforts de fibres de lin	8
1.4 Fatigue des matériaux	26
1.5 Endommagement	39
1.6 Conclusion	41
Chp.2 Matériaux	43
2.1 Méthodes d'observation	43
2.2 Renforts	44
2.3 Matrice	48
2.4 Composites	49
Chp.3 Etude quasi-statique	59
3.1 Méthodologie expérimentale	59
3.2 Caractérisation mécanique	60
3.3 Suivi de l'endommagement	87
3.4 Conclusion	120
Chp.4 Comportement en fatigue	123
4.1 Stratégie expérimentale	123
4.2 Méthodologies	123
4.3 Résultats expérimentaux	133
4.4 Evolution de la densité de fissures	167
4.5 Conclusion	174
Chp.5 Modélisation	177
5.1 Modélisation par éléments finis	177
5.2 Contexte et méthodologie	185
5.3 Validation du modèle	191
5.4 Discussion	196
Conclusion et perspectives	207
Annexe 1 : Simulations quasi statiques	213
Références bibliographiques	217

Introduction générale

Les matériaux composites sont généralement utilisés pour leur faible densité et leurs propriétés mécaniques élevées. Ces avantages les rendent particulièrement intéressants pour des applications dans le domaine des transports, en raison des économies d'énergie liées aux gains de masse. Par ailleurs, les grandes avancées dans la durabilité des matériaux, les techniques d'élaboration, de fabrication et de dimensionnement des composites ont permis l'élaboration des composites offrant de bonnes performances en fatigue [1] [2].

Environ, 99% des pièces composites de grande diffusion actuellement fabriquées sont renforcées par des fibres de verre [3]. Cependant, de nos jours où les normes relatives au respect de l'environnement deviennent de plus en plus sévères, les composites verre/polymère présentent des désavantages liés à la protection de l'environnement [4] [5]. En effet, la mise en œuvre de matériaux composites renforcés par du verre nécessite une importante quantité d'énergie, qui s'accompagne généralement de la production de sous-produits nocifs. De plus, à l'heure actuelle, aucune solution écologique et économiquement viable n'existe pour le retraitement des pièces en fin de vie. Ces constats ont favorisé l'émergence d'une alternative prometteuse consistant à développer des matériaux biocomposites, élaborés avec des renforts biocompostables issus de ressources naturelles renouvelables. Actuellement, les fibres végétales (lin, chanvre, miscanthus, sisal,) semblent être les meilleurs candidats.

Dans le travail présenté, le choix du renfort s'est porté sur le lin. En effet, cette fibre présente les meilleures propriétés mécaniques parmi les plus couramment étudiées, e.g. chanvre, jute, sisal, noix de coco, coton ... ([6] [7] [8]). Le potentiel des fibres élémentaires de lin pour être utilisées comme renfort pour des matériaux composites tient au fait que leurs propriétés spécifiques (propriétés mécaniques ramenée à la densité de la fibre) sont comparables voire supérieures à celles du verre de grande diffusion. En outre, le lin est une ressource agricole disponible localement, et dont la France est le premier producteur mondial [9]. Le développement d'une filière de biocomposites renforcés par des fibres de lin permet ainsi la valorisation d'une ressource naturelle locale.

Au cours de ces dernières années, de nombreux travaux de recherche ont porté sur la caractérisation des propriétés mécaniques des fibres de lin, des composites lin/polymère, et sur l'influence des traitements améliorant l'accroche à l'interface fibre/matrice. Cependant, peu d'auteurs se sont intéressés jusqu'ici à leur comportement à long terme en service, notamment sous des chargements de fatigue. Cette étape est fondamentale pour l'utilisation de ces matériaux dans des structures industrielles.

L'objectif de cette étude est de caractériser les propriétés mécaniques quasi-statiques et en fatigue de composites à base de fibres de lin et de matrice époxy. Leurs comportements en traction, compression et cisaillement plan, ainsi que leur durée de vie en fatigue ont été caractérisés. En raison des dispersions importantes déjà notées pour les fibres de lin ([6] [9] [10] [11]), plus de 250 éprouvettes ont été testées afin de quantifier le plus finement possible la variabilité finale sur le composite étudié.

Ce manuscrit est divisé en cinq parties. La première présente une étude bibliographique sur les matériaux composites conventionnels (à renforts de verre ou de carbone), les comportements des composites lin/polymère, les différentes approches en fatigue et les mécanismes d'endommagement. Le deuxième chapitre

s'intéresse à la description des matériaux utilisés, sachant que différentes stratifications à base de lin et de verre ont été étudiées comparativement. La troisième partie, se focalise sur l'identification des propriétés mécaniques quasi-statiques issues de chargements élémentaires (traction, compression et cisaillement plan) des éprouvettes réalisées. Lui faisant suite, le Chp.4 est consacré à l'étude du comportement en fatigue des composites étudiés. Il présente successivement, une étude de l'identification de la fréquence d'essai en fatigue ainsi que le traitement des données. Le Chp.5 présente les résultats de simulations numériques intégrant la variabilité mesurée sur les propriétés mécaniques aux calculs par éléments finis. Les prédictions des distributions des sorties sont données en utilisant la méthode de Monte-Carlo. La dernière partie présente les conclusions et les perspectives de l'étude. Des pistes sont proposées pour les études complémentaires ainsi que les développements possibles pour ce travail.

Chp.1 Bibliographie

1.1 Matériaux composites conventionnels

On appelle de façon courante « matériau composite » l'addition d'un renfort (souvent un arrangement de fibres) et d'une matrice. Celle-ci assure la cohésion et l'orientation des fibres et permet également le transfert des chargements. Dans la suite de cette section, une introduction sur les matériaux composites est présentée.

1.1.1 Les constituants

Les performances mécaniques des composites sont directement liées aux caractéristiques des constituants élémentaires fibres et matrice mais aussi de la qualité de l'interface fibre-matrice.

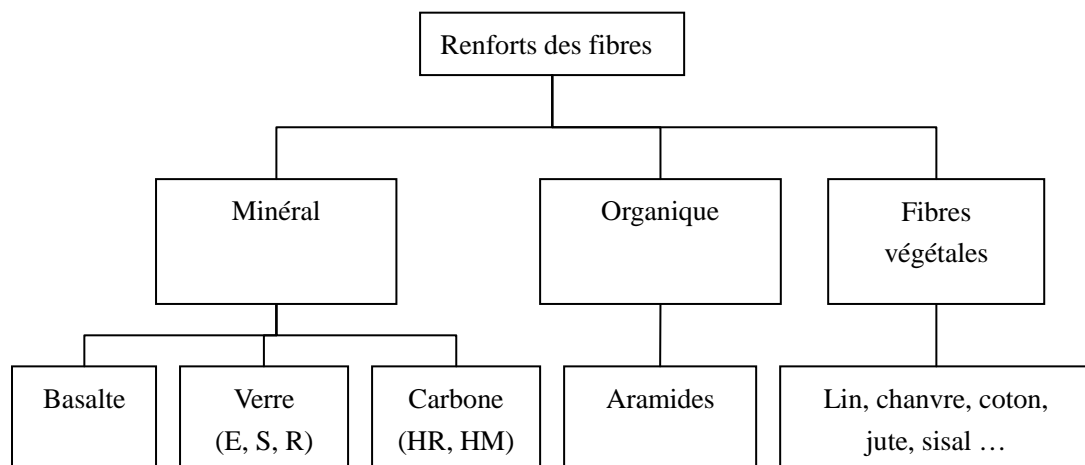


Fig. I-1. Topographie des renforts fibreux dans le composite

La rigidité du matériau est assurée principalement par le renfort qui possède des caractéristiques mécaniques beaucoup plus élevées que la matrice. La Fig. I-1 illustre la topographie des renforts fibreux des matériaux composites. Ces fibres sont des filaments de diamètre variant entre 5 et 20 μm . En raison de son coût peu élevé et de ses propriétés mécaniques intéressantes, le verre représente environ 99% des renforts fibreux dans les composites de grande diffusion [3]. Les modules d'Young et les contraintes à rupture des fibres de verre et carbone sont comparées dans le Tab. I-1. Il apparaît que les fibres de verre possèdent des propriétés mécaniques intéressantes [12] [13] [14] [15]. Cependant, celles de carbone ont des caractéristiques mécaniques plus élevées [16], ce qui explique leur utilisation dans les composites hautes performances [17].

	Verre	Carbone
Module d'Young (E)	72 à 73 GPa	200 à 600 GPa
Contrainte ultime en traction (σ^{UTS})	1700 à 3445 MPa	3000 à 7500MPa
Réf.	[12] [13] [14] [15]	[16] [17]

Tab. I-1. Propriétés mécaniques de fibre de verre et de carbone.

La matrice assure le maintien des fibres dans une orientation donnée, permet le transfert des efforts entre les fibres, la protection contre les agressions du milieu ambiant et apporte la résistance au cisaillement [18]. Les deux types de résines les plus utilisées sont les thermodurcissables et thermoplastiques. Les premières sont des polymères, qui, une fois catalysées et accélérées, se transforment en matrices infusibles et insolubles rendant toute recyclabilité difficile. Les résines thermoplastiques, en revanche, peuvent être alternativement ramollies par chauffage et durcies par refroidissement dans un intervalle de température spécifique au polymère étudié. Les matrices thermodurcissables possèdent des propriétés mécaniques supérieures à celles des matrices thermoplastiques, notamment celles de la famille des époxy qui dominant parmi les thermodurcissables. Une matrice époxy

résulte d'une réaction de polycondensation à chaud entre les monomères et un durcisseur pour former les ponts chimiques (réticulation) nécessaires à la formation d'un réseau tridimensionnel, non cristallin et infusible. A haute densité de réticulation, les matrices époxy ont un comportement viscoélastique fragile [1].

1.1.2 Les stratifiés

Le stratifié est l'assemblage, grâce à une matrice, de plusieurs plis orientés suivant un ordre de drapage. Le drapage des plis par rapport à un référentiel donné, permet d'obtenir un matériau dont les performances globales sont optimisées, vis-à-vis d'un besoin spécifique, par rapport à celles de ses constituants élémentaires. Dans cette étude, les empilements sont symétriques par rapport au plan moyen (miroir) pour éviter un couplage membrane/flexion. La direction de référence correspond à l'axe du chargement.

A parti des propriétés des constituants (fibre, matrice) à l'échelle microscopique, la loi des mélanges et la théorie classique des stratifiés (CLT) permettent d'estimer les propriétés mésoscopiques (pli élémentaire) et macroscopiques (stratifié).

1.2 Composites à renforts de fibres végétales

Plusieurs types de fibres végétales peuvent être utilisés pour la production de matériaux composites. Elles peuvent provenir de poils séminaux de graines (coton, kapok), de tiges de certaines plantes (lin, chanvre, jute, ...), de feuilles (sisal, abaca), de troncs (chanvre de Manille) ou bien d'enveloppes de fruits (noix de coco). Ces fibres sont déjà couramment utilisées dans l'industrie du textile [9] et le bâtiment (isolation).

L'utilisation de fibres végétales correspond à l'exploitation de ressources locales [19]. En Europe et dans les pays à climat tempéré, les fibres de lin [6] [9] [10] [20] [21] [22] [23] [24] [25], de chanvre [22] [25] [26] [27] [28] [29] et d'ortie [25]

[30] [31] [32] [33] [34] présentent un grand intérêt en raison de leur abondance. A contrario, dans les zones tropicales, de nombreuses études portent sur le jute [22] [24] [25] [35], le kénaf [26], le sisal [24] [36], le palmier [37], le bananier [24], etc. Ainsi, en raison de l'émergence de considérations liées au développement durable, de nombreuses études portant sur les composites issus de ces différentes ressources ont été menées au cours de ces dernières années [38] [39] [40] [41] [42] [43]. Parmi elles, les fibres de lin et de chanvre ont été les plus étudiées en France.

1.3 Composite à renforts de fibres de lin

Les composites à renforts de fibres de lin imprégnées de résine ont déjà été utilisés dans les voitures développées par Ford depuis 1941 [44]. La fibre de lin est une des fibres végétales parmi les plus utilisées comme renforts pour les composites destinés à l'industrie automobile. Au cours de ces dernières années, l'accélération de la transition vers une économie durable et respectueuse de l'environnement a été initiée par le protocole de Kyoto. On assiste depuis lors, au développement de matériaux composites plus respectueux de l'environnement (analyse du cycle de vie, énergie, recyclage) de par le choix des constituants et des procédés d'élaboration [9]. La France étant le plus grand producteur mondial de lin [45], les acteurs de la filière fibres végétales encouragent l'utilisation de ces fibres dans les composites.

1.3.1 Renfort en fibres de lin

1.3.1.1 La fibre de lin

La Fig. I-2 représente schématiquement la structure de la fibre de lin. En général. Elle se compose de trois parties principales plus ou moins cylindriques. En partant de l'extérieur au centre de la fibre, on distingue la première paroi cellulaire (P), suivie de trois autres secondaires (S1, S2 et S3) et d'un canal débouchant, appelé lumen, qui est quelques fois occupé par de la cire.

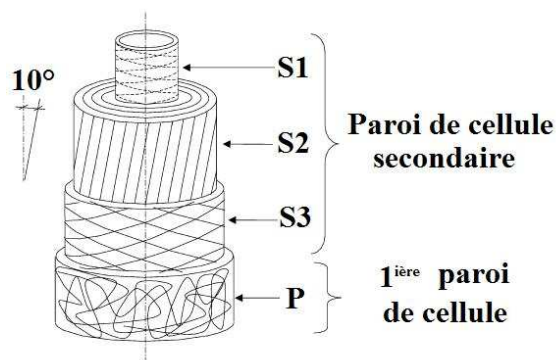


Fig. I-2. Représentation schématique de structure de la fibre de lin [46].

Les parois sont constituées de microfibrilles de cellulose qui sont les éléments de base des fibres végétales (64 à 85% en masse [9] [29]). Elles peuvent être considérées comme des couches composites renforcées par des microfibrilles arrangées de manière hélicoïdale, dans une matrice amorphe composée de pectine. L'interface entre les couches est constituée d'hémicelluloses [47] [48]. L'orientation des microfibrilles au sein des parois cellulaires confère aux fibres végétales les caractéristiques structurales les plus importantes. Leur inclinaison par rapport à l'axe de la fibre influe fortement sur les propriétés mécaniques de cette dernière [49] [50]. Plus l'angle d'inclinaison est faible et meilleures sont les caractéristiques mécaniques car les microfibrilles de cellulose tendent à être sollicités suivant leur axe. A ce titre, on peut remarquer que parmi toutes les couches, celle notée S2 est la plus épaisse et possède les microfibrilles ayant l'inclinaison la plus faible (Fig. I-2). Il en résulte que cette couche confère à la fibre l'essentiel de sa rigidité et sa résistance. L'angle microfibrillaire est mesuré entre 6 et 11° selon [7] [11] [51] [52].

1.3.1.2 Comportement et propriétés mécaniques des fibres de lin

1.3.1.2.1 Propriétés mécaniques des fibres lin

Les travaux portant sur la caractérisation des fibres élémentaires de lin montrent que celles-ci possèdent des propriétés mécaniques-proches de celles du verre (Tab. I-2).

Variété	E (GPa)	ϵ^{UTS} (%)	σ^{UTS} (MPa)	Réf.
Agatha	39 à 55*	1,8 à 2,5*	775,9 à 861*	[9] [10]
Alizée	$35,6 \pm 22,3$	$2,4 \pm 0,7$	$803,1 \pm 476,5$	[9]
Drakkar	$30 \pm 14,3$	$2,5 \pm 0,8$	$709,7 \pm 417,8$	[9]
Hermès	35,6 à 110*	1,6 à 2,4*	400 à 2000*	[6] [7] [8] [9] [10]
Marylin	$42,7 \pm 14,8$	$2,3 \pm 0,8$	$806,4 \pm 270,4$	[9]
Mélina	$34,2 \pm 17,9$	$2,8 \pm 1$	$792,8 \pm 405,3$	[9]
Suzanne	$36,6 \pm 11,5$	$2,6 \pm 1,1$	$815,7 \pm 328,3$	[9]

Tab. I-2. Propriétés mécaniques des fibres de lin. * Valeur moyenne provenant de différentes références.

A cela s'ajoute le fait qu'elles présentent généralement une densité faible, de l'ordre de 1,5, qui leur confère des propriétés mécaniques spécifiques comparables voire supérieures à celles du verre (Fig. I-3). Il faut noter cependant que le lin présente une très grande variabilité de ses propriétés mécaniques [9] [10] [15] (Tab. I-2).

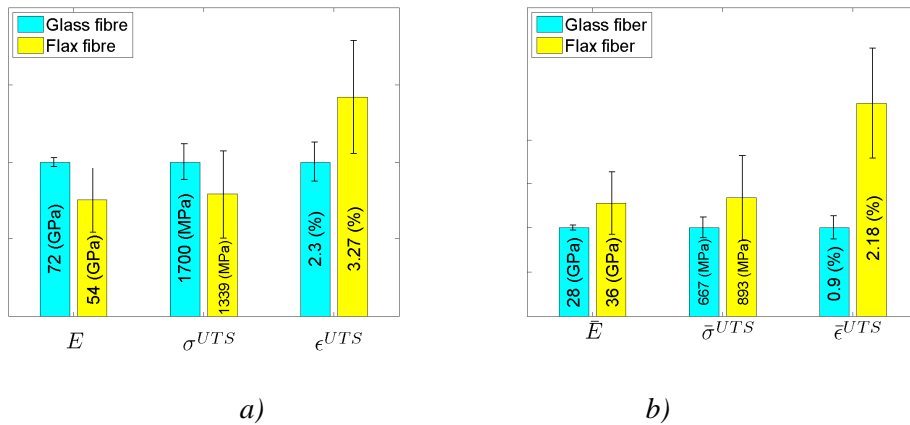


Fig. I-3. Comparaison des propriétés mécaniques intrinsèques a) et spécifiques b) des fibres de lin et de verre [46] et [15].

1.3.1.2.2 Comportement des fibres élémentaires de lin

Des études se sont intéressées au comportement en traction monotone des fibres élémentaires de lin, avec une longueur de jauge de l'ordre de 10 mm et une vitesse de chargement de 1 mm/min [9] [46] [53]. Celles-ci ont mis en évidence la

non-linéarité du comportement en traction [9].

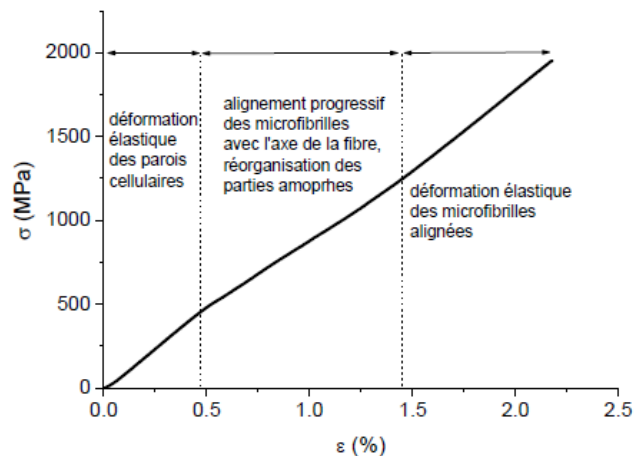


Fig. I-4. Comportement non-linéaire en traction monotone de la fibre de lin [9].

En effet, La courbe de traction présente deux parties linéaires séparées par un domaine non-linéaire. La première zone linéaire correspond à la mise en charge globale de la fibre. La seconde partie, incurvée et non-linéaire, est interprétée comme la manifestation d'une déformation visco-élasto-plastique de la fibre. Elle correspond en fait à un alignement progressif des microfibrilles avec l'axe de traction et à un réarrangement des parties amorphes dans les parois cellulaires [9] [10] [46]. La dernière partie linéaire correspond à la réponse élastique de la fibre dans sa nouvelle organisation microfibrillaire. Cependant, il faut signaler que la linéarité n'implique pas un angle microfibrillaire nul.

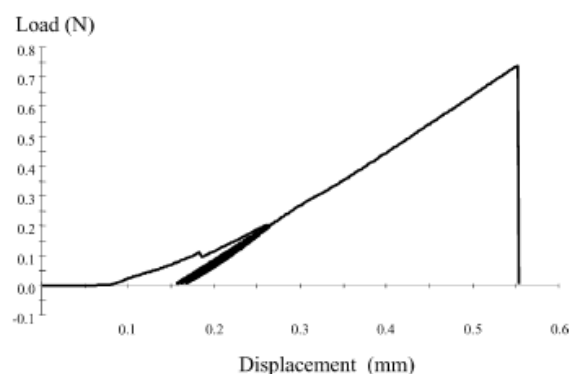


Fig. I-5. Comportement quasiment linéaire de la fibre de lin en traction après une certaine de cycles charge-décharge à faibles niveaux d'efforts [46].

Après un cycle de charge suivi d'une décharge à faibles niveaux d'efforts, le

domaine de comportement non-linéaire disparaît de la courbe de traction (Fig. I-5). Cela correspond à un nouvel arrangement structural [46]. Ce comportement a été retrouvé sur les autres fibres végétales comme celles de chanvre [28] et de sisal [36].

1.3.1.2.3 Cisaillement à l'interface fibre/fibre

Les fibres sont extraites des tiges de lin séchées et rouies. Ensuite, après l'opération mécanique du teillage, certaines fibres se présentent sous forme de faisceaux de fibres jointes, les unes aux autres. Charlet et Béakou [54] ont souligné l'importance des propriétés mécaniques de la couche de matière à l'interface de deux fibres solidaires entre-elles, composée principalement de pectines, sur le comportement du faisceau. Les auteurs ont réalisé des essais de cisaillement par traction sur deux fibres de lin collées naturellement par ce ciment pectique (lamelle mitoyenne) L'étude a permis d'identifier le module ($18,7 \pm 10,1$ KPa) et la contrainte à rupture ($2,9 \pm 2,4$ MPa) en cisaillement. Ces résultats indiquent une faible liaison fibre/fibre dans le faisceau de lin.

1.3.1.2.4 Paramètres influençant les propriétés des fibres végétales

Plusieurs facteurs peuvent influencer les propriétés des fibres. On peut notamment distinguer l'influence des conditions : i) culturelles de la plante pendant sa croissance (variété de semis, terrain, traitements phytosanitaires, engrais, maturité), ii) climatiques (saison, température, pluviométrie) et les étapes de l'élaboration (séchage, rouissage, teillage, filature, traitements). Thuault [9] a montré qu'une température cumulée plus élevée s'ajoutant à une pluviométrie abondante peut améliorer la performance mécanique du lin. Pickering et al. [29] ont aussi mis en évidence l'existence de durée de croissance (maturité) optimale pour les performances mécaniques des fibres de chanvre.

Dans une même étude, Thuault [9] a essayé d'identifier l'influence de la variété des plants, des composants chimiques dont la cellulose et le niveau de cristallisation de cette dernière sur le module d'Young et la contrainte ultime des fibres de lin. En raison de la grande dispersion des propriétés des fibres, aucune corrélation avec les paramètres n'a pu être établie. Par ailleurs, la géométrie des fibres testées a une influence sur les propriétés. En effet, il apparaît que le module d'Young a tendance à diminuer avec le diamètre moyen [46] [53] [55] et la longueur [29] [56] de la fibre. Charlet [10] a rapporté que les fibres de lin, de la variété Hermès, localisées dans la zone médiane de la tige présentent, bien que de façon très dispersée, de meilleures propriétés mécaniques.

Les paramètres extrinsèques, tels que les techniques d'extraction des fibres [29] [57], les traitements chimiques [29] [38] [58] [59] [60] [61], mécaniques [39] ou biologiques [62] ainsi que les réglages des paramètres des procédés, les conditions d'essai (humidité [63], température [9], vitesse de sollicitation [28]), ou encore les méthodes d'analyses (déformation, section [36]), sont autant de facteurs pouvant avoir une influence importante sur les résultats.

1.3.1.3 Aspects statistiques des propriétés mécaniques

Les propriétés mécaniques des fibres naturelles présentent des dispersions plus importantes [19] [46] [47] [53] [64] [65] que celles des fibres synthétiques. Cette variabilité s'explique par la grande dépendance de ces propriétés aux conditions culturales, climatiques et aux techniques d'élaboration des fibres naturelles, énumérés dans la Section 1.3.1.2.4. Plus particulièrement, Thuault [9] a montré qu'un écart-type de 28 % dans la mesure sur la section des fibres, peut engendrer une incertitude sur la mesure des contraintes à rupture de 56 %. Les faisceaux de courbes de traction de fibres de lin et de verre sont tracés dans la Fig. I-6. Il apparaît clairement que les réponses du lin sont beaucoup plus dispersées que celles des fibres de verre [15].

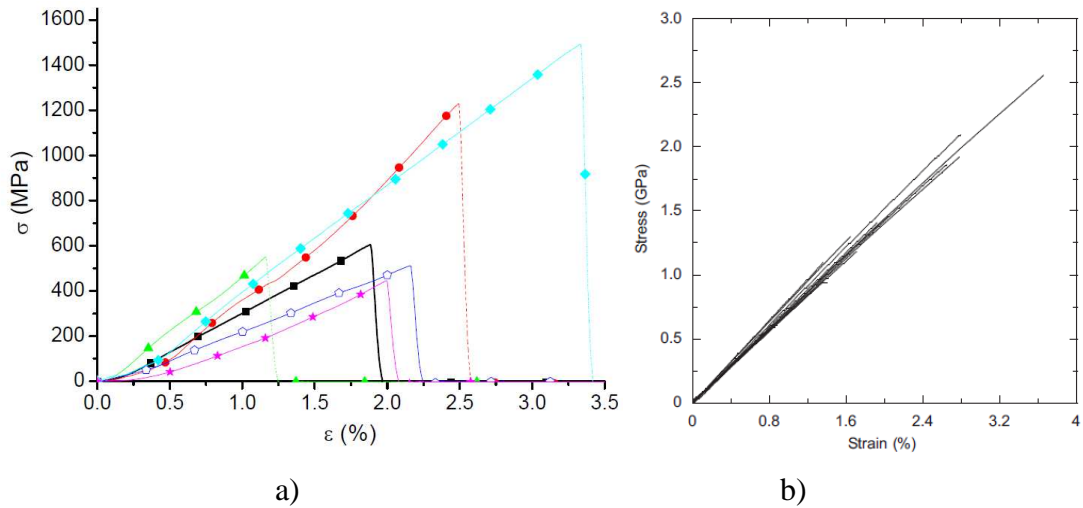


Fig. I-6. Courbes de traction de a) fibres élémentaires de lin [9] et b) de verre [15].

1.3.1.3.1 Coefficients de variation (COV)

Le rapport entre la valeur moyenne d'une population (μ) et son l'écart-type (s), appelé coefficient de variation (COV), renseigne sur la dispersion relative autour de la moyenne. Baley [46] et Thuault [9] et Charlet [10], ont mesuré les COV sur le module d'Young (E), la déformation maximale (ε^{UTS}) et la contrainte ultime (σ^{UTS}) des fibres de lin (Tab. I-3).

	Baley [46]	Thuault [9]	Charlet [10]	Ridruejo et al. [15]
	Fibre de lin	Lin de différentes variétés	Lin de différente localisation	Fibre de Verre E
Module d'Young (E)	28 %,	31 à 63%	31 à 51 %	3%
Contrainte ultime (σ^{UTS})	36 %	34 à 59%	35 à 54 %	12%
Déformation maximale (ε^{UTS})	26 %	29 à 42%	22 à 45 %	13%

Tab. I-3. COV des propriétés mécaniques des fibres de lin et de verre.

Les résultats révèlent une variabilité importante des propriétés élastiques et à rupture du lin. On peut cependant remarquer que les COV de E et σ^{UTS} sont plus élevés que celui de ε^{UTS} car ils dépendent de la précision de la mesure des sections des fibres, qui ne sont pas régulières. La variabilité des fibres de verre qui a été mesurée dans l'étude [15], donne des valeurs beaucoup plus faibles. En effet, les techniques d'élaboration de ces dernières permettent la maîtrise des constituants et de la géométrie des fibres.

1.3.1.3.2 Lois de distribution

La Fig. I-7 présente la distribution des modules d'Young de fibres élémentaires de lin [46]. Cette distribution semble suivre une loi de Weibull (Eq. I-1), qui peut être adaptée grâce aux paramètres d'échelle (a) et de forme (b).

$$y = f(x|a,b) = ba^{-b}x^{b-1}\exp-(x/a)^b \quad \text{Eq. I-1}$$

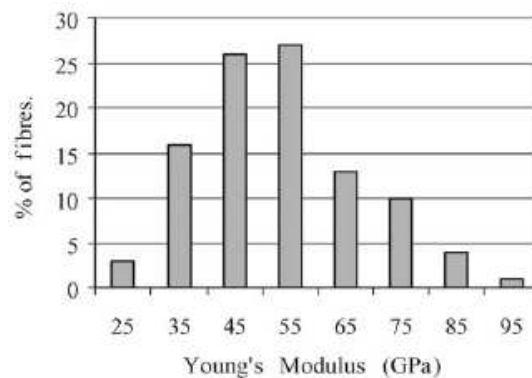


Fig. I-7. Distribution de modules d'Young des fibres de lin [46].

C'est ainsi que Zafeiropoulos et Baillie [66] ont étudié la distribution de contraintes à rupture de fibres de lin. Les résultats montrent que la résistance des fibres n'a probablement pas suivi une distribution de Weibull unimodale, mais plutôt multimodale. Andersons et al. [56] ont modifié la loi de distribution de Weibull pour intégrer l'effet de la longueur de jauge sur la distribution de résistance des fibres de lin. Les résultats présentés dans la figure Fig. I-8 montrent que cette loi s'accorde bien

avec les données expérimentales. Par ailleurs la sensibilité des propriétés en fonction de la vitesse de chargement présentées dans la Fig. I-8 confirme le caractère visqueux des fibres.

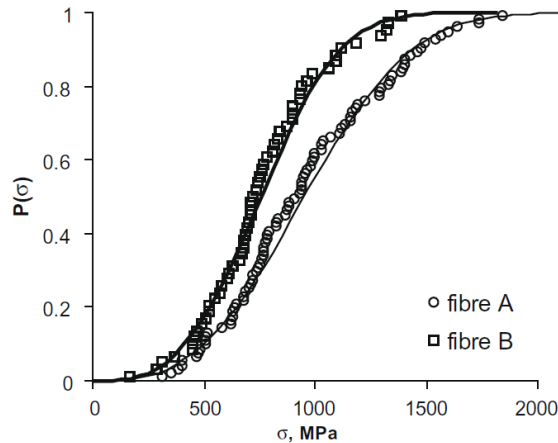


Fig. I-8. Distribution de la résistance des fibres de lin testé à 0,5 mm/min (fibre A) et à 10 mm/min (fibre B) [56].

1.3.2 Les composites

Les renforts en fibres de lin destinés à la fabrication de matériaux composites se présentent suivant trois formes. D'abord en fibres courtes dont la longueur est de l'ordre de quelques millimètres, constituant la charge de granulés de matrices thermoplastiques, appelés compound [24] [41] [67] [68] [69]. Ensuite sous forme de mat (fils [41] [70] [71]) et enfin de fils longs mis en forme de tissus ou bobines de lin [72] [73] [74] [75] [76]. On recense de nombreuses études s'intéressant à la mise en œuvre de composites renforcés par des fibres de lin imprégnées dans des matrices thermodurcissables [70] [72] [74] [75] [76] [77], thermoplastiques [24] [41] [67] [68] [69] [71] [73] et aussi biodégradables [41] [67] [78] [79]. Dans le domaine de la construction, Amar-Daya et al. présentent une étude portant sur le renforcement d'une matrice de ciment par des charges de particules de lin [80].

Par sa simplicité de mise en œuvre, l'essai de traction de composites lin/polymère est le plus étudié dans la littérature [24] [38] [39] [40] [41] [42] [43] [67] [68] [69] [70] [71] [72] [74] [75] [76] [77] [79] [81]. Le module d'Young, la contrainte ultime et la déformation maximale en traction servent d'indicateurs pour la mesure de l'influence des paramètres étudiés. On trouve ensuite des études s'intéressant à leur tenue en flexion [42] [70] [77] [82] [83] [84] et à l'impact [67] [82] [85] [86] [87] [88].

1.3.2.1 Traction

Assarar et al. [75], ont remarqué que le comportement d'un composite unidirectionnel (UD) en lin/époxy, chargé suivant la direction des fibres, présente un comportement non-linéaire (Fig. I-9). En effet, il est possible de distinguer deux étapes linéaires dans la courbe de réponse. Une première partie linéaire et purement élastique, puis la deuxième qui représente 70 % de la courbe. La jonction de ces deux parties se produit au niveau d'un point caractéristique appelé « genou » qui se situe généralement autour de 0,3% de déformation. Ce comportement est très différent de celui du verre/époxy qui est linéaire jusqu'à rupture. On peut remarquer que cette bilinéarité est caractéristique des composites renforcés par des fibres longues de lin [74] [76] [77] [81]. Cela est conforme aux observations faites sur la fibre seule.

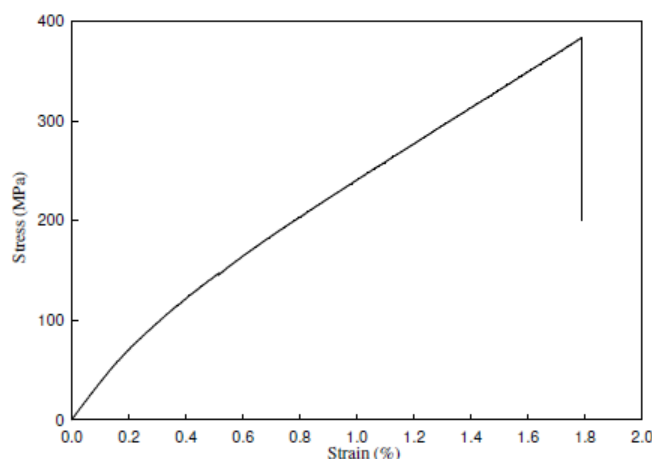


Fig. I-9. Courbe de comportement typique en traction de l'UD- lin/époxy à 0°

[75]

1.3.2.2 Cisaillement et liaison fibre/matrice

La rupture par cisaillement ainsi que le déchaussement fibre/matrice procèdent du même mode d'endommagement. Dans une étude liant les propriétés mécaniques aux paramètres de fabrication et d'essai, Gning et al. [76] se sont intéressés au comportement en cisaillement plan du lin/époxy par des essais de traction sur des composites ayant un empilement de $[\pm 45]_{ns}$ [89]. La non-linéarité du comportement est observée quelque soit la température à laquelle les essais sont réalisés (Fig. I-10). Il apparaît par ailleurs, que les propriétés de cisaillement sont meilleures lorsque les températures d'essais sont inférieures à celle de la transition vitreuse de la résine.

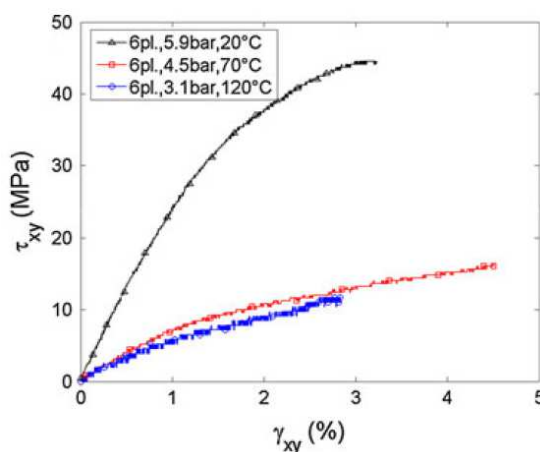


Fig. I-10. Comportement en cisaillement de composites lin/époxy à différentes températures [76].

Même si les constituants de base ont de bonnes propriétés, l'adhésion fibre/matrice est nécessaire afin d'assurer correctement le transfert des charges au sein du composite. Baley et al. [58] ont développé une méthode de déchaussement de microgouttes de résine pour caractériser le cisaillement à l'interface de la fibre et de la matrice. L'étude encourageante a révélé que, la contrainte de cisaillement « apparente » du lin/polyester, après modification de la matrice ou traitement de la fibre, peut atteindre des niveaux comparables à ceux du verre/polyester (Tab. I-4). Ce même constat est valable pour les propriétés de cisaillement du lin et du verre

imprégnés dans une matrice époxy, qui correspondent aux composites abordés dans cette étude.

Fibre	Matrice	τ_{app} (MPa)	G_{ic} (J/m ²)
Lin	Polyester	14,2 ($\pm 0,4$)	45,4 ($\pm 11,9$)
Lin (acide)	Polyester	16,4 ($\pm 0,8$)	65,1 ($\pm 20,6$)
Lin (NaOH + acetic anhydride)	Polyester	16,1 ($\pm 0,8$)	69,6 ($\pm 17,4$)
Verre	Polyester	16,1 ($\pm 0,5$)	41,1 ($\pm 6,5$)
Lin	Epoxy	22,7 (\pm)	78,1 (\pm)
Verre	Epoxy	29,3 (\pm)	62,2 (\pm)

Tab. I-4. Contraintes de cisaillement et taux de restitution d'énergie des liaisons fibres/polymères [58]. Traitement entre parenthèses.

D'après le tableau Tab. I-4, il apparaît que la liaison renfort/matrice soit plus forte dans le cas d'une résine époxy que pour les autres polymères. Ce résultat confirme l'intérêt de l'usage d'une matrice époxy pour obtenir les meilleures caractéristiques mécaniques du composite. On peut aussi noter que la contrainte de cisaillement de la liaison inter-fibre lin/lin est identifiée par Charlet et Béakou [54], est très faible par rapport à celle du lin/polymère

1.3.2.3 Flexion

Le comportement en flexion des composites renforcés par des fibres de lin a fait l'objet de nombreuses études présentes dans la littérature [42] [70] [77] [82] [83] [84]. Les auteurs Di Bella et al. [77] décrivent le comportement de tissus de lin imprégnés d'une matrice époxy en trois parties. La première est linéaire élastique, puis la courbe contrainte-déformation rentre dans une phase non-linéaire, due selon les auteurs, au réarrangement des microfibrilles. Enfin la dernière partie consiste en un plateau au cours duquel la contrainte n'augmente plus jusqu'à la rupture. Les modules et contraintes maximaux en flexion varient respectivement entre 2 à 7 GPa et

35 à 80 MPa [82], en fonction des taux de fibres et autres paramètres qui seront discutés dans la section 1.3.2.6.

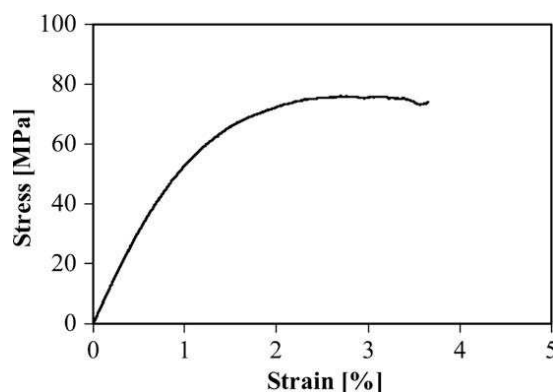


Fig. I-11. Comportement en flexion de composite lin/époxy [77].

1.3.2.4 Absorption d'eau et vieillissement

Les renforts végétaux se distinguent des fibres synthétiques telles que le verre ou le carbone, par leur forte aptitude à absorber l'humidité contenue dans leur environnement. Cette hydrophilie peut être nocive à la santé matière du composite si l'hygrométrie environnante n'est pas contrôlée. En vue de maîtriser la dégradation des matériaux, certaines études se sont portées sur la cinétique de l'absorption d'eau et le vieillissement [75] [69] [72] [82] [90]. De manière synthétique, il ressort des travaux les points suivants:

- La quantité d'eau absorbée est linéaire avec la racine carrée du temps jusqu'à la saturation.
- Le niveau de saturation varie entre 2 à 15% selon les paramètres (taux de fibre, type de traitement, la matrice, etc.).
- Les propriétés mécaniques baissent sous l'effet du vieillissement, du fait de la dégradation de l'interface fibre/matrice et l'altération de la fibre elle-même.

Le Duigou et al. [69] montrent dans leur étude que la raideur des éprouvettes de lin/PLLA est meilleure après désorption qu'avec prise d'eau.

1.3.2.5 Impact

La résistance aux chocs accidentels ou en service est une propriété importante pour les composites structuraux. C'est ainsi que la tenue à l'impact de composites lin/polymère a été étudiée pour différents types de chocs : impact par poids tombant [85] [87], impact de Charpy [24] [67] [82] [88] et impact balistique [86]. Selon l'essai (dispositif, vitesse, conditions limites), la géométrie et les matériaux des éprouvettes testées, certaines études peuvent présenter des résultats contradictoires.

En effet, Wambua et al. [86] ont montré que le composite lin/PP soumis à un impact balistique résiste mieux (énergie absorbée, V_{50}) que le chanvre/PP, contrairement aux résultats de Meredith et al. [87]. Au cours de leurs travaux, Bos et al. [88] ont trouvé que l'énergie d'impact de Charpy absorbée diminue avec le taux massique de fibres pour des éprouvettes en lin/PP, contrairement aux conclusions de Bax et al. [67] qui montrent que l'énergie incidente absorbée augmente lorsque le taux massique de fibres croît pour des éprouvettes chargées de faisceaux de fibres de lin/PLA. Enfin, John et al. [82] ont testé des éprouvettes en mat de lin/PP avec des taux massiques de 0 à 40%. Les auteurs révèlent que le pic d'absorption d'énergie se produit pour un taux massique de fibres de 30%.

Il émerge de ces constats, l'importance de la standardisation des normes régissant ces essais lorsqu'ils sont réalisés sur des éprouvettes renforcées par des fibres naturelles.

D'autres études portant sur la recyclabilité [91] et l'hybridation des composites [42] [70] [84] lin/polymère sont aussi disponibles dans la littérature.

1.3.2.6 Paramètres influençant les propriétés

La forme, le taux et l'arrangement des fibres

La forme des renforts (longs, courts), leur taux, leur arrangement (mat, tissé, unidirectionnel, ...) et leur mise en forme influent directement sur les caractéristiques des composites. Ces effets peuvent être intégrés dans les calculs analytiques des propriétés (Alpin-Tsai [92], lois des mélanges, ...). De manière non exhaustive, les ordres de grandeur de quelques propriétés de composites renforcés par des fibres de lin, extrait de la littérature, sont donnés dans le Tab. I-5.

Type de renfort	Composition	E (GPa)	σ^{UTS} (MPa)	ε^{UTS} (%)	Réf
Fibres courtes, compound	PP, $Wt_f = 30\%$	2,2 - 3	35 - 40	-	[24] [42]
	PLLA, $Wt_f = 30\%$	8	46	-	[69]
	PLA, $Wt_f = 30\%$	~ 6,5	~ 55	-	[67]
Mat	P(3HB-co-3HH) $V_f = 25\%$	~ 1,5	~ 17	-	[71]
	Epoxy, $V_f = 20\%$	~ 4,5	~ 48	~ 1,2	[93]
	PP, $Wt_f = 30\%$	~ 1,6	~ 67	-	[82]
UD/tissus	Tissus à base de fils torsadés, PP, $V_f = 50\%$	4,3 - 10,7	46 - 92	1,2 - 5,5	[73]
	Tissus, époxy, $[0/90/0]$, $Wt_f = 35\%$	7,4	84	-	[74]
	UD/époxy, $V_f = 46 - 64\%$, $[0]_n$, (n=8, 10, 12)	22 - 34	190 - 356	1,2 - 1,9	[38] [75] [94] [95]
	UD/PP, 0° , $V_f = 51\%$	28,7	287	-	[96]
	UD/PE, 0° , $V_f = 40\%$	19,5	199	1,3	[94]

Tab. I-5. Propriétés en traction de composites renforcés par des fibres de lin.

La Fig. I-12, issue de l'étude [64], présente l'évolution des propriétés mécaniques en traction de composites UD en lin/époxy testés dans la direction des fibres, en fonction du taux volumique de fibres. Le module d'Young et la contrainte à rupture augmentent linéairement, avec le taux de fibres. Quant à la déformation maximale, elle baisse rapidement au début et semble se maintenir ensuite. Ces tendances sont générales et également valables pour les autres assemblages fibres/matrice [38] [39] [40] [41] [42] [43].

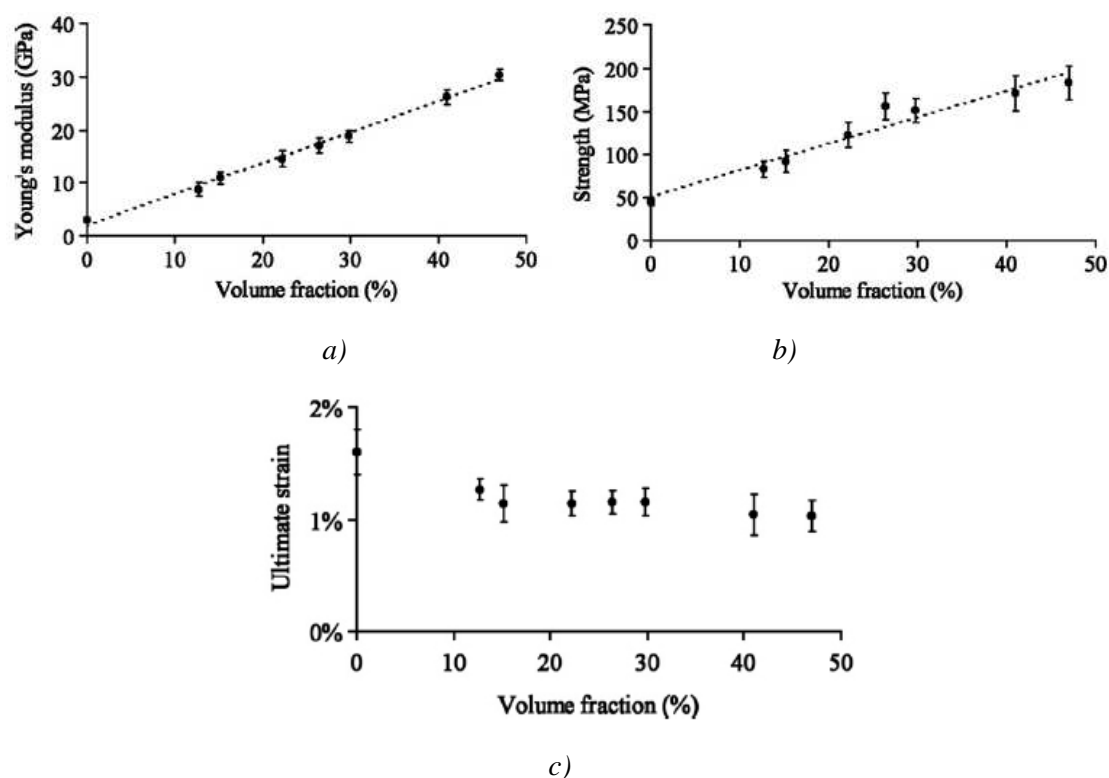


Fig. I-12. Evolution des propriétés mécaniques en traction de composites UD en lin/époxy en fonction du taux de fibres [64] ; a) module d'Young ; b) contrainte ultime ; c) déformation à rupture.

La matrice

Au sein du composite, la matrice représente généralement le constituant ayant la plus grande proportion volumique, comprise entre 45 et 60%. Cependant son influence sur les propriétés mécaniques, dépendent à la fois de ses caractéristiques intrinsèques et de la qualité de sa liaison interfaciale avec la fibre. L'étude de Bodros et al. [41] montre que l'ordre de grandeur des modules et contraintes ultimes des

composites (Fig. I-13) est cohérente avec la hiérarchie des matrices,

$$X_{PLA} > X_{PP-gMA} > X_{ZF03UA} \text{ avec } X = E \text{ ou } X = \sigma^{UTS}.$$

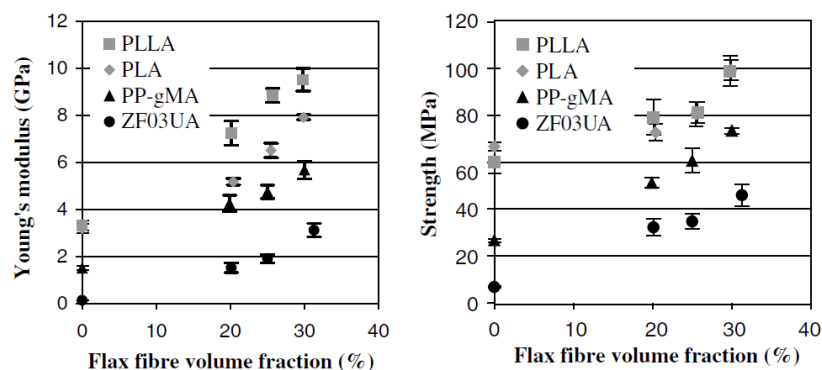


Fig. I-13. Evolution des propriétés mécaniques en traction de composites à renforts de fibres de lin avec différents types de matrice [41].

Les traitements de surfaces et modifications de la matrice

Afin d'améliorer la qualité de la liaison fibre/matrice, plusieurs techniques sont actuellement utilisées. Aussi, les influences de la méthode d'extraction, des traitements mécaniques, biologiques ou chimiques sur les fibres ou la matrice, de l'ajout d'agents de couplage visant à améliorer l'accroche à l'interface fibre/matrice ont été investiguées dans des études [5] [38] [58] [59] [61]. Les traitements ont pour effets sur les fibres :

- d'augmenter le taux massique de cellulose en éliminant les autres composants chimiques, dont les propriétés mécaniques sont plus faibles, tels que la lignine, la pectine, l'hémicellulose, etc.
- de favoriser la séparation des fibres élémentaires.
- de favoriser la distribution des fibres dans la matrice (pour les fibres courtes injectées).
- de favoriser l'orientation des microfibrilles donc de diminuer l'angle fibrillaire.
- d'augmenter la surface de contact fibre/matrice.
- de créer des liaisons chimiques plus fortes entre fibre et matrice, en changeant la nature de la surface hydrophile (polaire) des fibres en surfaces hydrophobes (non

polaire) ou inversement avec la matrice.

John et al. [82] ont montré que certains traitements chimiques peuvent ralentir la vitesse de prise d'eau et baisser le niveau de saturation en eau. De façon similaire, Arbelaiz et al. [42], obtiennent une augmentation substantielle de la contrainte ultime d'un composite à base de lin, de 40-60%, par modification de la matrice. Il est intéressant de relever que, certaines techniques, notamment mécaniques, visent à créer des défauts superficiels sur la fibre afin de favoriser l'accroche avec la matrice. Malgré la fragilisation de la fibre élémentaire, le composite final peut avoir une contrainte à rupture plus élevée [39] [62].

Les paramètres des procédés de fabrication

L'ajustement des paramètres des procédés de fabrication peut avoir une influence sur les caractéristiques attendues du matériau. A titre d'exemple, Le Duigou et al. [5] [97] ont analysé l'influence de la cinétique de refroidissement sur les propriétés mécaniques de composites en lin/PLLA. Les résultats montrent qu'une vitesse de refroidissement plus lente favorise la cristallisation de la matrice et la transi-cristallisation, améliore les propriétés à l'interface fibre/matrice, et ainsi augmente les propriétés en cisaillement et en traction. Ainsi, Zini et al. [71] indiquent qu'un maintien à 45°C plus important, favorise la cristallisation de la résine étudiée, c'est à dire le poly(3-hydroxybutyrate-co-3-hydroxyhexanoate).

Intervention d'eau

Comme l'humidité peut influencer les propriétés de la fibre [63], l'eau a donc un effet sur le composite. L'étude de Le Duigou et al. [69] a montré que l'éprouvette mouillée présente une raideur moins importante que l'éprouvette après séchage.

La température d'essai

Les travaux de Gning et al. [76] et Poilâne et al. [81] ont montré que les propriétés des composites à fibres longues lin/époxy diminuent (Fig. I-10) avec la température (de 20 à 150°C) d'essai. La matrice époxy est sensible à la température, ainsi son élévation dégrade le transfert de charge entre les constituants.

1.4 Fatigue des matériaux

L'expérience montre que les mécanismes de rupture de pièces de machines ou de structures en fonctionnement normal sont, le plus souvent, dues à la fatigue. La fatigue est un phénomène de modification des propriétés des matériaux consécutive à l'application de cycles d'efforts, dont la répétition peut conduire à la rupture [98]. La particularité de l'endommagement par fatigue est que la rupture peut se produire pour des contraintes bien inférieures à la résistance maximale, de l'ordre de 0,3 à 0,4 σ^{UTS} , lorsque la répétition des chargements se produit un très grand nombre de fois.

1.4.1 Définitions

1.4.1.1 Essais de fatigue

L'essai de fatigue le plus simple consiste à appliquer à une éprouvette un chargement uniaxial cyclique autour d'une contrainte moyenne σ_m . Le type de chargement est caractérisé par le rapport de charge R (Eq. I-2) de la contrainte minimale σ_{\min} et maximale σ_{\max} par cycle, comme indiqué sur la Fig. I-14. Dans la littérature, les valeurs de R généralement étudiées sont 0,1 et -1.

$$R = \sigma_{\min} / \sigma_{\max} \quad \text{Eq. I-2}$$

L'établissement de la courbe de réponse en fatigue d'un matériau, nécessite la réalisation d'essais sur plusieurs niveaux de charges qui sont pris en général pris

dans la plage entre 40% et 80% de la contrainte ultime σ^{UTS} . Dans certaines études, les essais sont pilotés en déformation.

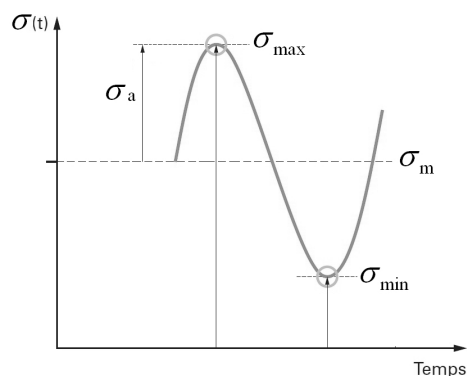


Fig. I-14. Paramètres de charge d'un essai de fatigue.

Outre le chargement en traction, la fatigue par flexion [99], torsion [100], chargements combinés ou multiaxiaux [101] sont autant de méthodes utilisées par les chercheurs. Bien d'autres travaux se sont intéressés au calcul prévisionnel de la durée de vie de systèmes ou de structures soumis à des chargements variables, voire aléatoires [102] [103] [104], ainsi qu'à leur tenue en fatigue après impact [105] [106], etc.

1.4.1.2 Durée de vie et diagrammes d'endurance

La durée de vie d'une éprouvette est quantifiée par son nombre de cycles à rupture N_f . Ainsi, un lot d'éprouvettes testées jusqu'à rupture sous des chargements cycliques d'amplitude constante, correspond aux points du diagramme contrainte-nombre de cycles, schématisé dans la Fig. I-15 [107]. Cette courbe porte le nom de son créateur Wöhler, courbe S-N (Stress-Number of cycles) ou encore courbe d'endurance. Elle est traditionnellement divisée en trois zones, dont la première est le domaine oligocyclique, la zone II est celui de l'endurance limitée, et enfin la zone III qui représente le domaine d'endurance illimitée.

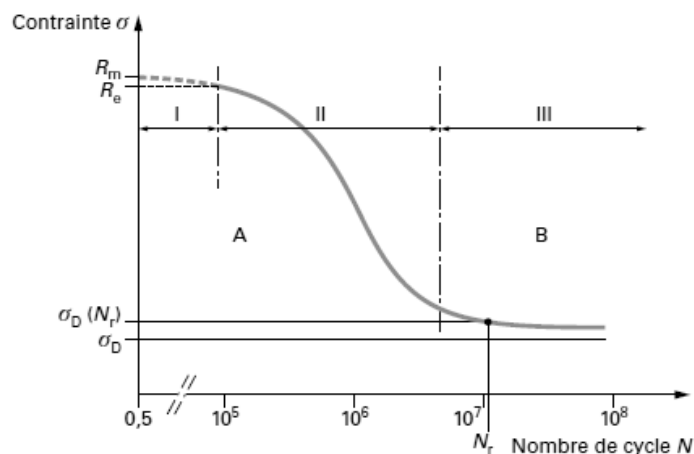


Fig. I-15. Courbe schématique de la fatigue et définition des domaines d'endurance [107].

La limite de fatigue ou limite d'endurance σ_D correspond à la contrainte pour laquelle la rupture advient après un nombre de cycles supérieur à la durée de vie envisagée pour la pièce. Lorsque le comportement du matériau ne présente pas de zone d'endurance illimitée, comme c'est souvent le cas pour les composites, une limite d'endurance conventionnelle $\sigma_D(N_r)$ est définie pour un nombre N_r de cycles, fixé d'avance.

1.4.1.3 Aspect de la dispersion des résultats d'essai de fatigue

Les résultats des essais de fatigue peuvent être très dispersés pour un même niveau de chargement. Le COV de la durée de vie des éprouvettes peut atteindre 100%. Schijve [108] séparent les causes physiques en trois classes :

- internes aux matériaux : inclusions, hétérogénéités, etc.
- dues ou liées à la préparation des éprouvettes : états de surfaces, opérations de mise en forme, traitements, etc.
- conditions d'essai : précision de la machine, réglage de la charge appliquée, conditions environnementales, etc.

1.4.2 Représentation mathématique de la courbe S-N

La première relation mathématique décrivant la courbe S-N a été publiée par Wöhler dans les années 1860. Depuis lors, d'autres modèles ont été proposés afin de prendre en compte de plus en plus de détails de la courbe de fatigue [98] (Tab. I-6). N est le nombre de cycles à rupture sous un chargement S . A , B , N_0 , S_0 , E sont des paramètres expérimentaux à identifier. Malgré la complexité et l'exhaustivité croissante des relations proposées, les modèles de Wöhler et de Basquin sont jusqu'ici les plus utilisés en raison de leur simplicité et de leur précision.

Auteur	Année	Modèle de courbe S-N	Référence
Wöhler	1860	$\log N = A + BS$	[109]
Basquin	1914	$\log N = A + B \log S$	[109]
Stromeyer	1924	$\log N = A + B \log(S - E)$	[110]
Corson	1955	$N = A / (S - E) e^{-C(S-E)}$	[110]
Bastenaire	1974	$N = A / (S - E) e^{\left(\frac{S-E}{B}\right)^C}$	[111]
Castillo	1985	$\log(N / N_0) \log(S / S_0) = A$	[112]

Tab. I-6. Evolution chronologique des modèles mathématiques de courbes S-N.

Les modèles proposés dans le Tab. I-6 sont déterministes et correspondent à une probabilité de défaillance $p=50\%$. Il est possible ensuite d'en déduire des courbes d'isoprobabilité de rupture plus faibles, comprises entre 1 et 10%. Des prédictions de durées de vie en fonction du niveau de confiance sont présentées dans les études [108] [111] [113] [114] [115] [116] [117] [118] [119] [120].

Il est couramment admis et vérifié expérimentalement sur les matériaux métalliques, que [108] [111] [109] [121] :

- Pour un nombre de cycles donné, la distribution de la contrainte peut être

décrite par une loi de distribution normale (Eq. I-3) dans les domaines d'endurance limitée ($5 \times 10^4 < N < 10^6$) et illimitée ($N > 10^6$). Ainsi, les courbes d'isoprobabilité sont symétriques par rapport à la courbe médiane (Fig. I-16).

- Pour une contrainte donnée, la distribution du $\log N_f$ suit une loi normale dans le domaine de l'endurance limitée. Elle s'en écarte progressivement, au fur et à mesure que l'on tend vers l'endurance illimitée.

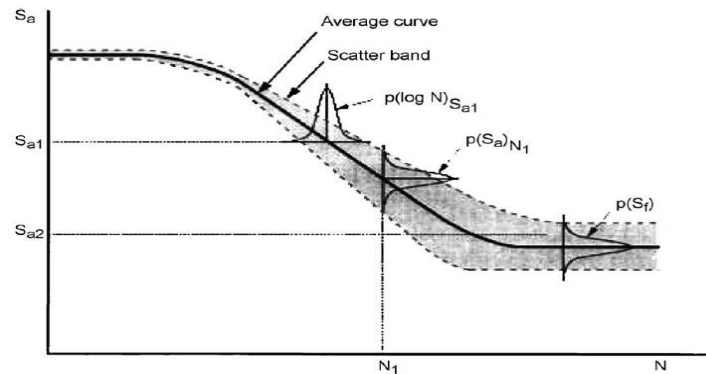


Fig. I-16. Aspect des distributions des données dans une courbe S-N [108].

La loi normale est le type de distribution que l'on rencontre le plus souvent en physique. En effet, cette loi qui s'applique à une variable statistique, résulte d'un grand nombre de causes indépendantes, les effets s'additionnant sans qu'aucun ne soit prépondérant. Elle est la loi d'une variable X continue, variant de $-\infty$ à $+\infty$ dont la densité de probabilité $f(x)$ correspond à l'Eq. I-3. x est la variable considérée, μ la moyenne de x et s l'écart-type caractérisant la dispersion des résultats. La courbe représentative de $f(x)$ est celle en cloche symétrique (Fig. I-17) par rapport à la moyenne.

$$f(x) = \frac{1}{s\sqrt{2\pi}} \exp\left(-\frac{(x-\mu)^2}{2s^2}\right) \quad \text{Eq. I-3}$$

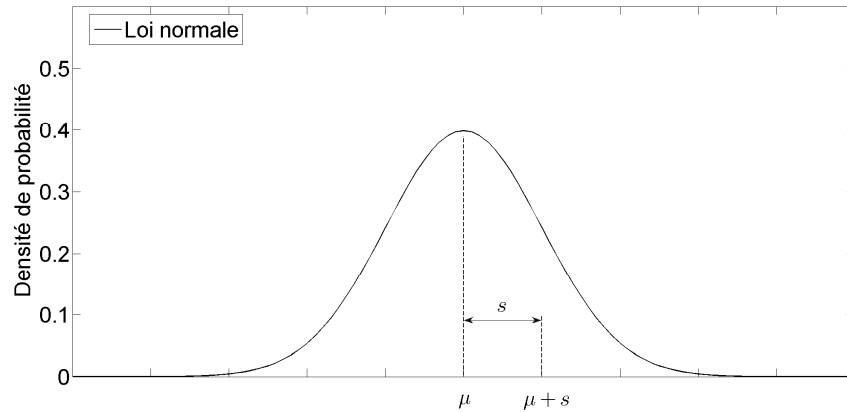


Fig. I-17. Densité de probabilité de la loi normale.

1.4.3 Critère de fatigue

En vue de limiter le nombre d'essais, il est possible d'établir une relation entre l'évolution de la courbe de Wöhler et la sollicitation moyenne considérée (σ_m). Les critères de fatigue permettent de déterminer la nouvelle limite d'endurance (σ_D) en amplitude correspondant à une contrainte moyenne donnée, sur la base des données obtenues pour un chargement alterné avec une contrainte moyenne nulle. Ces critères sont généralement utilisés pour les matériaux métalliques. Les modèles les plus courants sont ceux de Goodman (Eq. I-4), Söderberg (Eq. I-5) et Gerber (Eq. I-6) [107].

$$\sigma_a = \sigma_D \left(1 - \frac{\sigma_m}{R_m} \right) \quad \text{Eq. I-4}$$

$$\sigma_a = \sigma_D \left(1 - \frac{\sigma_m}{R_e} \right) \quad \text{Eq. I-5}$$

$$\sigma_a = \sigma_D \left[1 - \left(\frac{\sigma_m}{R_m} \right)^2 \right] \quad \text{Eq. I-6}$$

Avec R_e la limite d'élasticité, R_m la résistance maximale, σ_D est la limite

d'endurance pour une contrainte moyenne nulle $\sigma_m = 0$, le nombre de cycles choisi N_0 et une probabilité de survie correspondante.

1.4.4 Fatigue des matériaux composites

1.4.4.1 Limite d'endurance et courbe S-N

Le rapport de la limite d'endurance sur la contrainte maximale quasi-statique (σ_D / σ^{UTS}) peut être un indicateur de la tenue en fatigue d'un matériau. Aussi, ce ratio qui se situe entre 0,4 et 0,9 pour les composites, est inférieur pour les métaux et alliages métalliques (0,3 pour l'aluminium et 0,4 pour le fer et ses alliages) [2]. L'expérience montre que les matériaux composites résistent mieux à la fatigue en traction, que les matériaux métalliques. A l'opposé, les premiers s'endommagent beaucoup plus sévèrement que les métaux sous des chargements de fatigue en compression et cisaillement.

L'allure des courbes S-N des composites est généralement monotone et quasi-linéaire en raison de l'absence de plastification [2]. En cela elle se distingue de celle des métaux (Fig. I-15).

1.4.4.2 Endommagement par fatigue des composites et son effet

La répétition des chargements crée de l'endommagement au sein des composites. Lorsque le nombre de cycles effectués (n) est inférieur à la durée de vie de la structure (N_f), il est important de quantifier ces dommages afin d'estimer la durée de vie résiduelle de la structure. En effet, la résistance résiduelle du matériau décroît à mesure que l'essai de fatigue se prolonge.

Les indicateurs les plus étudiés pour caractériser l'endommagement progressif du matériau durant l'essai de fatigue sont l'évolution du module, de la déformation, de l'aire correspondante des boucles d'hystérésis, de la résistance

résiduelle et de la densité de fissures. A titre indicatif, des travaux ayant porté sur l'évolution de ces indicateurs dans la vie des structures, sont listés dans le Tab. I-7.

Thématique de recherche	Références
Module/rigidité	[1] [122] [123] [124] [125] [126] [127] [128] [129] [130] [131] [132] [133] [134] [135]
Energie d'hystérésis, amortissement	[128] [131] [136] [137] [138] [139] [140] [141]
Déformations caractéristiques	[125] [126] [127] [133] [142] [143] [144] [145] [146]
Résistance résiduelle	[99] [147] [148] [149] [150] [151] [152]
Densité de fissuration	[1] [153] [154] [155] [156] [157] [158] [159] [160] [161] [162] [163]

Tab. I-7. Bibliographie non exhaustive sur l'endommagement des composites.

Module/rigidité

Certaines études s'intéressent au suivi du module au cours de la vie de l'éprouvette. Dans ce mémoire, l'évolution du module normalisé (E/E_0) avec E_0 module initial et E module du cycle en cours, est choisie comme indicateur de la variation du module résiduel. Généralement, l'endommagement (D) est défini par les relations Eq. I-7 et Eq. I-8, E_f étant le module au moment de la rupture.

$$D = 1 - E / E_0 \quad \text{Eq. I-7}$$

$$D = (E_0 - E) / (E_0 - E_f) \quad \text{Eq. I-8}$$

L'allure de l'évolution du module résiduel est schématisée dans la Fig. I-18.

Le scénario de l'évolution de la rigidité dépend grandement de la stratification du composite testé. Cependant, il est généralement admis dans la littérature une évolution de l'endommagement en trois phases comme cela est décrit par Reifsnider [164]. Il y'a d'abord la phase d'initiation au cours de laquelle les microfissures apparaissent. Celle-ci est suivie par la diminution régulière et lente des dommages. Enfin, il se produit une accélération de la baisse de rigidité qui conduit à la rupture.

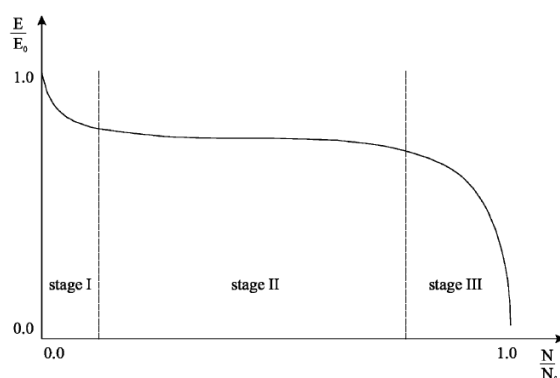


Fig. I-18. Evolution de l'endommagement des matériaux par mesure du module résiduel [149].

Energie dissipée, amortissement

Au cours d'un cycle de fatigue, on observe un phénomène d'hystérésis lié au retard de la réponse du matériau sur le chargement. Le trajet de chargement ne se confond pas avec celui de la décharge, formant ainsi une boucle d'hystérésis. L'aire enfermée dans la courbe contrainte-déformation d'un cycle n (Fig. I-19), correspond à l'énergie dissipée (U_n). L'énergie de déformation élastique (U_e) représentée par l'aire sous le segment de droite liant les extrémités de la boucle, est matérialisée par une surface sombre dans la Fig. I-19 b. L'amortissement est alors défini comme le rapport des deux énergies, U_n / U_e .

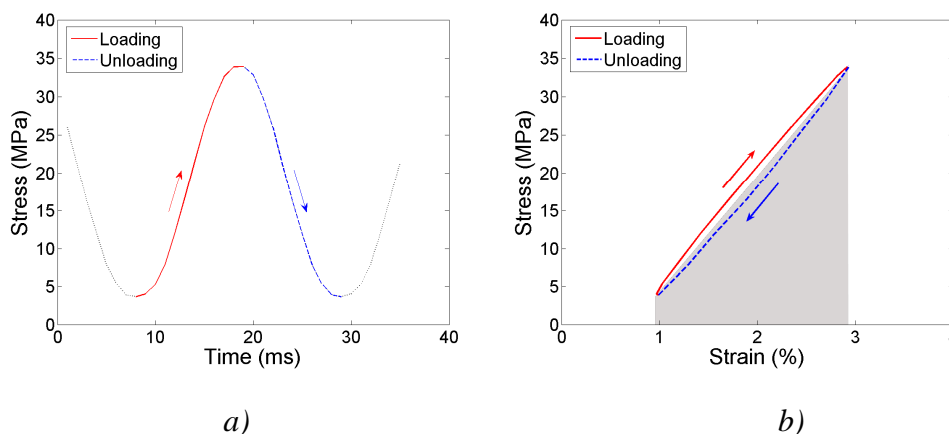


Fig. I-19. Boucles d'hystérésis : a) chargement temporel, b) courbe contrainte/déformation cyclique.

Tan et Dharan [137] ont calculé l'endommagement d'éprouvettes composites pré-entailées ($D'(n)$), en utilisant la relation Eq. I-9. U_{e0} correspond à l'énergie de déformation élastique originale. Leur étude montre l'existence d'une courbe de référence unique, appelée courbe maîtresse pour tous les niveaux de charge (Fig. III-20). L'augmentation de l'énergie d'hystérésis et de l'amortissement renseigne sur l'évolution de l'endommagement du composite [128] [138] [139] [140].

$$D'(n) = U_n / U_e - U_{e0} / U_e \quad \text{Eq. I-9}$$

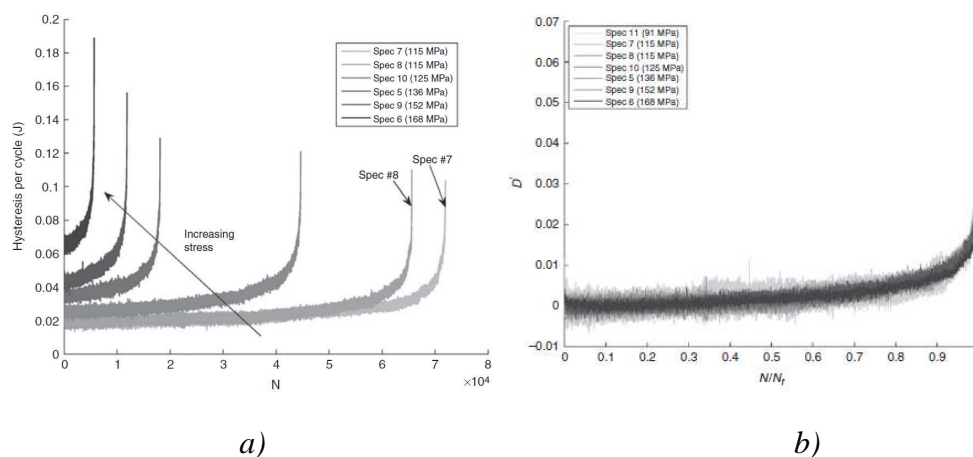
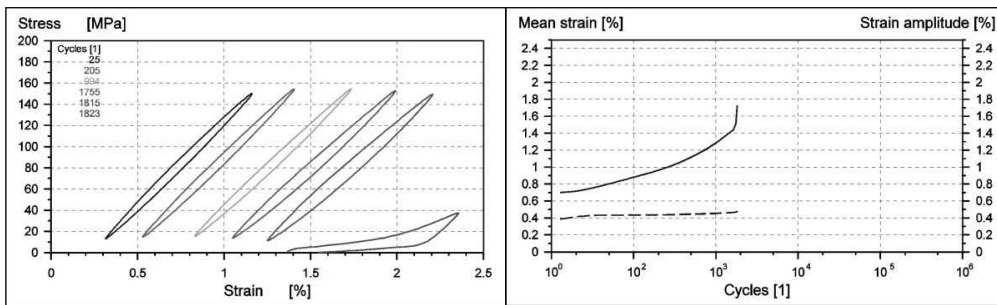


Fig. I-20. Evolution de : a) l'énergie d'hystérésis en fonction du nombre de cycles pour différents niveaux de charge, b) l'endommagement des éprouvettes ($D'(n)$) à différents niveaux de charge en fonction de leur vie (N/N_f) [137].

Déformations caractéristiques

Les travaux [125] [126] [127] [142] [143] [133] [144] [145] [146] se sont intéressés à la cinématique des boucles d'hystérésis au cours d'essais de fatigue pilotés en force. Ils mentionnent le déplacement des boucles charge-décharge vers des déformations plus élevées au cours de la vie de l'éprouvette (Fig. I-21). Ainsi, l'évolution des valeurs extrêmes ou moyennes des déformations peut être liée à la cinétique de l'endommagement.



a)

b)

Fig. I-21. a) Déplacement des boucles d'hystérésis. b) Evolution de la déformation maximale pendant l'essai de fatigue [133].

Des modèles phénoménologiques vérifiant les conditions $D(0) = 0$ et $D(N_f) = 1$, ont été proposés par Hwang et Han [165] (Eq. I-10) ou Clark et al. [136] (Eq. I-11). ε^{\max} est la déformation maximale du cycle. Les indices 0, n et f représentent le cycle initial, en cours et final.

$$D(n) = 1 - \varepsilon_0^{\max} / \varepsilon_n^{\max} \quad \text{Eq. I-10}$$

$$D(n) = (\varepsilon_n^{\max} - \varepsilon_0^{\max}) / (\varepsilon_f^{\max} - \varepsilon_0^{\max}) \quad \text{Eq. I-11}$$

Les études [133] [144] [145] révèlent que le déplacement des boucles est lié au fluage du matériau.

Densité de fissuration

La densité de fissures comptabilise le nombre de fissures observées par unité de longueur dans la direction du chargement (Fig. I-22). Les unités de longueur les plus utilisées sont le cm ([158] [161] [166] [167]) ou le mm ([160] [168]). Cette mesure trouve son utilité dans la caractérisation des stratifiés orthogonaux, du type $[0_n/90_m]_s$ car la fissuration transversale est le principal mode de ruine précurseur de la rupture de ce genre d'empilement.

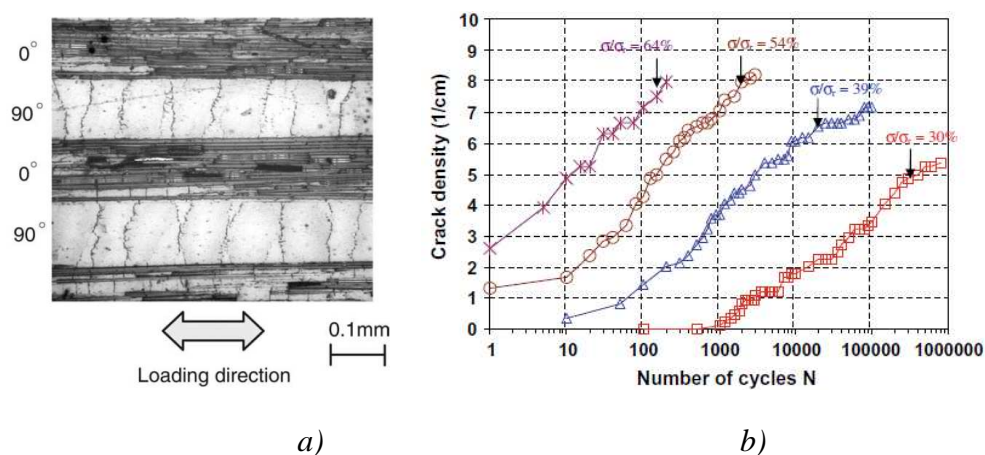


Fig. I-22. a) Fissuration transversale de SiC/SiC [160]. b) Evolution de la densité de fissures en fonction du nombre de cycles pour amide/époxy [158].

Hoang et al. [158] ont proposé un modèle (Eq. I-12) donnant la charge σ_{\max} en fonction du nombre de cycle n et de la densité de fissures désirée ρ . Dans le même esprit, la relation Eq. I-13 se déduit de l'Eq. I-12 pour prédire le nombre de cycles de vie en fonction de la densité de fissures et du niveau de charge désiré, avec $\sigma_{st}(\rho)$ représentant la contrainte quasi-statique d'un niveau donné, induisant la densité de fissures désirée. σ_s et N_s sont deux paramètres constants du matériau. La prédiction semble en bon accord avec les observations expérimentales en repère semi-logarithmique.

$$\sigma_{\max} = [\sigma_s - \sigma_{st}(\rho)] \frac{\log(n)}{\log(N_s)} + \sigma_{st}(\rho) \quad \text{Eq. I-12}$$

$$\log(n) = \log(N_s) \frac{\sigma_{\max} - \sigma_{st}(\rho)}{\sigma_s - \sigma_{st}(\rho)} \quad \text{Eq. I-13}$$

Résistance résiduelle

La résistance résiduelle (Fig. I-23) est mesurée par un essai monotone jusqu'à la rupture d'une éprouvette préalablement sollicitée en fatigue. L'intersection de la courbe de résistance résiduelle avec la courbe de Wöhler correspond à la rupture de l'éprouvette au dernier cycle de charge.

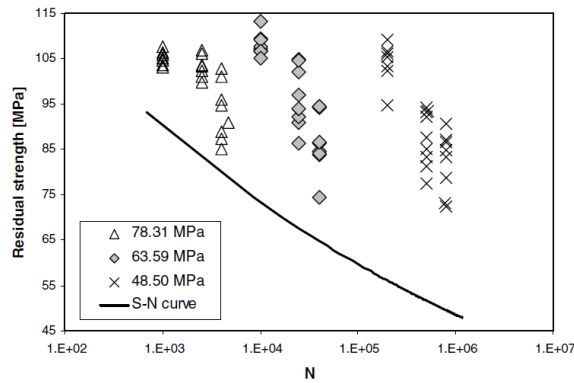


Fig. I-23. Evolution de la résistance résiduelle d'éprouvettes à ± 45 sous trois niveaux de chargement [148].

De nombreuses représentations mathématiques de l'évolution de la résistance résiduelle sont disponibles dans la littérature [148]. A titre d'exemple, Broutman et Sahu [169] (Eq. I-14) proposent une expression linéaire de la résistance résiduelle σ_r en fonction de la résistance quasi-statique initiale du matériau σ_0^{UTS} , la contrainte maximale appliquée pendant l'essai de fatigue σ_{\max} , le nombre de cycles réalisés n et l'endurance à ce niveau de charge N_f .

$$\sigma_r = \sigma_0^{UTS} - (\sigma_0^{UTS} - \sigma_{\max})(n/N_f) \quad \text{Eq. I-14}$$

Le modèle non-linéaire de Hahn et Kim [170] (Eq. I-15) s'écrit avec des

paramètres constants, c et D , dépendants des caractéristiques de l'essai. D'autres expressions établies sont détaillées dans les travaux de Philippidis et Passipoularidis [148].

$$(\sigma_r)^c = (\sigma_0^{UTS})^c - cDn \quad \text{Eq. I-15}$$

1.4.5 Fatigue des matériaux à renfort de fibres végétales

Le comportement en fatigue des composites à base de fibres végétales a été très peu investigué jusqu'ici. Towo et Ansell [171] [172] ont étudié la fatigue de composites en sisal/époxy et sisal/polyester. Ils établissent les courbes S-N et diagrammes de Haigh. Un traitement d'alkali sur la fibre a l'effet d'améliorer la résistance en fatigue du sisal/polyester. D'autre part, Silva et al. [173] ont identifié la courbe de Wöhler et la cinétique de la diminution du module au cours de la fatigue du sisal/ciment. Elouaer et al. [174] se sont intéressés à la réponse en fatigue de différentes variétés de chanvre injectés. Les auteurs concluent sur la base de leur étude que la tenue en fatigue du chènevotte/PP est supérieure à celle de chanvre/PP. De même, Reis et al [99], Thwe et Liao [152] ainsi que Ferreira et al. [175] ont caractérisé la courbe S-N de composites hybrides fibres végétales/verre/polymère. Plus particulièrement, Gassan [176] a étudié les effets de la fatigue sur du lin/époxy et lin/polyester en les comparant avec ceux de composites renforcés par des fibres de jute. Les résultats montrent que le lin/époxy présente un amortissement plus important que le jute/époxy.

1.5 Endommagement

L'hétérogénéité des fibres végétales s'ajoutant à celle du composite, le stratifié apparaît plus représentatif d'une structure que d'un matériau classique. Ainsi donc, les mécanismes de rupture sont complexes et se situe à plusieurs échelles. En l'état des moyens de détection et de mesure, l'amorçage de la rupture (souvent des microfissures) se produit généralement bien avant l'observation de changements

macroscopique du comportement [1].

1.5.1 Mécanismes d'endommagement

Il est communément accepté par les auteurs, que l'endommagement des composites unidirectionnels se produit suivant 4 (voire 5) mécanismes principaux [177] qui sont (Fig. I-24 a) : la décohésion fibre/matrice, la rupture de fibres, la fissuration de la matrice parallèlement (longitudinale) ou perpendiculairement aux fibres (transversale). Le cinquième mode de ruine survient à l'interface de deux plis dans les stratifiés (délaminage interlaminaire) (Fig. I-24 b). La fissuration longitudinale clive un pli en deux (délaminage intralaminaire) [178]. Généralement, plusieurs mécanismes apparaissent dans le composite. L'ordre d'apparition et leur développement dépend de la nature du composite et du type de chargement.

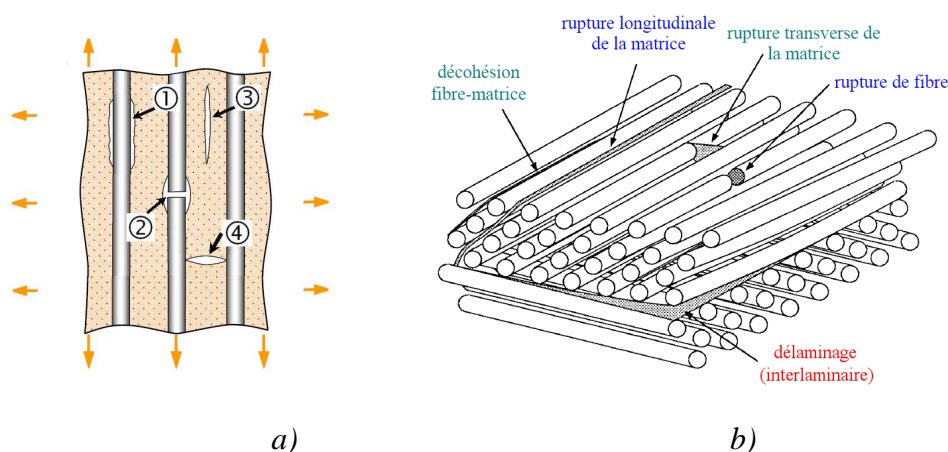


Fig. I-24. a) Modes de ruine dans un composite unidirectionnel : ① décohésion fibre/matrice ; ② rupture de la fibre ; ③ fissuration longitudinale et ④ transversale de la matrice. b) Fissuration du stratifié.

1.5.2 Mécanismes d'endommagement en fatigue

Talreja [1] [179] a identifié les modes de rupture principaux sur la courbe de fatigue de composites unidirectionnels chargés en traction-traction. L'auteur distingue trois régions (Fig. I-25). Dans la première, la rupture du renfort est prédominante pour un faible nombre de cycles de chargement. Ensuite, au niveau de la région II, le

phénomène de rupture du renfort se ralentit. Le front de fissure dans la matrice se propage dans le plan perpendiculaire aux fibres disjointes et relie les décohésions fibre/matrice entre-elles. La troisième région se situant en dessous de la limite d'endurance, consiste en une fissuration intralaminare de la matrice entre les fibres sans propagation de la rupture des fibres. Ces trois régions sont plus ou moins séparées en fonction de la déformation ultime des constituants.

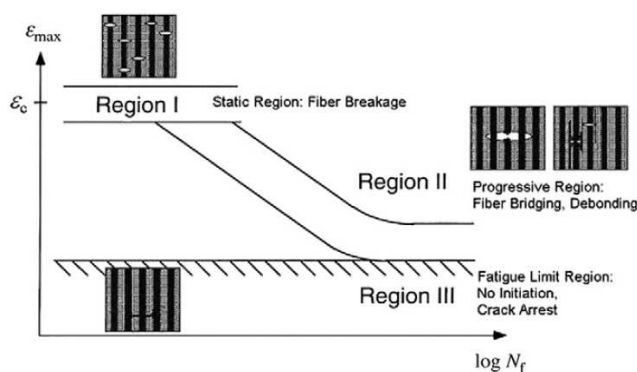


Fig. I-25. Courbe de fatigue de composite UD à 0° sous chargement de traction-traction [179].

1.6 Conclusion

Il ressort de cette étude bibliographique non exhaustive, plusieurs avantages que peuvent présenter les fibres de lin comme renforts à destination de matériaux composites. Entre autres, le processus d'obtention de la fibre de lin est a priori plus respectueux de l'environnement que celui des fibres conventionnelles. Il convient cependant de réaliser un bilan carbone précis intégrant le machinisme agricole nécessaire. Elle possède les propriétés mécaniques les plus élevées parmi les fibres végétales couramment cultivées et des propriétés spécifiques supérieures à celles du verre qui est le renfort composite le plus utilisé. En outre, elle est une ressource locale, largement produite en France.

De nombreuses études ont déjà été réalisées sur la fibre élémentaire de lin, l'amélioration de l'interface fibre/matrice, les comportements statiques en traction, flexion et cisaillement, ainsi que le comportement sous impact des composites

lin/polymère. Cependant, en dépit de l'existence de ces travaux qui constituent une base des données et de références importantes, le nombre d'études relatives au comportement à long terme, et plus particulière en fatigue de ces composites, reste marginal. Les raisons de ce manque peuvent être liées au nombre et à la durée des essais dans le cas de la fatigue, à la multiplicité des causes d'endommagements et à leurs effets, à la prise en compte nécessaire des sources de dispersions induites par l'hétérogénéité des renforts, du procédé de mise en œuvre, du mode opératoire et ou du dispositif d'essai. Pour cette raison, des outils statistiques seront utilisés afin de prendre en compte les aspects variabilités.

Chp.2 Matériaux

Ce chapitre a pour but de présenter les matériaux utilisés dans cette étude. Les constituants de base, les architectures des renforts, les composites et leur procédé de mise en œuvre sont détaillés. Ce chapitre commencera par la description des préparations et des méthodes d'observation multi-échelles (méso et microscopique), permettant d'appréhender l'évolution du lien entre les fibres et la matrice.

2.1 Méthodes d'observation

2.1.1 Microscopie optique

Les éprouvettes à observer au Microscope Optique (MO) sont préalablement découpées avec une machine spéciale. Elles sont ensuite enrobées dans une résine avant d'être polies. Cette dernière opération est réalisée sur une polisseuse automatique *TgraPol-21* équipée d'une tête porte-échantillons motorisée et d'un contrôle de la force *TegraForce-5* de *Struers*. Toutes les éprouvettes ont subi un polissage identique séquencé en plusieurs étapes dont le protocole est décrit dans le Tab. II-1.

Etape	Abrasif	Lubrifiant	Vitesse (tr/min)	Force (N)	Durée (min)
1	P500	Eau	300	15	3-6
2	P1000	Eau	300	15	3
3	Feutre	Solution diamant, 9 μm	150	15	3
4	Feutre	Solution diamant, 3 μm	150	15	3
5	Feutre	Suspension particule, 0,04 μm	300	40	12-18

Tab. II-1. Protocole de polissage.

Après séchage, les échantillons sont observés avec un microscope optique inverse *Axiocvert* de *Zeiss* permettant un grossissement de 40 à 400 fois. L'acquisition des images est faite au moyen d'une caméra CCD.

2.1.2 Microscopie Electronique à Balayage

Le Microscope Electronique à Balayage (MEB) *Zeiss Supra 25* possède une capacité de grossissement maximal de 500 000 fois. Par contre l'observation au MEB impose que le matériau soit conducteur. Compte tenu de la non conductivité électrique des composites étudiés, une très fine couche en or est déposée sur les surfaces à observer par métallisation sous vide à environ 3,5 et 4 mA/mbar pendant 20 secondes.

2.2 Renforts

2.2.1 Les fibres de lin

Les fibres de lin utilisées sont de la variété *Hermès* cultivée dans le nord de la France, dans les régions de Picardie et Normandie. Elles ont une masse volumique de 1500 kg/m^3 . Des images de fibres élémentaires de lin sont présentées dans la Fig. II-1. On peut observer que la surface externe n'est pas lisse (Fig. II-1 a, b et d) et le diamètre non constant ce qui rend la mesure du module d'Young très imprécise. La longueur de la fibre est jalonnée de nœuds et de petites taches superficielles de pectine. La section de la fibre est davantage polygonale que circulaire (Fig. II-1 d). Par ailleurs, il est possible de distinguer du cortex sur la surface de certaines fibres (Fig. II-1 c). Il s'agit d'une matière résiduelle n'ayant pas été enlevée pendant la préparation de la fibre. Après la fabrication du composite, ces impuretés forment des gangues de matière, de forme irrégulière autour de la fibre, visibles dans la Fig. II-1 d, perpendiculairement à leur axe. Il sera montré plus loin le rôle important de ce cortex dans l'endommagement.

Le diamètre moyen de la fibre de lin Hermès est compris entre 12,4 et 16,5 μm , selon sa localisation le long de la tige [10]. Le rapport de la longueur sur le diamètre est de l'ordre de 1500. La morphologie de la fibre présente généralement un vide en son centre, appelé lumen qui engendre une porosité de 2,7 à 4,0 % (Fig. II-1 d).

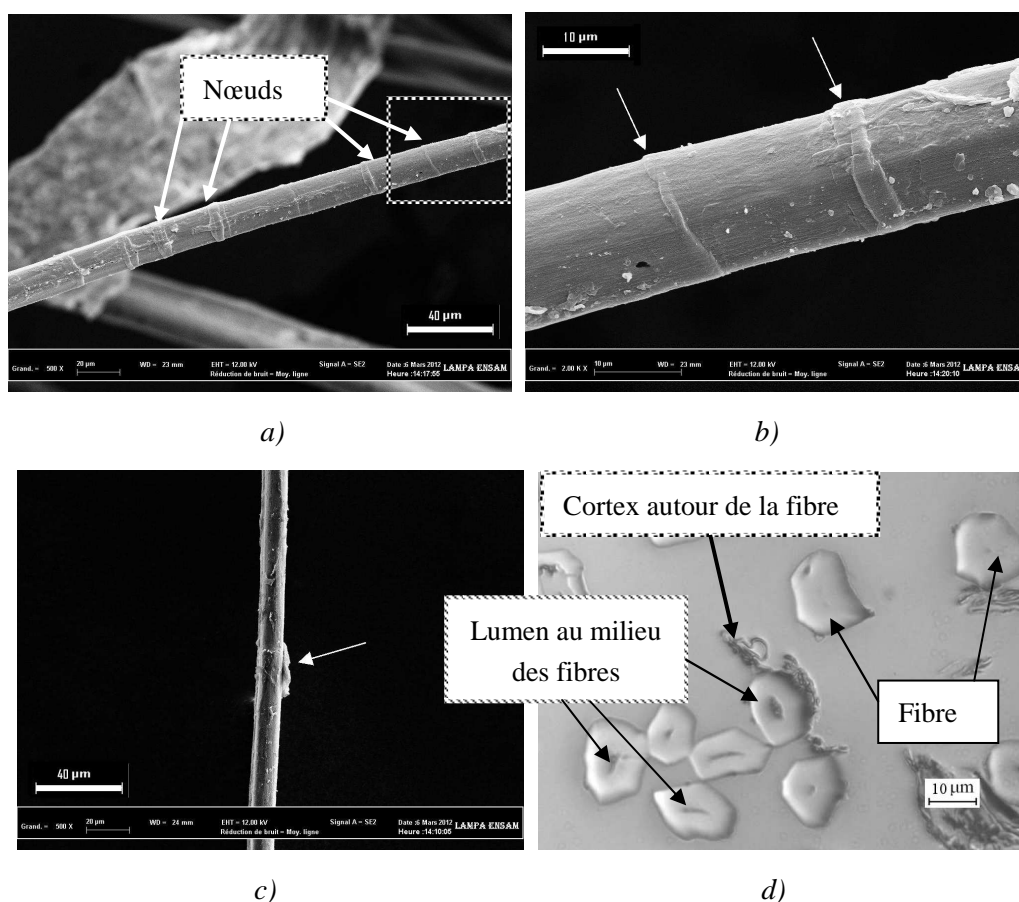


Fig. II-1. Images de fibres élémentaires de lin : a) Présence de nœuds ; b) Vue de détail ; c) Présence de cortex ; d) Section transversale.

2.2.2 Faisceaux de fibres

Après les premières opérations d'extraction des fibres (teillage et peignage), on remarque qu'une majorité de celles-ci se présente sous forme de faisceau (fibre technique). Il s'agit de plusieurs fibres élémentaires agglutinées les unes aux autres par la pectine (Fig. II-2 a et b). Il subsiste généralement aussi des résidus de cortex à la périphérie des faisceaux (Fig. II-2 c-f).

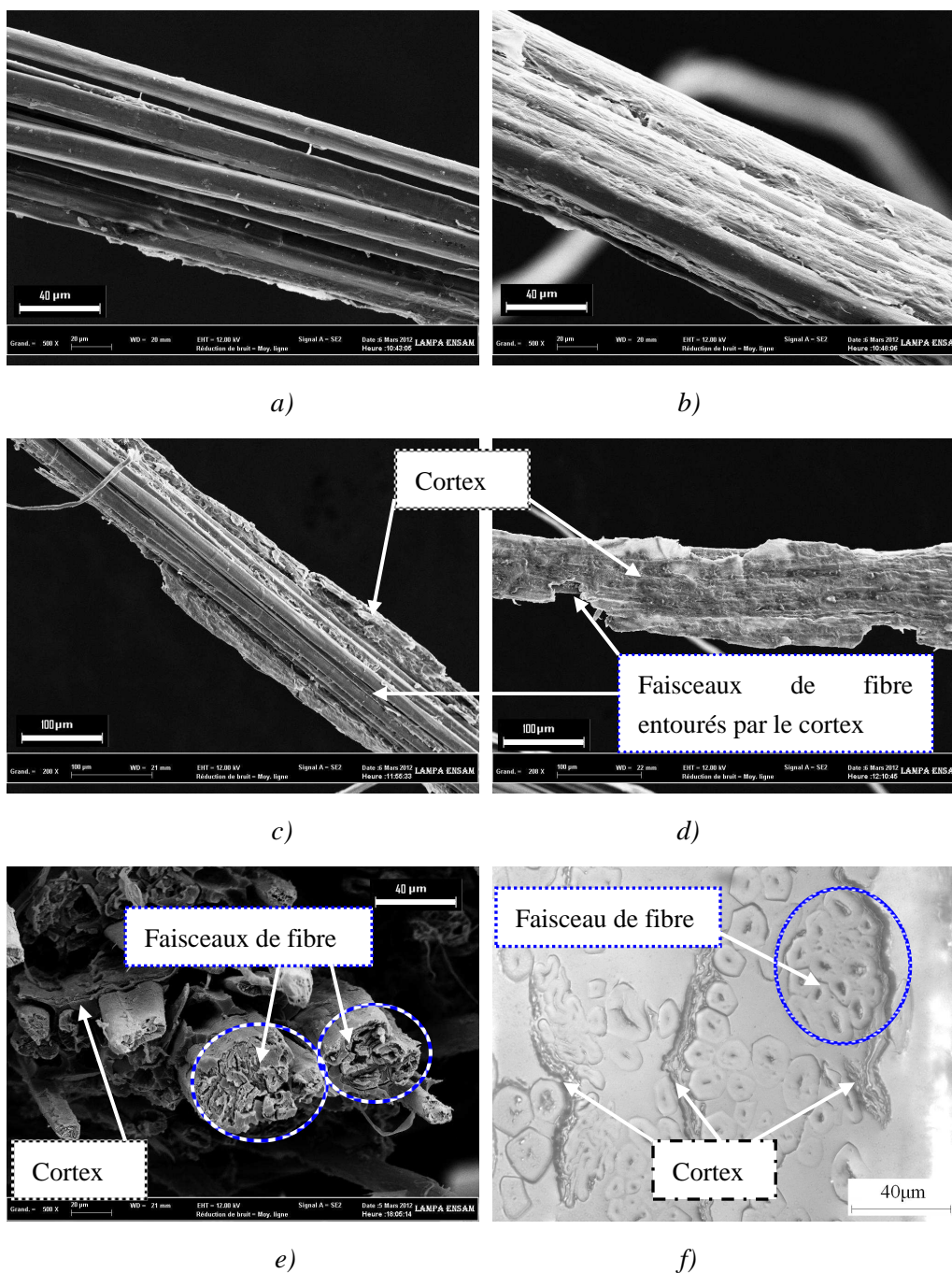


Fig. II-2. Images de faisceaux de fibres de lin : a) Faisceau de fibres séparées; b) Faisceau de fibres colées ; c) Cortex à l'arrière des fibres ; d) Fibres à l'arrière du cortex ; e) Faisceau de fibres et cortex ; f) Faisceau de fibres et cortex.

2.2.3 Tissus

Cette étude vise à comparer les influences de la nature du renfort (lin et verre) sur les propriétés mécaniques. Le renfort se présente sous la forme de rouleaux de tissus secs, équilibrés et unidirectionnels (UD) pour le lin, fournis par CRST et

d'un rouleau de tissu équilibré de verre fourni par *Composites Distribution*. Les renforts sont utilisés « as received » sans traitement particulier dans leur mise en œuvre. Les caractéristiques des trois types de renforts sont présentées dans le Tab. II-2. Les écart-types sont donnés entre parenthèses.

La structure des tissus équilibrés (bibiais) est constituée de deux couches unidirectionnelles (UD) identiques, juxtaposées et orientées à $+45^\circ$ et -45° par rapport à l'axe de rouleau. Les deux couches perpendiculaires entre-elles, sont liées par des fils de couture en coton pour le lin et en polyéthylène (PE) pour le verre (Fig. II-3). La distance entre les coutures est de 10 mm pour le lin et 5 mm pour le verre. Le tissu sec UD de lin est composé d'une couche unique, structurée par des coutures en coton perpendiculaires à l'axe des fibres et distantes de 10 mm.

Il est à noter que les coutures perturbent localement l'alignement des fibres dans les couches au niveau des piquages. En effet, dans ces zones les fibres sont davantage compactées et cela induit la création de zones riches en résine lors de la fabrication des composites.

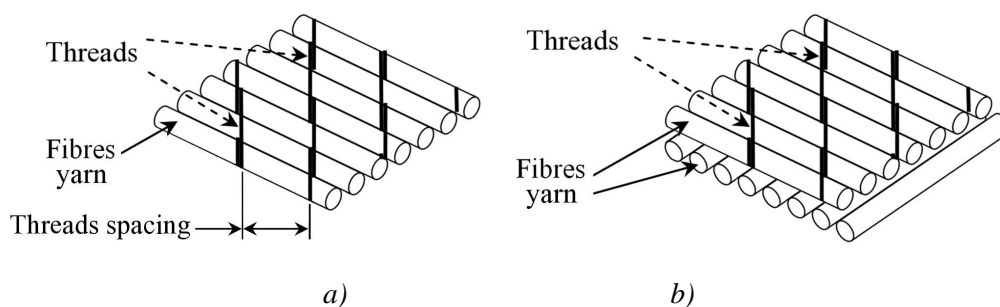


Fig. II-3. Architecture des renforts de tissus de lin : a) UD ; b) équilibré.

Renfort	Tissu	Variété de fibre	Masse surfacique, m_s (g / m^2)	Masse volumique, ρ_f (kg / m^3)	Fil de couture	Distance entre couture (principale)
Lin	équilibré	Hermès	235 (16)	1500	coton	10 mm
Lin	UD	Hermès	144 (6)	1500	coton	10 mm
Verre	équilibré	E	434 (5)	2600	PE	5 mm

Tab. II-2. Caractéristiques des renforts de lin et de verre, écart-type entre parenthèses.

2.3 Matrice

Afin de réduire les paramètres pouvant jouer un rôle sur l'étude des influences des renforts, la même matrice époxy, fournie par *SICOMIN*, est utilisée pour la fabrication de tous les stratifiés. Ce choix est dicté par les avantages qu'elle présente : i) faible toxicité et agressivité et ii) un bon rapport performances/coût. La matrice est constituée du mélange de la résine *SR 8200* avec le durcisseur *SD 8205*, de densité respective 1,18 et 1,04. Sur la base du rapport des masses entre ces deux constituants qui est de 100/31 [180], la masse volumique du mélange *SR 8200/SD 8205* (ρ_m) vaut $1\,140\text{ kg/m}^3$. Les propriétés mécaniques de la matrice après cuisson, issues du fournisseur sont listées dans le Tab. II-3. L'analyse dynamique mécanique (DMA) en traction est réalisée sur une machine VA4000-Metravib à la fréquence de 1 Hertz. Les résultats révèlent un module d'Young de $3,85 \pm 0,11\text{ GPa}$ à 23°C . La température de transition vitreuse (T_g) qui correspond au pic du facteur d'amortissement ($\tan \delta$) est estimée à 88°C .

Traction		Flexion	
Module d'Young (GPa)	3,15 - 3,6	Module (GPa)	3,47 - 3,8
Résistance Maximale (MPa)	64 - 84	Résistance Maximale (MPa)	112 - 129
Allongement à rupture (%)	1,7 - 4,6	Allongement à rupture (%)	4,9 - 7,7

Tab. II-3. Propriétés mécaniques de la matrice époxy [180].

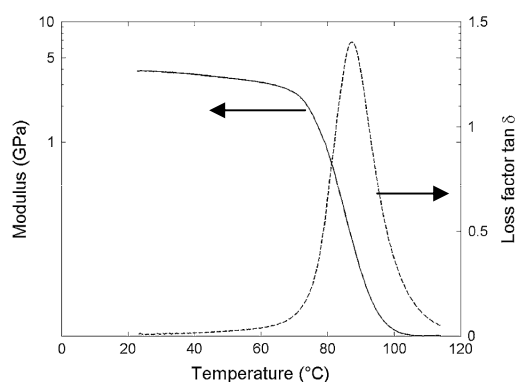


Fig. II-4. Réponse mécanique dynamique de la matrice époxy.

2.4 Composites

2.4.1 Processus de fabrication

Les plaques composites en lin/époxy et verre/époxy, sont fabriquées par thermocompression dans une presse chauffante *Enerpac* d'une capacité de 22 tonnes. La température de cuisson maximale est de 300°C (Fig. II-5). Un moule plan rigide en acier, permettant de réaliser des plaques de 400×400 mm² est disposé entre les deux plateaux chauffants.



Fig. II-5. Presse chauffante pour la fabrication des plaques composites.

L'évolution des paramètres de cuisson au cours du temps est présentée dans la Fig. II-6. Partant de la température ambiante, les plateaux sont chauffés jusqu'à 60°C avec une vitesse de 2°C/min. Cette température est maintenue constante pendant 8h [180], avant un refroidissement à l'ambiante. Les stratifiés à renforts de fibres de lin sont fabriqués avec une compression de 7 bar. Une pression de compaction de 2 bar sur le verre/époxy, permet d'obtenir des composites ayant des taux volumiques de fibres comparables (Tab. II-4). Ces pressions sont constantes tout au long de la fabrication.

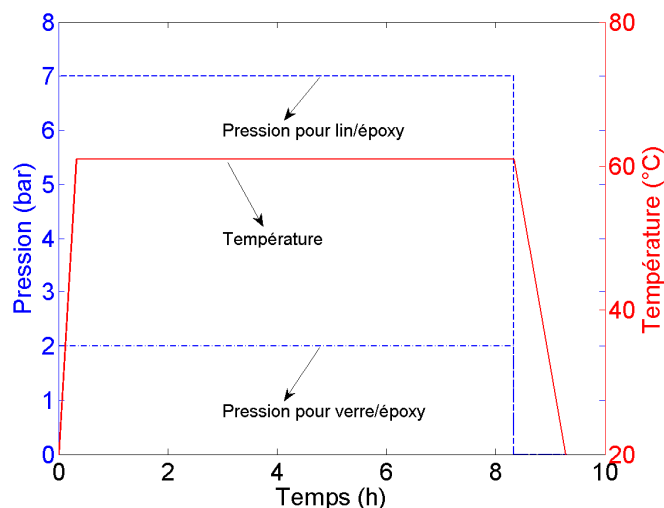


Fig. II-6. Paramètres de cuisson du lin/époxy et verre/époxy.

2.4.2 Propriétés physiques des stratifiés

Six types d'éprouvettes ont été réalisés suivant des empilements et des natures de matériaux différents. Les propriétés physiques de ces six types de composites sont présentées dans le Tab. II-4. Les paramètres t , ρ_c , V_f et V_v désignent respectivement l'épaisseur du stratifié, la masse volumique, le taux volumique de renforts et le taux de vides. Les écart-types sont donnés entre parenthèses. Les notations FE et GE suivies de l'orientation des plis font référence au lin/époxy et au verre/époxy respectivement.

Renfort	Tissu	Notation	Stratification	t (mm)	ρ_c (g/cm ³)	V_f (%)	V_v (%)
Lin	équilibré	FE_090	$[0/90]_{3s}$	2,18 (0,07)	1,28 (0,01)	43,7 (1,5)	3,1 (0,3)
Lin	équilibré	FE_45	$[\pm 45]_{3s}$	"	"	"	"
Lin	UD	FE_0	$[0]_2$	2,55 (0,12)	1,31 (0,01)	43,1 (0,6)	0,48 (0,02)
Lin	UD	FE_90	$[90]_{12}$	"	"	"	"
Verre	équilibré	GE_090	$[0/90]_{3s}$	2,33 (0,04)	1,79 (0,03)	42,5 (1,0)	5,9 (2,2)
Verre	équilibré	GE_45	$[\pm 45]_{3s}$	"	"	"	"

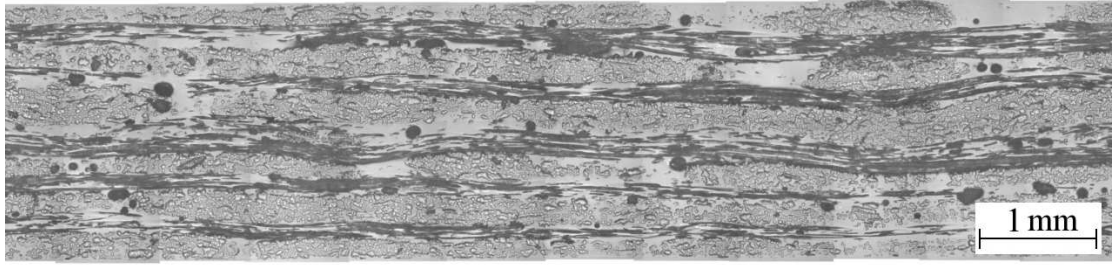
Tab. II-4. Propriétés physiques des composites en lin/époxy et verre/époxy, écart-type entre parenthèses.

Les stratifiés de type $[0/90]_{3s}$ et $[\pm 45]_{3s}$ comptent 12 plis élémentaires correspondant à l'empilement de 6 doubles-couches de tissu équilibré. Les taux volumiques de fibres sont calculés avec l'Eq. II-1 de la norme ASTM D 3171-99 [181]. n est le nombre de pli, m_s la masse surfacique du tissu, ρ_f la densité des fibres et t l'épaisseur de la plaque composite.

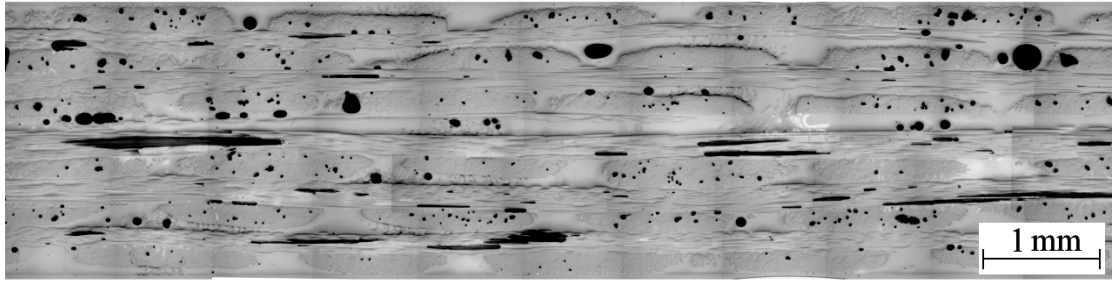
$$V_f = n \times m_s / (\rho_f \times t) \quad \text{Eq. II-1}$$

Dans cette relation, l'influence de la pression de fabrication est traduite par l'épaisseur du composite. Les ordres de grandeur des taux de fibres obtenus sont comparables, compte-tenu des écart-types. Les taux de vides sont mesurés par analyse d'images 2D du MO, en décomptant les pixels occupant les « taches » plus ou moins circulaires, représentatives des porosités (Fig. II-7). Chaque mesure est réalisée sur un échantillon de surface de 30mm².

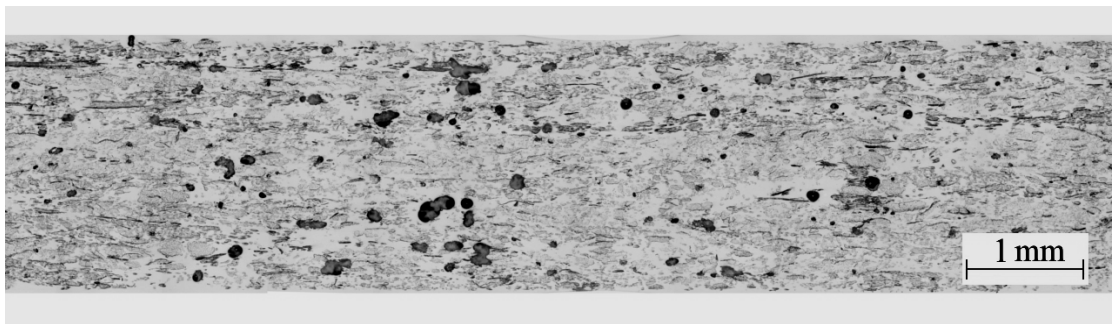
Le taux de vide des composites UD (FE_0 et FE_90) de 0,48%, est très faible par rapport à celui des composites orthogonaux de lin (FE_090 et FE_45) qui est de 3,1% (Tab. II-4). En effet, pour ces derniers les espaces à remplir par la résine sont plus complexes géométriquement. Enfin, le v_v des composites verre/époxy est plus élevé que celui du lin/époxy à cause d'une pression de fabrication moins importante, 2 bar au lieu de 7. De plus, on peut remarquer que les fibres de verre restent parfaitement droites (Fig. II-7 b) tandis que celle en lin ondulent pour s'adapter aux zones contenant plus ou moins de fibre. Cette ondulation est beaucoup plus prononcée pour un empilement $[0/90]$ que pour un unidirectionnel (Fig. II-7 a et e).



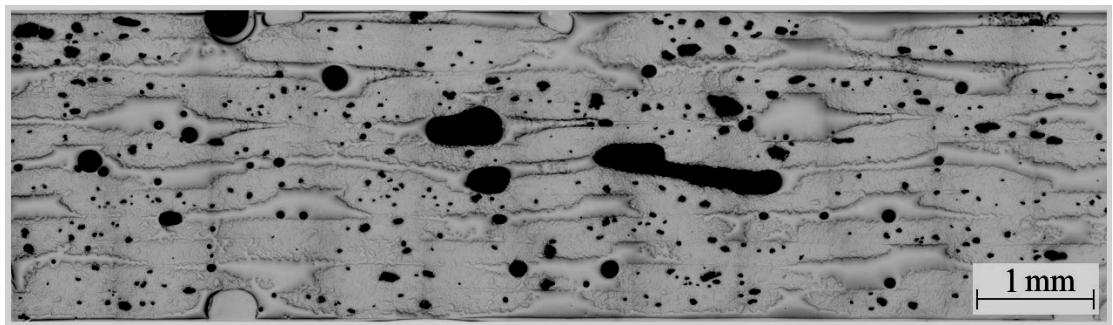
a)



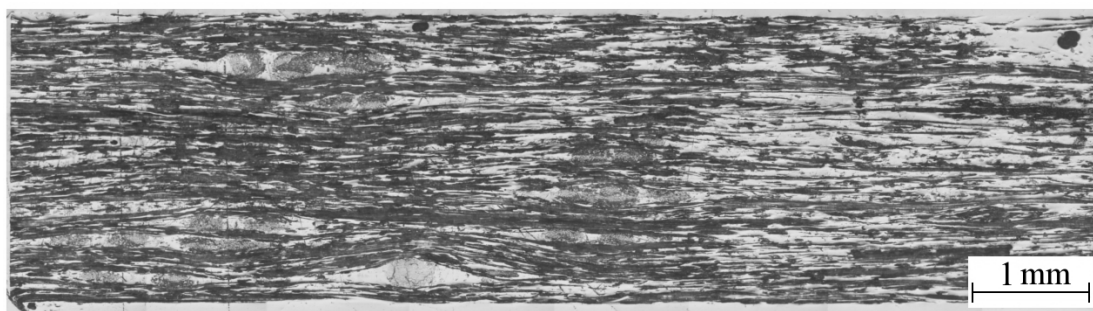
b)



c)



d)



e)



f)

Fig. II-7. Images des composites étudiés a) FE_090 ; b) GE_090 ; c) FE_45 ; d) GE_45 ; e) FE_0 ; f) FE_90.

2.4.3 Observations des composites

La Fig. II-8 présente la vue en coupe d'un échantillon de lin/époxy [0/90] (noté FE_090). On distingue l'orientation des torons de fils à 0° et à 90°. Ces derniers sont perpendiculaires au plan de la micrographie et sont séparés par des zones riches en résine. La largeur de cette zone correspond à la distance entre torons.

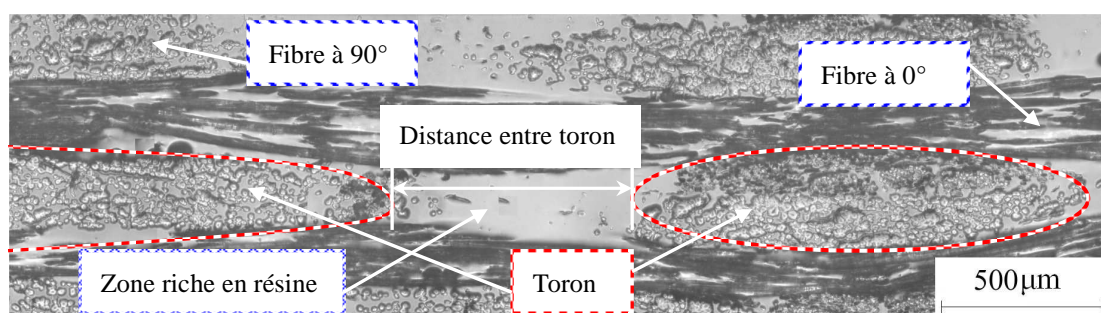


Fig. II-8. Section d'un échantillon FE_090.

Cette distance a été mesurée pour des échantillons FE_090 et l'histogramme des données est présenté dans la Fig. II-9. La majorité des espacements sur 180

mesures se situe dans l'intervalle 0,2 - 1,3 mm avec une certaine dispersion. La distribution peut être représentée par la courbe d'une loi log-normale (Eq. II-2). Avec y la densité de probabilité et x l'espacement de toron.

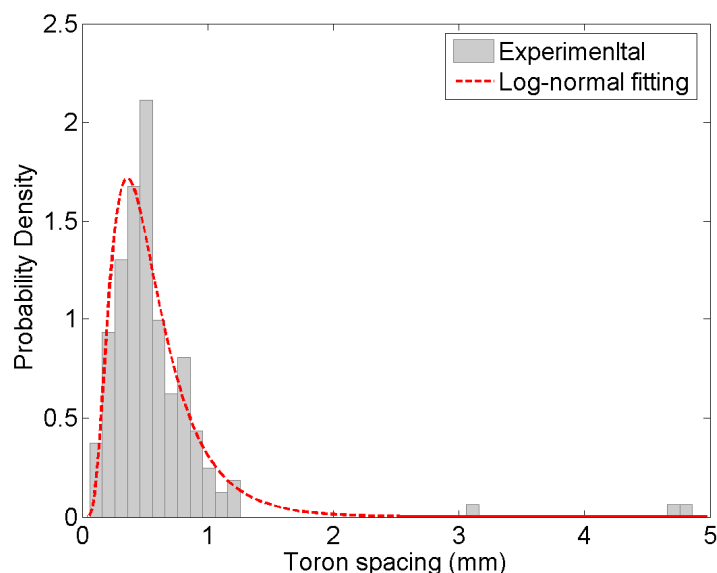


Fig. II-9. Histogramme de la distance entre torons de lin et la courbe d'adaptation de type log-normale ($R^2 = 0,9253$).

$$y = \frac{1}{0,554x\sqrt{2\pi}} e^{-\frac{(\ln(x)+0,717)^2}{0,615}} \quad \text{Eq. II-2}$$

Les vues de plusieurs types de défauts remarquables au sein des composites renforcés par des fibres de lin sont présentés dans la Fig. II-10. On note la décohésion fibre/fibre dans le faisceau, la décohésion fibre/matrice, la décohésion cortex/matrice, le clivage (séparation dans le cortex) du cortex, le clivage de la fibre et la fissuration proche d'une porosité. Ces fissures ont généralement une longueur inférieure à 50 μm , sauf dans le cas de la décohésion cortex/matrice et du clivage de cortex où elles peuvent être de la même longueur que le cortex, soit entre 10 et 300 μm . Toutes les éprouvettes renforcées par des fibres de lin (FE_090, FE_45, FE_0 et FE_90) présentent les mêmes défauts.

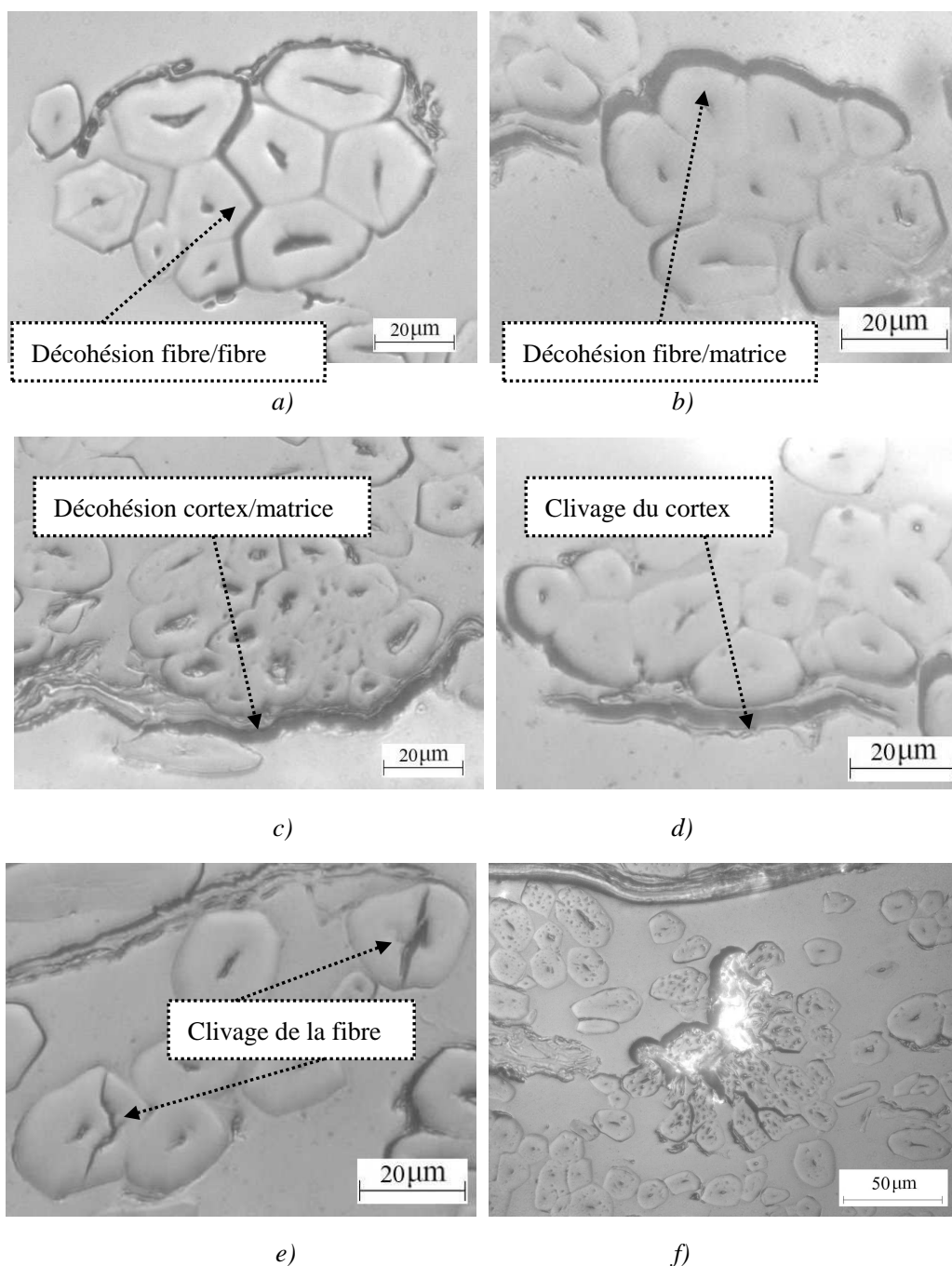


Fig. II-10. Principaux défauts au sein d'un échantillon FE_090 vierge : a) Décohésion fibre/fibre ; b) Décohésion fibre/matrice ; c) Décohésion cortex/matrice ; d) Clivage du cortex ; e) clivage de la fibre ; f) Porosité proche des fibres.

Les vues en coupe de composites vierges de GE_090 et GE_45 sont présentées à la Fig. II-11. La présence de porosités est le principal défaut notable dans les composites renforcés par du verre. L'identification des défauts sur les composites lin/époxy et verre/époxy, vierges de tout chargement mécanique permettra d'établir les références afin de pouvoir mieux décrire les effets du chargement sur

l'endommagement développé.

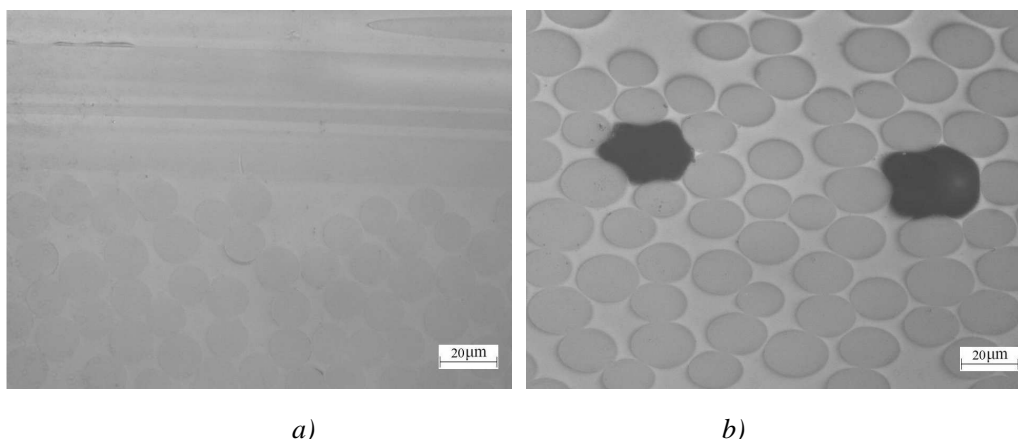


Fig. II-11. Images des échantillons vierges du a) GE_090 et b) GE_45.

2.4.4 Limitations des méthodes d'observation

2.4.4.1 Microscopie optique

L'utilisation de la microscopie optique présente deux inconvénients :

Premièrement, la profondeur de champ est très limitée. En effet, plus l'agrandissement est important, moins il est possible d'observer en profondeur. Avec un agrandissement de 400 fois, on ne peut observer clairement que sur un plan parfait, d'où l'obligation de respecter des processus complexes de polissage des échantillons.

Deuxièmement, les étapes de polissage font intervenir de l'eau comme lubrifiant (Tab. II-1), qui peut avoir un effet néfaste sur l'observation des fibres de lin. Arbelaiz et al. [43], Newman [72] et Deng [90] ont étudié le phénomène d'absorption d'eau du lin/époxy. Ils ont montré que la prise d'eau peut arriver à saturation, environ 12 % de la masse initiale de composite, en 40 heures. Elle a pour effet de gonfler la fibre. Ainsi, après séchage, on peut observer un décollement fibre/matrice dû à la « plastification » de la matrice environnante ou aux liaisons fibre/fibre (Fig. II-10 a et b). Néanmoins, l'intervention du liquide est incontournable pour évacuer la chaleur et les débris créés à l'interface de polissage.

Par ailleurs, lorsque les fibres de lin sont parallèles à la surface d'observation, on constate qu'elles sont quasi systématiquement arrachées. Cela témoigne de la faible liaison fibre/matrice et fibre/fibre ([54] [58]). En raison de ces limitations, cette méthode n'est pas adaptée pour observer l'endommagement suivant la longueur de la fibre. Les processus de polissage sans eau, avec un fluide visqueux, de l'huile par exemple, peut être une piste à explorer. Les méthodes de Contrôle Non Destructif (CND) comme le Tomographique Microscopique de Synchrotron à rayons X (XTM) peuvent aussi être envisagées [182], mais les coûts sont plus importants.

2.4.4.2 Microscopie électronique à balayage

Le MEB utilisé dans ce travail fonctionne sous vide total, donc pour observer des surfaces non conductrices, une étape de métallisation est nécessaire. Pour se faire, l'éprouvette est introduite sous vide dans un métalliseur pour le dépôt d'une couche conductrice. Cependant le vide total réalisé dans le MEB présente l'inconvénient d'extraire l'humidité contenue dans les fibres. En effet, les études thermo gravimétriques (TGA) sur les fibres de lin [183] [184] [185] montrent qu'elles contiennent 4 à 8% d'eau en masse, même le composite lin/PP fabriqué à 180°C présente un certain niveau d'humidité [186]. Ainsi, l'hypothèse que le vide crée un effet de séchage de l'échantillon est avancée. Cela conduit à beaucoup plus de décohésions fibre/matrice à cause du retrait des fibres (Fig. II-12).

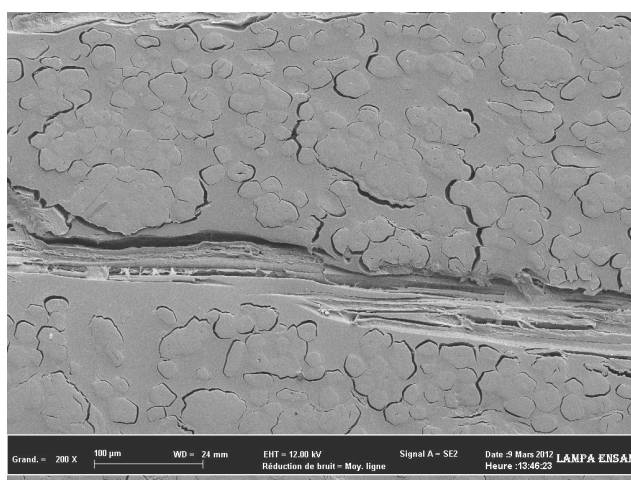
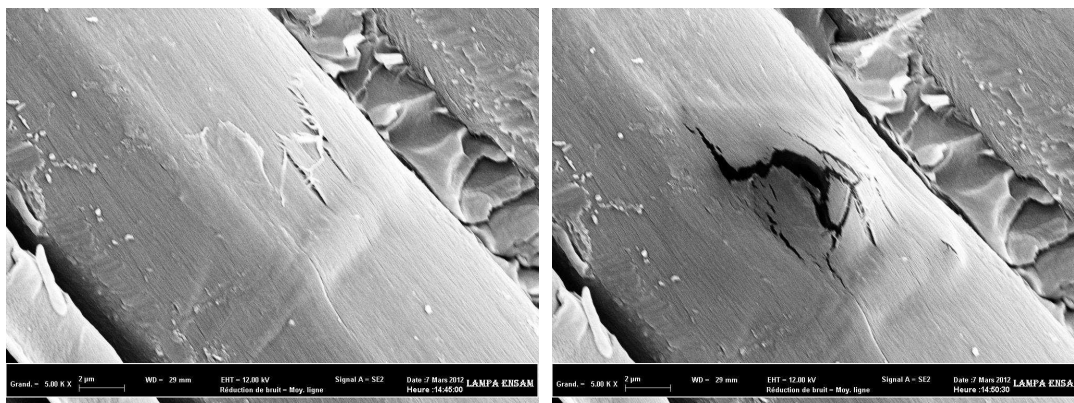


Fig. II-12. Retrait des fibres de lin d'un échantillon FE_090 vierge soumises au vide.

Enfin, un agrandissement élevé au MEB peut endommager la fibre. La Fig. II-13 illustre l'effet néfaste du faisceau d'électrons sur la fibre. On constate que la surface de la fibre est endommagée après quelques secondes de balayage lorsque l'agrandissement est de 10 000 fois.



a)

b)

Fig. II-13. Endommagement de la fibre de lin dans le MEB : a) état initial avec un agrandissement de 5 000 fois ; b) Défaut de surface observé après un agrandissement de 10 000 fois pendant ~1 min.

Les matériaux fabriqués seront testés avec des essais quasi-statiques afin d'identifier leur comportement mécanique, et des chargements répétitifs pour identifier leurs courbes de fatigue.

Chp.3 Etude quasi-statique

3.1 Méthodologie expérimentale

L'objectif de ce chapitre est d'identifier le comportement quasi-statique des composites étudiés et leurs propriétés mécaniques. Notamment, la connaissance de la valeur de la contrainte ultime permettra de déterminer les paramètres des essais de fatigue (par exemple : la contrainte correspondant au niveau de charge à appliquer aux éprouvettes).

Eprouvette	Traction	Compression
FE_090	$E_{xx}^+, \nu_{xy}, \sigma_{xx}^{+UTS}, \epsilon_{xx}^{+UTS}$	$E_{xx}^-, \sigma_{xx}^{-UTS}, \epsilon_{xx}^{-UTS}$
FE_45	$E_{xx}^+, \nu_{xy}, \sigma_{xx}^{+UTS}, \epsilon_{xx}^{+UTS};$ $G_{12}, \tau_{12}^{\max}, \gamma_{12}^{\max}$	-
GE_090	$E_{xx}^+, \nu_{xy}, \sigma_{xx}^{+UTS}, \epsilon_{xx}^{+UTS}$	$E_{xx}^-, \sigma_{xx}^{-UTS}, \epsilon_{xx}^{-UTS}$
GE_45	$E_{xx}^+, \nu_{xy}, \sigma_{xx}^{+UTS}, \epsilon_{xx}^{+UTS};$ $G_{12}, \tau_{12}^{\max}, \gamma_{12}^{\max}$	-
FE_0	$E_{11}^+, \nu_{12}, \sigma_{11}^{+UTS}, \epsilon_{11}^{+UTS}$	$E_{11}^-, \sigma_{11}^{-UTS}, \epsilon_{11}^{-UTS}$
FE_90	$E_{22}^+, \nu_{21}, \sigma_{22}^{+UTS}, \epsilon_{22}^{+UTS}$	$E_{22}^-, \sigma_{22}^{-UTS}, \epsilon_{22}^{-UTS}$

Tab. III-1. Propriétés mécaniques à identifier à partir des essais quasi-statiques.

Les propriétés mécaniques recherchées par la réalisation des essais de caractérisation en traction et compression sont regroupées dans le Tab. III-1.

Conformément aux normes, cinq éprouvettes sont testées pour chaque type d'essai. De plus, des essais de traction avec des cycles charge-décharge et des essais interrompus ont été réalisés sur les types FE_090 et FE_45. Ces deux types d'essais ont pour but le suivi de l'endommagement du matériau (densités de fissures par exemple) et la quantification de l'évolution des propriétés.

3.2 Caractérisation mécanique

3.2.1 Procédures d'essai

3.2.1.1 Traction

Les essais de traction uniaxiale ont été réalisés selon la norme ISO 527-4 [187]. La géométrie des éprouvettes est présentée dans la Fig. III-1. Des bandes rectangulaires de 250 mm de long et 25 mm de large, sont débitées à partir des plaques au moyen d'une scie circulaire équipée d'un disque abrasif tournant à 3000 tours/min, sans fluide de refroidissement, afin d'éviter l'absorption de l'eau par le lin. Par contre, un disque diamanté avec lubrification à l'eau, est utilisé lors de la découpe des plaques en verre/époxy. Les bandes de composite sont ensuite ébavurées avec un papier abrasif de granulométrie : *P250*. Quatre talons sans biseau, en aluminium, de longueur 50 mm, de largeur 25 mm et d'épaisseur de 3 mm sont collés sur les éprouvettes avec une colle bi-composantes *Araldite 2015*. L'ensemble est chauffé dans une étuve à 40°C pendant 2 heures avec une légère pression appliquée sur les talons. Finalement, des rosettes de deux jauges d'extensométrie perpendiculaires *Kyowa*, avec une grille de 5 mm de côté, sont collées au milieu des éprouvettes pour mesurer les déformations longitudinale et transversale. Cela permettra d'estimer notamment le module de Young et le coefficient de Poisson.

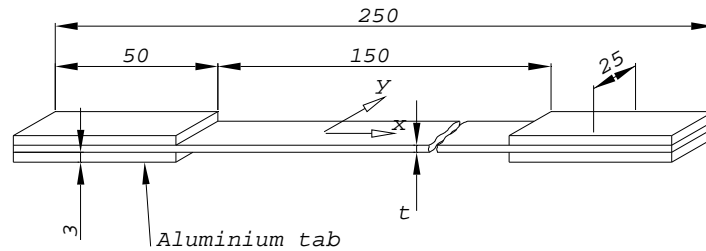


Fig. III-1. Géométrie et paramétrage des éprouvettes de traction. Unité en mm.

Tous les essais ont été réalisés sur une machine servo-hydraulique *MTS 809* équipée d'une enceinte thermique *Servathin* réglée à 23°C (Fig. III-2). La machine de traction est équipée d'un capteur de force de 100 kN d'une précision numérique de 30 N. L'enregistrement des signaux de force, du déplacement de la traverse mobile et des jauges est fait grâce à une baie d'acquisition *ESIM*, de 15 voies d'entrée avec une fréquence maximale de 10 MHz. La vitesse de déplacement du mors mobile a été réglée à 2 mm/min correspondant à une vitesse de déformation d'environ $2,2 \cdot 10^{-4} s^{-1}$. Les 6 types d'éprouvettes (FE_090, FE_45, GE_090, GE_45, FE_0 et FE_90) sont testés en traction monotone jusqu'à rupture avec 5 répétitions. Le module d'Young est calculé entre deux niveaux de déformations longitudinales : ε_{xx} 0,05% et 0,25% [187].

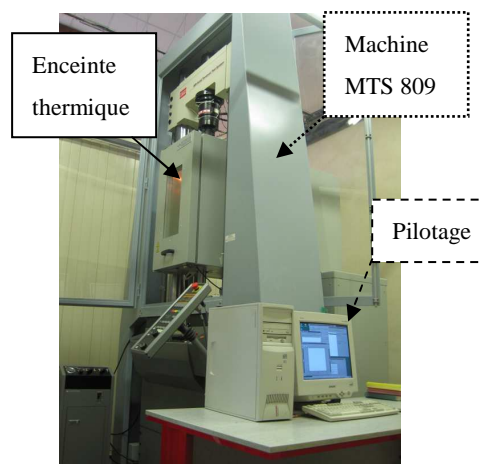


Fig. III-2. Machine de traction MTS 809 avec enceinte thermique.

3.2.1.2 Cisaillement plan

Les essais de cisaillement plan sont réalisés d'après la norme ISO 14129

[89], à partir de la traction d'éprouvettes FE_45 et GE_45, issues de stratifiés dont la séquence d'empilement est $[\pm 45]_{3s}$. Les éprouvettes ont la même géométrie que celles de traction (Fig. III-1).

A partir d'un chargement (Force F) dans le repère de l'éprouvette (x - y) (Fig. III-3), la contrainte de cisaillement (τ_{12}), exprimée dans le repère local du pli (1-2), est calculée avec l'Eq. III-1, dans laquelle, b et t désignent la largeur et l'épaisseur de l'éprouvette. La déformation de cisaillement (γ_{12}) est alors calculée grâce à l'Eq. III-2. ε_{xx} et ε_{yy} sont les déformations mesurées par les jauges longitudinale et transversale, respectivement. Le module de cisaillement (G_{12}) correspond à la pente de la courbe $\tau_{12} = f(\gamma_{12})$ dans la plage de déformation entre 0,1% et 0,5%. Aussi, lorsque la déformation de cisaillement à la rupture est supérieure à 5%, alors la contrainte de cisaillement maximale (τ_{12}^{\max}) est choisie pour $\gamma_{12} = 5\%$ selon la norme [89].

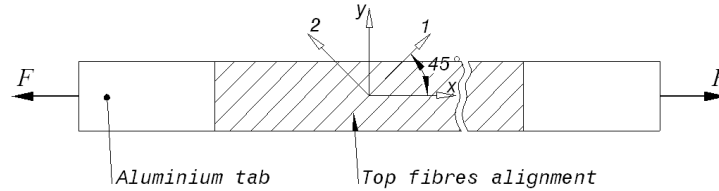


Fig. III-3. Vue de face d'une éprouvette en ± 45 . Systèmes d'axes et orientation des fibres de la couche superficielle.

$$\tau_{12} = \frac{F}{2bt} \quad \text{Eq. III-1}$$

$$\gamma_{12} = \varepsilon_{xx} - \varepsilon_{yy} \quad \text{Eq. III-2}$$

3.2.1.3 Compression

Les essais de compression ont été réalisés sur les éprouvettes du type

FE_090, GE_090, FE_0 et FE_90. Celles-ci sont de forme rectangulaire : 72 mm de long, 12 mm de largeur et d'épaisseur t . Une jauge d'extensométrie *Kyowa* de longueur de grille de 5mm est collée au centre de chacune des deux faces. Un dispositif d'essai (Fig. III-4), adapté de la norme ISO 14126 [188], a été développé au sein du laboratoire DRIVE de l'ISAT. La longueur de jauge des éprouvettes fixée à 12 mm, est un compromis entre, l'encombrement des jauges et la minimisation du risque de flambement d'Euler. Comme dans le cas de la traction, le module d'Young est calculé entre les déformations longitudinales ε_{xx} 0,05% et 0,25% . Chaque mesure est répétée cinq fois. Les essais sont réalisés sur une machine électromécanique *Adamel Y36*, à la vitesse de 1 mm/min, à température ambiante entre 20 et 24°C.

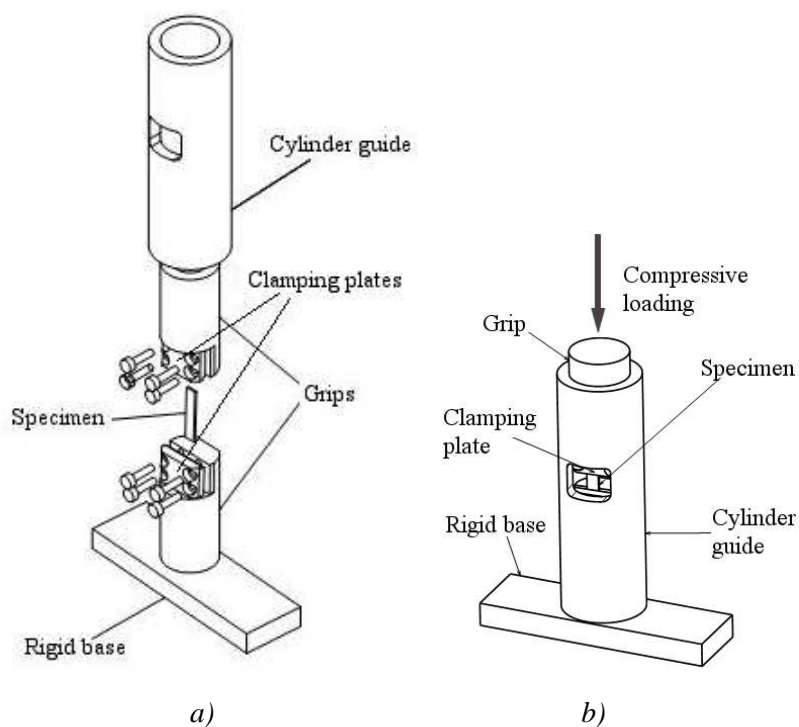


Fig. III-4. Dispositif de compression : a) mise en place et b) assemblage de l'ensemble.

3.2.2 Mesures expérimentales

3.2.2.1 Traction des unidirectionnels (UD)

Les courbes typiques d'évolution de la contrainte de traction en fonction des

déformations longitudinale et transversale du FE_0 et FE_90 sont tracées dans la Fig. III-5. FE_0 présente un comportement bi-linéaire, avec un coude correspondant au changement de pente pour $\varepsilon_{xx} = 0,2\% - 0,3\%$. Le comportement du FE_90 semble linéaire. Les contraintes à rupture sont largement (10 à 12 fois) inférieures à celles du FE_0. Par ailleurs, le bruit du capteur d'efforts se traduit par des oscillations observées sur les courbes du FE_90, en raison de la faiblesse de l'amplitude des signaux (Fig. III-5 b). La tendance générale reste exploitable. Dans la direction transversale, le comportement mesuré est plus proche de celui de la résine époxy, car les fibres sont très peu sollicitées dans leur axe.

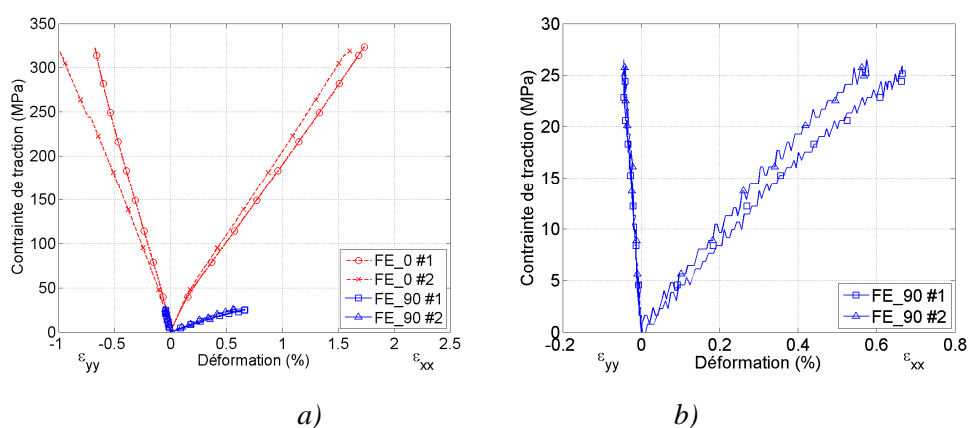


Fig. III-5. Réponses typiques en traction du a) FE_0 et b) FE_90.

Les résultats de la traction du FE_0 et FE_90 sont listés dans le Tab. III-2. Les ordres de grandeur des propriétés du FE_0 sont cohérents avec ceux issues de la littérature [38] [75] [94] [95] [189].

FE_0	E_{11}^+ (GPa)	ν_{12}	σ_{11}^{UTS} (MPa)	ε_{11}^{UTS} (%)
		22,8 (1,0)	0,43 (0,08)	318 (12)
FE_90	E_{22}^+ (GPa)	ν_{21}	σ_{22}^{UTS} (MPa)	ε_{22}^{UTS} (%)
	4,52 (0,18)	0,084 (0,011)	26,1 (0,6)	0,622 (0,036)

Tab. III-2. Propriétés en traction du FE_0 et FE_90, écart-type entre parenthèses.

Les résultats présentés dans le Tab. III-2 peuvent être comparés à ceux

donnés par les relations tirées de la loi des mélanges. A cet effet, les Eq. III-3 à Eq. III-5 donnent les relations prédisant, le module longitudinal (E_{11}), transversal (E_{22}) et le coefficient de poisson (ν_{12}) du composite UD. L'hypothèse est faite que la porosité est négligeable. V représente le taux volumique et les indices f et m font référence aux fibres et la matrice respectivement. Les propriétés de la fibre de lin sont tirées de l'étude de Baley et al. [46] [190] tandis que celles de la résine se trouvent dans le Tab. II-3.

$$E_{11} = E_{11f}V_f + E_{11m}V_m \quad \text{Eq. III-3}$$

$$E_{22} = \frac{E_{22f}E_{22m}}{E_{22f}V_m + E_{22m}V_f} \quad \text{Eq. III-4}$$

$$\nu_{12} = \nu_{12f}V_f + \nu_{12m}V_m \quad \text{Eq. III-5}$$

	E_{11} (GPa)	E_{22} (GPa)	ν_{12}
Loi des mélanges	25,3	4,44	0,27
Différence (%)	11	2	38

Tab. III-3. Propriétés issues de la loi des mélanges et différence avec la mesure.

Les valeurs obtenues par la loi des mélanges sont tabulées dans le Tab. III-3. On constate une bonne corrélation entre le calcul et la mesure en raison des faibles différences, sauf dans le cas du coefficient de Poisson, pour lequel l'écart avec la mesure est de 38%. Cette différence peut s'expliquer par le fait que les données ayant servi au calcul de ν_{12} , ont été estimées par Baley [46] sur la base des constituants élémentaires de la fibre. Aucune donnée fiable de ν_{12f} n'est disponible dans la littérature, en raison de la difficulté de mesure de la déformation transversale d'une

fibre.

En outre, il est intéressant de remarquer que les mesures expérimentales valident parfaitement la relation l' Eq. III-6, provenant de la symétrie de la matrice de souplesse d'un composite orthotrope [18], avec $\frac{\nu_{12}}{E_{11}} = 0,0189$ et $\frac{\nu_{21}}{E_{22}} = 0,0186$, soit 1,5% d'écart.

$$\frac{\nu_{12}}{E_{11}} = \frac{\nu_{21}}{E_{22}} \quad \text{Eq. III-6}$$

L'endommagement du composite se produit dans la zone courante de l'éprouvette (Fig. III-6 a). La rupture du FE_0 se fait par sauts de plans (en escalier), à travers l'épaisseur de l'éprouvette et perpendiculairement à l'axe des fibres. En effet, des délaminages traversent l'éprouvette dans sa largeur, et on observe des décohésions fibre/matrice comme le montre la Fig. III-6 b.

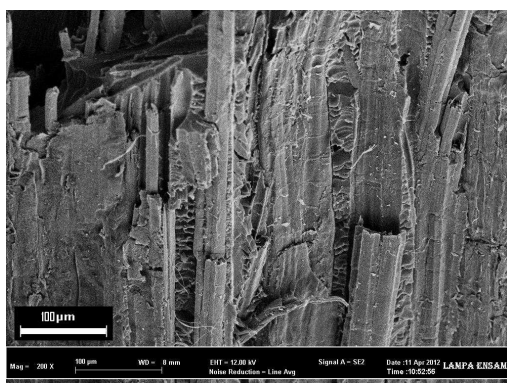
L'observation des extrémités rompues (Fig. III-6 c), révèle que les fibres de lin cassées sont aussi déchaussées. Ce dernier phénomène indique une liaison fibre/matrice de mauvaise qualité. La Fig. III-6 d présente une vue plus détaillée de l'extrémité d'une fibre déchaussée et de l'empreinte creuse laissée par des renforts arrachées. Dans la Fig. III-6 e, qui représente un zoom de l'image précédente, on peut noter que la décohésion fibre/matrice observée est probablement due aux effets de la mise sous vide de l'échantillon lors de l'observation au MEB (Section 2.4.4.2), et non nécessairement à la faiblesse de l'interface. Très souvent, dans l'empreinte laissée par les fibres déchaussées, on constate des parties de matières arrachées des fibres extraites. Ces dépôts de matière issue de la paroi primaire de la fibre de lin mettent en lumière la faiblesse de la liaison entre les parois primaire et secondaire de la fibre (Fig. I-2). Celle-ci est moins résistante que la liaison fibre/matrice.

La rupture des fibres ne se produit pas selon un même plan. Elles cassent suivant différentes hauteurs (Fig. III-6 c) souvent aux nœuds de la fibre [182]. Il arrive que les fibres appartenant à un même faisceau cassent dans le même plan (Fig. III-6 f). Cela peut être dû à la croissance de la plante qui génère des nœuds d'un même faisceau approximativement sur un même plan.

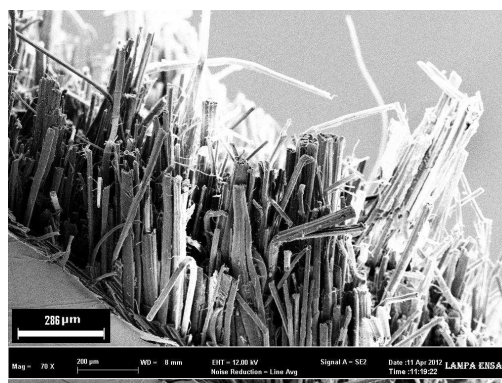
Par ailleurs, la liaison fibre/cortex semble plus forte que celle entre le cortex et la matrice. On voit sur la Fig. III-6 g que le cortex est bien lié aux fibres et que sa surface externe ne contient aucun débris de matrice. En général, les décohésions cortex/matrice sont largement observées au sein des éprouvettes testées (Fig. III-6 h).



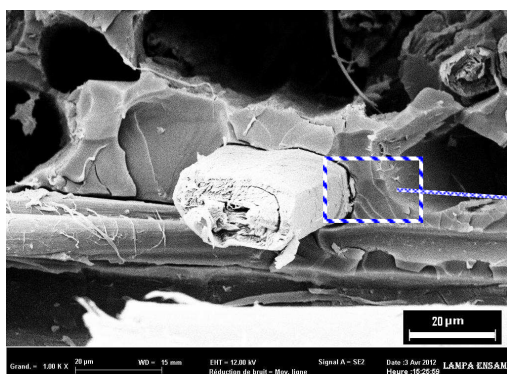
a)



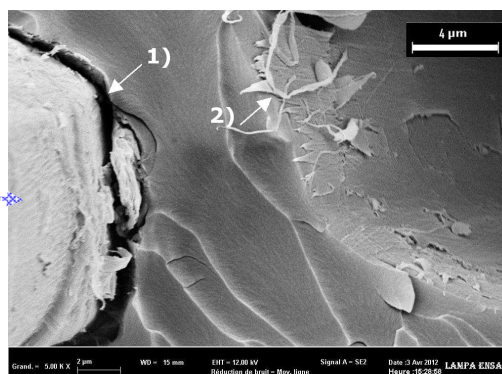
b)



c)



d)



e)

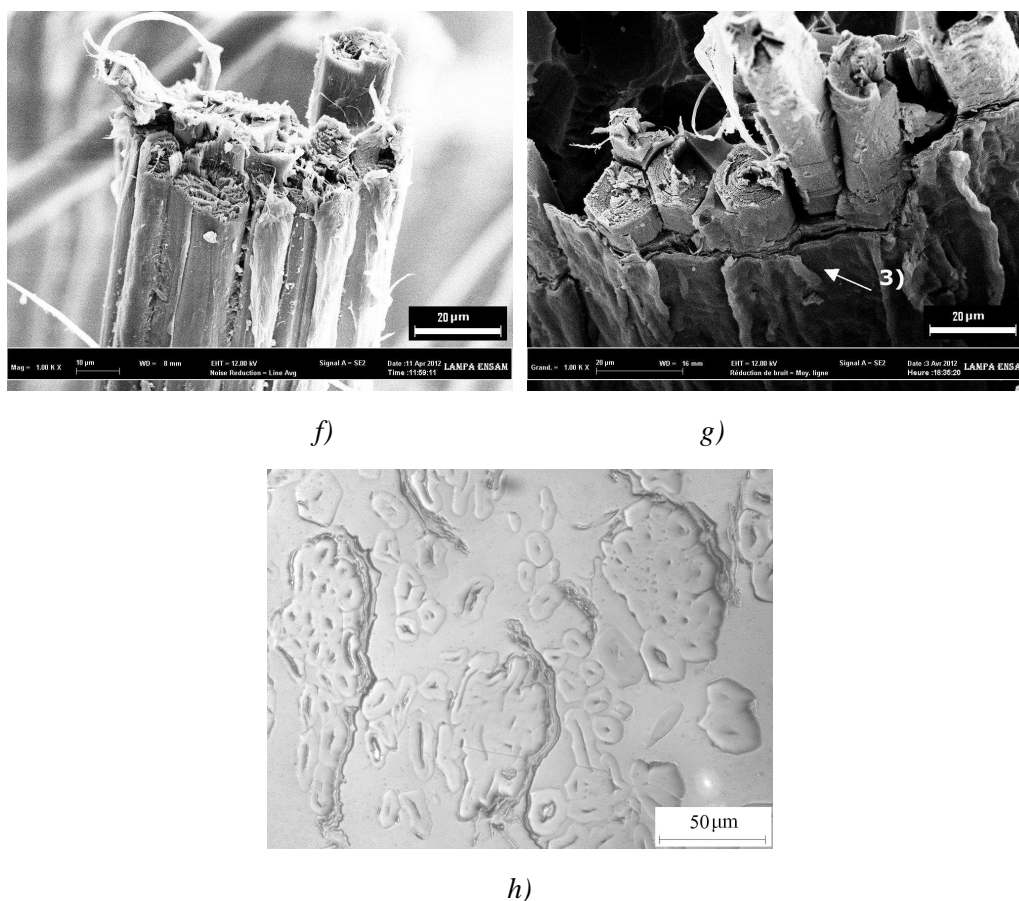


Fig. III-6. *Faciès de rupture du FE_0 a) vue globale ; b) surface délaminiée dans le plan de l'éprouvette, c) déchaussement des fibres rompues, d) fibre déchaussée et empreintes des fibres ; e) détail de l'interface et rupture de la matrice ; f) rupture d'un faisceau de fibres; g) vue de la liaison faisceau/cortex ; h) image MO, fissuration cortex/matrice. 1) décohésion fibre/matrice due à la mise sous vide dans le MEB ; 2) arrachement de matière autour de l'empreinte laissée par une fibre ; 3) cortex collé sur le faisceau de fibre.*

Les Fig. III-7 a et b montrent que la surface de rupture de la matrice présente des aspérités, sur les plans de rupture parallèle et perpendiculaires aux fibres. On distingue le développement des fronts de fissures successifs qui ne sont pas coplanaires. En effet, au cours du chargement, les multiples défauts au sein du composite se propagent, formant des microfissures qui coalescent pour se rejoindre par sauts, en raison de la nature fragile de la résine.

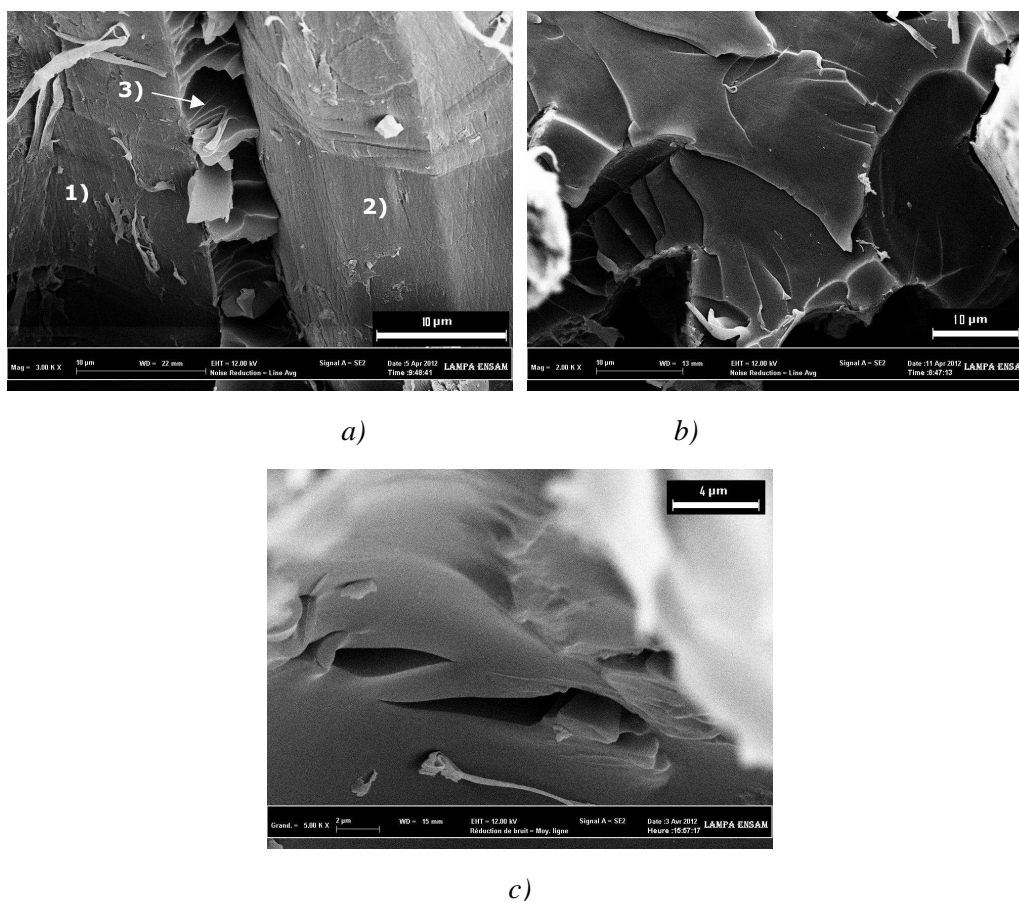


Fig. III-7. Fissuration de la matrice : a) décohésion inter-laminaire, b) rupture transversale de la matrice c) coalescence de deux fissures dans la matrice. 1) empreinte de fibre ; 2) fibre de lin ; 3) faciès de rupture longitudinale de la matrice.

Les surfaces externes des éprouvettes FE_90 testées sont jalonnées de fissures perpendiculaires à la direction du chargement. Sur la Fig. III-8 a on peut remarquer la fissure critique centrale à l'origine de la rupture de l'éprouvette. Toutes les fissures ne traversent pas entièrement l'éprouvette. Les faciès de rupture ont été observés au MEB dans les Fig. III-8 b et c afin de mieux comprendre les mécanismes physiques. Les couches externes des fibres appartenant au plan de séparation, sont arrachées (Fig. III-8 c). Cette perte de matière laisse penser que le lien entre les parois primaires et secondaires (Fig. I-2) de la fibre élémentaire est moins résistant que la liaison fibre/matrice. La rupture de la matrice agglomérant les fibres (Fig. III-8 d, e) est similaire à celle du FE_0.

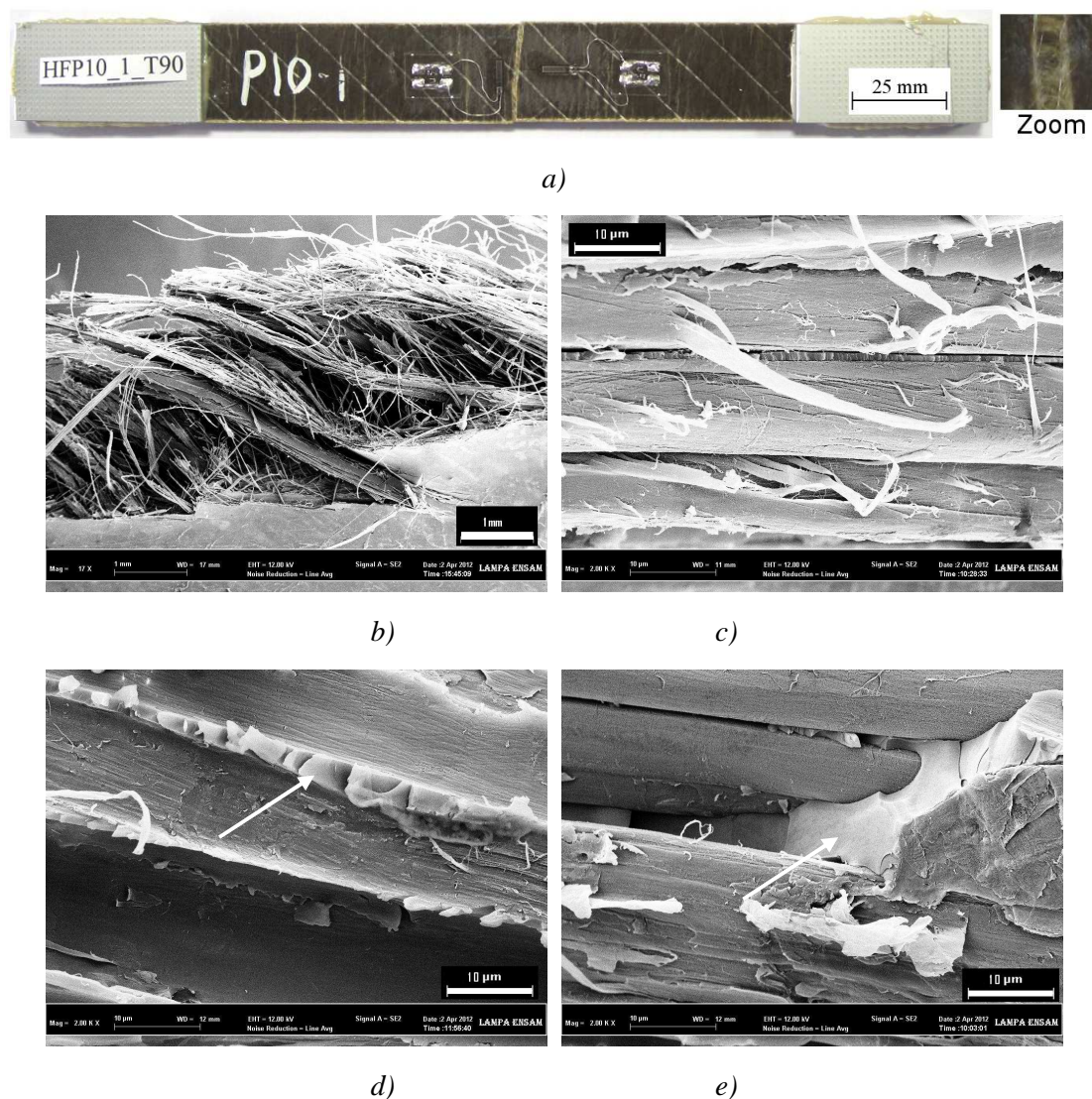


Fig. III-8. Epreuve FE_90 rompue a) vue globale ; b) images MEB du faciès de rupture ; c) pelage des couches externes de fibres ; d) rupture de la matrice parallèlement aux fibres ; e) rupture de la matrice perpendiculaire aux fibres.

3.2.2.2 Traction des composites orthogonaux $[0/90]_{3S}$

Les courbes typiques de la contrainte en fonction des déformations longitudinales et transversales en traction des spécimens $[0/90]_{3S}$ à renforts de fibres de lin et de verre (FE_090 et GE_090) sont tracées à la Fig. III-9. De manière comparable au FE_0, le comportement de FE_090 présente deux parties linéaires dont les pentes s'interceptent au niveau d'un coude se localisant vers 0,2 à 0,3% de déformation longitudinale. En revanche, le GE_090 présente un comportement

quasi-linéaire jusqu'à rupture. Au regard de la Fig. I-6 on peut noter que les comportements non-linéaires et linéaires des fibres de lin et de verre respectivement, sont similaires à ceux des composites qu'ils renforcent.

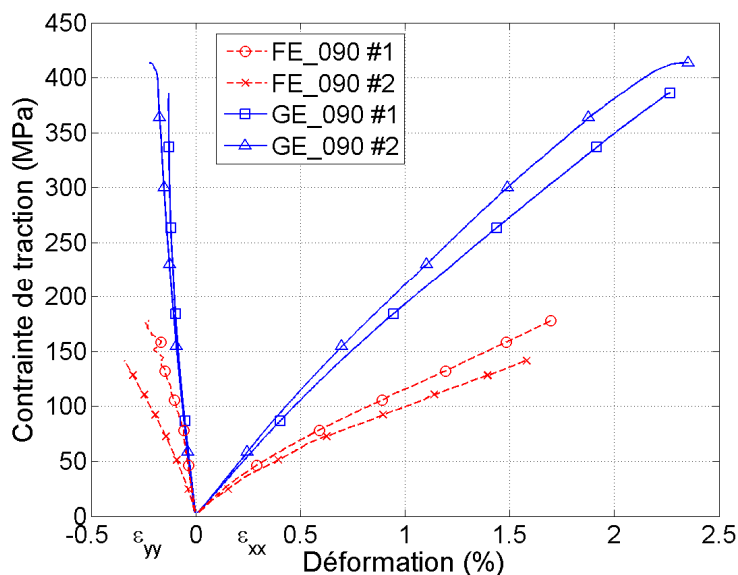


Fig. III-9. Courbes typiques en traction des stratifiés FE_090 et GE_090.

Les propriétés en traction du FE_090 et GE_090 sont listées dans le Tab. III-4. En raison de la symétrie des stratifications, $E_{xx}^+ = E_{yy}^+$, $\nu_{xy} = \nu_{yx}$. Pour un taux volumique de fibres équivalents, 43,7 et 42,5% (Tab. II-4), les valeurs élastiques et à rupture du GE_090 sont supérieures à celles du FE_090 en raison des meilleures propriétés mécaniques intrinsèques des fibres de verre sur celles de lin (Fig. I-3 a). Or, d'après la Fig. I-3 b, les propriétés spécifiques des fibres individuelles du lin sont supérieures à celles du verre. Donc, en comparant les modules et contraintes spécifiques des composites (\bar{E}_{xx}^+ et $\bar{\sigma}_{xx}^{UTS}$), on s'aperçoit que les \bar{E}_{xx}^+ sont comparables et que $\bar{\sigma}_{xx}^{UTS}$ du FE_090 est inférieur de 37% à celui du GE_090. Ces différences sont dues au fait que le rapport des masses volumiques des fibres élémentaires de lin et de verre ($1\ 500$ et $2\ 600\ kg/m^3$) est plus favorable que celui des composites FE_090 et GE_090 ($1\ 280$ et $1\ 790\ kg/m^3$) respectivement.

	E_{xx}^+	\bar{E}_{xx}^+	ν_{xy}	σ_{xx}^{UTS}	$\bar{\sigma}_{xx}^{UTS}$	ϵ_{xx}^{UTS}
	(GPa)	(GPa)		(MPa)	(MPa)	(%)
FE_090	14,5 (0,8)	11,3	0,153 (0,045)	170 (20)	133	1,72 (0,13)
GE_090	21,9 (1,1)	12,2	0,142 (0,004)	380 (26)	212	2,16 (0,16)

Tab. III-4. Propriétés en traction intrinsèques et spécifiques du FE_090 et du GE_090, écart-type entre parenthèses.

$$E_{xx} = \frac{1}{\sum_1^n e_i} \left(A_{11} - \frac{A_{12}^2}{A_{22}} \right) \quad \text{Eq. III-7}$$

$$\nu_{xy} = -\frac{A_{12}}{A_{11}} \quad \text{Eq. III-8}$$

Il est intéressant de trouver un lien entre les mesures expérimentales des stratifiés FE_0 et FE_090. En effet, les propriétés élastiques du stratifié FE_090 peuvent être reliées à celles du pli UD par le biais des Eq. III-7 et Eq. III-8 issues de la théorie classique des stratifiés minces (CLT), avec l'hypothèse des déformations planes. Les A_{ij} représentent les constituants de la matrice de rigidité en membrane, n le nombre de couche UD, e_i l'épaisseur de la $i^{\text{ème}}$ couche qui est considérée constante dans notre cas. En utilisant les propriétés des couches UD du FE_0 du Tab. III-2, on trouve un module d'Young longitudinal $E_{xx} = 13,9 \text{ GPa}$ et un coefficient de Poisson $\nu_{xy} = 0,142$ pour le FE_090, soit des écarts de 4% et 7%, respectivement avec les résultats expérimentaux. Ces résultats confirment, si besoin est, la bonne qualité de prédiction de la CLT appliquée aux composites renforcés par des fibres longues de lin.

Pour les deux types de spécimens, la rupture est fragile. Les fibres se cassent presque toutes selon le même plan perpendiculaire à l'axe de chargement (Fig. III-10 a et b). Cette rupture se localise dans la zone utile des éprouvettes. Visuellement, aucun délaminage n'est observé sur le FE_090. En revanche, des traces blanches,

dues aux décohésions fibre/matrice, notamment visibles sur les surfaces extérieures, entourent le front de rupture du GE_090. Les faciès de rupture des extrémités cassées du FE_090 observés au MEB (Fig. III-10 c et d) regroupent les dommages recensés pour la rupture du FE_0 et du FE_90 (Fig. III-6 et Fig. III-8).

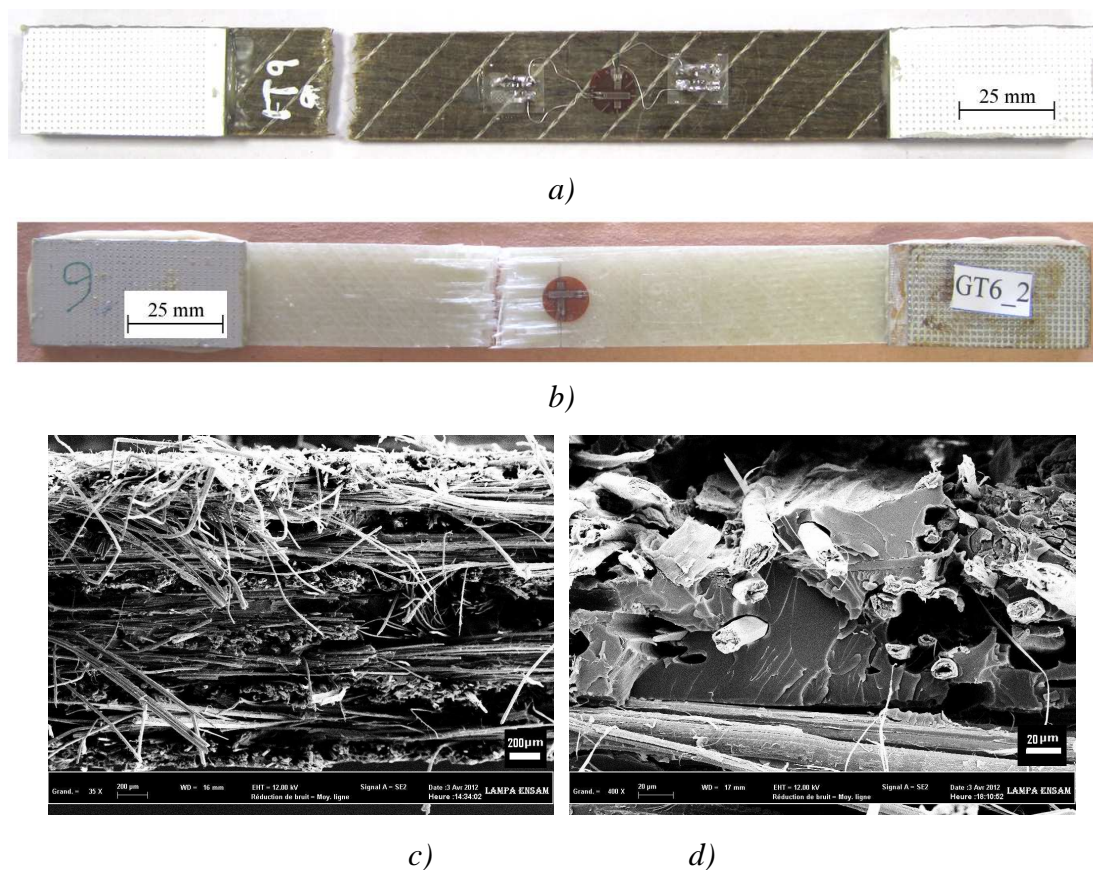


Fig. III-10. *Faciès de rupture en traction du a) FE_090 et b) GE_090 ; c) et d) images MEB de rupture de FE_090.*

3.2.2.3 Traction et cisaillement plan des composites croisés $[\pm 45]_{3S}$

Les éprouvettes $[\pm 45]_{3S}$ soumises à une traction peuvent présenter un allongement maximal important puisqu'aucune couche ne possède de fibres orientées suivant l'axe de traction. En termes d'instrumentation des éprouvettes, l'usage montre que les jauges d'extensométrie *Kyowa* utilisées saturent pour une déformation autour de 2,73%, or les déformations maximales des échantillons à $[\pm 45]_{3S}$ peuvent dépasser largement ce seuil. Aussi, ne disposant pas de moyens de mesure permettant

d'acquérir ces grandes déformations au plus proche de la matière (extensomètre à griffes, vidéo-extensomètre ou mesure de champs par corrélation d'images), il est possible d'estimer celle-ci à partir du déplacement du mors mobile de la machine avec un degré de précision associé. Eq. III-9, fait le lien entre la mesure de jauge et l'allongement de l'éprouvette $(\Delta L/L_0)$. $L_0 \approx 150mm$ est la longueur utile de l'éprouvette (Fig. III-1) et ΔL le déplacement du mors mobile. Le coefficient de correction k est identifié à 0,922 pour le FE_45 et 0,997 pour GE_45. A titre d'exemple, la Fig. III-11 montre les limites de l'acquisition du signal de jauge et la superposition satisfaisante des deux mesures.

$$\varepsilon_{xx}^{jauge} = k \frac{\Delta L}{L_0} \quad Eq. III-9$$

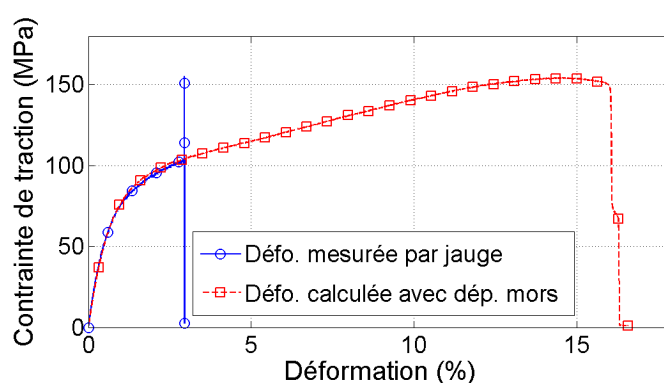


Fig. III-11. Superposition des courbes de contrainte-déformation mesurées par jauge et calculée avec le déplacement du mors mobile, pour une éprouvette GE_45.

Les réponses typiques en traction du FE_45 et GE_45 sont tracées à la Fig. III-12. Le comportement des composites à $[\pm 45]_{3S}$ présente une partie initiale linéaire, jusqu'à $\varepsilon_{xx} \approx 1\%$, puis le comportement devient non-linéaire jusqu'à la rupture. Le comportement mesuré pour ce type d'empilement est conforme avec ce qui est mentionné dans la littérature [191] [192].

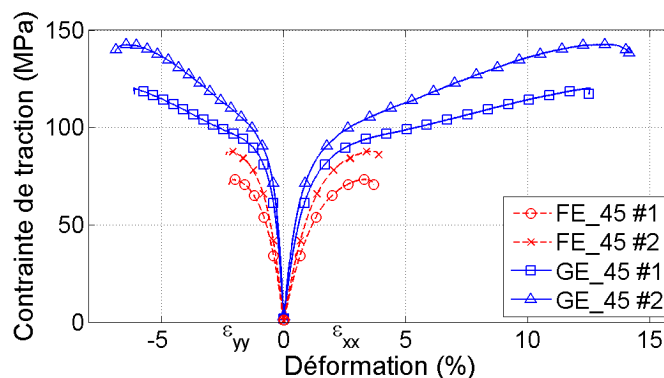


Fig. III-12. Courbes typiques en traction du FE_45 et GE_45.

Les propriétés en traction du FE_45 et GE_45 sont listées dans le Tab. III-5. A partir de celles-ci, les propriétés de cisaillement plan sont extraites, selon la norme ISO 14129 [89] et présentées dans le Tab. III-6. τ_{12}^{USS} est prise à la déformation de cisaillement $\gamma_{12} = 5\%$, conformément à la norme [89]. En effet, à ce niveau de déformation assez important, et avec l'hypothèse des petites perturbations permettant l'utilisant des Eq. III-1 et Eq. III-2, n'est plus valable et les matériaux présentent, pour ces niveaux, un comportement largement non-linéaire (Fig. III-13).

	E_{xx}^+	\overline{E}_{xx}^+	ν_{xy}	σ_{xx}^{UTS}	$\overline{\sigma}_{xx}^{UTS}$	$\sigma_{xx_5\%}$	$\overline{\sigma}_{xx_5\%}$	ϵ_{xx}^{UTS}
	(GPa)	(GPa)		(MPa)	(MPa)	(MPa)	(MPa)	(%)
FE_45	6,48 (0,66)	5,06	0,748 (0,035)	80 (6)	63	79(7)	62	3,85 (0,62)
GE_45	11,1 (1,1)	6,45	0,483 (0,083)	148 (6)	86	103(8)	60	15,2 (1,9)

Tab. III-5. Propriétés en traction du FE_45 et GE_45, écart-type entre parenthèses.

Dans le Tab. III-5, σ_{xx}^{UTS} représente la contrainte à rupture suivant l'axe x tandis que $\sigma_{xx_5\%}$, correspondant à $\gamma_{xx} = 5\%$, est définie comme la contrainte quasi-statique ultime (UTS) de référence pour l'étude de fatigue à venir. Les propriétés spécifiques $\left(\overline{E}_{xx}^+, \overline{\sigma}_{xx_5\%}, \overline{G}_{12}, \overline{\tau}_{12}^{USS} \right)$ qui sont données dans ces deux

tableaux, pour les deux matériaux, révèlent un écart plus petit entre le lin/époxy et le verre/époxy, grâce à la plus faible densité du composite à renforts de lin, soit $1\,280\text{ kg/m}^3$ contre $1\,790\text{ kg/m}^3$. Notamment, les résistances spécifiques à $\gamma_{12} = 5\%$ du FE sont légèrement plus élevées que celles du GE.

	G_{12}	\bar{G}_{12}	τ_{12}^{USS}	$\bar{\tau}_{12}^{USS}$	γ_{12}^{USS}
	(GPa)	(GPa)	(MPa)	(MPa)	(%)
FE_45	1,96 (0,17)	1,53	39,7 (3,3)	31,0	6,23 (1,08)
GE_45	3,44 (0,26)	2,00	51,4 (4,2)	29,9	23,84 (3,17)

Tab. III-6. Propriétés en cisaillement plan du FE_45 et GE_45, écart-type entre parenthèses.

Les propriétés élastiques du FE_45 estimées par la CLT (Eq. III-7 et Eq. III-8), en utilisant les propriétés mesurées des UD, sont $E_{xx\pm 45}^+ = 4,93\text{GPa}$ et $\nu_{xy\pm 45} = 0,676$, soit des écarts de 24% et 9,6%, respectivement. La sous-estimation du module d'élasticité par la théorie semble non-négligeable. De façon similaire, le module de cisaillement calculé par la loi des mélanges (Eq. III-10) donne $G_{12} = 1.75\text{GPa}$, qui correspond à 11% de moins que le résultat expérimental.

$$G_{12} = \frac{G_{12f}G_{12m}}{G_{12f}V_m + G_{12m}V_f} \quad \text{Eq. III-10}$$

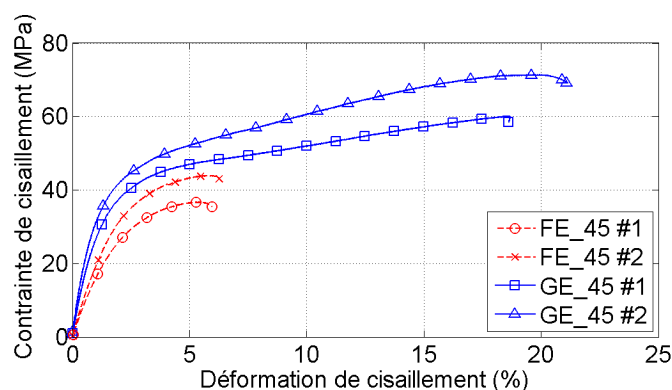


Fig. III-13. Courbes typiques en cisaillement plan des composites FE_45 et GE_45, selon la norme ISO 14129.

La Fig. III-14 présente des éprouvettes FE_45 et GE_45 rompues suite à un chargement de traction quasi-statique. On distingue deux types de rupture combinant la fissuration intralaminare et la rupture des renforts pour le FE_45. S'agissant du premier mode, la rupture se produit suivant la direction des fibres d'une des couches extérieures (Fig. III-14 a), c'est-à-dire à 45° par rapport à l'axe de chargement. Quant au deuxième, le front de rupture se propage en « dents de scie » à travers l'éprouvette (Fig. III-14 b). Ces deux chemins de rupture indiquent qu'au moins la moitié du renfort est rompu. Une rupture interlaminaire marginale peut être observée sur les bords de l'échantillon. La rupture du GE_45 forme un « V » comme rapporté dans la littérature ([193] [194] [195] [196]). Finalement, peu de fibres cassent. Phénoménologiquement, la rupture se produit en mode II, par cisaillement de la matrice et délaminage par mode mixte. L'éprouvette GE_45 initialement semi-transparente, blanchit, devenant opaque à la lumière. Cette conséquence résulte de la fissuration importante, répartie dans toute l'éprouvette. En outre, on remarque que l'éprouvette se gondole transversalement et longitudinalement. Ce phénomène peut être lié à la contraction de fils de piquage dans ces deux directions.

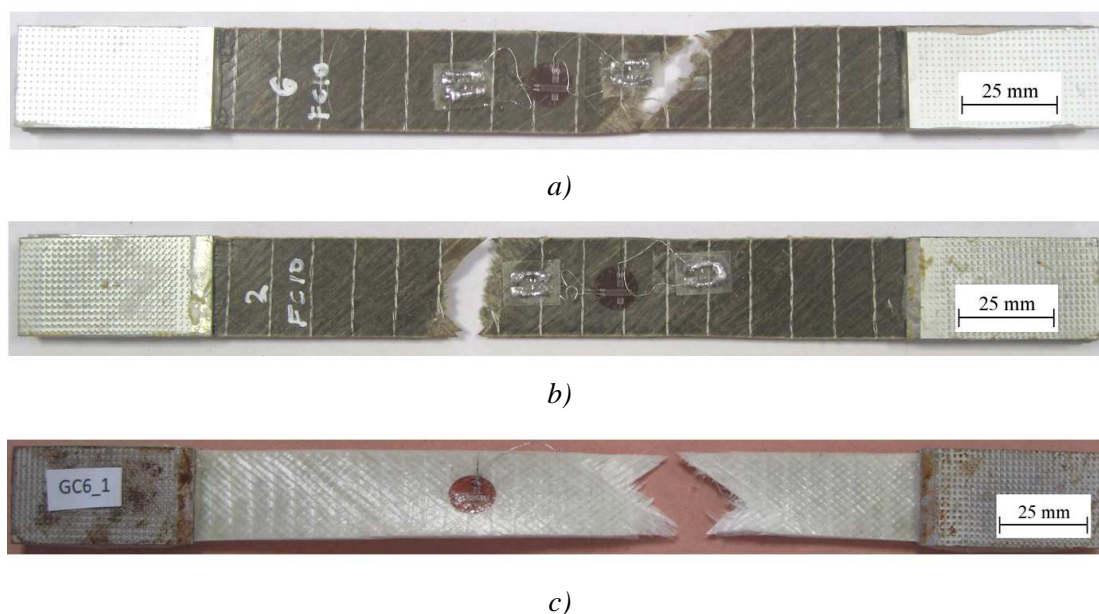


Fig. III-14. Macrographies d'éprouvettes a) et b) FE_45 et c) GE_45 après rupture en traction quasi-statique.

L'observation du faciès de rupture d'un échantillon FE_45 (Fig. III-15) met à jour des dommages au niveau des constituants, identiques à ceux déjà constatés pour les éprouvettes lin/époxy ayant différents empilements (Fig. III-7, Fig. III-8 et Fig. III-10). Les empreintes laissées par la décohésion fibre/matrice confirment la faiblesse de la liaison. Il est remarquable que davantage de débris de matière arrachée est observable sur les faciès de rupture de FE_45.

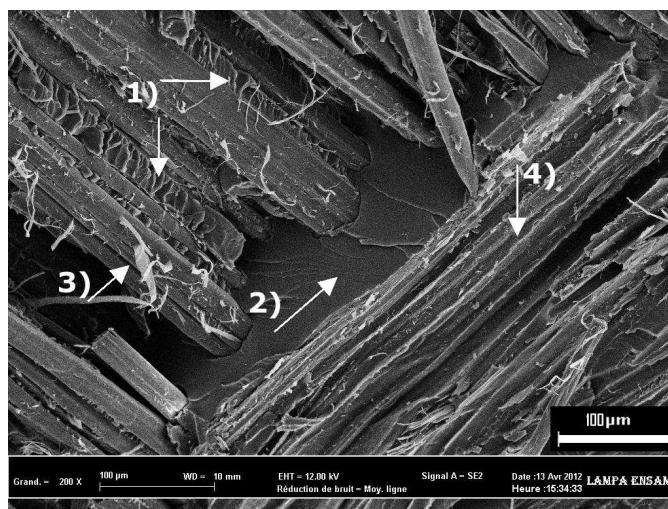


Fig. III-15. *Faciès de rupture du FE_45 : 1) décohésion fibre/matrice ; 2) fissuration de la matrice ; 3) arrachement de matière à la surface d'une fibre ; 4) empreinte laissée par une fibre enlevée.*

3.2.2.4 Compression des composites UD

La Fig. III-16 présente les courbes typiques de compression des composites unidirectionnels FE_0 et FE_90. On peut remarquer un comportement linéaire jusqu'à une déformation $\varepsilon_{xx} \approx 0,2\%$ pour FE_0 et $\varepsilon_{xx} \approx 1\%$ pour FE_90. Il faut noter que le type FE_0 qui est chargé dans la direction des fibres, ne présente pas un comportement bilinéaire caractéristique du chargement en traction (Fig. III-5).

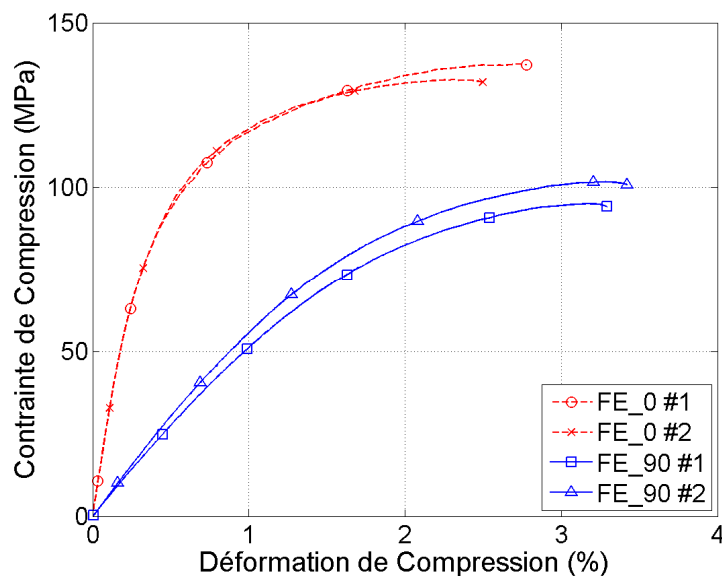


Fig. III-16. Courbes typiques de compression du FE_0 et du FE_90.

Les propriétés mécaniques mesurées en compression sont données dans le Tab. III-7. Le module d'Young du FE_0 est quatre fois supérieur à celui du FE_90. Cependant, en raison de la non-linéarité des comportements, la résistance maximale du FE_0 n'est supérieure à celle du FE_90 que de 36%. Les modules en compression sont sensiblement supérieurs à ceux en traction (8 et 31% pour FE_0 et pour FE_90) tandis que les déformations à rupture le sont beaucoup plus largement (46 et 427%) pour FE_0 et pour FE_90 (Fig. III-17). De plus, le module tangent (module du dérivé des courbes de contrainte/déformation) en compression décroît rapidement et continûment avant de devenir égal à 0 (Fig. III-18). Ainsi, la résistance ultime du FE_0 ne représente que $0,43\sigma_{11}^{+UTS}$ de celle de traction. En compression, le FE_90 présente des propriétés supérieures à celles de traction, car la faible interface du lin/époxy n'est pas ou très peu sollicitée.

FE_0	E_{11}^- (GPa)	σ_{11}^{UCS} (MPa)	ϵ_{11}^{UCS} (%)
	24,7 (0,6)	136 (2)	2,41 (0,27)
FE_90	E_{22}^- (GPa)	σ_{22}^{UCS} (MPa)	ϵ_{22}^{UCS} (%)
	5,93 (0,27)	100 (4)	3,27 (0,12)

Tab. III-7. Propriétés en compression du FE_0 et du FE_90, écart-type entre parenthèses.

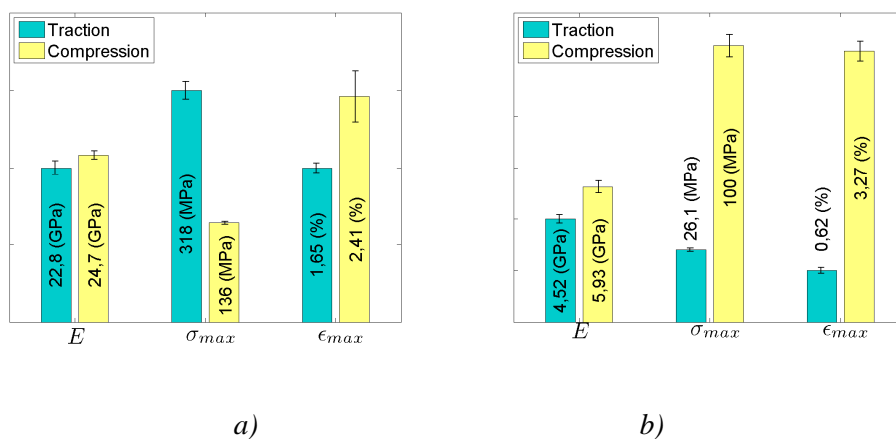


Fig. III-17. Comparaison des propriétés de traction et de compression du a) FE_0 et du b) FE_90.

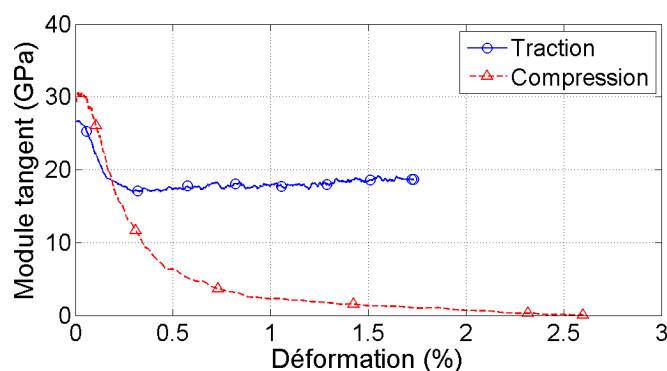


Fig. III-18. Modules tangents de traction et de compression du FE_0.

Les macrographies des faciès de rupture du FE_0 et FE_90 sont présentées à la Fig. III-19.

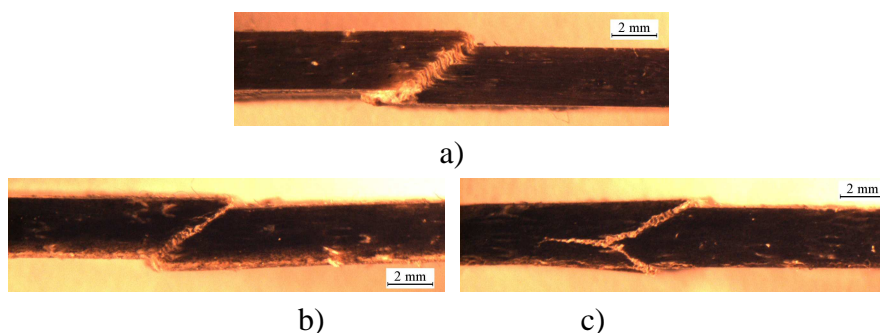


Fig. III-19. Vues suivant l'épaisseur d'éprouvettes a)FE_0 ; b) et c) FE_90 testées en compression.

La rupture en compression du FE_0 produit des plis de cisaillement dans l'épaisseur, inclinés d'un angle oscillant autour de 40° par rapport à l'axe du

chargement (Fig. III-19 a). Cet endommagement est similaire à l'un des deux modes observés pour FE_90 (Fig. III-19 b). Le second mode consiste en un clivage selon la direction de chargement qui fait propager des fissures en forme de « Y » (Fig. III-19 c). Tous ces modes de rupture sont admis par la norme ISO 14126 [188].

3.2.2.5 Compression des composites orthogonaux FE_090 et GE_090

Le comportement en compression du FE_090 (Fig. III-20 a) est semblable à celui du FE_0 commenté précédemment. La première partie est linéaire jusqu'à une déformation $\varepsilon_{xx} \approx 0,2\%$ avant de rentrer dans le domaine non-linéaire qui représente plus de 90% de la déformation totale. La fin du comportement diminue rapidement et continûment. Par contre le comportement du GE_090 est quasiment linéaire jusqu'à la rupture (Fig. III-20 b).

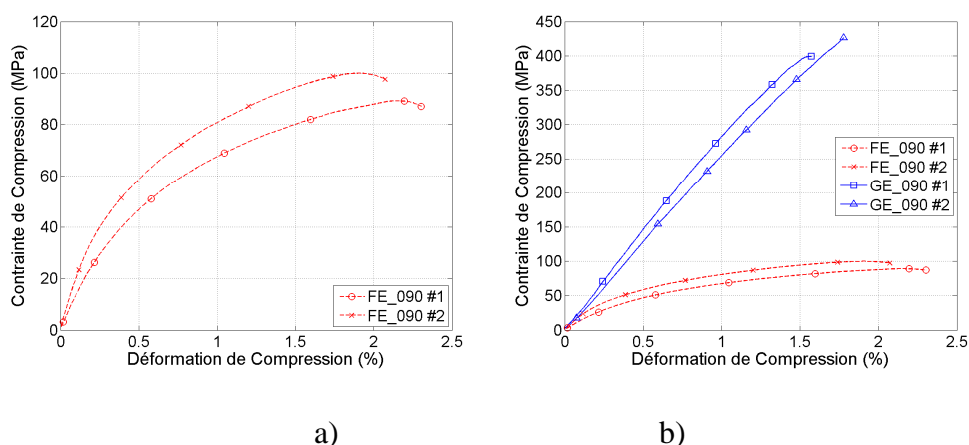


Fig. III-20. Courbes typiques en compression a) du FE_090 et b) du FE_090 et du GE_090.

Le Tab. III-8 détaille les propriétés en compression des stratifiés $[0/90]_{3s}$. Le module et la déformation ultime du FE_090 en compression sont comparables à ceux en traction (Fig. III-21 a). Cependant, une importante non-linéarité abaisse la contrainte à rupture en compression à $0,58 \sigma_{xx}^{+UTS}$ en traction. Globalement, les propriétés du GE en traction et en compression sont comparables (Fig. III-21 b). Le module et la contrainte à rupture étant de 110% et 313% plus importants que ceux du

FE. Cependant, lorsqu'ils sont ramenés à la densité des matériaux, ces écarts diminuent à 56% et 205%.

	E_{xx}^-	\bar{E}_{xx}^-	σ_{xx}^{UCS}	$\bar{\sigma}_{xx}^{UCS}$	ϵ_{xx}^{UCS}
	(GPa)	(GPa)	(MPa)	(MPa)	(%)
FE_090	13,0 (1,2)	10,2	98 (7)	77	2,12 (0,20)
GE_090	27,3 (2,1)	15,9	405 (16)	235	1,63 (0,11)

Tab. III-8. Propriétés en compression du FE_090 et GE_090, écart-type entre parenthèses.

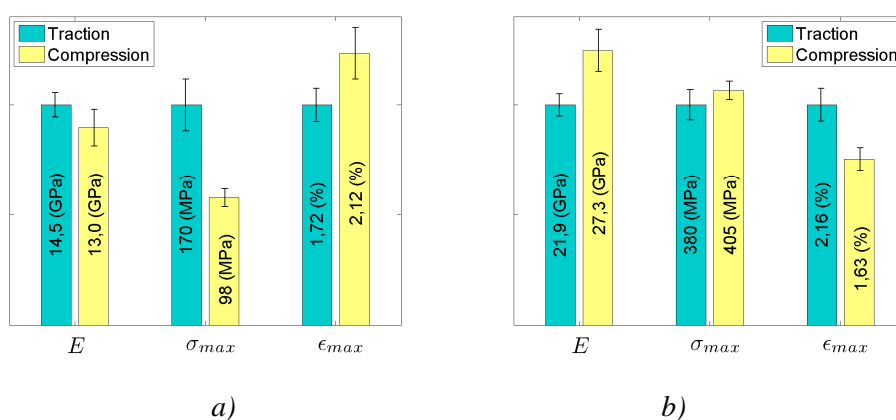


Fig. III-21. Comparaison des propriétés de traction et de compression du a) FE_090 et du b) GE_090.

Les modes à rupture sont présentés dans la Fig. III-22. Comme pour les unidirectionnels, on observe la formation de bandes de cisaillement formant un angle de 40° et 50°, respectivement pour le FE_090 et le GE_090, en accord avec la normalisation [188].

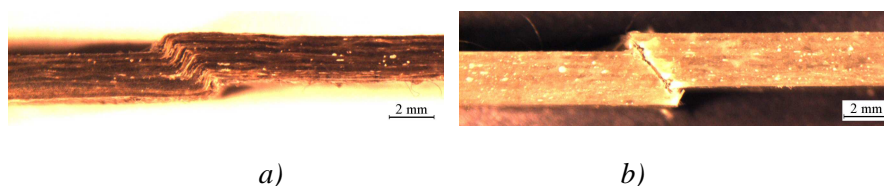


Fig. III-22. Vues suivant l'épaisseur d'éprouvettes a) FE_090 ; b) GE_90 testées en compression.

Il faut remarquer que les composites renforcés de lin, chargés dans la direction des fibres (FE_0 et FE_090) présentent un comportement non-linéaire dès

0,2% de déformation, tandis que celui de GE_090 est totalement linéaire. Cette différence s'explique, par le caractère ondulé des fibres de lin, même au sein du composites après leur mise en œuvre (Fig. II-7 a e), qui peut favoriser le flambement au niveau des constituants dans le matériau, par opposition aux fibres de verre qui restent bien droites et alignées (Fig. II-7 b). Aussi, les plus faibles en rigidité et en épaisseur du FE_090 présentent plus de risque au flambement.

3.2.2.6 Variabilité

La variabilité des propriétés des fibres naturelles a fait l'objet de nombreuses études ([6] [9] [10] [11] [47] [64]). Il est notoirement connu que cette variabilité (géométrique, mécanique, chimique) est extrêmement importante. Le coefficient de variation (noté COV) peut atteindre 40%, alors que celui des fibres synthétiques est de l'ordre de quelques pourcent. De ce fait, ces disparités constituent un frein à leur exploitation comme renforts de composites, surtout lorsque les applications exigent un niveau de reproductibilité important. Le COV des propriétés mécaniques en traction et en compression des composites renforcés par des fibres unidirectionnelles de lin est présenté dans la Fig. III-23.

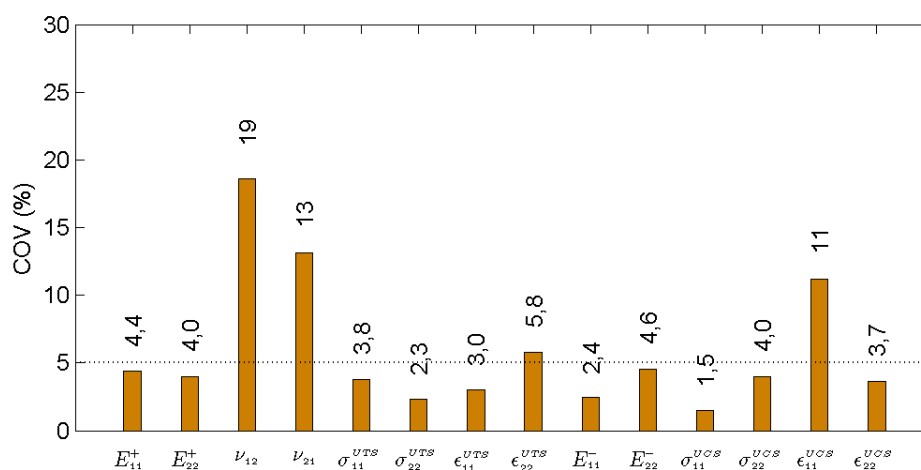


Fig. III-23. Coefficients de variation (COV) des propriétés en traction et compression des composites UD en lin/époxy.

Il est intéressant de remarquer qu'hormis certaines propriétés ($\nu_{12}, \nu_{21}, \varepsilon_{22}^{UTS}, \varepsilon_{11}^{UCS}$), le coefficient de variation de toutes les autres est inférieur à 5%. Cette valeur est très faible par rapport aux COV des fibres élémentaires et est du même ordre de grandeur que ceux des composites conventionnels à renforts de fibres longues de carbone ou de verre [157] [191] [197].

La diminution du COV de 40% à l'échelle de la fibre élémentaire à 5% à l'échelle du composite UD peut s'expliquer par un effet de moyenne. En effet, dans le composite, contenant des milliers de fibres, se produit un effet de moyenne. Celle-ci est assez reproductible compte tenu du très grand nombre de fibres.

Une modélisation par éléments finis a été entreprise afin d'illustrer ce phénomène. Un chargement élémentaire (traction simple) a été appliqué sur des fibres pour limiter le temps de calcul. La Fig. III-24 montre la géométrie des modèles simulant la traction uniaxiale d'un faisceau contenant 1, 9, 100 et 1024 fibres. Une des extrémités est encadrée tandis que la face opposée est chargée. Les calculs ont été réalisés avec le logiciel *Cast3m 2011*. Les modèles sont constitués d'éléments volumiques de forme hexaédrique à 8 nœuds. Les propriétés au sein de chaque élément sont considérées homogènes, isotropes et élastiques. Un module d'Young est affecté aléatoirement par tirage à chaque fibre du faisceau [46]. La distribution statistique utilisée suivait une loi normale de valeur moyenne 54 GPa avec un écart-type de 15 GPa. 50 essais de traction ont été simulés successivement sur ces modèles en appliquant une déformation longitudinale (ε) de 1%. Le module d'Young du faisceau (E), après chaque calcul, est estimé selon la relation Eq. III-11. F est la force de réaction et S la section transversale initiale.

$$E = F / S / \varepsilon \quad \text{Eq. III-11}$$

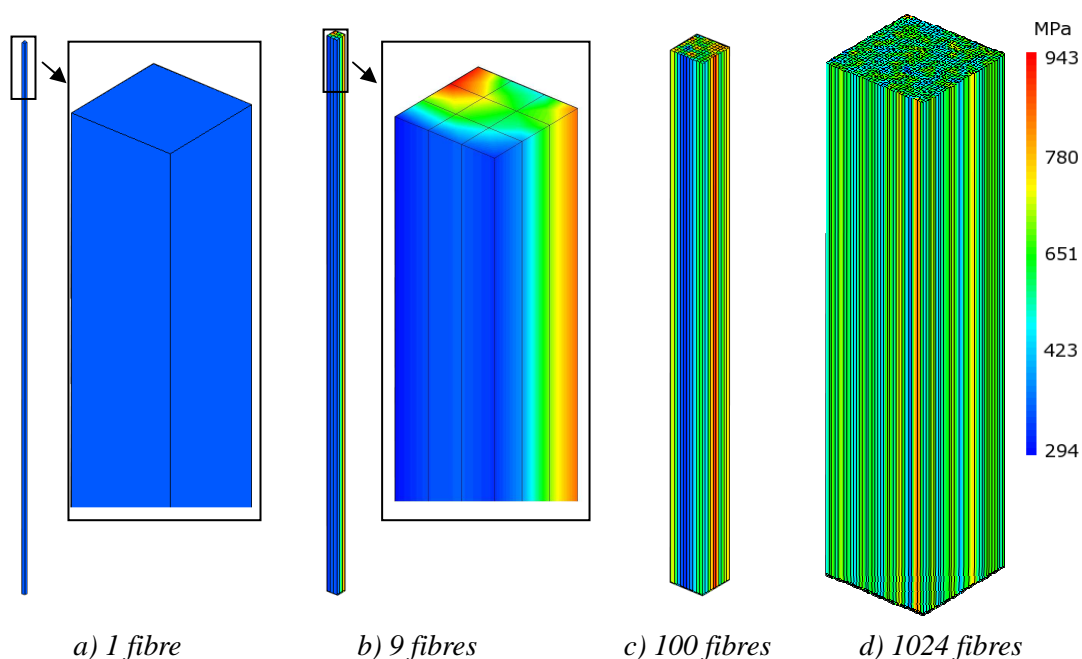


Fig. III-24. Modèles de faisceau en traction longitudinale contenant a) 1 fibre ; b) 9 fibres ; c) 100 fibres ; d) 1024 fibres.

Il apparaît dans la Fig. III-25 que le COV numérique diminue rapidement avec le nombre de fibres (n_{of}) considérées. Il est inférieur à 1% pour n_{of} supérieur à 1000, tandis que le COV expérimental du module longitudinale du FE_0, pour lequel $n_{of} \gg 1000$, est de 4,4% (Fig. III-23).

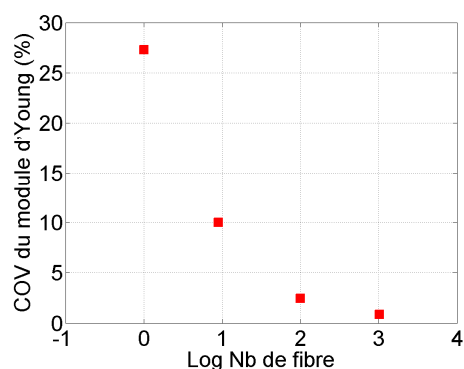


Fig. III-25. Evolution du COV du module avec le nombre de fibres tirées à la fois.

Sur la base de la tendance montrée par le modèle EF, on pourrait envisager un COV expérimental plus faible que la valeur mesurée. Il faut donc ajouter aussi des variabilités induites par le processus de fabrication (alignement des fibres ou tissu,

V_f , homogénéité du matériau, etc.), les conditions d'essai (température, humidité, mise en place de l'éprouvette, etc.) et la précision de mesure (capteur de force, jauge de déformation, mesure de la section d'éprouvette, etc.).

Les COV entre les stratifiés renforcés de tissus équilibrés de lin et de verre sont comparés dans la Fig. III-26. Les valeurs mesurées pour ces deux matériaux sont comparables, bien que celles du lin soient légèrement supérieures. Il apparaît donc que la grande variabilité des fibres (Tab. I-3) n'est pas répercutée au niveau des composites. Les COV du verre/époxy et du lin/époxy sont généralement inférieurs à 10%, sauf pour ν_{xy} , σ_{xx}^{UTS} , γ_{12}^{USS} du FE et γ_{12}^{USS} du GE. La variabilité des composites croisés est plus élevée que celles des composites UD renforcés de lin (<5%). Cette différence entre les stratifiés croisés et unidirectionnels peut être liée à une complexité supérieur du renfort. Notamment, les deux couches du tissu de fibres UD sont reliées par des piquages de coton, elles sont nominalement perpendiculaire l'une par rapport à l'autre, alors qu'en réalité, cette perpendicularité ($90^\circ \pm 10^\circ$) a une variabilité assez important. Effectivement, selon la théorie des stratifiés (noté CLT), une variation de 10° de l'inclinaison des plis longitudinaux ($[10/90]_{3S}$) au lieu de $[0/90]_{3S}$, peut engendrer une baisse du module longitudinal de 4,7%. D'autre part, sachant que les stratifiés $[0/90]_{3S}$ contiennent moitié moins de fibres orientées dans la direction du chargement que les unidirectionnels $[0]_2$ (21 et 43%), on peut penser que les COV des FE_090 sont plus élevés que ceux des FE_0.

Parmi les propriétés élastiques, le coefficient de Poisson (ν) présente le COV le plus important. En fait, cette propriété est très sensible à l'alignement des fibres et le calcul par la CLT, montre que le coefficient de Poisson du $[10/90]_{3S}$ augmente de 17% par rapport à celui du $[0/90]_{3S}$. Dans la littérature [191], le COV d'un composite UD verre/polyester est égale à 24%.

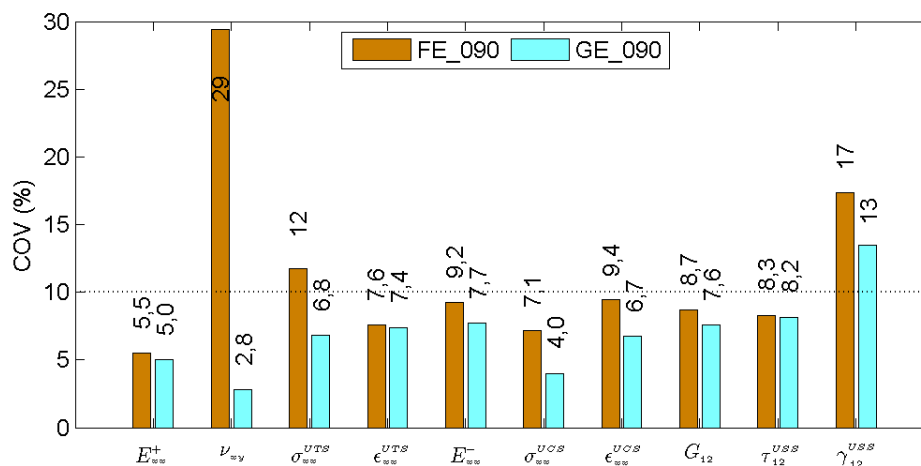


Fig. III-26. Comparaison des COV des propriétés en traction, compression et cisaillement du lin/époxy et verre/époxy.

3.3 Suivi de l'endommagement

Les réponses en traction et compression monotones ont mis en évidence l'importance des phénomènes non-linéaires du comportement des composites en lin/époxy, conformément à ce qui est rapporté dans la littérature (Section 1.3.2.1). Cette partie s'intéresse à l'évolution des propriétés mécaniques du FE_090 et FE_45 en fonction du chargement.

3.3.1 Traction cyclique et traction interrompue

Les essais de traction cyclique consistent à imposer une succession de cycles charge-décharge avec un incrément de contrainte à chaque nouveau cycle. Pour les essais de traction interrompus, l'éprouvette est sollicitée jusqu'à une certaine contrainte avant d'être relâchée. Ces échantillons destinés à l'observation microscopique, sont ensuite découpés au moyen d'un disque diamanté avec lubrification à l'eau. Les conditions d'essai sont identiques à celles de la traction monotone (Section 3.3.2). Chaque test est doublé afin d'assurer un minimum de reproductibilité. Les incréments de charge et la numérotation des éprouvettes sont donnés dans les Tab. III-9 et Tab. III-10. La Fig. III-27 illustre le pilotage des chargements cycliques effectués sur FE_090 et FE_45. Parallèlement, une seule

éprouvette de GE_090 et GE_45 est testée en traction cyclique pour mettre en évidence les différences de réponses entre le lin/époxy et le verre/époxy.

Epreuve		σ (MPa)	$\sigma / \sigma_{xx}^{UTS}$ (%)	ε (%)	$\varepsilon / \varepsilon_{xx}^{UTS}$ (%)
Cyclique	Interrompue				
FE_090_c	FE_090_0	0	0	0	0
	FE_090_17	30	17	0,14	9
	FE_090_40	68	40	0,43	28
	FE_090_60	102	60	0,83	54
	FE_090_80	136	80	1,15	75
	FE_090_100	~170	100	~1,72	100

Tab. III-9. Désignation des éprouvettes FE_090 avec le chargement correspondant à chaque cycle.

Epreuve		σ (MPa)	τ (MPa)	$\sigma / \sigma_{xx}^{UTS}$ (%)	ε (%)	γ	$\varepsilon / \varepsilon_{xx}^{UTS}$ (%)
Cyclique	Interrompue						
FE_45_c	FE_45_0	0	0	0	0,00	0,00	0
	FE_45_40	32	16	40	0,44	0,74	12
	FE_45_60	50	25	60	0,75	1,27	20
	FE_45_80	66	33	80	1,21	2,05	33
	FE_45_100	~82	~41	100	~3,65	~6,21	100

Tab. III-10. Désignation des éprouvettes FE_45 avec le chargement correspondant.

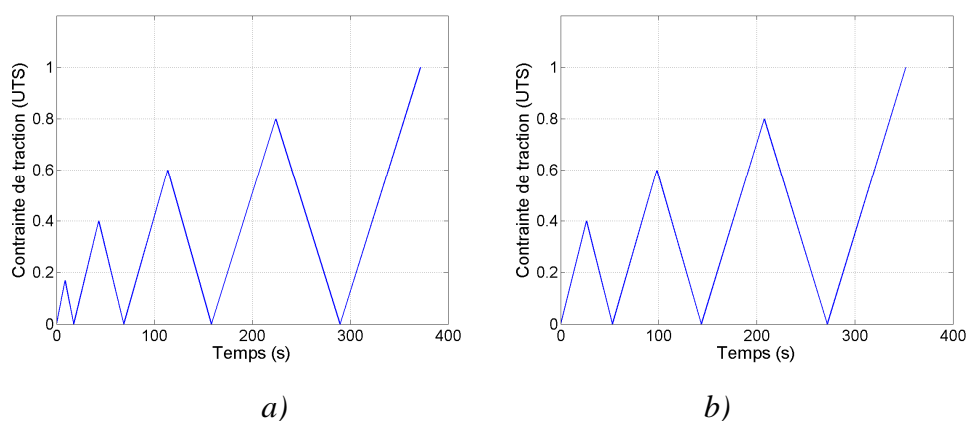


Fig. III-27. Chargement en fonction du temps pour les essais cycliques sur les éprouvettes a) FE_090 et b) FE_45.

3.3.2 Etudes préliminaires au microscope optique

Cette partie détaille les méthodes d'observation au microscope optique (MO)

telles que la définition des fissures observées et les paramètres géométriques pouvant influencer sur les résultats d'observation. Finalement, la quantification des fissures s'est portée sur le nombre de fissures observées et la distance entre fissures adjacentes.

3.3.2.1 Définition des fissures à observer

3.3.2.1.1 Endommagements

Comme pour les composites conventionnels, les endommagements tels que la rupture des fibres (Fig. III-28 a), la décohésion fibre/matrice (Fig. III-28 b), la rupture de la matrice (Fig. III-28 c) et le délaminage (Fig. III-28 d) sont observés dans les composites renforcés par des fibres longues de lin.

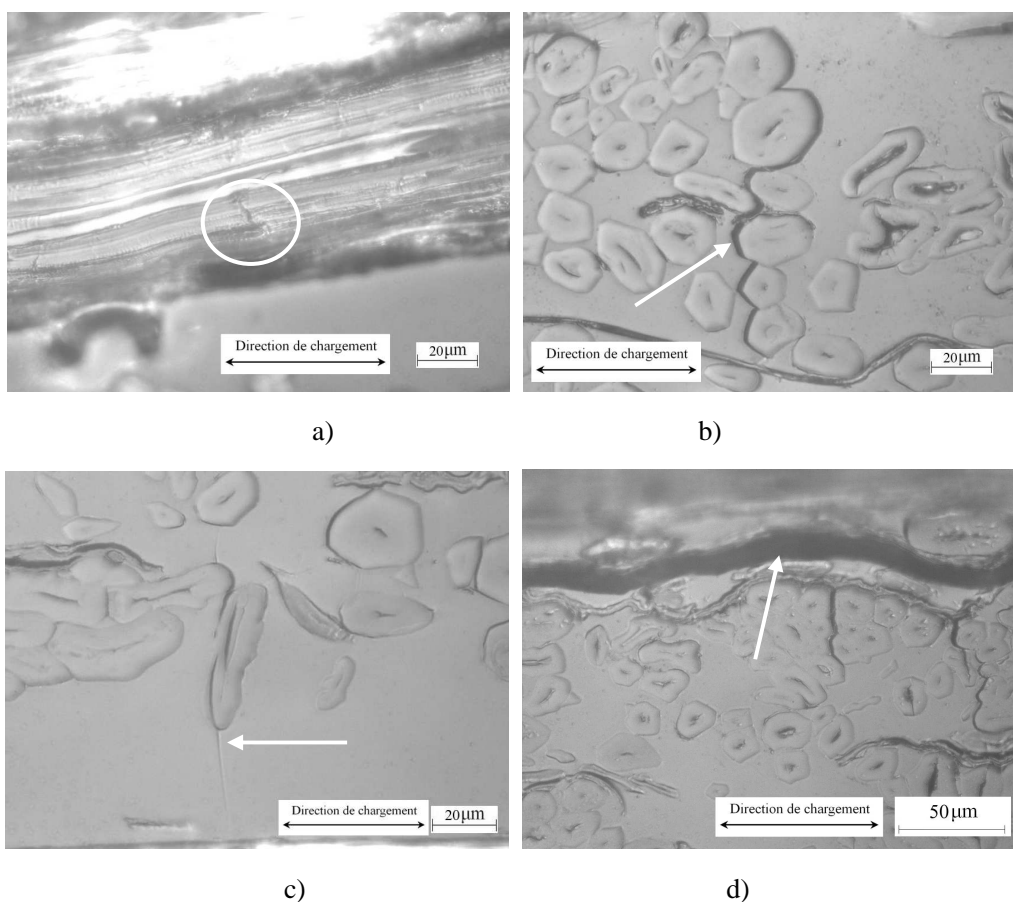


Fig. III-28. Mécanismes de rupture classiques observés dans les composites lin/époxy : a) rupture de fibre, b) décohésion fibre/matrice, c) rupture de la matrice, d) délaminage.

En outre, de manière spécifique à ce nouveau matériaux, on peut distinguer des dommages (mécanismes) originaux comme le clivage de la fibre (Fig. III-29 a), la

décohésion fibre/fibre dans un faisceau (Fig. III-29 b) et les dommages induits par la présence de cortex (Fig. III-29 c). Concrètement, ces derniers se déclinent en trois types de mécanismes qui sont : 1) la décohésion entre la matrice et le cortex, qui ressemble à la décohésion fibre/matrice ; 2) la rupture de cortex et 3) le clivage du cortex.

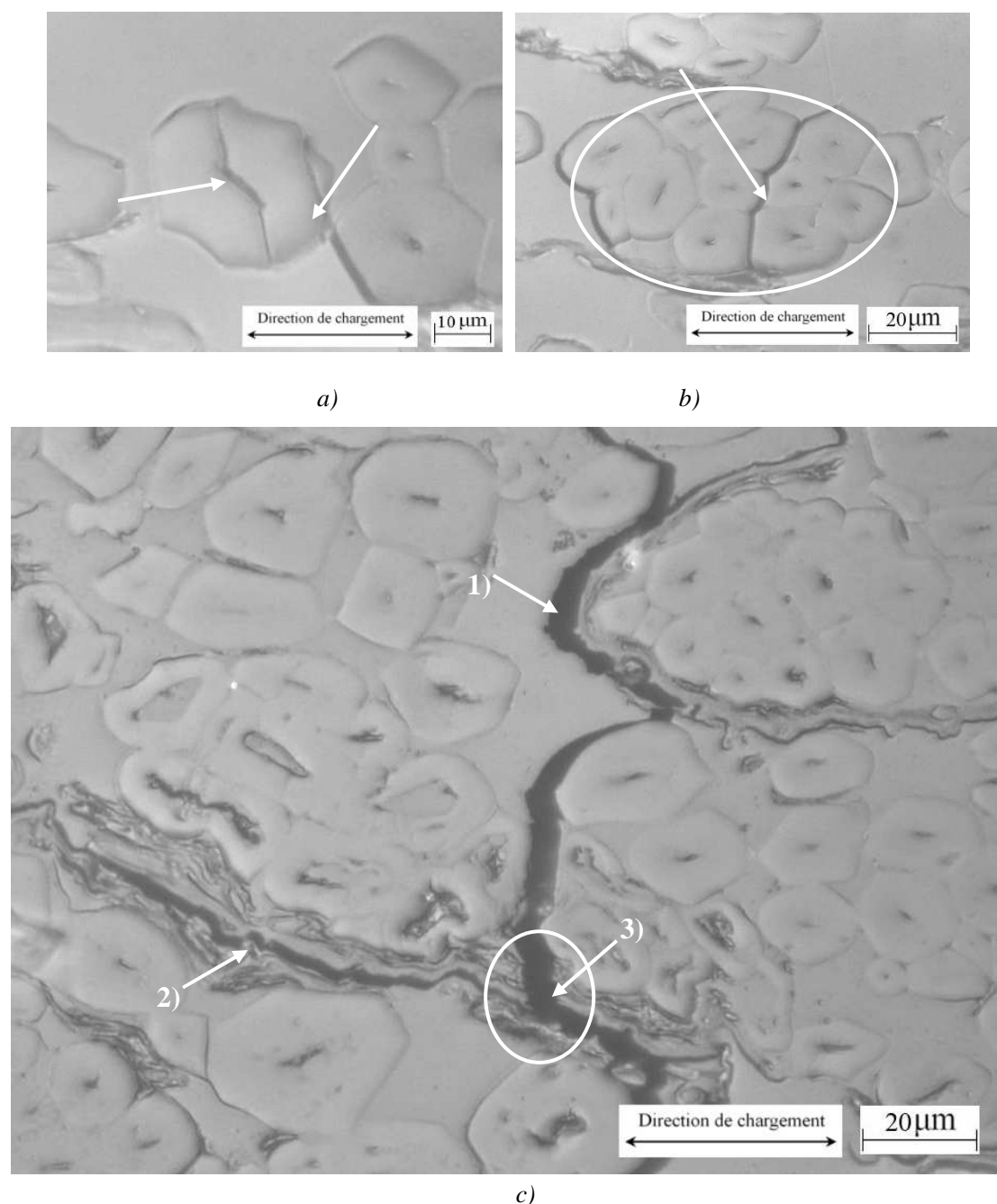


Fig. III-29. Endommagements spécifiques sur composites lin/époxy : a) Clivage de la fibre ; b) Décohésion fibre/fibre dans un faisceau de fibre ; c) Dommage lié au cortex, 1) Décohésion cortex/matrice, 2) Clivage du cortex, 3) rupture de cortex.

Il est possible de retrouver les différents dommages répertoriés plus haut, au sein d'une même fissure traversante, plus longue, comme le montre la Fig. III-30 d'un composite FE_090. Dans ce cas particulier, on distingue 5 types d'endommagements différents sur le chemin de la fissure : 1) décohésion fibre/matrice, 2) rupture de la matrice, 3) clivage de la fibre, 4) décohésion fibre/fibre, 5) fissuration du cortex.

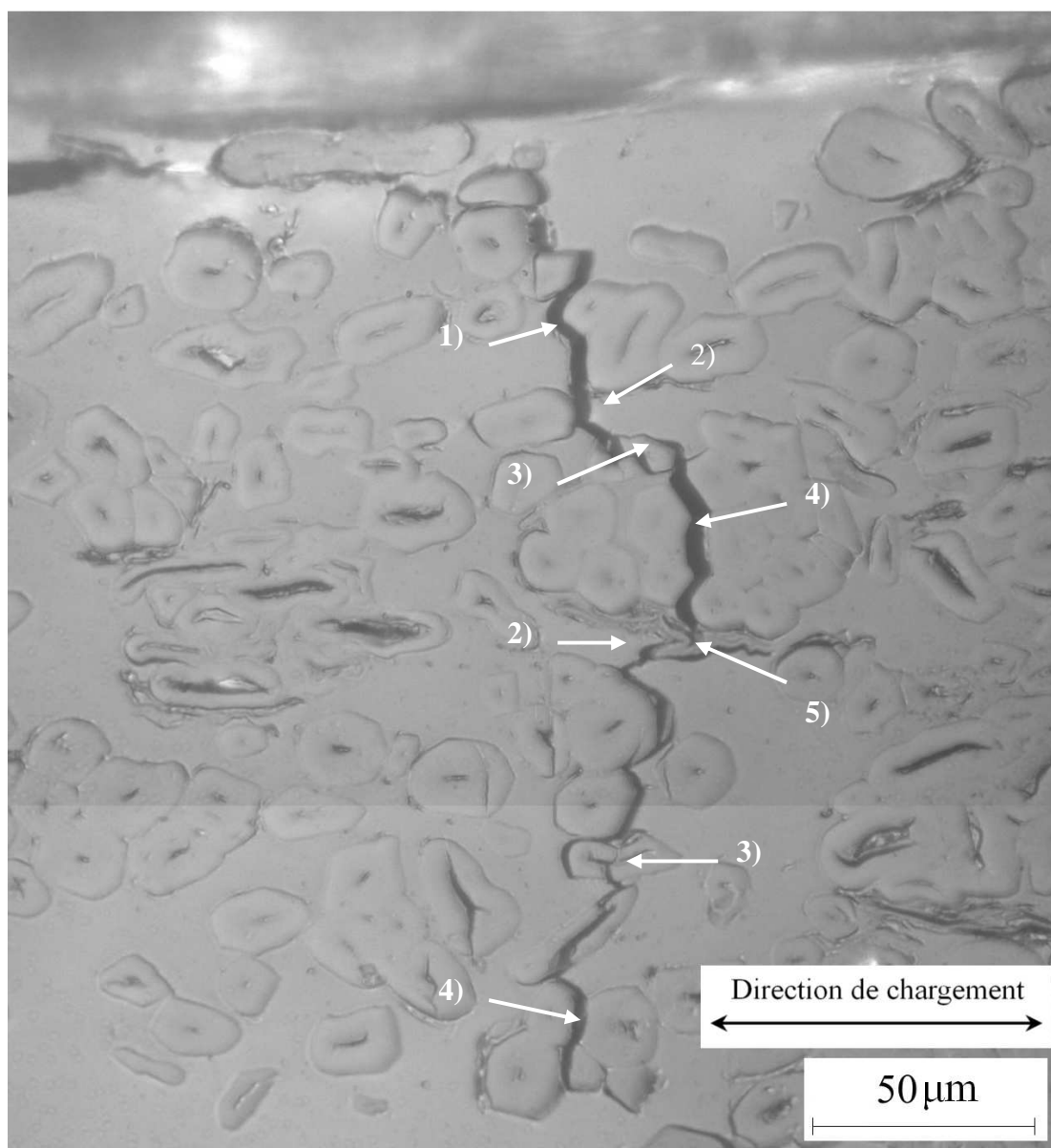


Fig. III-30. Fissuration dans un composite FE_090 : 1) décohésion fibre/matrice, 2) rupture de la matrice, 3) clivage de la fibre, 4) décohésion fibre/fibre, 5) fissuration du cortex.

3.3.2.1.2 Quantification des fissures

L'augmentation du nombre de fissures et leur évolution sont des données

pouvant rendre compte de la santé de la matière. Aussi, la densité de fissures (ρ_f) qui est le nombre de fissures par unité de longueur est un paramètre objectif de mesure de l'endommagement. Cependant, le nombre de fissures n'est pas suffisant. Leur longueur doit aussi être prise en compte selon qu'elles sont traversantes ou simplement localisées. Dans le cas spécifique du lin/époxy, le protocole de mesure est décrit par les règles suivantes :

Règle_1. Les fissures liées au cortex ne sont pas comptabilisées, car d'une part, la présence du cortex est indépendante du chargement et d'autre part, ils sont orientés de façon préférentielle, parallèlement au plan du stratifié (Fig. III-31), soit dans plus de 95% des cas. Cette orientation est probablement due à la compaction causée par la pression de fabrication. En pratique, les fissures parallèles au chargement n'influencent pas le comportement en traction.

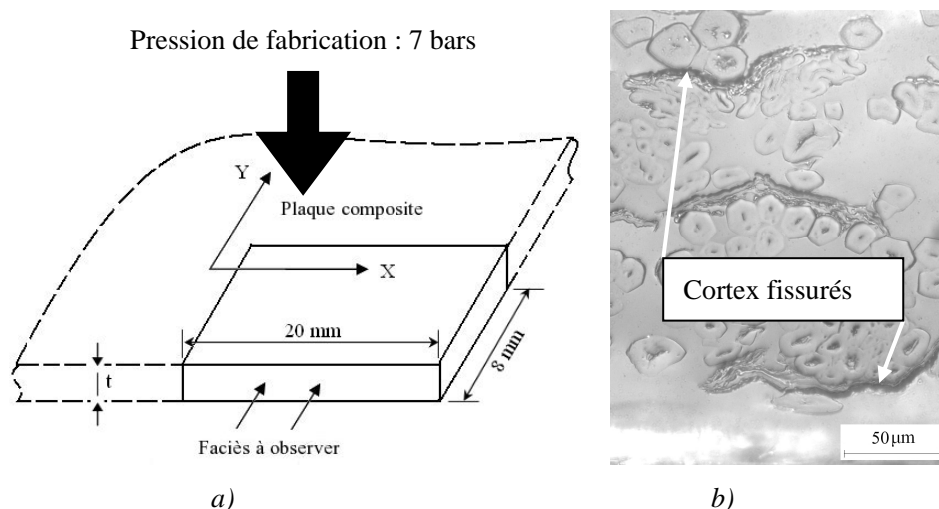


Fig. III-31. a) Schéma de découpe et sens d'observation et b) localisation des cortex.

Enfin, dans les échantillons non chargés, approximativement 20% du cortex présente une décohésion avec la matrice ou un clivage dans le sens de la longueur. Plus de 80% du cortex est fissuré dès le début du chargement (au-delà de 30 MPa, soit $\varepsilon \approx 0,18\%$) pour le FE_090, or, à ce niveau-là, le comportement de l'éprouvette est encore dans la première

partie linéaire de la courbe de traction (Fig. III-9). Ensuite, le nombre de fissures observées dans le cortex fissuré semble ne plus évoluer, en dépit de l'augmentation du chargement.

Règle_2. Les fissures liées aux porosités ne sont considérées que dans le cas où elles se propagent au-delà des fibres ou du faisceau de fibres adjacentes.

On observe l'existence de fissures lorsque la porosité débouche sur les fibres (Fig. II-10, Fig. III-32). Elles apparaissent dès la fin du polissage, même sur des échantillons issus d'éprouvettes non préalablement chargées. La Fig. III-32 montre que les fibres les plus proches de la porosité sont endommagées. Cet endommagement peut être causé par les étapes du polissage. Ce type de fissure ne se propage pas plus loin que les fibres ou faisceaux adjacents. Donc les fissures dont la propagation est inscrite dans le voisinage porosité/fibre ne sont pas prises en compte.

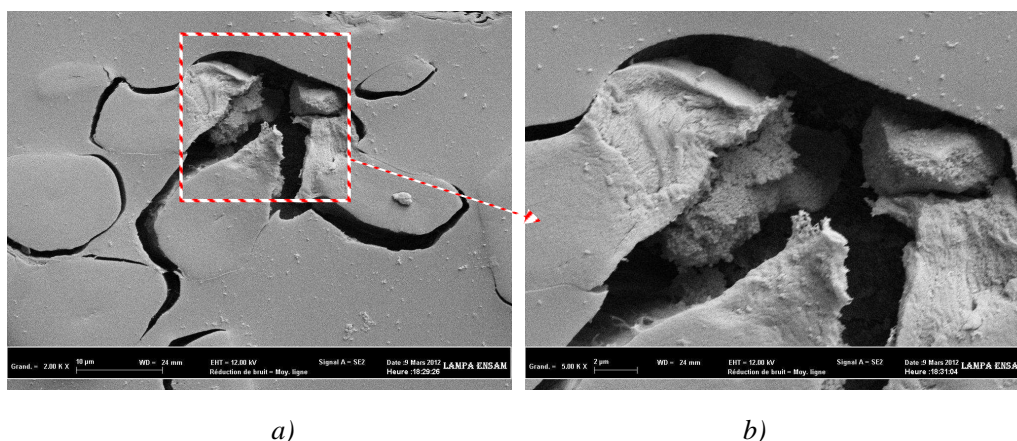


Fig. III-32. Images MEB d'une porosité: a) Fissuration autour d'un vide et b) vue de détail du vide.

Règle_3. Les fissures de longueur inférieure à 50 μm sont ignorées car elles constituent des défauts qui peuvent être observés également dans le matériau vierge (Fig. III-33).

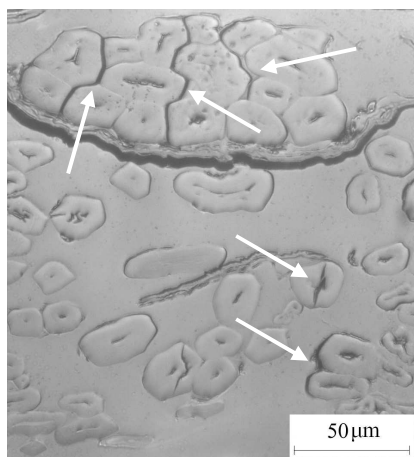


Fig. III-33. Défauts initiaux non comptabilisés.

3.3.2.2 Influence des paramètres d'observation et de mesure

Au cours de l'analyse, certains paramètres liés à la structure du matériau, à la zone de prélèvement des échantillons, au choix des faces à observer et à la méthode d'observation peuvent affecter les relevés de mesures. Dans cette partie, l'influence de ces paramètres est étudiée en vue d'établir des mesures de densités de fissures fidèles et reproductibles.

3.3.2.2.1 Localisation des couches observées

L'objectif est de vérifier l'influence de la position de la couche dans le stratifié par rapport à la densité de fissures. En effet, les composites FE_090 sont constitués de 12 couches de fibres unidirectionnelles également orientées à 0° et 90° (Fig. III-34). En raison de la symétrie, les couches médianes repérées 6 et 7, identiquement orientées à 90° , forment une couche deux fois plus épaisse que les autres.

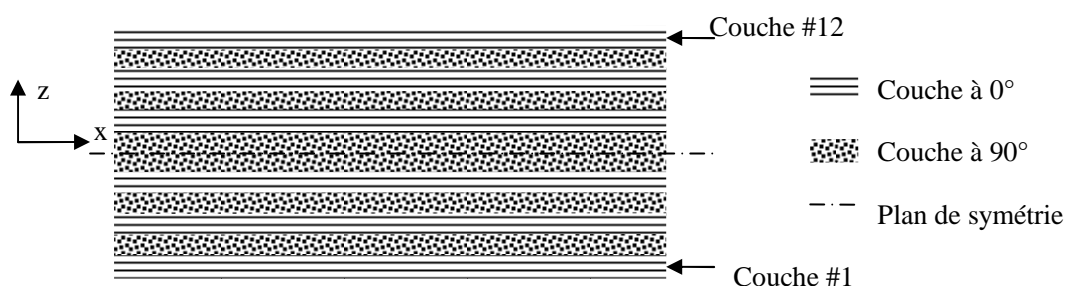


Fig. III-34. Numérotation des 12 couches dans le composite FE_090.

La Fig. III-35 présente l'évolution de la densité de fissures dans les couches constitutives de 3 échantillons [0/90], soumis à des chargements d'amplitude : 0,4, 0,6 et 0,8 UTS. La densité de fissure a été établie d'après des observations sur 20mm de l'échantillon. On note que cette densité de fissures mesurée sur un même échantillon (inter-plis) présente une certaine variation, d'une couche à une autre, avec un écart-type de 2 à 4 fissures/cm et un coefficient de variation de 18 à 45%. Dans le même temps, on remarque que la densité de fissures augmente naturellement avec le chargement. Le développement des fissures intralaminaires ne semble être privilégié dans aucune couche particulièrement. Donc, les couches externes et symétriques 2 et 11 ne montrent pas plus ou moins de fissures que les couches intérieures 4, la paire 6 et 7 ou la couche 9. Bien que la paire de plis 6 et 7 forme une couche plus épaisse, de l'ordre de 0,33mm alors qu'elle est de 0,17mm en moyenne pour les autres plis, elle ne possède pas moins de fissures que les couches plus fines, comme cela est noté dans la littérature, à propos des composites conventionnels [198] [199].

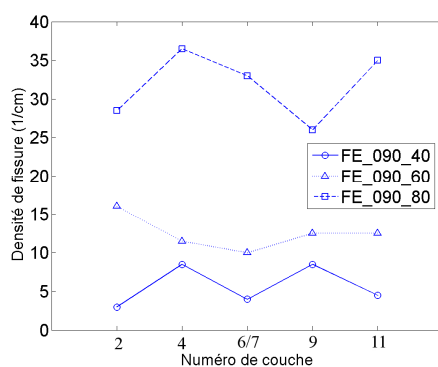


Fig. III-35. Variabilité des densités de fissures pour différents niveaux de charge, en fonction de la position des plis pour le FE_090.

3.3.2.2.2 Position des faces observées

Dans les travaux mentionnés dans [200], il est rapporté que la fissuration interlaminaire d'un composite en carbone/époxy soumis à un chargement de traction quasi-statique, se propage de l'extérieur vers l'intérieur de l'éprouvette, en raison des effets de bords (Fig. III-36). Deux échantillons ayant la même position sur la longueur de l'éprouvette (Fig. III-37), ont été prélevés sur un même spécimen FE_090_100 sollicité en traction uniaxiale jusqu'à rupture. Comme la position du pli dans l'épaisseur n'a pas d'influence sur la fissuration (Section 3.3.2.2.1), les fissures des plis à 90° dont les faces sont orientées au bord et au cœur du matériau, sont comptées. Afin d'éviter une erreur systématique dans le décompte des fissures, celles des couches non symétriques, numérotées 2 et 9 sont évaluées. Les mesures des densités de fissures, reportées sur la Fig. III-38 n'indiquent pas plus de fissures au bord qu'au cœur de l'éprouvette, en dépit de la dispersion des mesures.

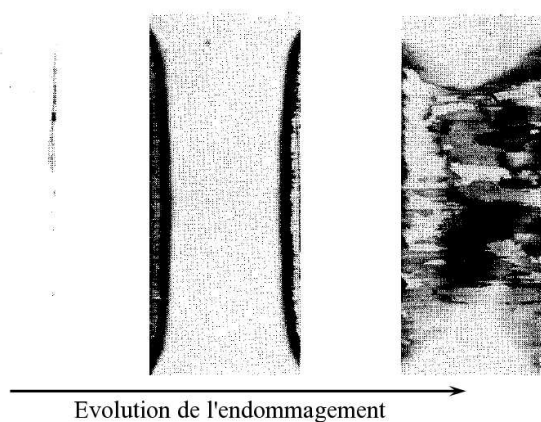


Fig. III-36. Propagation de la fissuration interlaminaire dans une éprouvette en carbone/époxy sous chargement de traction [200].

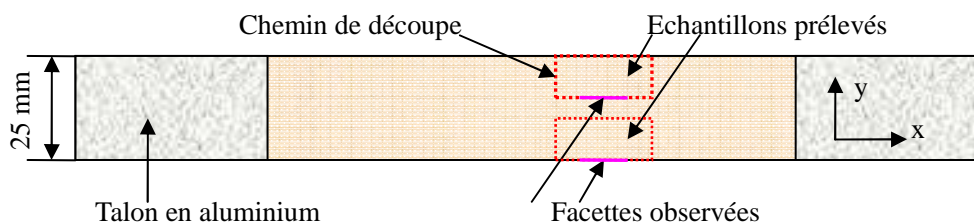


Fig. III-37. Position des échantillons prélevés et facettes observées.

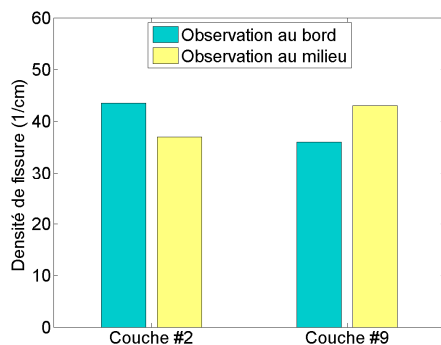
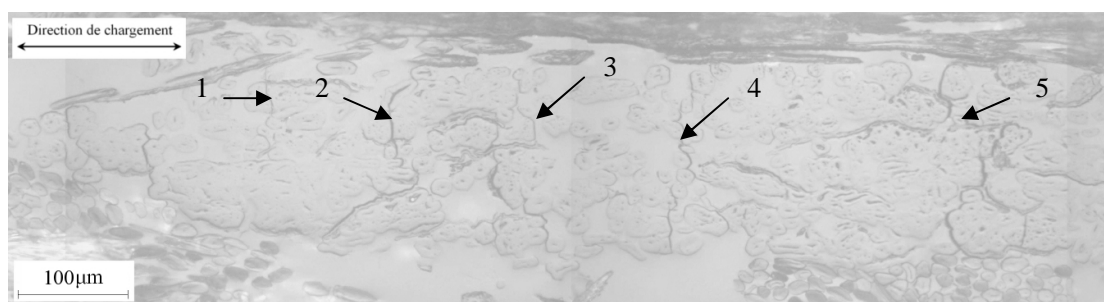


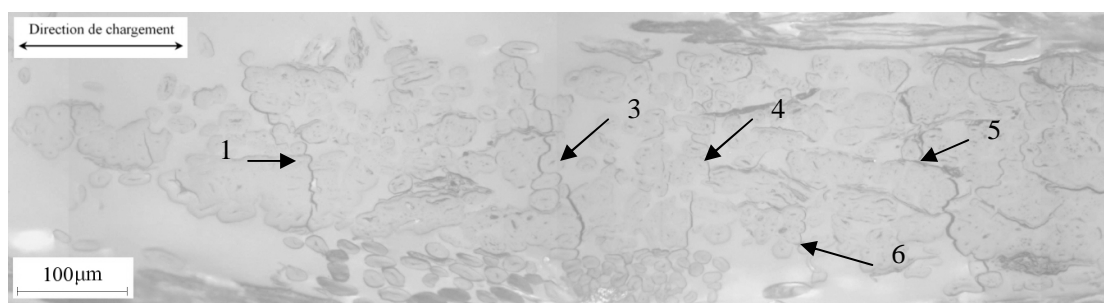
Fig. III-38. Densités de fissures au bord et au cœur d'échantillons FE_090.

3.3.2.3 Profondeur de l'observation

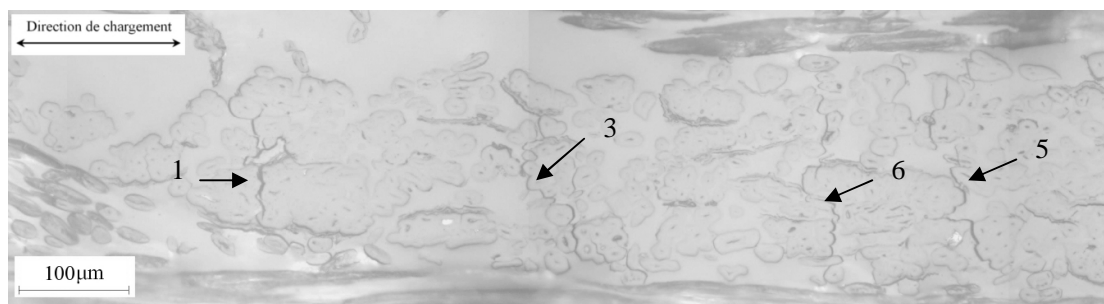
Des observations d'une même face sont réalisées à différentes profondeurs (suivant la largeur de l'éprouvette) dans la matière, afin de suivre l'évolution de la fissuration dans la direction perpendiculaire au plan d'observation. L'enlèvement de matière dans la profondeur de l'échantillon est fait par une série de polissages successifs. La Fig. III-39 présente successivement les vues superficielles de la surface d'un échantillon puis à 0,25mm, 0,75mm et 1,75mm de la surface.



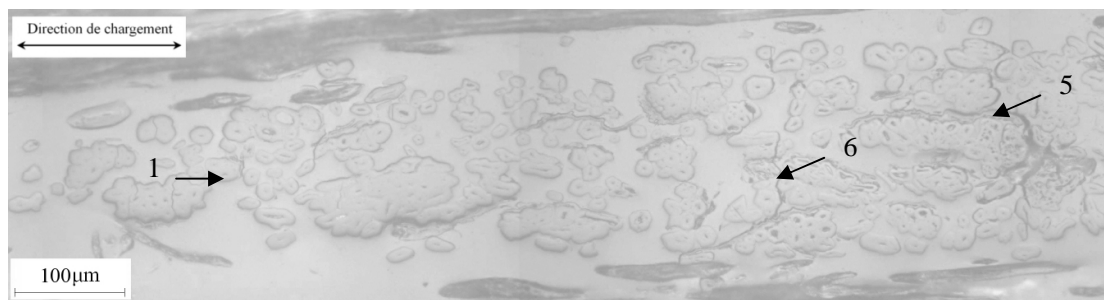
a) Premier plan



b) Après enlèvement de 0,25 mm de matière



c) Après enlèvement de 0,75 mm de matière



d) Après enlèvement de 1,75 mm de matière

Fig. III-39. Evolution de la fissuration sur une même face à différentes profondeurs de polissage.

On peut remarquer qu'en fonction de la profondeur, les fissures présentent des aspects variables :

➤ Profil et forme

La fissure répertoriée N°5 a un profil en « S » (Fig. III-39 a), puis à 0,25mm elle présente une forme en barre oblique (Fig. III-39 b), et finalement à 1,75mm de profondeur, son profil devient un « 3 » (Fig. III-39 d). Cela est probablement dû aux obstacles qu'elle rencontre.

➤ Longueur

La longueur de la fissure N° 1 est évaluée à 75 μm, 180 μm, 125 μm, 87 μm respectivement pour les profondeurs de 0 mm, 0,25 mm, 0,75 mm et 1,75 mm.

➤ Visibilité

Les fissures N° 2, 4 et 3 ne sont plus visibles au-delà de 0,25, 0,75 et 1,75 mm de profondeur, respectivement sur les Fig. III-39 b, c et d alors que la N°6 apparaît à 0,25 mm (Fig. III-39 b). La « disparition » de certaines fissures en fonction de la profondeur d'observation indique qu'elles ne sont pas nécessairement traversantes, contrairement aux hypothèses faites dans la littérature.

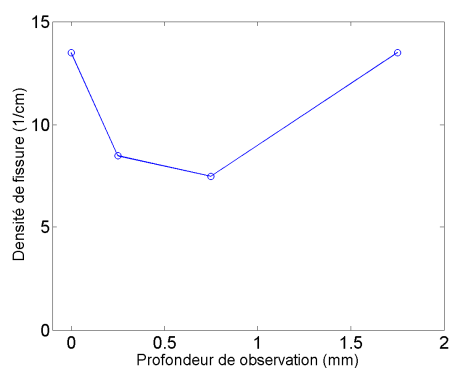


Fig. III-40. Evolution la densité de fissures en fonction de la profondeur du polissage.

La Fig. III-40 présente l'évolution de la densité de fissures en fonction de la profondeur de polissage, sur une distance d'observation limitée à 20 mm pour des raisons matérielles. Le nombre de fissures observées varie, cependant, sur la base des dispersions non négligeables évoquées dans la Section 3.3.2.2.1, leur décompte peut être globalement considéré stable. L'écart-type de la densité de fissures des quatre mesures présentées est de 3,2/cm avec un coefficient de variation de 30%. Ces mesures sont dans l'ordre de grandeur des variations inter-plis évoquées dans la Section 3.3.2.2.1.

3.3.2.2.4 Position des échantillons

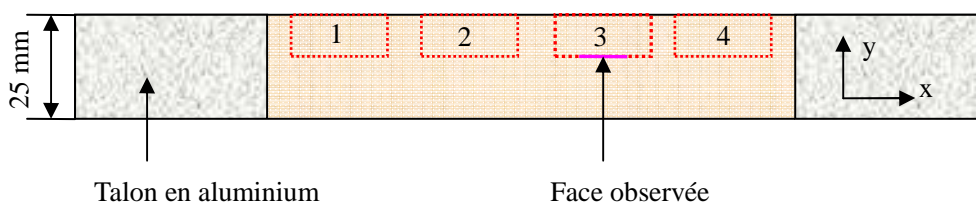


Fig. III-41. Position et repérage des 4 échantillons observés sur une éprouvette testée.

Afin d'observer l'influence de la position du prélèvement des échantillons sur la quantification des fissures, quatre échantillons de 20 mm de long sont découpées d'une façon répartie suivant la longueur (Fig. III-41). Pour tous les échantillons, seules les fissures localisées dans les couches transversales 2 et 9 (Fig. III-34) sont comptées.

Les densités de fissures représentées dans la Fig. III-42, montrent des résultats très proches pour tous les échantillons, sachant que les variations pour ces quatre positions sont respectivement de 17% et 16% pour les couches 2 et 9. Ces valeurs sont du même ordre de grandeur que les variations inter-plis mesurées (Section 3.3.2.2.1). Il apparaît donc que la position de la mesure soit un paramètre peu influent dans la fissuration. Celle-ci est donc relativement homogène. Cela est dû aussi au fait que l'éprouvette a développé un grand nombre de fissures compte tenu du chargement qu'elle a subi. Il est probable qu'il y ait une plus grande dispersion de la densité de fissure en fonction de la localisation pour de faible chargement.

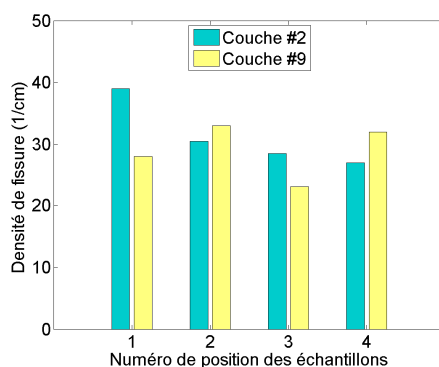


Fig. III-42. Evolution du nombre de fissures observées dans les échantillons.

3.3.2.3 Processus de découpe finale

L'étude de sensibilité précédente (Section 3.3.2.2) sur le FE_090 a montré que la mesure des densités de fissures est indépendante, dans notre cas, de la localisation des couches, du choix de la facette observée sur l'échantillon (au bord ou à cœur), de la profondeur de polissage lors de l'observation et de la position des échantillons dans l'axe de l'éprouvette. Finalement, sur la base de ces constats, la

stratégie de mesure consiste à prélever et observer les deux échantillons référencés 1 et 2 dans la Fig. III-41, pour chaque éprouvette testée en traction interrompue. Le protocole de préparation des surfaces à observer est le même que celui décrit dans la Section 2.1.1.

3.3.3 Eprouvettes orthogonales en [0/90]

3.3.3.1 Définition des modules

Les matériaux ayant présentant de la viscosité forment des boucles d'hystérésis lorsqu'ils sont soumis à un chargement cyclique. L'alternance du chargement dans le temps (Fig. III-27 a) implique un chemin de charge et décharge non confondus dans la courbe contrainte-déformation (Fig. III-43). A cet égard, il existe dans la littérature, de nombreuses définitions du module d'Young d'un matériau présentant de l'hystérésis, [10] [195] [201] [202] [203] [204], dont les pentes sont matérialisées dans la Fig. III-43. On identifie généralement E_f appelé module de fatigue, E_s le module sécant, $E_{Ch,D}$, $E_{Ch,F}$, $E_{dCh,F}$ et $E_{dCh,D}$ qui sont les modules tangents mesurés en début (D) ou à la fin (F) dans les phases de charge (Ch) ou décharge (dCh). En effet, E_f n'est pas une réponse au moment de la charge, mais plutôt une réponse intégrant l'histoire du chargement par le cumul des déformations élastiques et plastiques.

Pour cette campagne d'essais quasi-statiques intégrant des cycles, le module d'Young tangent du début de chargement $E_{Ch,D}$ est mesuré conformément à la norme ISO 527-4 [187]. Cependant, certains auteurs considèrent que le module au début de la décharge ($E_{dCh,D}$) serait le plus pertinent, car il correspond à une réponse purement élastique [10] [203] [204]. Ainsi, l'évolution des modules $E_{Ch,D}$, $E_{dCh,D}$ et E_s est discutée par la suite.

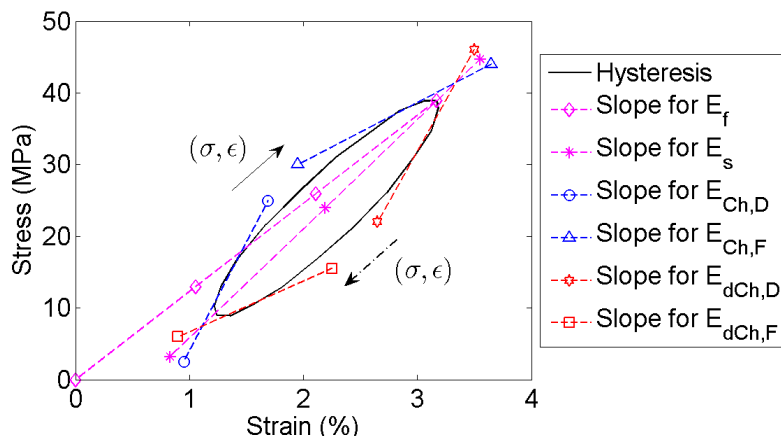


Fig. III-43. Boucle d'hystérésis et matérialisation des différentes pentes de calcul des modules d'Young.

3.3.3.2 Evolution des modules

La Fig. III-44 a et b présente des courbes de traction cyclique correspondant au chargement de la Fig. III-27 a, superposées avec celles de traction monotone du FE_090 et GE_090 (Fig. III-9).

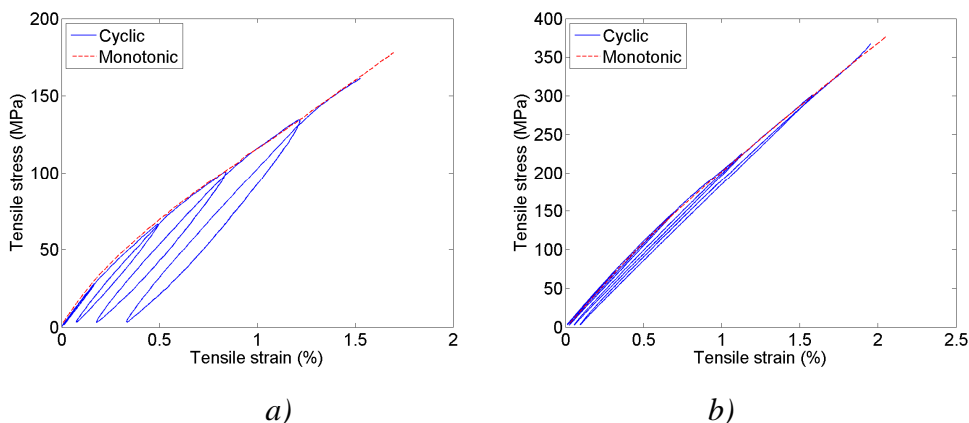


Fig. III-44. Courbes de traction cyclique et monotone superposées pour le a) FE_090 et b) GE_090.

On observe une bonne coïncidence entre les deux graphes. Les trajets de remise en charge se confondent quasiment avec la courbe de l'essai monotone jusqu'à la rupture. Les déformations résiduelles en fonction du chargement maximum dans l'histoire du matériau sont tracées dans la Fig. III-45. On constate l'apparition de déformations plastiques après la décharge, dès lors que la contrainte maximale du cycle est supérieure à celle correspondant au point de changement de pente, pour

FE_090. Ce phénomène suggère probablement le développement de l'endommagement. En effet, le frottement des lèvres des fissures provoquent souvent des boucles d'hystérésis. Cette observation est de moindre ampleur et moins perceptible pour le GE_090.

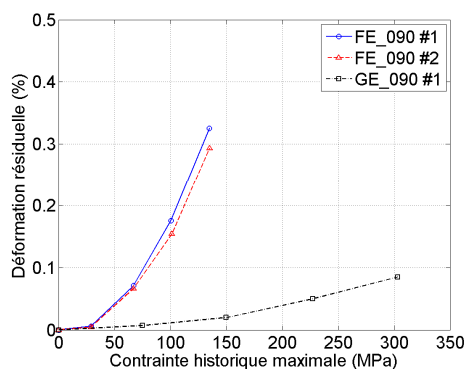


Fig. III-45. Déformations résiduelles après chaque cycle pour le FE_090 et le GE_090.

La Fig. III-46 montre l'évolution des modules déjà définis, adimensionnés par leur valeur initiale (E/E_0), en fonction du chargement maximum. Les tendances montrent pour le FE_090, une diminution du module sécant (E_s) alors que le module mesuré au début de la décharge ($E_{dCh,D}$) augmente avec la contrainte. S'agissant du module mesuré lors du début de la charge ($E_{Ch,D}$), il est intéressant de constater qu'il tend à rester constant. D'autre part une baisse est notée pour le GE_090, quel que soit le module considéré.

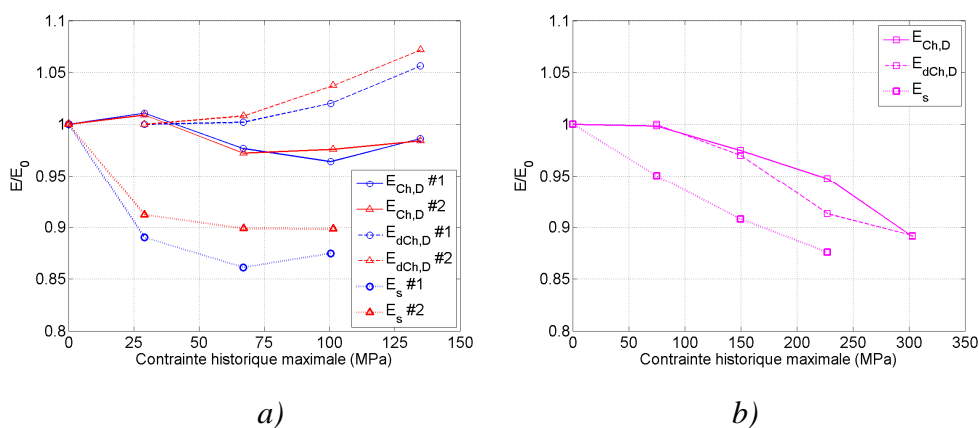


Fig. III-46. Evolution des modules normalisés pour : a) FE_090 ; b) GE_090.

L'évolution des plages de contrainte imposée lors du cyclage des éprouvettes (Fig. III-27) n'est pas sans effet sur le calcul du module sécant (E_s) des différentes boucles. Pour cela, la Fig. III-47 illustre l'influence des amplitudes du chargement sur la mesure de E_s à partir de deux boucles d'hystérésis de grande et faible amplitudes. On constate que lorsque la décharge est avancée (chargement plus petit), alors le module sécant mesuré est supérieur à celui du cycle de grande amplitude. Cela implique que de par la construction des cycles de chargement, E_s a naturellement vocation à diminuer en raison des amplitudes imposées. Il apparaît ainsi que la mesure du module sécant n'est pas un estimateur pertinent de l'évolution des endommagements au sein du matériau lors de chargements cyclés avec incrément de charge. Par conséquent, il ressort de la Fig. III-46 a que le module du FE_090 reste constant, voire augmente avec les cycles. Cependant, la mesure de l'évolution de la grandeur E_s garde toute sa pertinence lors du chargement en fatigue piloté en contrainte.

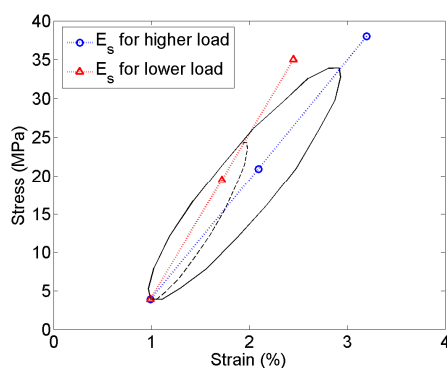


Fig. III-47. Schématisation de l'influence des amplitudes du chargement sur la mesure du module sécant.

3.3.3.3 Evolution de la densité de fissures

La Fig. III-48 présente les courbes contrainte/déformation d'essais de traction interrompues. Les essais pour chacun des cinq niveaux de charge (Tab. III-9) sont doublés. Dans un souci de visibilité, les paires de courbes expérimentales sont

décalées de 1% de déformation par rapport au niveau précédent.

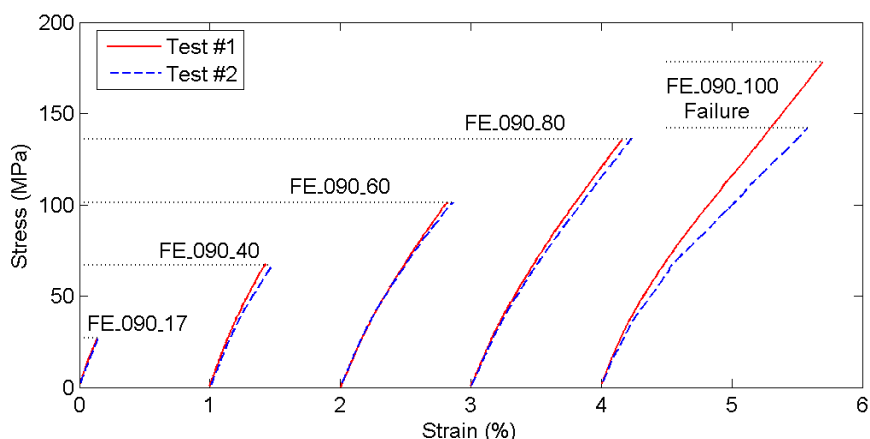


Fig. III-48. Courbes de traction arrêtée à différents niveaux de charge sur des éprouvettes *FE_090*.

Par comparaison avec la Fig. III-9, on constate que les spécimens *FE_090_17* sollicités jusqu'à 30 MPa, possèdent un comportement qui reste bien dans le premier régime linéaire. Les autres éprouvettes chargées au-delà, présentent dans leur comportement un « coude » qui correspond à un changement de pente pour une contrainte comprise entre 45 et 50 MPa correspondant à une déformation longitudinale entre 0,2 et 0,3%.

Les fissures transversales ont été observées au microscope optique. La Fig. III-49 schématise la distribution spatiale des fissures dans une des couches à 90° sur une longueur d'observation de 10 mm, en fonction du niveau de charge appliquée. On note évidemment une augmentation du nombre de fissures avec le chargement. Compte-tenu du caractère destructif de la méthode d'observation, les fissures identifiées ne se retrouvent pas forcément aux mêmes endroits en fonction du chargement. Seule la densité de fissures aura un intérêt.

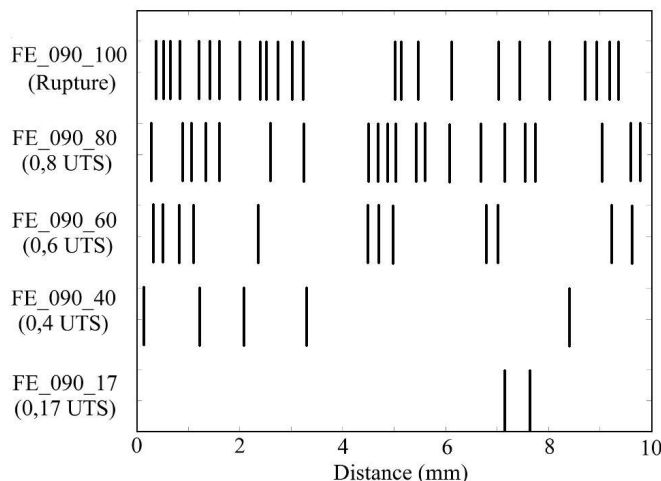


Fig. III-49. Schématisation de la répartition des fissures observées au microscope optique dans une couche des échantillons FE_090 en fonction du niveau de charge.

Les densités de fissures (ρ_f) en fonction de la déformation et la réponse quasi-statique typique de traction des FE_090 sont superposées sur la Fig. III-50 a. L'évolution de ρ_f en fonction de la contrainte d'arrêt est tracée dans la Fig. III-50 b.

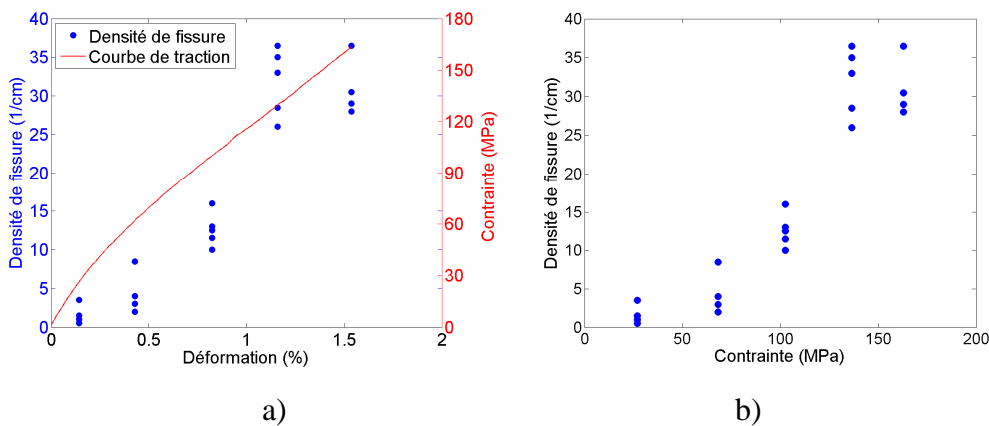


Fig. III-50. Evolution de la densité de fissures du FE_090 : a) en fonction de la déformation et b) de la contrainte d'arrêt.

Chaque point matérialisé dans les graphes, correspond à une mesure de la densité de fissures sur une couche à 90° . En effet, il n'y a pas de fissures visibles dans les couches à 0° . La dispersion des mesures pour un même niveau de charge, relève de la variabilité inter-couche au sein d'un même échantillon. Conformément à la Fig. III-49, ρ_f augmente avec le chargement. Cette évolution en forme de sigmoïde

(courbe en S), peut être subdivisée chronologiquement en trois phases :

- $0 < \sigma < 60\text{MPa}$ ($0 < \varepsilon < 0,45\%$), apparition marginale des fissures ;
- $60 < \sigma < 136\text{MPa}$ ($0,5 < \varepsilon < 1,2\%$), augmentation rapide de ρ_f ;
- $\sigma > 136\text{MPa}$ ($\varepsilon > 1,2\%$), saturation de la fissuration, jusqu'à la rupture.

Cette cinétique est en accord avec les observations faites sur des composites carbone/époxy stratifiés en $[0_m/90_n]_{ks}$ [194] [205]. A la saturation, ρ_f du FE_090 est comprise entre 25 et 35/cm, soit environ 3 à 15 fois plus que pour le carbone/époxy (2 à 10/cm) [194] [205] et 1 à 5 fois celle du verre/époxy (7 à 25/cm) [162] [206]. Les dispersions pour ces deux derniers sont du même ordre de grandeur que dans le cas présent du lin/époxy. La ruine finale du matériau survient avec l'apparition d'autres modes d'endommagement, tels que la rupture des renforts orientés à 0° .

Pour les composites conventionnels, à renforts de fibres de verre ou de carbone, l'endommagement des fibres est quasi-inexistant et les auteurs considèrent donc que la densité de fissures est suffisamment représentative de la santé du matériau. L'augmentation des fissures correspond à un accroissement de l'endommagement, qui confère plus de souplesse au matériau et donc moins de rigidité. Selon Joffe et Varna [206], le stratifié verre/époxy $[0_2/90_4]_s$ perd 20% de son module lorsque la densité de fissures atteint 7/cm. Les auteurs ne précisent pas la méthode de calcul du module. De façon similaire, une perte de module de 10 à 12% est aussi remarquée sur le GE_090 au terme du dernier cycle de charge (Fig. III-46 b). Dans le cas du composite lin/époxy (FE_090), le module reste constant ($E_{Ch,D}$) voire augmente ($E_{aCh,D}$) (Fig. III-51) de 5 à 7% pour ρ_f aux alentours de 31/cm. On peut penser que des mécanismes plus favorables, dépendant certainement des fibres de lin orientées longitudinalement, interviennent pour compenser la perte de module due à la fissuration des couches à 90° .

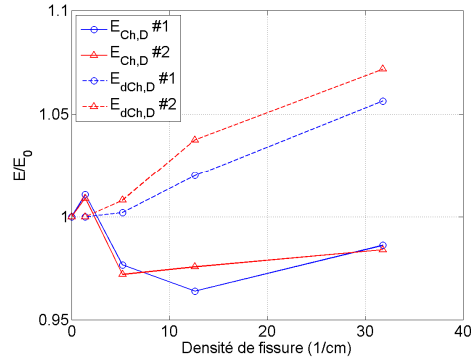
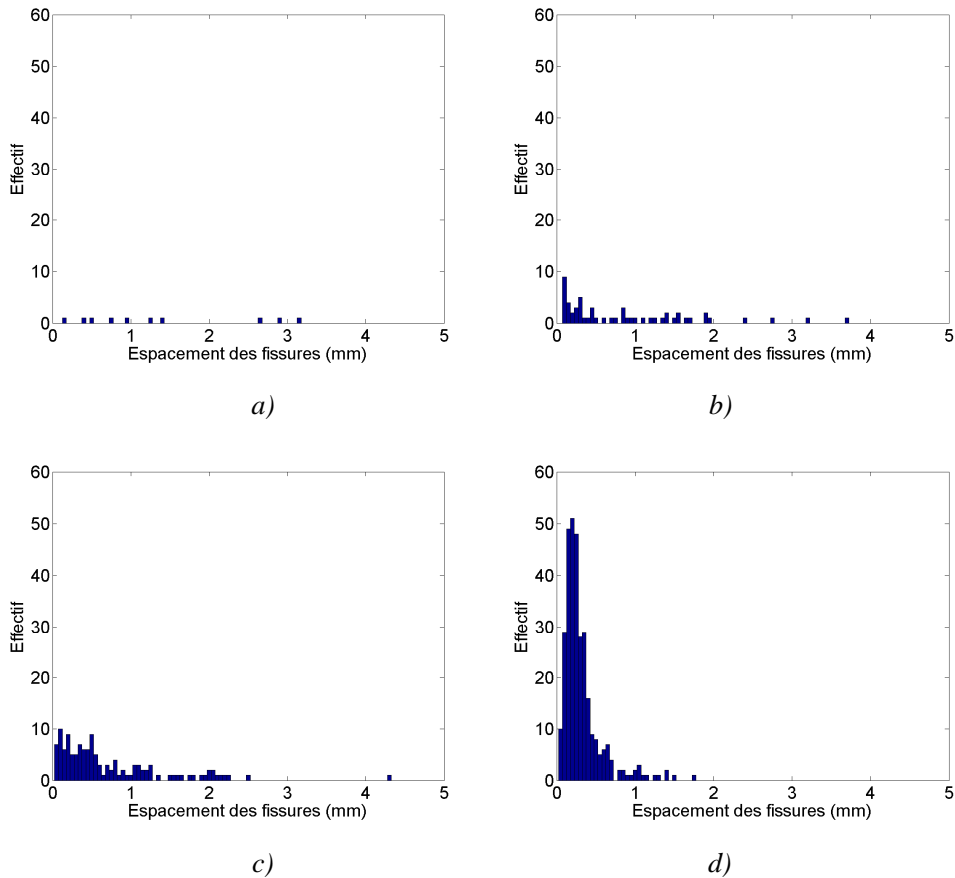
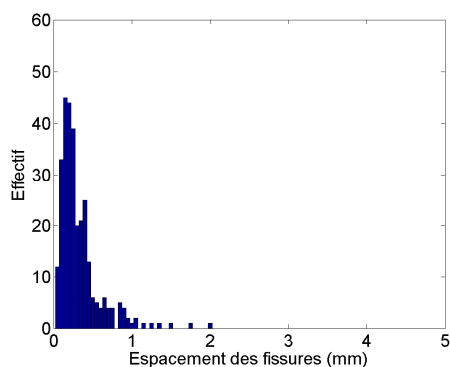


Fig. III-51. Evolution du module normalisé en fonction de la moyenne des densités de fissures du FE_090.

3.3.3.4 Evolution de l'espacement des fissures

L'étude des distances entre fissures successives est un indicateur quantitatif de l'endommagement du matériau. Les histogrammes de l'espacement des fissures dans les couches à 90° , pour les cinq niveaux de charge sont présentés dans la Fig. III-52. Les observations sont faites sur une longueur totale de 100 mm.





e)

Fig. III-52. Histogrammes de l'espacement des fissures des éprouvettes FE_090 pour les différents niveaux de charge : a) 0,17 UTS ; b) 0,4 UTS ; c) 0,6 UTS ; d) 0,8 UTS ; e) 1 UTS.

A faible charge (0,17 UTS), les distances entre fissures se répartissent à peu près aléatoirement entre 0,2 et 3,5 mm. Leur distribution semble uniforme pour une faible population de fissures (Fig. III-52 a). A partir de 0,4 UTS (102 MPa), il y'a une accélération de l'activité de fissuration. L'espacement devient très faible et les distances entre fissures se concentrent entre 0,05 et 1,5 mm (Fig. III-52 c). A la saturation (0,8 UTS), l'espacement se trouve majoritairement compris entre 0,05 à 1 mm (Fig. III-52 e).

Trois lois de distribution sont plus particulièrement adaptées aux histogrammes de l'espacement des fissures (Fig. III-53). Il s'agit des lois : normale (Eq. III-12), de Weibull (Eq. III-13) et log-normale (Eq. III-14). Leur courbe est superposée aux histogrammes des échantillons provenant des éprouvettes chargées à 0,8 UTS (136 MPa) et à rupture. Ces deux échantillons ont atteint la saturation et le nombre de fissures transversales est important ce qui rend l'exploitation possible. La loi uniforme n'est pas tracée car la forme des histogrammes ne s'y prête pas. La qualité de l'adaptation des lois est évaluée par l'indice R^2 dont les valeurs sont données dans le Tab. III-11. Ainsi, la loi log-normale, pour laquelle l'indice est le plus proche de l'unité, est celle qui convient le mieux. En effet, la loi normale peut produire des nombres négatifs en raison de ses limites à $\pm\infty$ ce qui n'est pas cohérent avec des distances inter fissures.

$$y = f(x|\mu, \sigma) = \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}} e^{-\frac{(x-\mu)^2}{2\sigma^2}} \quad \text{Eq. III-12}$$

$$y = f(x|\mu, \sigma) = \frac{b}{a^b x^{1-b}} e^{-\left(\frac{x}{a}\right)^b} I_{(0,\infty)}(x) \quad \text{Eq. III-13}$$

$$y = f(x|\mu, \sigma) = \frac{1}{x\sigma\sqrt{2\pi}} e^{-\frac{(\ln(x)-\mu)^2}{2\sigma^2}} \quad \text{Eq. III-14}$$

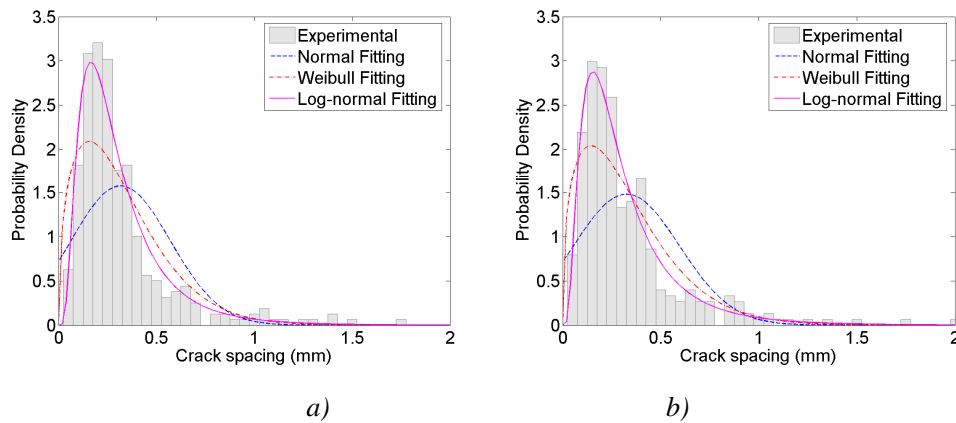


Fig. III-53. Adaptation des lois de distribution aux distances entre fissures à la saturation : a) à 0,8 UTS (FE_090_80) et b) à la rupture (FE_090_100).

		Eprouvette				
Loi	Paramètre	FE_090_17	FE_090_40	FE_090_60	FE_090_80	FE_090_100
Normale	R^2	-	-	-	0,5959	0,5072
	R^2	-	-	-	0,8189	0,8521
Log-normale	R^2	0,2432	0,9231	0,9565	0,9682	0,9686
	μ	1,2717	-0,4684	-0,7999	-1,3746	-1,378
	σ	0,5862	1,2803	1,044	0,6531	0,7040

Tab. III-11. Indices R^2 des différentes lois distribution adaptées et les paramètres de la loi log-normale.

Il faut remarquer que la loi log-normale s'adapte moins bien aux distributions de fissures liées aux faibles chargements, au regard des valeurs de R^2 (Tab. III-11). Plus particulièrement, l'éprouvette FE_090_17 présente un très faible nombre de fissures, qui ne permet pas de valider cette loi.

La Fig. III-54 a regroupe les cinq courbes issues des lois log-normales établies. L'évolution de leurs paramètres caractéristiques tels que le mode, la médiane et la variance en fonction des niveaux de charge est tracée (Fig. III-54 b). Ainsi, à la saturation, soit à partir de 0,8 UTS (FE_090_80 et FE_090_100), les courbes de distribution se confondent quasiment. Les paramètres caractéristiques convergent vers un pas de fissuration de 0,2 mm. Le mode quant à lui, tend de manière asymptotique vers cette même valeur, dès les chargements à 0,4 UTS.

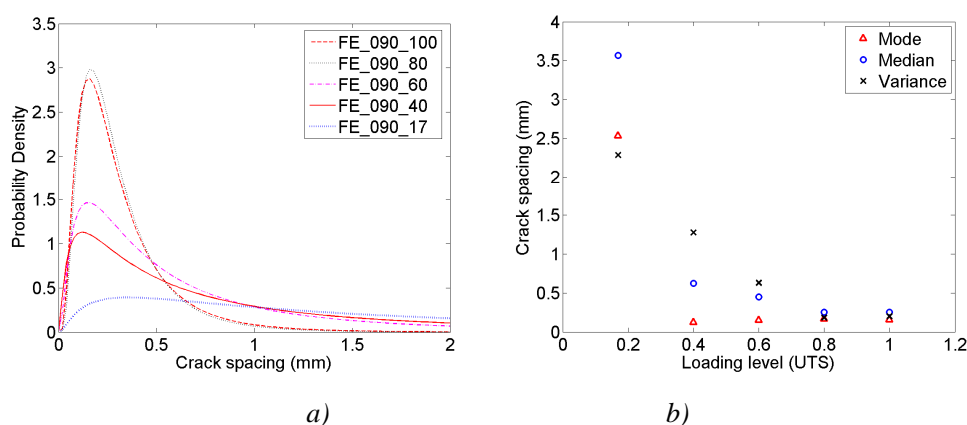


Fig. III-54. a) Superposition de la loi log-normale des distances de fissuration pour différents niveaux de charge ; b) évolution des paramètres caractéristiques en fonction du chargement.

La distribution des espacements entre fissures est très dispersée (Fig. III-49, Fig. III-52) mais de mémoire cela vient du fait qu'il y a des zones de résines qui séparent les torons. Donc la distance inter fils provoque les grandes distances inter fissures et dans les torons on a des fissures beaucoup plus rapprochées. Les micrographies (Fig. III-55) révèlent l'existence d'espacements plus larges, pouvant atteindre 2mm, qui accompagnent souvent un deuxième pic dans l'histogramme des distances, au sein des échantillons ayant atteint la saturation. Ce pic est localisé vers 0,4 et 0,5 mm dans les Fig. III-52 d et e. Il semble correspondre à l'espacement des torons le plus fréquent (Section 2.4.3). Les distances plus importantes sont généralement des zones riches en résine, localisées entre deux torons successifs.

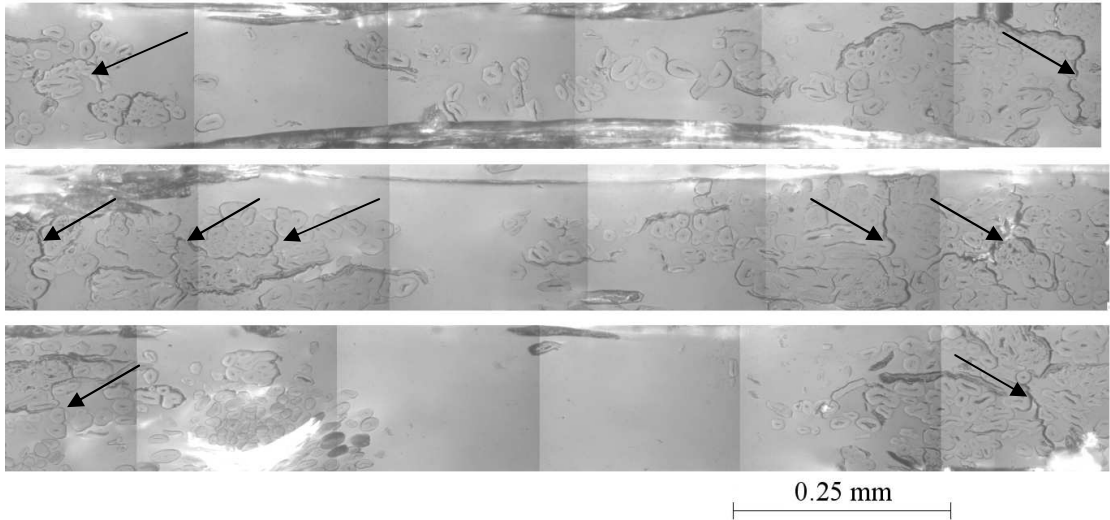


Fig. III-55. Micrographies illustrant l'espacement important entre les fissures indiquées par des flèches et les zones riches en résine.

Fort du précédent constat, une étude quantifiant séparément les distances entre les fissures et entre les torons est réalisée sur une éprouvette FE_090. On constate que la combinaison de leurs lois de distribution (R^2 égale à 0,9875 contre 0,9852), améliore légèrement l'adaptation des résultats expérimentaux, notamment en queue de distribution (Fig. III-56).

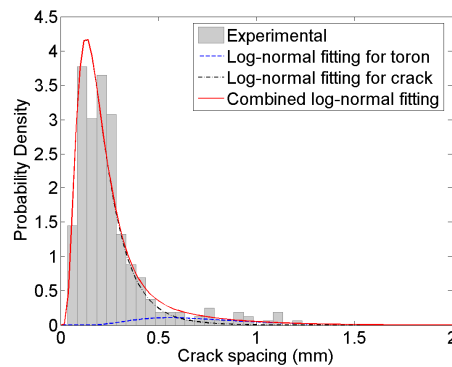


Fig. III-56. Distribution des fissures sur une éprouvette FE_090. Courbes d'adaptation de l'espacement des fissures, des torons et leur combinaison.

En raison du faible rôle des torons dans la loi de distribution des fissures, respectivement R^2 égale à 0,9875 contre 0,9852, l'effet des torons peut être négligé. Cela est dû au fait qu'il y a beaucoup plus de fissures dans les torons que de distances inter torons.

3.3.4 Eprouvettes croisées en [45/-45]

3.3.4.1 Evolution des modules

Comme précédemment, les courbes de traction avec des cycles charge décharge des éprouvettes lin/époxy et verre/époxy en $[\pm 45]_{3S}$, coïncident correctement avec celles de traction monotone (Fig. III-57 a et b). Les graphes des essais cycliques et monotones se confondent bien ce qui suggère que les cycles ne jouent pas de rôle dans le comportement étudié. L'évolution des déformations résiduelles, est tracée dans la Fig. III-58. Les déformations irréversibles mesurées, sont comparables pour les deux matériaux (FE_45 et GE_45).

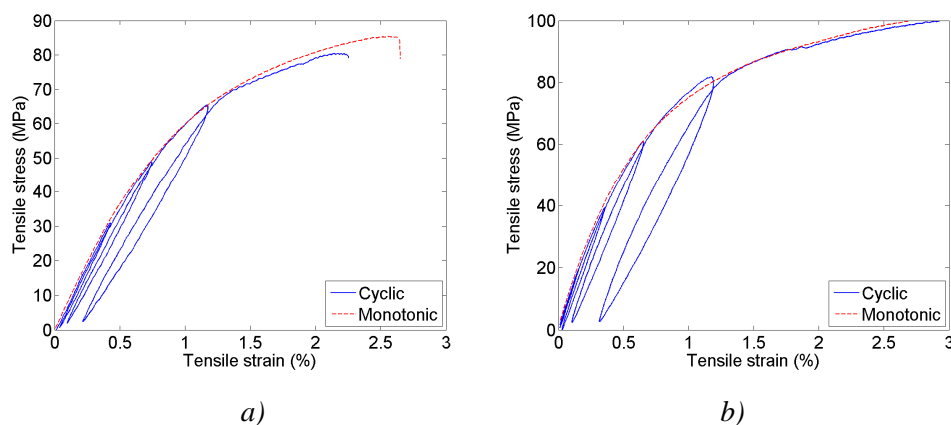


Fig. III-57. Courbes de traction cyclique et monotone superposées pour le a) FE_45 et GE_45.

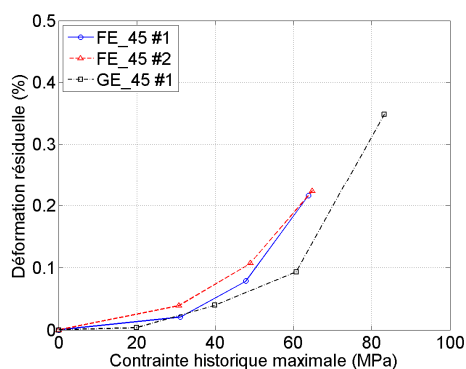


Fig. III-58. Déformations résiduelles pour le FE_45 et le GE_45.

L'évolution des modules ($E_s, E_{Ch,D}, E_{dCh,D}$) normalisés en fonction du chargement maximal est tracée dans la Fig. III-59. On observe leur diminution à

mesure que les chargements sont effectués et cela pour les éprouvettes issues des deux composites. On note que dès le deuxième cycle de charge (Fig. III-27 b), le FE_45 perd de 2 à 7% de module, indiquant un endommagement précoce du matériau.

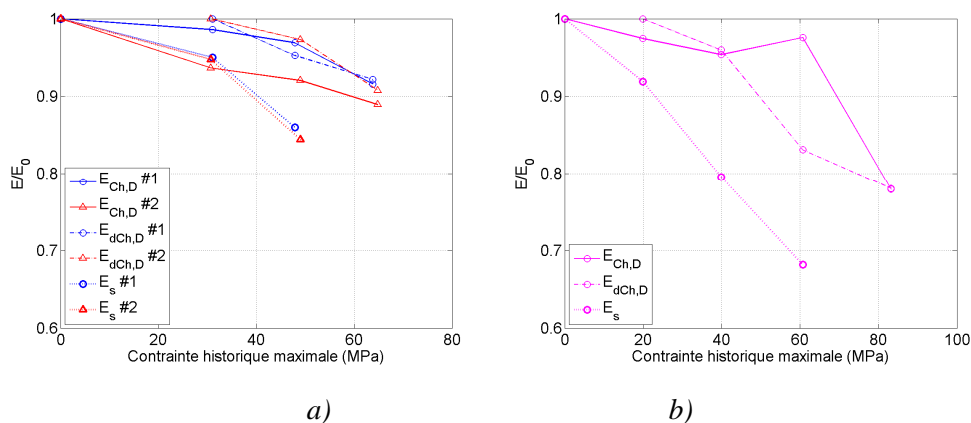


Fig. III-59. Evolution du module normalisé en fonction du chargement pour le a) FE_45 ; b) GE_45.

3.3.4.2 Evolution de la densité de fissures

La Fig. III-60 présente les courbes des deux essais doublées de traction interrompue d'éprouvettes de lin/époxy à $[\pm 45]_{3S}$, soumises en plus à des cycles sur quatre niveaux de charge (Fig. III-27 b). Pour la lisibilité du graphe, chaque paire de courbes est décalée de 1% de déformation par rapport au niveau précédent. On peut remarquer que les deux éprouvettes de FE_45_40 (0,4 UTS) et FE_45_60 (0,6 UTS) restent dans le domaine élastique linéaire. Au-delà de ce niveau de charge, les spécimens montrent un comportement non-linéaire jusqu'à la rupture.

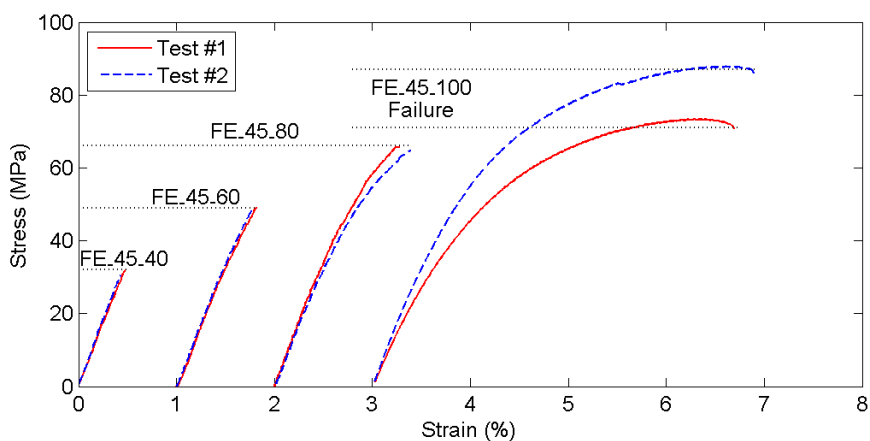


Fig. III-60. Courbes d'essais de traction arrêtés sur des éprouvettes lin/époxy en $[\pm 45]_{3S}$.

La cinétique de création des fissures dans une couche, orientée à $+45^\circ$ ou -45° , est schématisée dans la Fig. III-61, en fonction du niveau de charge appliquée. La longueur d'observation est de 10 mm et on remarque également une augmentation du nombre de fissures avec le chargement.

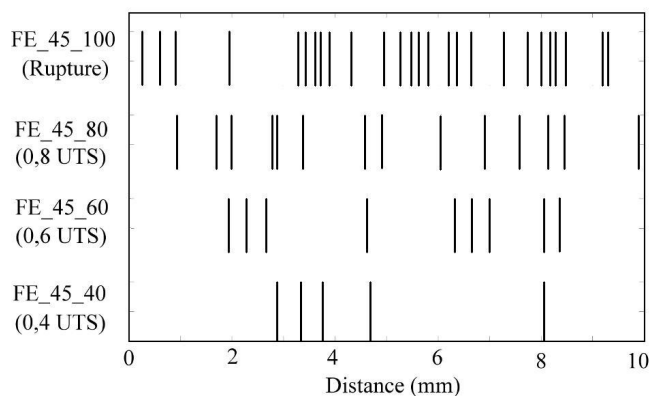


Fig. III-61. Schématisation de la répartition des fissures observées au microscope optique dans une couche des échantillons FE_45 en fonction du niveau de charge

Les densités de fissures (ρ_f) en fonction de la déformation et la réponse quasi-statique typique de traction des FE_45 sont superposées sur la Fig. III-62 a. L'évolution de la densité de fissures en fonction de la charge appliquée est tracée dans la Fig. III-62 b. Pour un même niveau de charge, les dispersions sont dues aux variations inter-plis observées.

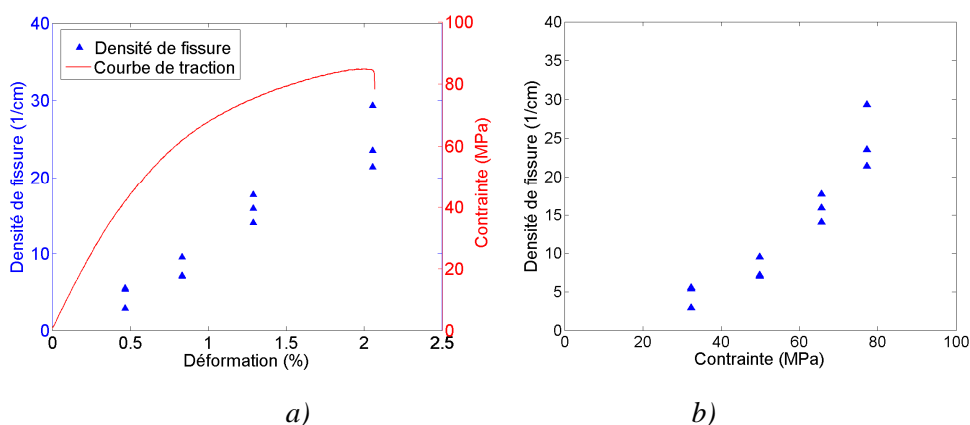


Fig. III-62. Evolution de la densité de fissures du FE_45 : a) en fonction de la déformation et b) de la contrainte d'arrêt

A la différence du FE_090 (Fig. III-50), l'augmentation de ρ_f est davantage linéaire pour le FE_45, sans passer par un état de saturation des fissures. Cette proportionnalité entre la densité de fissures et le chargement est aussi observée dans le carbone/époxy, sur les couches orientées hors axe ($\pm 45^\circ$ ou $\pm 55^\circ$) selon [207].

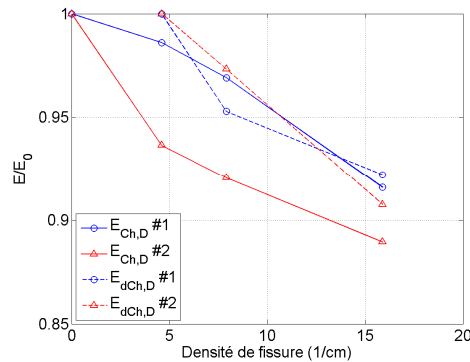


Fig. III-63. Evolution du module normalisé en fonction de la moyenne des densités de fissures du FE_45.

En faisant correspondre la perte de module à l'évolution de la densité de fissures du FE_45, on peut observer un lien direct comme le montre la Fig. III-63. En effet, plus il y a de fissures intralaminaires créées, plus le matériau s'endommage et par conséquent s'assouplit. Il est donc probable que ce seul mécanisme explique l'évolution de la loi de comportement de ces matériaux.

3.3.4.3 Evolution de l'espace des fissures

La Fig. III-64 présente les histogrammes de la distribution des distances entre fissures, pour des mesures effectuées sur une longueur totale d'observation de 100mm. Lorsque le chargement est faible, les distances entre fissures sont réparties plus ou moins aléatoirement, de 0,2 à 5 mm, voire même plus (Fig. III-64 a). Cela est donc normal et dépend fortement de la distribution aléatoire des défauts les plus importants. A mesure que le chargement croît, leur nombre augmente, diminuant ainsi leur espacement et la variabilité. A la rupture, le phénomène de fissuration s'intensifie, le pas entre les fissures devient très faible. Il est généralement compris entre 0,05 et 0,75 mm (Fig. III-64 d).

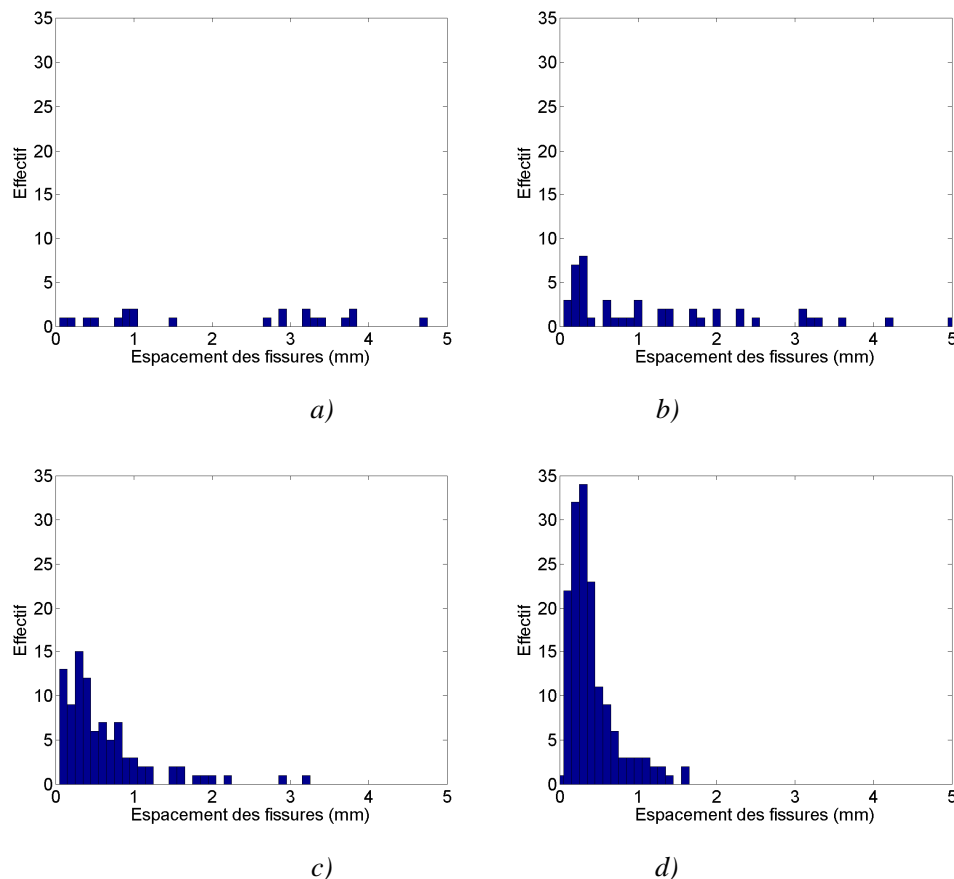


Fig. III-64. Histogrammes de l'espace des fissures des éprouvettes FE_45 pour les différents niveaux de charge : a) 0,4 UTS ; b) 0,6 UTS ; c) 0,8 UTS ; d) 1 UTS.

La loi log-normale a été appliquée aux histogrammes pour différents niveaux de charge. A titre d'exemple, la Fig. III-65 a illustre la bonne adéquation de cette loi pour les éprouvettes FE_45 menées à la rupture. Ces courbes pour différents chargements, sont superposées dans la Fig. III-65 b.

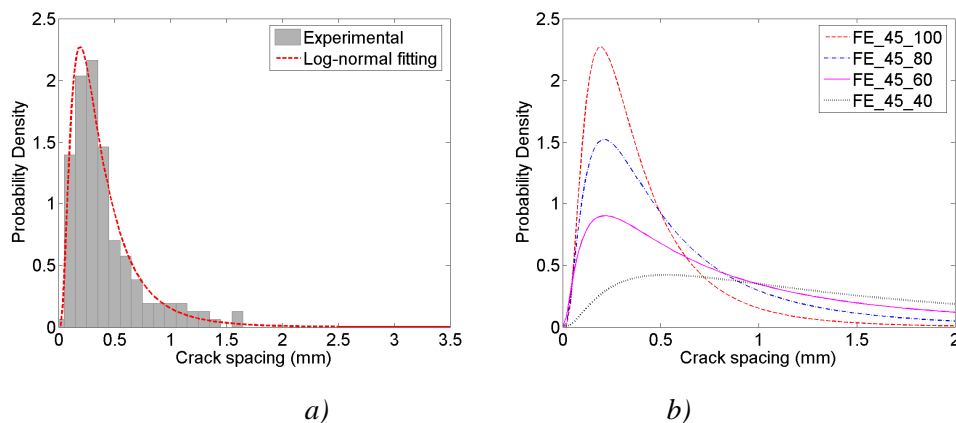


Fig. III-65. a) Adaptation de la loi log-normale à la distribution des distances inter-fissures à la rupture du FE_45 ; b) superposition des lois log-normales pour tous les niveaux de charge.

Les valeurs des paramètres sont tabulées dans le Tab. III-12. L'indicateur R^2 se rapprochant de l'unité, montre que la distribution réelle des distances entre fissures s'adapte de mieux en mieux à cette loi, à mesure que le chargement augmente. Ce phénomène est classique en statistique.

Paramètres	FE_45_40	FE_45_60	FE_45_80	FE_45_100
R^2	0,5278	0,8389	0,9758	0,9805
μ	0,4469	-0,3021	-0,8193	-1,1452
σ	1,0414	1,1098	0,8574	0,7093

Tab. III-12. Paramètres de la loi log-normale adaptée à la distribution de l'espacement des fissures des éprouvettes FE_45 en fonction des niveaux de charge.

La Fig. III-66 présente l'évolution des paramètres caractéristiques de la loi log-normale, tels que le mode, la médiane et la variance en fonction du chargement. Ces paramètres tendent naturellement vers la même valeur. Comme pour les éprouvettes FE_090 (Fig. III-54 b), le mode converge très rapidement vers un pas de 0,2 mm.

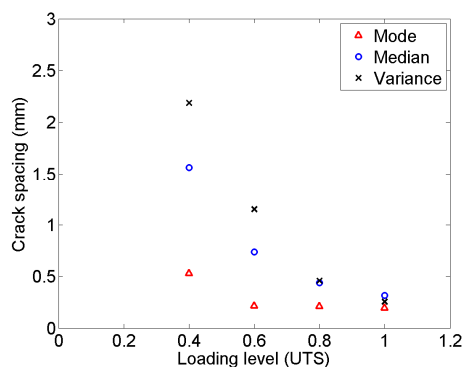


Fig. III-66. Evolution des paramètres caractéristiques de loi log-normale en fonction du chargement des éprouvettes FE_45.

3.3.5 Discussion

Le module du FE_090 reste constant, voire augmente avec l'endommagement quantifié par les densités de fissures mesurées, alors qu'il apparaît que le GE_090 présente une perte non-négligeable de module de l'ordre de 10 à 12%. Ce dernier constat est conforme à la littérature portant sur les composite verre/époxy

[206]. Cette différence entre le lin/époxy et le verre/époxy peut être attribuée en partie, à la réorientation des microfibrilles contenues dans les fibres de lin.

En effet, la fibre de lin possède une structure composite de section cylindrique voire polygonale, creuse, dont la paroi est schématiquement constituée de 4 couches concentriques (Fig. I-2). Parmi elles, la couche S2 contient des microfibrilles inclinées d'un angle moyen autour de 10° , par rapport à l'axe de la fibre, d'après leur arrangement initial. Ce faisant, les microfibrilles ont tendance à se redresser, lorsque la fibre est sollicitée selon son axe, accroissant ainsi son module [10] [46]. Baley [46] a effectué des essais de traction cyclique avec des incréments de charge sur des fibres élémentaires de lin. Son étude révèle une augmentation du module qui peut dépasser 50%. D'autre part, les observations sur les stratifiés fabriqués montrent que les fibres de lin mises en œuvre dans les composites (Section 2.4.2, Fig. II-7 a) sont ondulées au sein du composite, à la différence de celles de verre qui restent droites. Ainsi, de façon similaire à l'inclinaison des microfibrilles, l'ondulation des fibres peut contribuer en partie au phénomène de raidissement des renforts.

Il est aussi intéressant de comparer, les déformations résiduelles du FE_090 et GE_090 (Fig. III-67) en fonction de la déformation maximale des cycles. Les éprouvettes FE_090 sollicitées à $\varepsilon > 0,4\%$, rentrent dans le deuxième régime linéaire de la courbe contrainte-déformation et présentent plus de déformation résiduelle que le GE_090. Le FE_090 alors manifeste un comportement élasto-plastique après le « coude ». Chaque incrément de charge crée un supplément de déformation résiduelle. Il est probable qu'un meilleur alignement des éléments (microfibrilles et fibres), offre un module plus élevé pour les couches à 0° , ce qui compenserait la perte liée à la fissuration dans les couches à 90° .

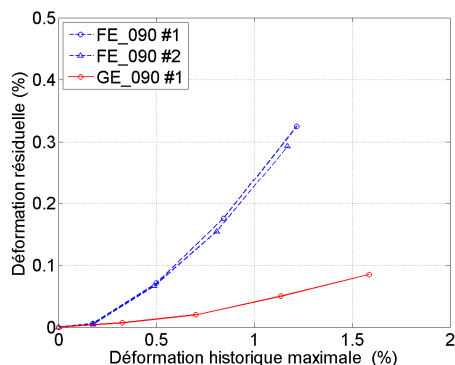


Fig. III-67. Déformation résiduelle du FE_090 et GE_090 en fonction de la déformation maximale historique des essais de traction cyclique.

3.4 Conclusion

Ce chapitre s'intéresse à la caractérisation quasi-statique et au suivi de l'endommagement. Les observations ont été faites sur des composites lin/époxy et verre/époxy à renforts unidirectionnels, orthogonaux et croisés. Les comportements issus de chargements quasi-statiques monotones ainsi que des propriétés mécaniques ont été identifiés. La comparaison des caractéristiques mécaniques des deux types de matériaux a été faite sur la base de composites ayant le même taux volumique de fibres ($V_f \approx 43\%$) et le même empilement : $[0/90]_{3S}$ et $[\pm 45]_{3S}$.

Les résultats montrent que les composites lin/époxy possèdent des propriétés mécaniques plus faibles que le verre/époxy. Par contre, l'écart entre les deux diminue en termes de valeurs spécifiques car le lin/époxy a une densité plus faible (1,28 contre 1,79). A l'échelle du composite, les unidirectionnels FE_0 et FE_90 présentent de faibles dispersions ($COV \approx 5-10\%$) comparativement aux fibres élémentaires ($COV \approx 30-60\%$). Cette différence s'explique par un effet de moyenne. Ainsi, les dispersions dans les composites lin/époxy sont similaires à celles du verre/époxy ($COV \approx 5-10\%$), stratifié en $[0/90]_{3S}$ et $[\pm 45]_{3S}$. Il ressort que les composites renforcés par des fibres végétales longues peuvent fournir un niveau de confiance en service comparable à celui des composites conventionnels. Il reste néanmoins à vérifier les

performances en durabilité. Les observations au MEB ont mis en évidence la faiblesse de la liaison fibre/matrice. Les calculs par la loi des mélanges et la CLT confirment la bonne prédictibilité des valeurs expérimentales, avec une précision de l'ordre de 1 à 10% pour le composite lin/époxy.

Le suivi de l'endommagement grâce aux observations réalisées au MO confirme pourquoi le module du FE_090 reste stable, voire augmente légèrement, malgré un endommagement quantifié par la densité de fissures croissant. Le phénomène de rigidification tient probablement à la réorientation des microfibrilles et au redressement des fibres longitudinales à mesure que le chargement augmente. A contrario, le composite FE_45 montre de manière cohérente une causalité entre la diminution du module et l'accroissement de la densité de fissures. Pour les deux stratifications croisées, la distribution de l'espacement entre fissures tend vers une loi log-normale en fonction du chargement.

Chp.4 Comportement en fatigue

4.1 Stratégie expérimentale

Ce chapitre s'intéresse à l'identification du comportement en fatigue des composites caractérisés précédemment. Grâce aux essais de caractérisation quasi-statique, les forces de pilotages proportionnelles aux niveaux de chargement ultimes en traction (UTS), ont pu être déterminées. Cette partie s'articule en trois étapes :

1) Dans un premier temps, les paramètres d'essais de fatigue, tels que les niveaux de chargement appliqués, le rapport de charge et la fréquence d'essai sont identifiés.

2) Une campagne expérimentale est ensuite réalisée sur les stratifiés caractérisés dans le chapitre précédent. En conséquence, les évolutions de la rigidité, la déformation résiduelle, l'amortissement/énergie hystérésis des éprouvettes sont analysées à partir des données de la force, du déplacement des mors et de la géométrie des éprouvettes.

3) Finalement, le suivi de l'endommagement en fatigue du FE_090 et FE_45 est réalisé à l'aide de la détermination de la densité de fissures.

4.2 Méthodologies

4.2.1 Méthodologie d'essai de fatigue et détermination des paramètres

Les essais de fatigue respectant la norme ISO 13003 [208] sont réalisés sur les 6 types de matériaux étudiés (Tab. II-4). La configuration des éprouvettes (Fig. III-1), la machine d'essai servo-hydraulique *MTS 809* et le contrôle de la température d'essai dans une enceinte thermique (Fig. III-2) sont les mêmes que ceux utilisés pour les essais en traction quasi-statique. En raison de la faiblesse de l'effort à rupture des éprouvettes FE_90, environ 1,8 kN, ces derniers sont testés en fatigue sur une machine servo-hydraulique *Schenck 200* équipée d'un capteur de force de capacité de 10 kN.

Paramètre	Valeur	Réf.
Température (°C) :	23	[209]
Humidité (%) :	35 à 55	Mesurée
Mode de pilotage :	Force, spectre sinusoïdal	[137] [208]
Rapport de charge ($\sigma_{\min} / \sigma_{\max}$) :	0,1	[131] [134] [171]
Fréquence d'application (Hz) :	5	Identifiée
Condition d'arrêt (cycles) :	$> 2 \times 10^6$ ou rupture	[130] [133] [210] [211] [212]
5 niveaux de charge (UTS) :	0,4 à 0,8 par incrément de 0,1UTS	[2] [208]
Nombre d'éprouvettes par niveau de charge :	3 à 12 selon le matériau	[208]

Tab. IV-1. Valeurs des paramètres expérimentaux des essais de fatigue.

Les paramètres des essais de fatigues sont listés dans le Tab. IV-1. Les références à la base du choix des ordres de grandeur, sont issues de travaux de fatigue des composites ou de certaines normes de fatigue. Le taux d'humidité recommandée par la norme ISO-291 [209] est de 50%. Cependant, en raison des limitations liées au matériel expérimental, celle-ci n'est pas contrôlée, bien que, les valeurs mesurées au cours des essais semblent en être proche. Les essais sont pilotés en force, assurant un niveau de contrainte constant. Le rapport de la charge minimale sur la charge maximale au cours d'un cycle est égal à 0,1, permettant d'assurer un chargement de type traction-traction et évitant toute possibilité de flambage de l'éprouvette. Dans les travaux [120] [130] [132] [173] [201] [213] [214] [215] [216], la fréquence de chargement appliquée aux éprouvettes est comprise entre 0,1 et 35 Hz, sans moyen

spécifique de régulation de la hausse de la température due à l'échauffement de l'éprouvette. Aussi, l'étude de l'auto-échauffement des éprouvettes a permis d'identifier la fréquence de 5 Hz, comme le meilleur compromis entre l'élévation de la température et la durée des tests. La démarche scientifique qui a permis d'aboutir à cette conclusion est présentée plus loin. Dans la plupart des travaux [118] [125] [128] [136] [173] [152], les auteurs choisissent la durée de vie $n=10^6$ cycles comme critère d'arrêt de l'essai en cas de non-rupture de l'éprouvette. Cette limite est fixée en référence aux matériaux métalliques ou lorsque la durée de l'étude est limitée. Cependant, s'agissant des matériaux composites en général, leur courbe de fatigue ne révèle pas d'asymptote horizontale sur la courbe S-N, en dessous de laquelle ils auraient une durée de vie illimitée [98] [217]. Aussi, pour avoir une meilleure évaluation de la vie des composites testés, la limite est fixée à 2 millions de cycles, conformément aux critères de fatigue les plus exigeants dans le domaine du transport automobile [218]. La plage des niveaux de charge investiguée est de 0,4 à 0,8 fois la charge ultime à la rupture afin d'analyser de manière exhaustive le comportement de fatigue [2] [208]. Jusqu'à 12 éprouvettes ont été testées par niveau de charge pour prendre en compte la variabilité et étudier correctement le comportement statistique de la courbe S-N [208]. La mesure de la déformation est calculée en fonction du rapport du déplacement du mors mobile et de la longueur utile de l'éprouvette $l_0 = 150 \text{ mm}$ (Fig. III-1). En effet, la machine d'essai MTS 809 est équipée d'un détecteur de déplacements du mors mobile ayant une résolution (Δl) de 0,003 mm, qui correspond à une précision sur la déformation mesurée $\Delta \varepsilon = \Delta l / l_0 = 0,002\%$. Cette précision sur la mesure des déformations est satisfaisante pour notre étude.

L'acquisition des boucles d'hystérésis permet le calcul de la surface de la boucle, représentative de l'énergie dissipée au cours du cycle considéré. L'enregistrement des données force/déplacement permettant de les tracer est effectué systématiquement chaque 5 à 2000 cycles selon le niveau de charge.

4.2.2 Mesure de l' auto-échauffement des éprouvettes

En général, les matériaux sollicités en fatigue ont tendance à s'échauffer, en raison des frottements à l'échelle atomique. Cette augmentation de température a pour effet d'assouplir, de diminuer la résistance des matériaux composites à base de polymères, notamment le lin/époxy [76], faussant ainsi la durée de vie réelle mesurée. C'est ainsi que la norme de fatigue ISO 13003 [208] recommande une élévation maximale de la température du composite soumise à un chargement cyclique ne dépassant pas 10°C. Cependant, la fréquence de sollicitation (f) et le niveau de charge demeurent les paramètres à l'origine de cet échauffement. Afin d'identifier la fréquence d'essai adéquate, une étude basée sur les plans d'expérience a été menée pour mesurer l'influence du couple fréquence et niveau de charge sur l'augmentation de température de l'essai.

4.2.2.1 Méthode des surfaces de réponse

La méthode des surfaces de réponses permet d'identifier l'effet des variables sur la réponse étudiée, en minimisant le nombre d'essais [219] [220]. La relation empirique entre les variables d'entrée et la réponse est matérialisée par une surface de réponse établie sur la base d'un polynôme. Le modèle de Doehlert [221] a été retenu car il possède des propriétés très intéressantes tels que l'augmentation du nombre de facteurs sans refaire tous les essais, il est translatable dans l'espace des facteurs, ... Il permet aussi d'utiliser un polynôme du second ordre dont la formulation générale est donnée par l'Eq. IV-1. Y représente la valeur de la réponse et b_0 la valeur de la réponse au milieu du domaine d'étude. Les termes b_i, b_{ii}, b_{ij} sont respectivement les coefficients du premier ordre, du second ordre et les termes de couplage affectés aux variables d'entrée X_i et X_j .

$$Y = b_0 + \sum_{i=1}^n b_i X_i + \sum_{i=1}^n b_{ii} X_i^2 + \sum_{i=1}^n \sum_{j=1}^n b_{ij} X_i X_j \quad \text{Eq. IV-1}$$

Le domaine d'étude est normalisé pour que les variables soient adimensionnées et comprises dans l'intervalle $[-1,+1]$, grâce à l'Eq. IV-2. dans laquelle x_i présente la valeur réelle (physique) de la variable i , x_{iMax} (Eq. IV-3) et x_{iMin} (Eq. IV-4) sont les valeurs extrêmes de la variable i dans le domaine d'étude.

$$X_i = \frac{x_i - (x_{iMax} + x_{iMin})/2}{(x_{iMax} - x_{iMin})/2} \quad \text{Eq. IV-2}$$

$$X_{iMax} = \frac{x_{iMax} - (x_{iMax} + x_{iMin})/2}{(x_{iMax} - x_{iMin})/2} = 1 \quad \text{Eq. IV-3}$$

$$X_{iMin} = \frac{x_{iMin} - (x_{iMax} + x_{iMin})/2}{(x_{iMax} - x_{iMin})/2} = -1 \quad \text{Eq. IV-4}$$

Le nombre d'essais à réaliser (N_e) en fonction du nombre de variables (k) étudiées, est donné par l'Eq. IV-5.

$$N_e = k^2 + k + 1 \quad \text{Eq. IV-5}$$

4.2.2.2 Plan d'expérience

Deux variables ont été considérées : fréquence d'essai et niveau de charge. Le nombre d'essais a été fixé à $N_e = 7$. Le niveau de charge est fixé entre 0,4-0,8 UTS et la fréquence d'essai est de 2 à 14 Hz. Le Tab. IV-2 présente les valeurs physiques du domaine d'étude.

Variable physique	Notation	Valeur Min	Valeur Max
Fréquence de sollicitation (Hz)	x_1	2	14
Niveau de charge (% UTS)	x_2	40	80

Tab. IV-2. *Domaine d'étude du plan d'expériences.*

La correspondance entre les valeurs normalisées (l'Eq. IV-2) et physiques correspondantes pour les expériences du système de Doehlert [221] sont données dans le Tab. IV-3.

N° du test	X_1	x_1 (Hz)	X_2	x_2 (UTS)
1	0	8	0	0,6
2	1	14	0	0,6
3	-1	2	0	0,6
4	0,5	11	0,866	0,77
5	-0,5	5	-0,866	0,43
6	0,5	11	-0,866	0,43
7	-0,5	5	0,866	0,77

Tab. IV-3. Valeurs des paramètres normalisés et physiques données par le plan d'expériences.

La réponse modélisée est l'augmentation de la température de l'éprouvette ΔT (Eq. IV-6).

$$\Delta T = T_{\text{Eprouvette}} - T_{\text{Ambiante}} \quad \text{Eq. IV-6}$$

4.2.2.3 Réalisation des essais

Les essais de fatigue sont réalisés à température ambiante sur des éprouvettes FE_090 et FE_45, avec les couples de fréquence et niveau de charge donnés dans le Tab. IV-3. Chaque essai est doublé afin d'avoir une meilleure précision sur les résultats.

La température est mesurée au moyen d'une caméra infrarouge (IR) *ThermaCAM SC3000* (Fig. IV-1 a) associée au logiciel *ThermaCAMResearcher* pour le traitement des résultats. La plage de détection de la température utilisée est [+10, +150°C], avec une précision de mesure de $\pm 2\%$ [222]. Le champ thermique est représenté en fausses couleurs avec une résolution d'image de 320×240 pixels (Fig.

IV-1 b). Les éprouvettes sont peintes en couleur noir mat, pour obtenir une émissivité élevée, estimée à 0,93 et minimiser l'influence des sources thermiques environnantes. Les images sont prises avec un arrière plan en noir mat, proche de l'éprouvette, qui donne la référence de la température ambiante.

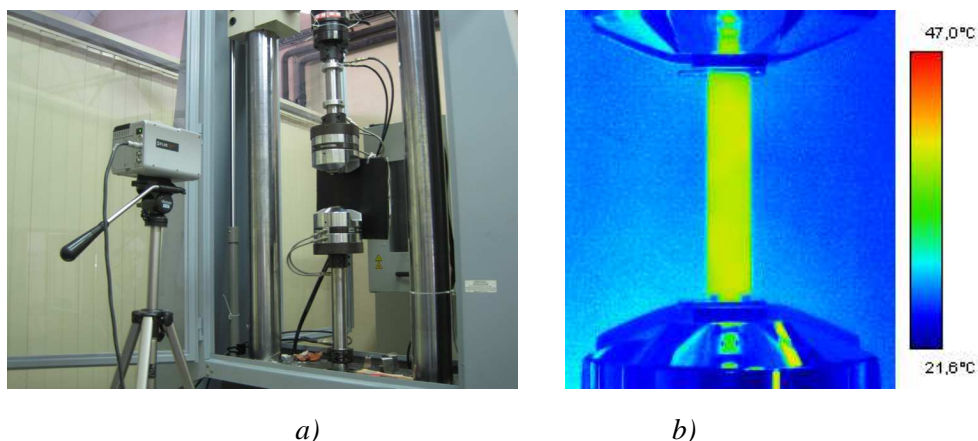


Fig. IV-1. Dispositif d'essai : a) avec la caméra IR ; b) Image IR.

L'étude de Sawadogo [216] indique que la température atteint une valeur stable au bout d'un certain nombre de cycles. En l'espèce, les essais sont arrêtés dès lors que la température observée se stabilise.

4.2.2.4 Surfaces de réponses

La température n'est pas parfaitement homogène sur toute l'éprouvette (Fig. IV-2 a). Les bords, qui ont une surface de contact latérale avec l'air ambiant et les deux extrémités de l'éprouvette, qui sont en contact direct avec les mors, ont une température moins élevée qu'au milieu. Ces singularités favorisent les transferts de chaleur. Ainsi, la température mesurée est la valeur moyenne prise dans la zone d'intérêt rectangulaire, qui englobe la majeure partie de l'éprouvette à l'exception des parties précitées (Fig. IV-2 a).

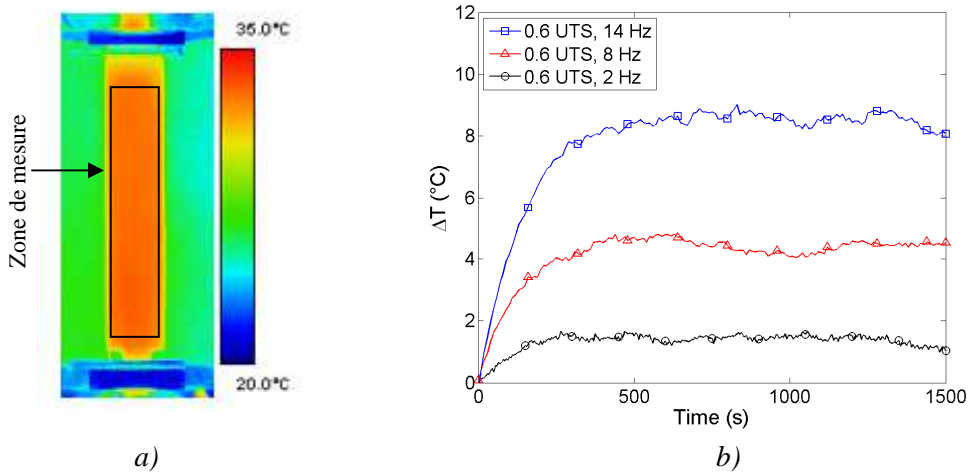


Fig. IV-2. Mesure de la température : a) Isovaleurs de la température et zone de mesure ; b) Evolution de l'élévation de la température ΔT en fonction du temps.

La température se stabilise après 500 secondes qu'elles que soient les conditions d'essai (Fig. IV-2 b). S'agissant des essais pour lesquels la durée de vie de l'éprouvette est inférieure à 500 secondes, le tracé de la température en fonction du temps présente une forme sigmoïdale. La température considérée correspond à la valeur au point d'inflexion de la courbe, comme proposé par Toubal [223].

N° d'essai	x_1 (Hz)	x_2 (UTS)	ΔT FE_090 (°C)		ΔT FE_45 (°C)	
			Test 1	Test 2	Test 1	Test 2
1	8	0,6	5,1	5,9	6,5	4,4
2	14	0,6	9,6	9,2	9,9	8,5
3	2	0,6	1,6	1,6	1,8	1,3
4	11	0,77	11,4	10,8	20,0	25,0
5	5	0,43	1,6	1,5	1,4	0,8
6	11	0,43	4,3	3,2	2,5	2,4
7	5	0,77	6,2	5,7	11,9	11,0

Tab. IV-4. Augmentations de la température mesurées pour les essais du plan d'expériences.

Les résultats d'essais sont donnés dans le Tab. IV-4. Le traitement des réponses à l'aide du logiciel *Nemrod*, permet d'obtenir les surfaces de réponse

exprimées sous forme de polynômes (Eq. IV-7 et Eq. IV-8) pour les éprouvettes FE_090 et FE_45 respectivement. Y_{090} et Y_{45} correspondent aux ΔT des éprouvettes. Ces surfaces sont également représentées dans la Fig. IV-3.

$$Y_{090} = 5,48 + 3,82X_1 + 3,39X_2 + 0,04X_1^2 + 0,14X_2^2 + 1,17X_1X_2 \quad \text{Eq. IV-7}$$

$$Y_{45} = 5,45 + 4,63X_1 + 8,75X_2 - 0,08X_1^2 + 5,26X_2^2 + 5,63X_1X_2 \quad \text{Eq. IV-8}$$

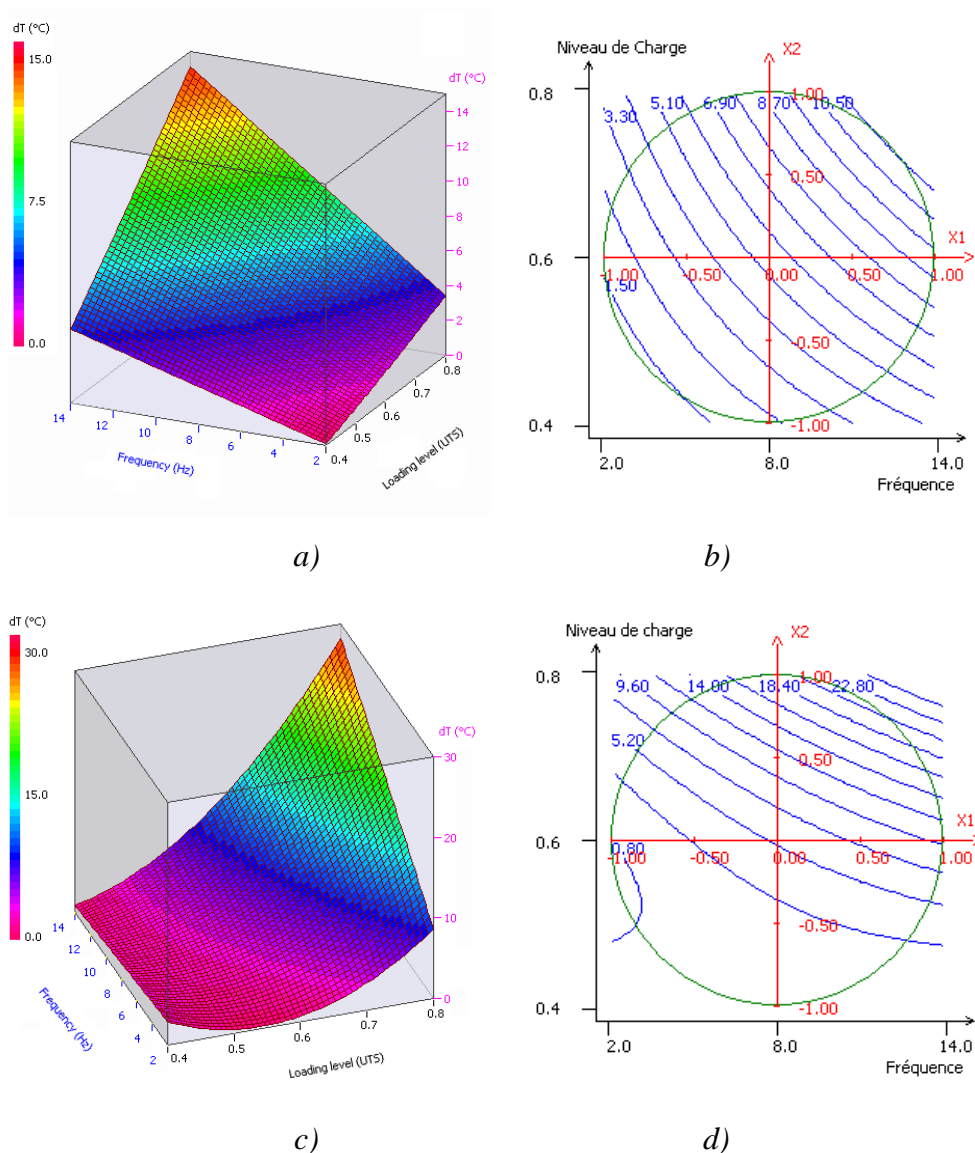


Fig. IV-3. Surfaces de réponses du : a) FE_090 en 3D ; b) FE_090 en 2D ; c) FE_45 en 3D ; d) FE_45 en 2D.

Les grandeurs des coefficients des termes du premier et second ordre et des termes de couplages renseignent sur l'importance de leur influence sur la réponse, et leur signe indique le sens de variation. Cependant il faut utiliser des outils plus

adaptés dans le cas où plusieurs coefficients sont significatifs pour la même variable à des ordres différents, d'autant plus s'il y a des signes opposés. Dans l'Eq. IV-7, les coefficients suivants X_1^2 , X_2^2 et X_1X_2 sont faibles par rapport aux autres et seront donc négligés par la suite. Cela implique qu'il y a très peu d'effets non-linéaires pour les paramètres X_1 et X_2 , et donc la surface de réponse pour le FE_090 présente une forme relativement plane (Fig. IV-3 a et b). Par ailleurs, tous les coefficients de l'Eq. IV-8, sont du même ordre de grandeur, hormis celui de X_1^2 . La réponse est donc dans ce cas fortement non-linéaire comme le montre la surface de réponse (Fig. IV-3 c et d).

4.2.2.5 Conclusion sur l'étude d'échauffement

D'après les surfaces de réponses tracées (Fig. IV-3 b et d), la fréquence d'essai ne doit pas dépasser 8 Hz pour FE_090 et 2,5 Hz pour FE_45, afin que l'auto-échauffement des éprouvettes n'excède pas plus de 10°C, conformément à la norme de fatigue [208].

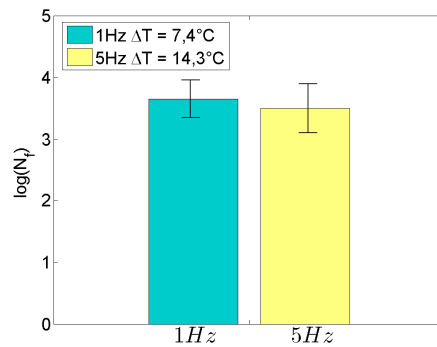


Fig. IV-4. Résultats d'essais de fatigue à 1 Hz (3 éprouvettes) et 5 Hz (12 éprouvettes) sur des éprouvettes FE_45 testées à 0,8 UTS.

Cependant, en raison du nombre important d'éprouvettes à tester et de la limite d'endurance fixée à 2×10^6 cycles, la fréquence de 5 Hz semble être un bon compromis qui assure $\Delta T < 10^\circ\text{C}$ pour tous les essais, sauf le FE_45 testé à 0,8 UTS. Cette fréquence couramment utilisée dans la fatigue des composites fibreux [216], a

été validée par les tests à 0,8 UTS à la fréquence de 1 Hz sur 3 éprouvettes FE_45 pour lesquelles $\Delta T = 7,4^{\circ}\text{C}$, donne une durée de vie similaire à celle des éprouvettes testées à 5 Hz (Fig. IV-4).

4.3 Résultats expérimentaux

4.3.1 Faciès de rupture

Les images d'éprouvettes rompues par fatigue sont présentées dans la Fig. IV-5. L'observation des faciès de rupture ne révèle pas d'influence du niveau de charge sur la morphologie des endommagements.

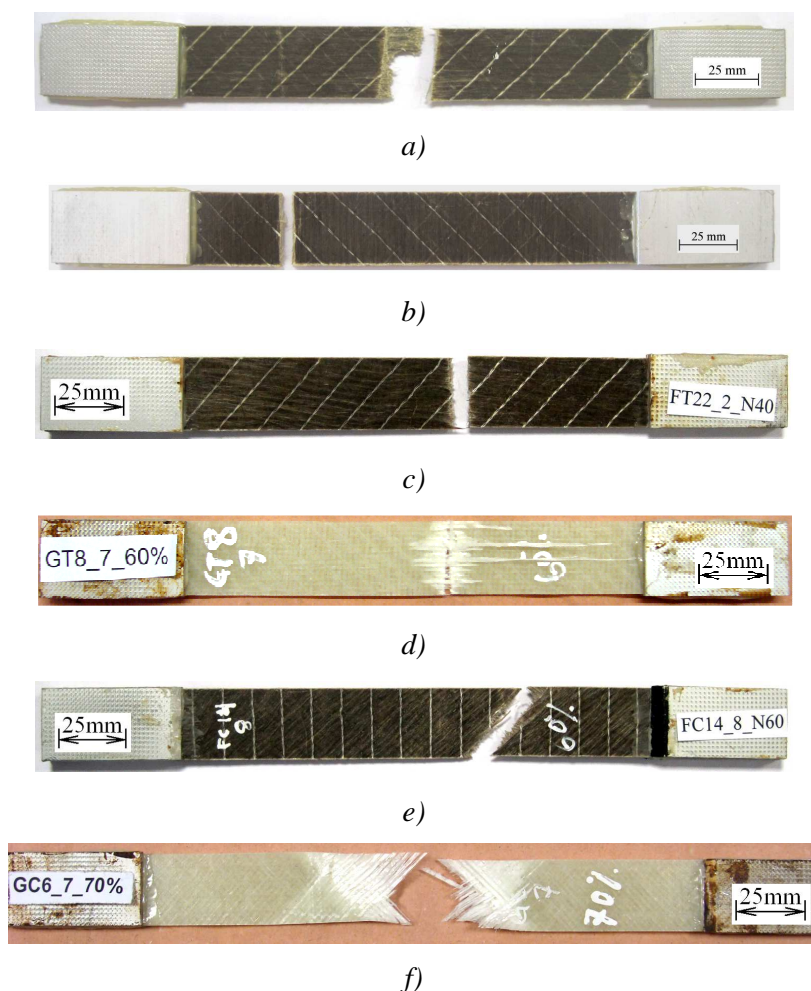


Fig. IV-5. Faciès de rupture en fatigue des éprouvettes : a) FE_0 ; b) FE_90 ; c) FE_090 ; d) GE_090 ; e) FE_45 ; f) GE_45.

Les modes de rupture sont identiques à ceux constatées pour les chargements

quasi-statiques, à l'exception du GE_45. Ce dernier montre une zone blanche relativement importante, bordant les deux parties rompues en forme de « V » (Fig. IV-5 f). De plus, on distingue les mèches du renfort en verre. Pour rappel, l'endommagement quasi-statique se caractérise par le blanchiment de toute l'éprouvette après rupture. On peut conclure que la rupture par fatigue relève de phénomènes plus localisés.

Des images issues d'observations utilisant le MEB sont présentées dans la Fig. IV-6 et montrent les zones de rupture des composites lin/époxy. Elles sont également similaires aux observations réalisées en quasi-statique (Fig. III-6, Fig. III-7, Fig. III-8, Fig. III-10, Fig. III-15). On retrouve les mécanismes liés à la décohésion fibres matrice (déchaussement, arrachement de matière).

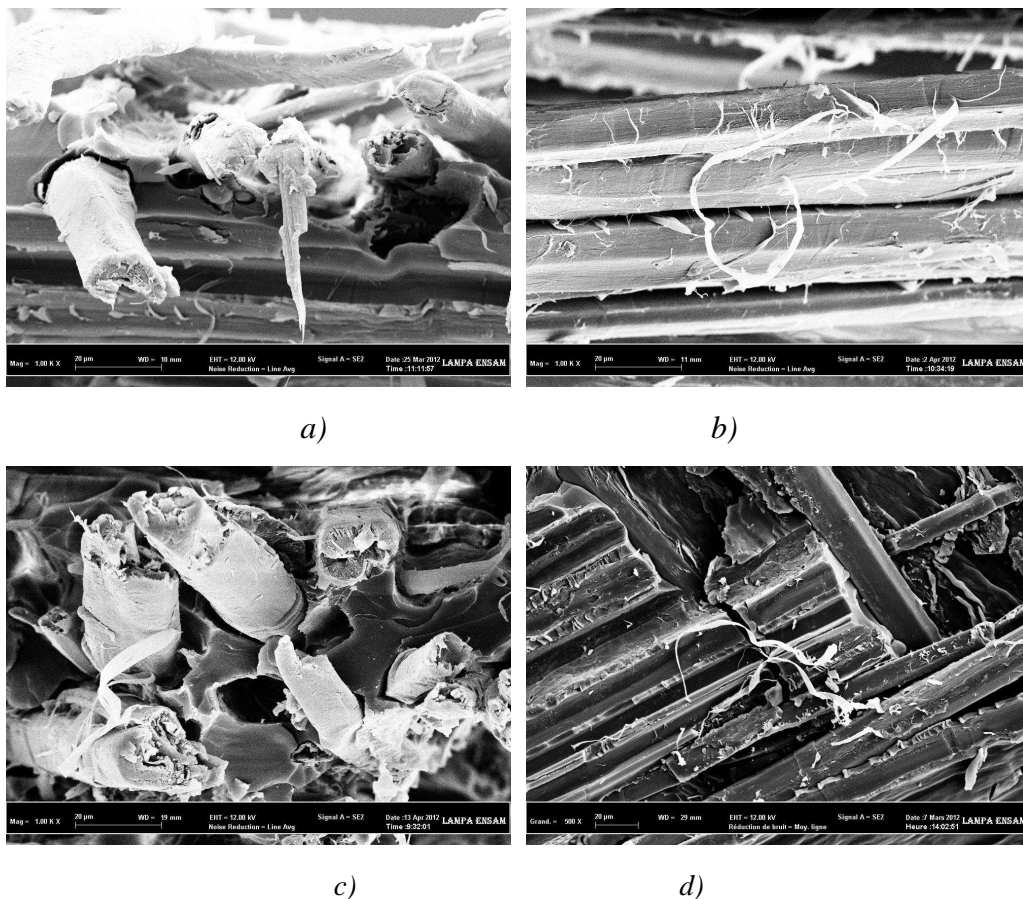


Fig. IV-6. Images MEB des zones de rupture en fatigue des éprouvettes : a) FE_0 ; b) FE_90 ; c) FE_090 ; d) FE_45.

4.3.2 Courbes de fatigue probabilitisées (P-S-N)

L'un des objectifs majeurs de cette étude est d'identifier le comportement en fatigue de composites lin/époxy. Les durées de vie moyennes des éprouvettes testées ainsi que leur écart-type sont tabulés dans le Tab. IV-5 qui récapitule les données relatives à chaque niveau de charge pour les 6 types d'éprouvettes étudiées. Durant les essais, aucune rupture n'est observée parmi les éprouvettes sollicitées (0,5 et 0,4 UTS pour le FE_45 et GE_45 et 0,4 UTS pour le FE_90) pour les faibles niveaux de charge. Les données expérimentales sont représentées dans les Fig. IV-7, Fig. IV-8 et Fig. IV-9.

Le modèle linéaire de Wöhler modifié [121] présenté dans l'Eq. IV-9 est adapté aux résultats sur les diagrammes S-N. L'ordonnée y représente la contrainte maximale appliquée (MPa). L'abscisse x correspond à la vie de l'éprouvette et est exprimée dans l'Eq. IV-10. N_f est le nombre de cycles à rupture, A et B sont des paramètres intrinsèques du matériau, C représente le nombre d'écart-types s donnant le niveau de confiance. s est calculé en faisant l'hypothèse d'un écart-type constante pour tous les niveaux de charge d'un même matériau. La courbe de fatigue moyenne est tracée pour une valeur de C nulle, soit une probabilité de survie (p) de 50%. C vaut -2 lorsque la probabilité de survie désirée est de 98%.

	0,8 UTS				0,7 UTS				0,6 UTS			
	Nb. Epr.	σ (MPa)	N_f (cycles)	$\text{Log}(N_f)$	Nb. Epr.	σ (MPa)	N_f (cycles)	$\text{Log}(N_f)$	Nb. Epr.	σ (MPa)	N_f (cycles)	$\text{Log}(N_f)$
FE_0	5	254	924 (669)	2,76 (0,60)	6	223	3.930 (1.810)	3,54 (0,24)	6	191	30.380 (10.817)	4,46 (0,16)
FE_90	5	21	563 (554)	2,51 (0,57)	6	18	3.938 (2.264)	3,50 (0,37)	5	16	32.346 (12.297)	4,48 (0,18)
FE_090	12	136	2.058 (1.485)	3,16 (0,43)	12	119	12.710 (9.483)	4,00 (0,33)	12	102	79.183 (74.017)	4,80 (0,28)
GE_090	5	304	665 (330)	2,79 (0,18)	5	266	2.541 (875)	3,39 (0,14)	5	228	11.076 (6.833)	3,98 (0,24)
FE_45	21	63	4.308 (3.012)	3,50 (0,40)	12	55	37.308 (24.282)	4,40 (0,27)	12	47	438.617 (288.223)	5,57 (0,25)
GE_45	5	82	700 (185)	2,90 (0,04)	5	72	1.790 (350)	3,25 (0,08)	6	62	7.771 (2.874)	3,87 (0,16)

	0,5 UTS				0,4 UTS			
	Nb. Epr.	σ (MPa)	N_f (cycles)	$\text{Log}(N_f)$	Nb. Epr.	σ (MPa)	N_f (cycles)	$\text{Log}(N_f)$
FE_0	5	159	137.349 (44.196)	5,12 (0,16)	5	159	618.124 (401.505)	5,70 (0,34)
FE_90	5	13	404.589 (194.035)	5,54 (0,32)	3	13	$> 2 \times 10^6$	$> 6,30$
FE_090	12	85	206.666 (114.849)	5,24 (0,27)	12	85	1.151.224 (481.840)	6,12 (0,19)
GE_090	5	190	72.153 (55.035)	4,76 (0,33)	5	190	353.871 (229.543)	5,47 (0,30)
FE_45	3	40	$> 2 \times 10^6$	$> 6,30$	1	40	$> 2 \times 10^6$	$> 6,30$
GE_45	3	52	$> 2 \times 10^6$	$> 6,30$	1	52	$> 2 \times 10^6$	$> 6,30$

Tab. IV-5. Durées de vie moyennes des éprouvettes testées pour tous les matériaux ; écart-type entre parenthèses.

$$y = A - Bx + Cs \quad \text{Eq. IV-9}$$

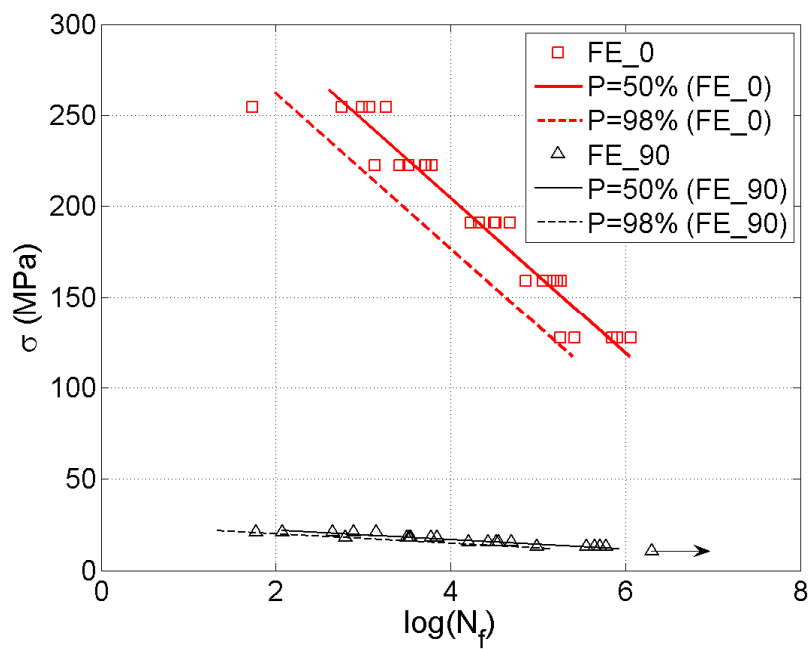
$$x = \log(N_f) \quad \text{Eq. IV-10}$$

Les paramètres identifiés de la loi de Wöhler (A , B et s) ainsi que l'indice de confiance (R^2) de toutes les réponses par rapport à la droite moyenne $C = 0$, donc $p = 50\%$, sont données dans le Tab. IV-6. Les valeurs de R^2 sont proches de l'unité, et l'hypothèse de linéarité [121] des mesures a été validée pour les 6 groupes des résultats.

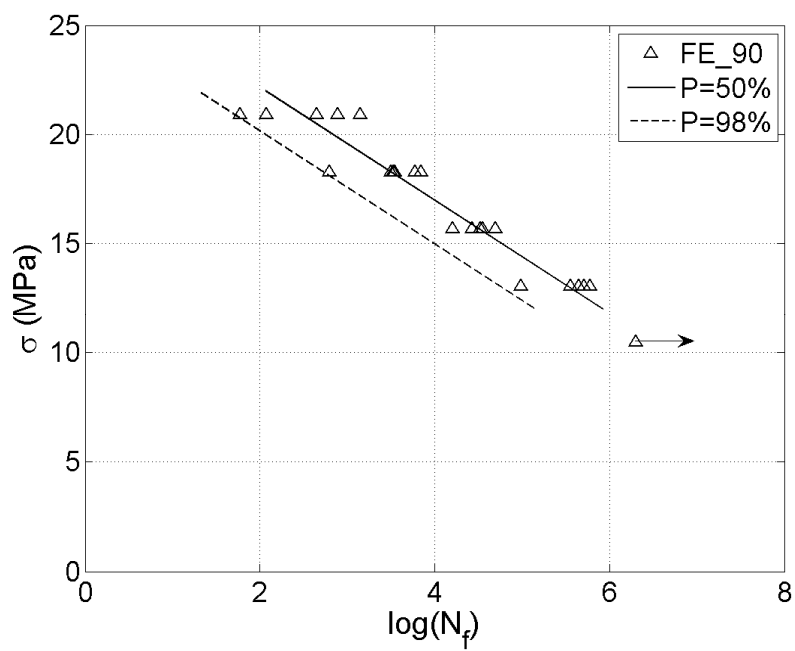
	A	B	S	R^2
FE_0	372	42,0	15,9	0,891
FE_90	27,3	2,59	1,00	0,910
FE_090	220	25,2	8,3	0,897
GE_090	459	56,5	13,6	0,945
FE_45	94	7,0	2,6	0,881
GE_45	141	20,6	2,6	0,921

Tab. IV-6. Paramètres identifiés pour le modèle de Wöhler des matériaux testés.

Les courbes S-N probabilisées (P-S-N) ayant différents niveaux de confiance pour les composites UD (FE_0 et FE_90) sont comparées dans la Fig. IV-7 a. Pour des raisons de clarté, les courbes du FE_90 sont tracées séparément dans la Fig. IV-7 b. Sur les graphes, les points portant une flèche indiquent que l'éprouvette n'a pas cassé avant le critère d'arrêt qui est fixé à 2 millions de cycles. L'analyse des résultats montre que les niveaux de contrainte admis en fatigue par le FE_0 sont largement supérieurs à ceux du FE_90 (Fig. IV-7 a), conformément à la résistance en traction quasi-statique. Lorsque les contraintes sont adimensionnées par rapport à la contrainte ultime quasi-statique en fonction du nombre de cycles (%UTS-N), les éprouvettes FE_90 présentent un meilleur comportement pour des niveaux de contrainte inférieurs à 0,6 UTS (Fig. IV-7 c).



a)



b)

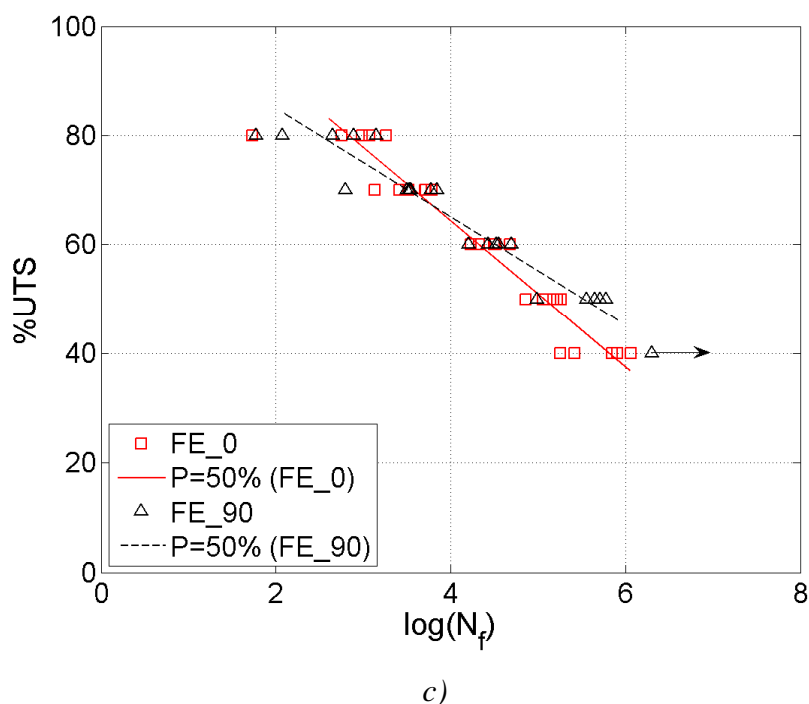
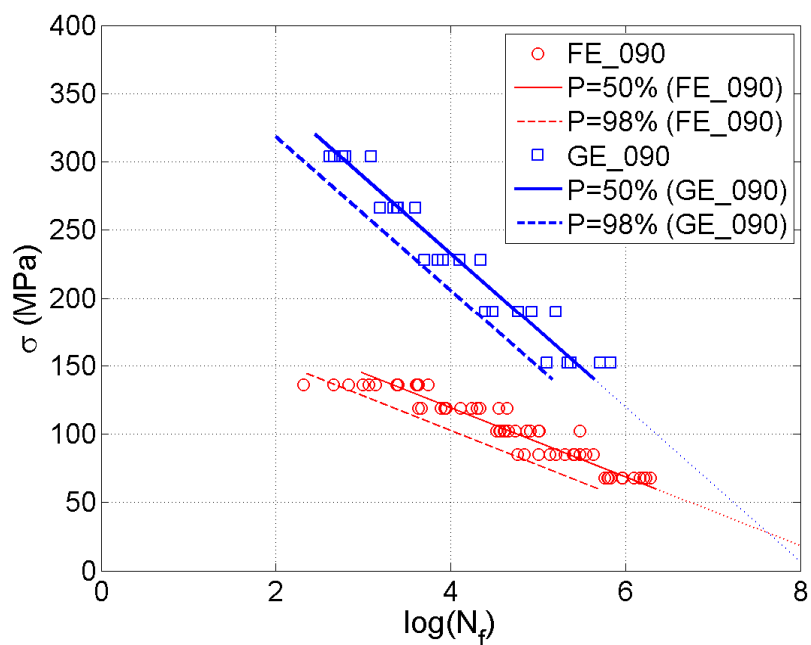


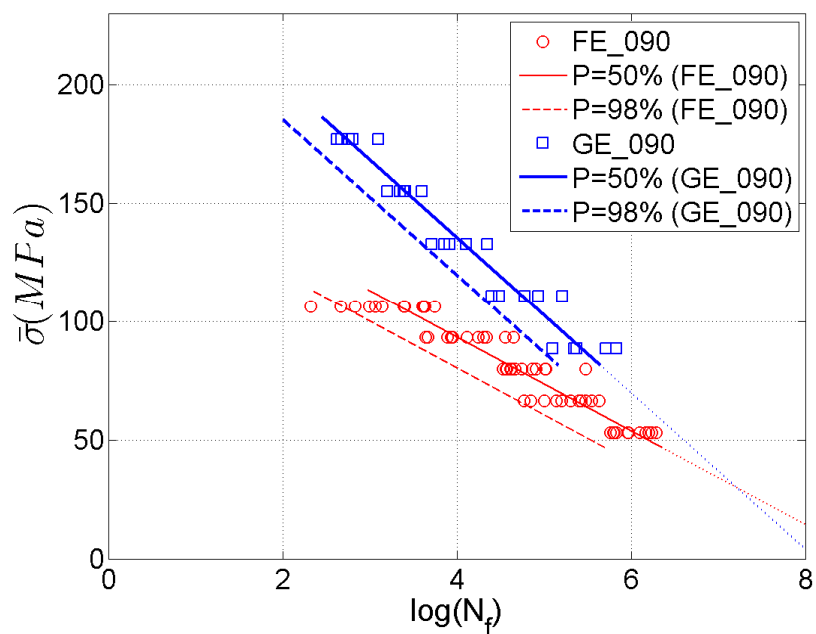
Fig. IV-7. Courbes S-N: a) P-S-N de FE_0 et FE_90 ; b) P-S-N de FE_90 ; c) FE_0 et FE_90 en adimensionné.

Les courbes P-S-N et les points expérimentaux du FE_090 et GE_090 sont tracées dans la Fig. IV-8 avec différentes ordonnées. De façon cohérente avec les résultats quasi-statiques (Tab. III-4), le GE_090 offre une meilleure résistance en fatigue que le FE_090 en contraintes absolues (Fig. IV-8 a). Par contre, la pente du GE_090 plus importante ($B = 56,5$) que celle du FE_090 ($B = 25,2$), indique une diminution du niveau de charge plus importante avec la durée de vie. Dans le diagramme Contrainte Spécifique ($\bar{\sigma}$)-Nombre de cycles (SS-N), la différence entre les deux composites diminue d'environ 28% (Fig. IV-8 b). Autour de $\bar{\sigma} = 88\text{MPa}$, les points expérimentaux de GE_090 et FE_090 commencent à se confondre vers 10^5 cycles. En prolongeant les courbes SS-N, elles finissent par se croiser à $\bar{\sigma} = 24\text{MPa}$, ce qui signifie que le FE_090 résisterait mieux que le GE_090 pour des contraintes spécifiques inférieures à 24 MPa, bien que les durées de vie correspondantes soient au-delà des objectifs de la présente étude. La Fig. IV-8 c montre que les courbes de Wöhler (%UTS-N) du lin/époxy et du verre/époxy à $[0/90]_{3s}$ sont parallèles. Celle

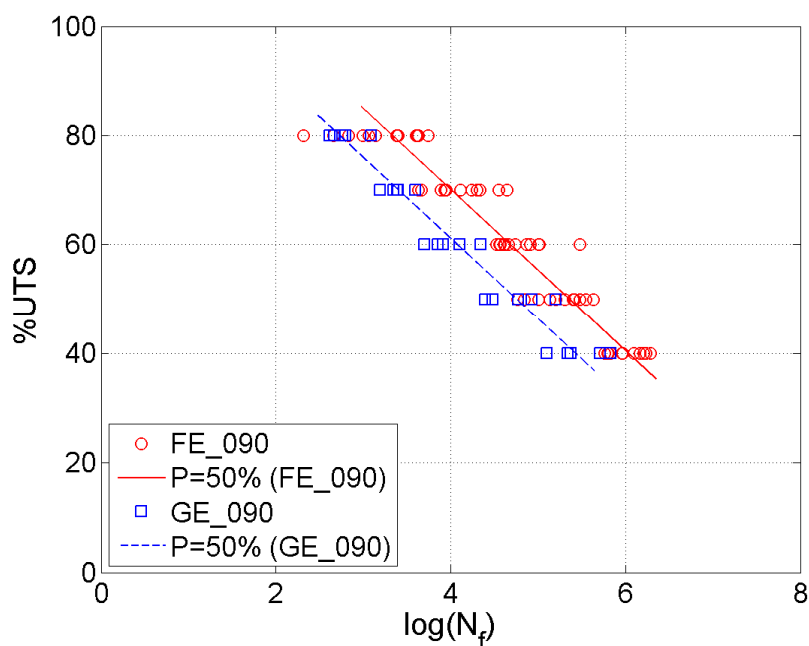
du FE_090 est décalée vers la droite par rapport à celle du GE_090, ce qui indique que pour un même niveau de charge (σ/σ^{UTS}), le FE_090 peut supporter plus de cycles que le GE_090.



a)



b)



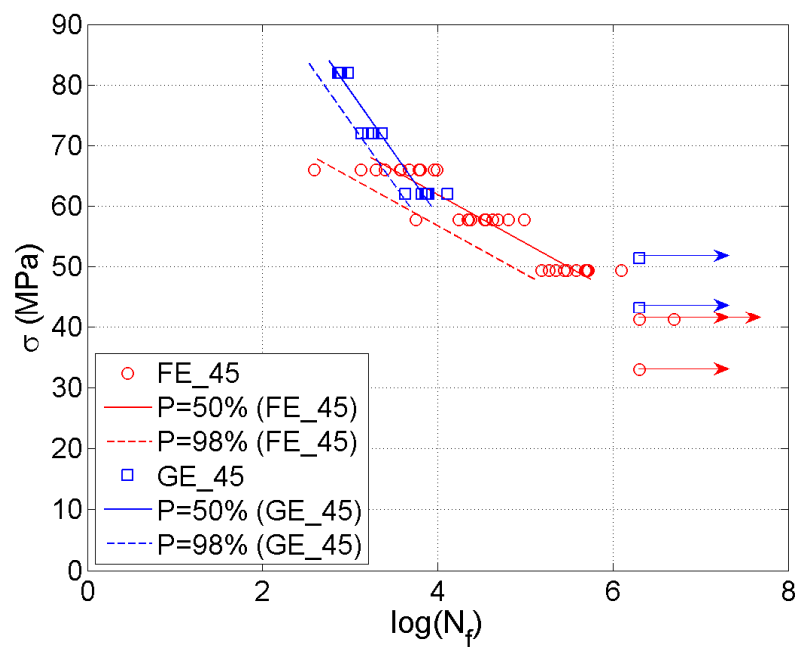
c)

Fig. IV-8. Courbes S-N du FE_090 et GE_090 : a) ordonnée en contrainte absolue ; b) ordonnée en contrainte spécifique ; c) ordonnée normalisée par rapport à la contrainte ultime du composite.

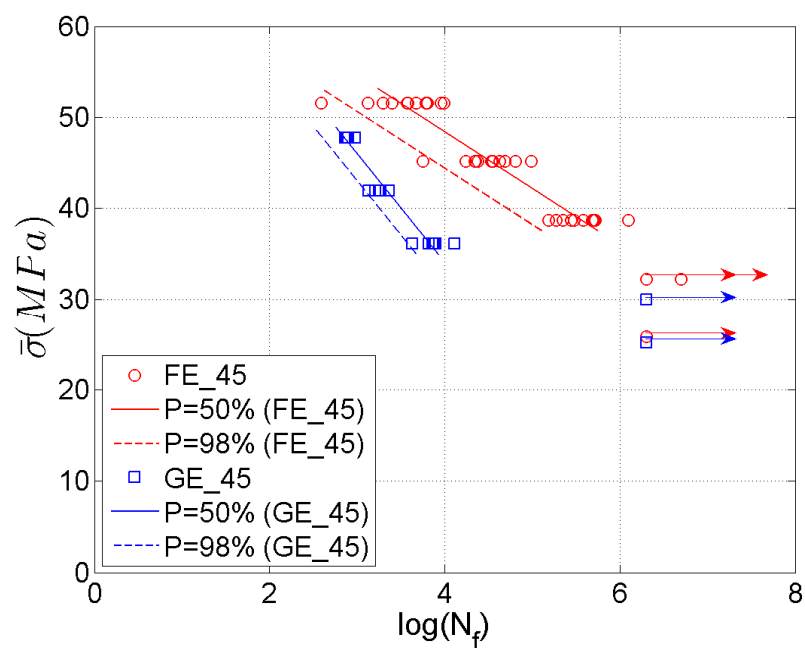
Pour les stratifiés $[\pm 45]_{3s}$, les courbes S-N ($p = 50\%$) des deux matériaux se croisent à $\log(N) = 3,73$ (5370 cycles) et $\sigma = 64 \text{ MPa}$ (Fig. IV-9 a). En deçà de cette contrainte, le comportement en fatigue des deux types d'éprouvettes peut être considéré comparable. Les courbes SS-N (Fig. IV-9 b) et %UTS-N (Fig. IV-9 c) révèlent que le FE_45 résiste mieux que le GE_45 dans la plage de vie étudiée ($N_f \leq 2 \times 10^6$).

Dans la conception des structures, la sûreté (niveau de confiance) est un critère important à considérer. Il est important de noter ici, que les modèles déterministes (Tab. I-6) ne représentent que des courbes S-N médianes, dont le niveau de confiance, c'est-à-dire la probabilité de survie théorique est de 50%. Cependant, il faut souligner que la variabilité des résultats en fatigue est souvent très importante, comme en atteste les données du Tab. IV-5. Ainsi, d'après les Fig. IV-7, Fig. IV-8 et Fig. IV-9, les courbes de fatigue ayant un très haut niveau de confiance (98%) sont

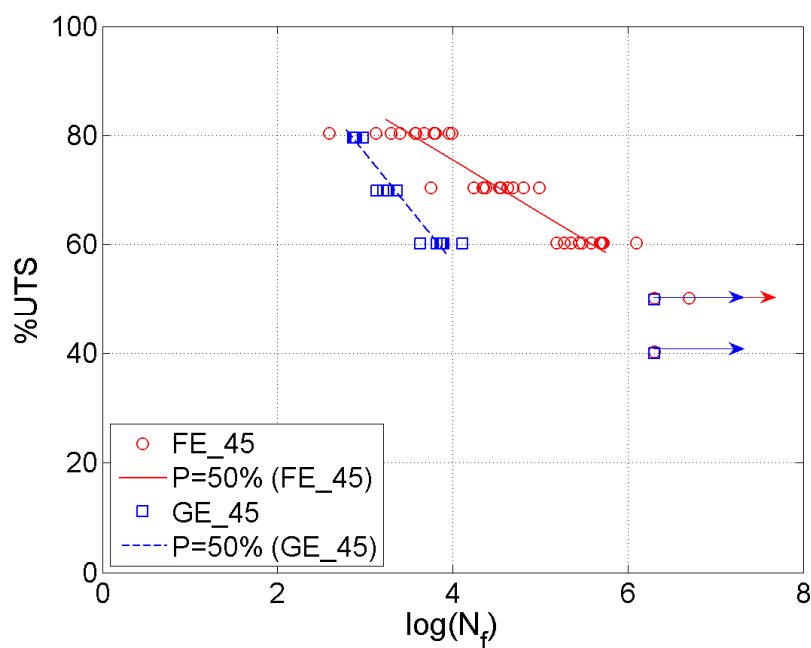
significativement décalées vers la gauche, ce qui implique une perte dans la durée de service, pour un même chargement. Le niveau de confiance joue donc un rôle fondamental dans le dimensionnement des structures.



a)



b)



c)

Fig. IV-9. Courbes S-N du FE_45 et GE_45 : a) ordonnée en contrainte absolue ; b) ordonnée en contrainte spécifique ; c) ordonnée normalisée par rapport à la contrainte ultime du composite.

4.3.3 Distribution des résultats

Les courbes P-S-N sont tracées avec l'hypothèse d'une distribution de la durée de vie des éprouvettes normale avec un écart-type (SD) constant ($\log(N_f)$) et cela quel que soit le niveau de charge, selon la norme [121]. Cette hypothèse est acceptée pour la fatigue des matériaux métalliques. Aussi, cette section s'intéresse à la vérification de la loi de distribution et de l'évolution des écarts-types (SD) en fonction du niveau de chargement.

4.3.3.1 Loi de distribution

La norme ISO-13003 [208] recommande la répétition des essais sur 12 éprouvettes au minimum en vue de réaliser une analyse statistique. Les éprouvettes testées sont issues des types FE_090 et FE_45.

Le cumul de la probabilité de survie ($F_{w_{exp}}$) des 12 essais du type FE_090 pour chacun des cinq niveaux de charge ainsi que leur courbe d'adaptation à la loi normale ($F_w(x)$) sont présentés dans la Fig. IV-10 a. Pour le cas des FE_45, seuls les niveaux à 0,6, 0,7 et 0,8 UTS sont considérés avec autant d'éprouvettes (Fig. IV-10 b),

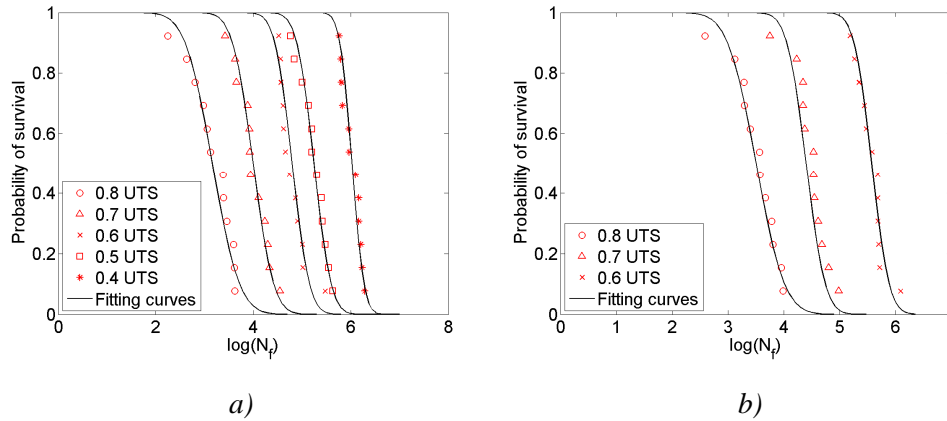


Fig. IV-10. Cumul de la probabilité de survie en fonction du niveau de charge des éprouvettes a) FE_090 ; b) FE_45.

L'absence de points expérimentaux pour les niveaux de charges manquants (0,4 et 0,5 UTS) pour le FE_45 est due à la non rupture des éprouvettes avant la limite de fatigue. $F_{w_{exp}}$ est calculée pour chaque lot d'éprouvettes avec l'Eq. IV-11. Q est le nombre total d'éprouvettes testés et i est l'ordre décroissant de la durée de vie. L'expression de la courbe d'adaptation est donnée dans l'Eq. IV-12, avec $x = \log(N_f)$. μ et s sont respectivement la moyenne et l'écart-type du lot testé. On remarque que plus le niveau de charge est faible et plus les courbes d'adaptation tendent à devenir verticales.

$$F_{w_{exp}} = (i - 0,3) / (Q + 0,4) \quad \text{Eq. IV-11}$$

$$F_w(x) = \int_{-\infty}^x \frac{1}{\sqrt{2\pi s^2}} \times \exp(-(x - \mu)^2 / (2s^2)) dx \quad \text{Eq. IV-12}$$

Afin de vérifier la validité d'une loi statistique il faut utiliser des tests. Celui

du Khi-Deux (χ^2) a été utilisé. Les résultats de ce test sont donnés dans le Tab. IV-7. Ils montrent que les possibilités (P_{χ^2}) sont supérieures au seuil de signification de 0,05 soit 5%, pour les 8 lots d'éprouvettes. Ainsi, l'hypothèse de la distribution normale des mesures est validée. Les valeurs des estimateurs de la qualité de l'ajustement (R^2) des courbes théoriques de la loi normale sont aussi tabulées pour chaque lot d'essai (Tab. IV-7). Les résultats confirment une très bonne corrélation entre les valeurs expérimentales et théoriques.

UTS	FE_090		FE_45	
	P_{χ^2}	R^2	P_{χ^2}	R^2
0,8	0,867	0,948	0,977	0,968
0,7	0,997	0,968	0,635	0,788
0,6	0,340	0,915	0,857	0,940
0,5	0,988	0,972	-	-
0,4	0,765	0,917	-	-

Tab. IV-7. Valeurs des estimateurs de la qualité d'adaptation de la loi normale sur les données des éprouvettes FE_090 et FE_45.

Le test χ^2 n'a pas été utilisé pour les autres types d'éprouvettes à cause du nombre limité d'essais réalisés (5 à 6). Néanmoins, les valeurs de l'estimateur R^2 de l'adaptation des résultats vis-à-vis de la loi normale (Tab. IV-8), sont plus faibles que celles du FE_090 et FE_45. Ceci peut être lié au faible nombre d'éprouvettes testées.

UTS	FE_0	FE_90	GE_090	GE_45
0,8	0,807	0,932	0,879	0,762
0,7	0,916	0,808	0,916	0,969
0,6	0,899	0,937	0,953	0,884
0,5	0,894	0,774	0,955	-
0,4	0,878	-	0,915	-

Tab. IV-8. Valeurs de R^2 de la qualité d'adaptation de la loi normale sur les données du FE_0, FE_90, GE_090 et GE_45.

4.3.3.2 Evolution des écarts-types

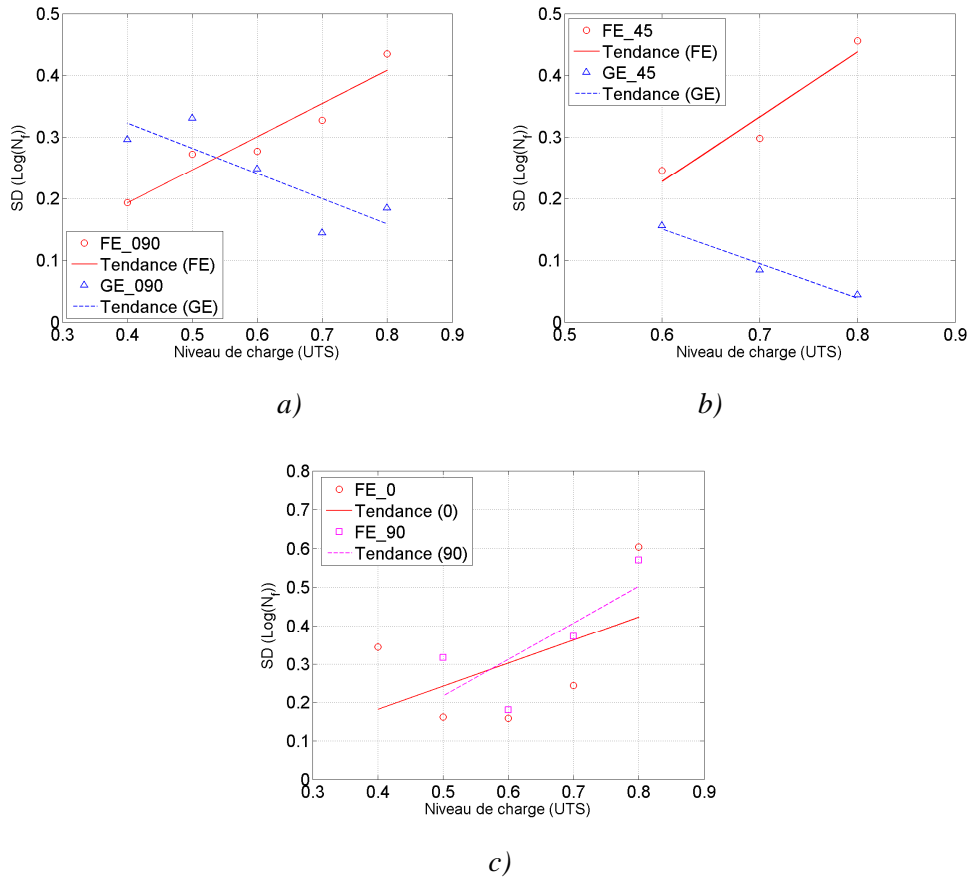


Fig. IV-11. Evolution des écarts-types en fonction du niveau de charge : a) FE_090 et GE_090 ; b) FE_45 et GE_45; c) FE_0 et FE_90.

L'évolution des écarts-types (SD) en fonction du niveau de charge et les droites de tendance correspondantes sont tracées dans la Fig. IV-11. Pour les composites verre/époxy, les écarts-types augmentent avec le niveau de charge. Ce constat est cohérent avec les observations rapportées dans la littérature (Fig. I-16) [108] [107] [224] [225]. A l'opposé, ceux des lin/époxy diminuent. Plus la durée de service est importante, moins les mesures sont dispersées. Les écarts-types des unidirectionnels de lin suivent les mêmes tendances (Fig. IV-11 c). Ainsi, pour certains cas dans la suite de l'étude, les éprouvettes testées à 0,6 UTS en fatigue sont analysées, en raison du compromis précision des mesures et durée d'essai acceptable.

4.3.4 Evolution des déformations caractéristiques

L'analyse des boucles d'hystérésis est couramment abordée dans les études de fatigue des matériaux [125] [126] [127] [133] [142] [143] [144] [145] [146]. Celles correspondant au premier cycle ($n/N_f = 0$) et à la fin de vie ($n/N_f = 1$) sont tracées pour tous les types d'éprouvettes dans la Fig. IV-12.

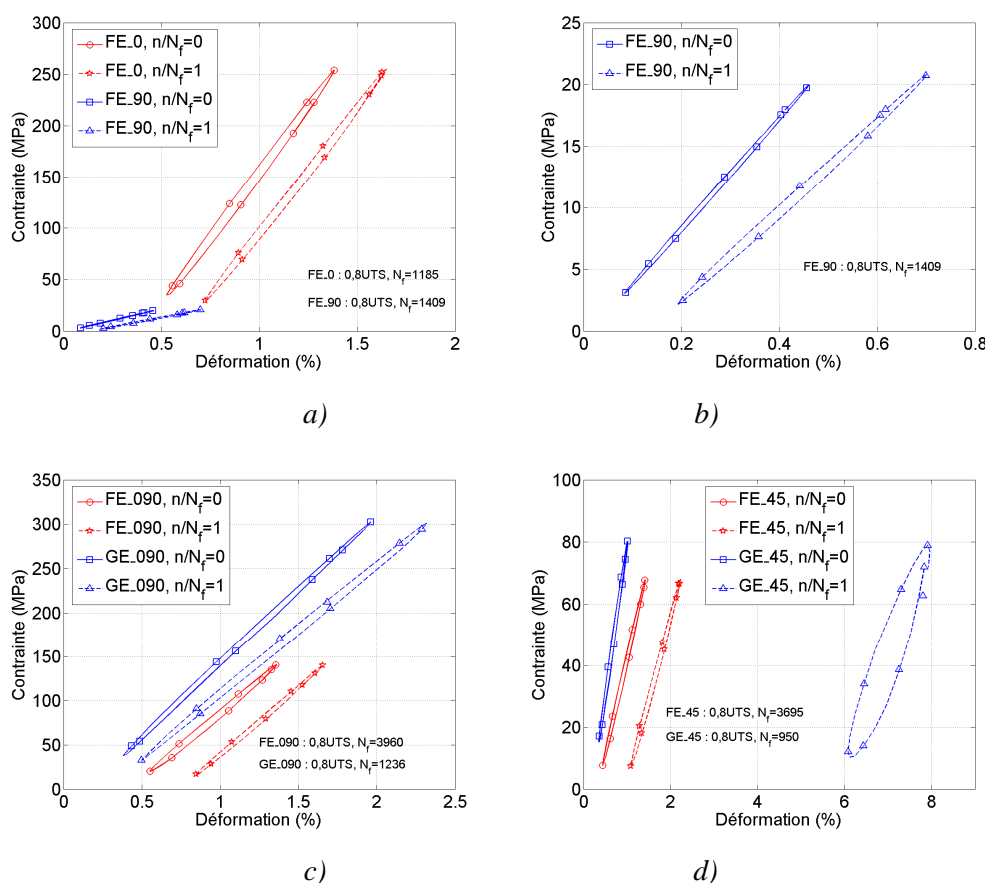


Fig. IV-12. Déplacement des boucles d'hystérésis : a) FE_0 et FE_90 ; b) FE_90 ; c) FE_090 et GE_090 ; d) FE_45 et GE_45.

Les valeurs des déformations des boucles augmentent au fur et à mesure de l'essai. Ce déplacement est supposé être lié aux effets combinés de la fatigue et du fluage des matériaux dans les études concernant les composites conventionnels [126] [132] [133]. En effet, le chargement en fatigue peut être considéré comme une combinaison de charge « statique » (charge moyenne) et de charge sinusoïdale alternative. Lorsque la charge moyenne est supérieure à zéro, comme dans notre cas, un chargement de fluage a bien lieu. On peut remarquer que la surface délimitée par

les boucles et leur inclinaison évoluent au cours de l'essai (Fig. IV-12).

Les déformations caractéristiques de ces boucles sont matérialisées dans la Fig. IV-13 a, avec ε_{\max} , ε_{\min} et ε_r représentant respectivement les déformations maximale, minimale et résiduelle. $\varepsilon_{\text{moy}} = (\varepsilon_{\max} + \varepsilon_{\min})/2$. La Fig. IV-13 b montre l'évolution de ε_{\max} , ε_{moy} , ε_{\min} et ε_r en fonction de la vie de l'éprouvette. On observe que ces déformations ont des tendances identiques. C'est ainsi que pour la suite, le choix est fait de s'intéresser à l'évolution de ε_{\max} qui conduit à la rupture et de ε_r , l'élongation irréversible de l'éprouvette, en fonction du ratio de vie.

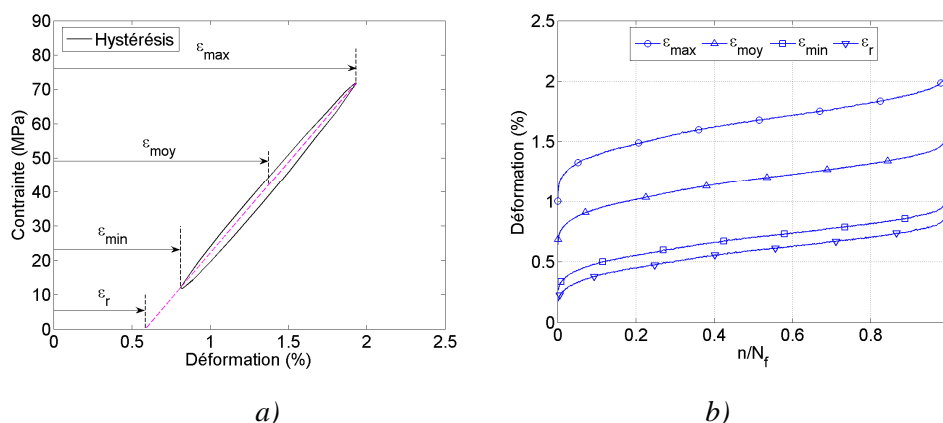
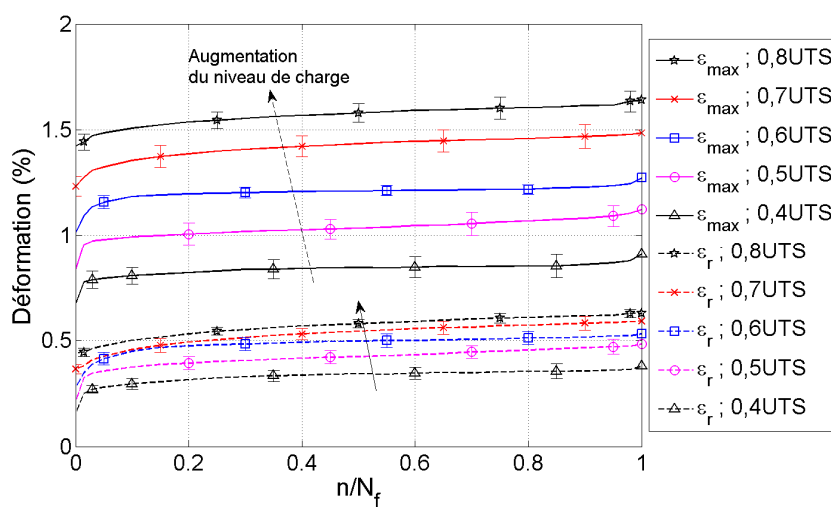


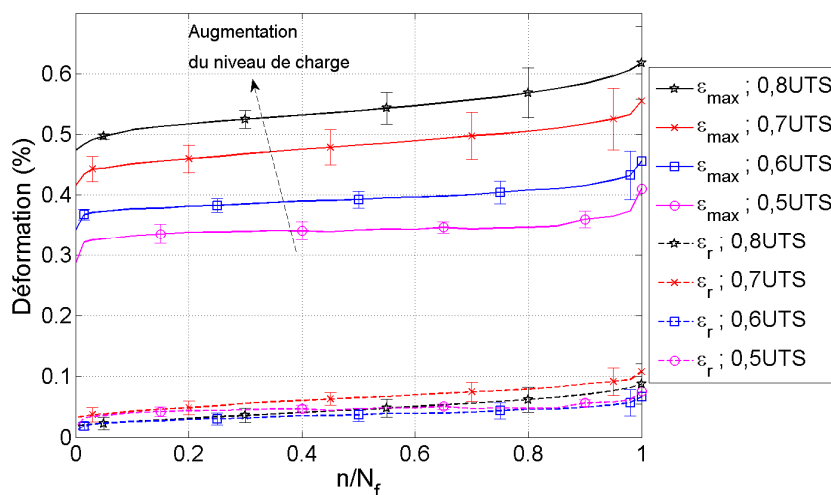
Fig. IV-13. a) Définition des déformations caractéristiques et b) leur évolution pour une éprouvette FE_45 à 0,8 UTS.

Les évolutions de ε_{\max} et ε_r pour les six types d'éprouvettes testées à différents niveaux de charge sont présentées à la Fig. IV-14. Les courbes montrent des évolutions similaires et présentent trois étapes plus ou moins prononcées. Dans un premier temps, ε_{\max} et ε_r augmentent de façon non-linéaire avec le ratio n/N_f , formant une concavité au début de la courbe. Ensuite, les déformations augmentent quasiment linéairement sur la plus grande partie de la vie des échantillons. Lorsque la rupture approche, l'augmentation des déformations s'accélère et l'allure de la courbe prend une forme convexe. Sur certaines éprouvettes, cette dernière phase n'est pas visible en raison de sa brièveté (quelques cycles) au regard de la vie de l'éprouvette

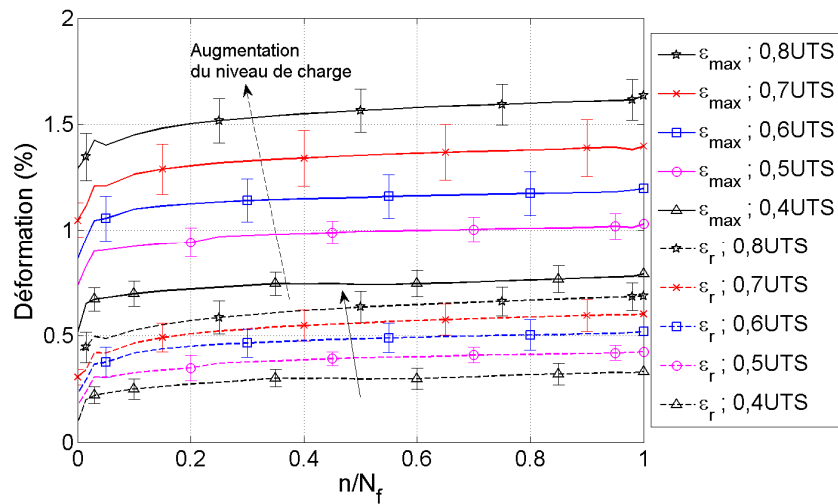
[142]. Toutes les déformations observées augmentent avec le niveau de charge, à l'exception de ε_r pour le type FE_90 (Fig. IV-14 b). La disposition des courbes n'est pas cohérente avec l'évolution des niveaux de charge. Il faut remarquer que les niveaux de déformation en question sont très faibles, inférieurs à 0,05 %, par rapport à la précision de mesure et aux incertitudes de mise en place des éprouvettes. Cependant, l'augmentation de ε_{\max} et ε_r est cohérente avec les essais statiques cycliques (Fig. III-45 et Fig. III-67).



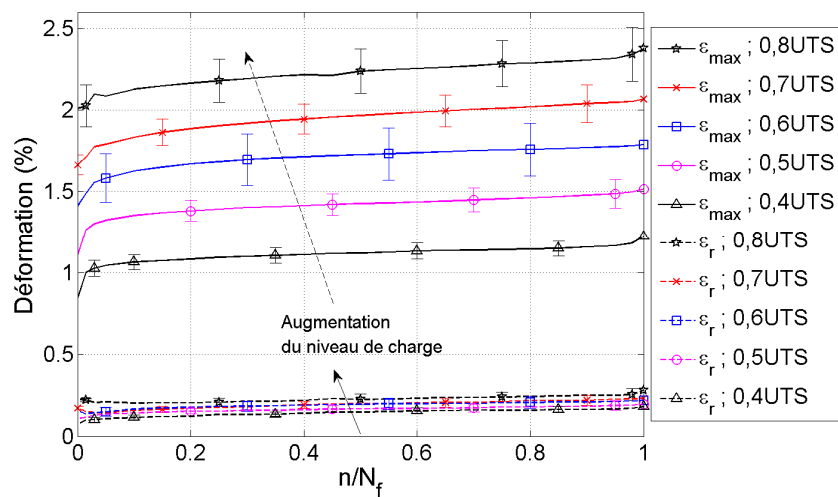
a)



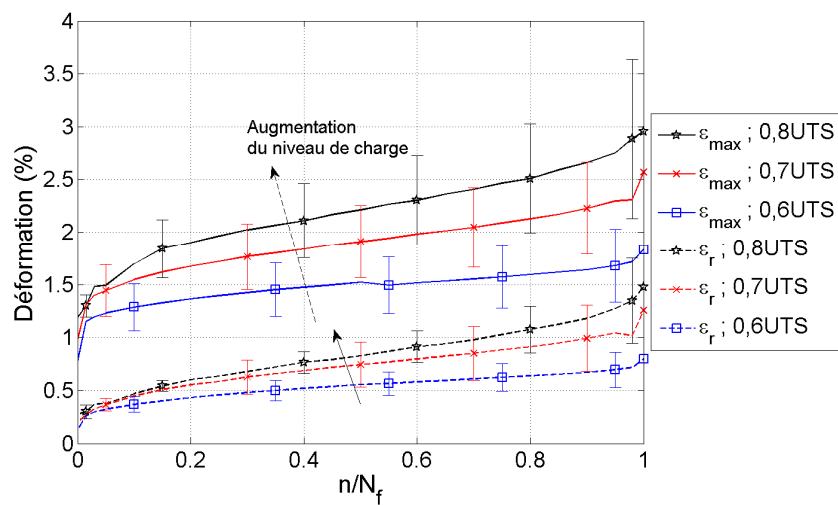
b)



c)



d)



e)

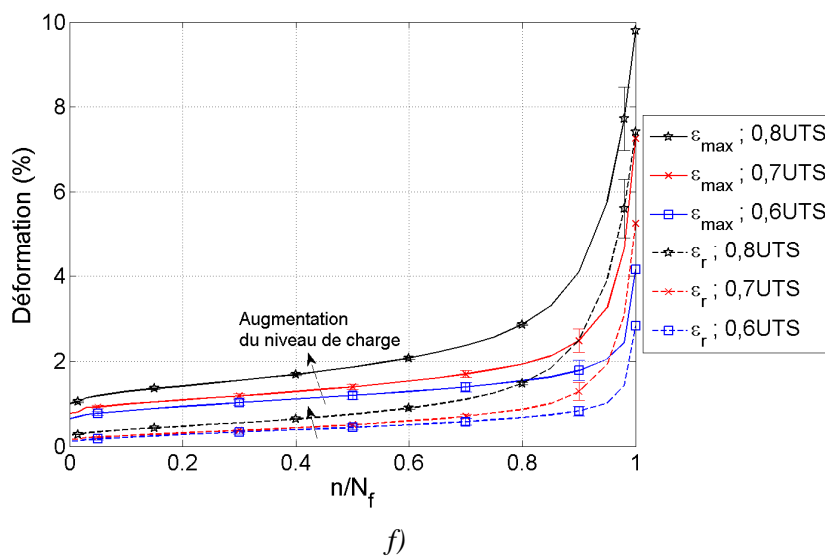


Fig. IV-14. Evolution des déformations maximales et résiduelles en fonction du ratio de vie des éprouvettes : a) FE_0 ; b) FE_90 ; c) FE_090 ; d) GE_090 ; e) FE_45 et f) GE_45, pour des niveaux de charge.

Il peut être intéressant de comparer les déformations résiduelles correspondant au dernier cycle de charge pour les éprouvettes dont tout ou partie du renfort est sollicité longitudinalement, i.e. FE_0, FE_090 et GE_090 en fonction du niveau de charge (Fig. IV-15).

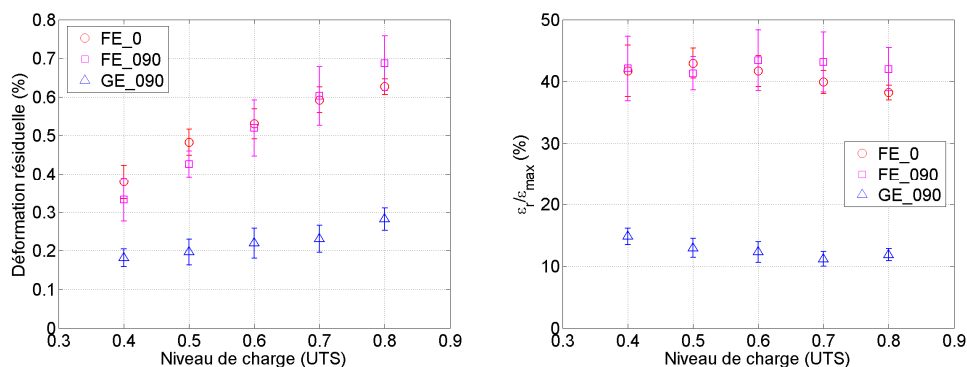


Fig. IV-15. a) Déformations résiduelles et b) rapport $\varepsilon_r / \varepsilon_{\max}$ des éprouvettes FE_0, FE_090 et GE_090.

Les ε_r du FE_0 et FE_090 sont équivalentes, car la réponse de ces composites est tributaire du comportement du même type de renfort de lin. Par contre, ces déformations irréversibles sont beaucoup plus élevées que celles du GE_090, de

l'ordre 100 à 150%. Ces valeurs adimensionnées à leur ε_{\max} mettent en évidence que les composites lin/époxy présentent une déformation irréversible très élevée (Fig. IV-15 b). Cette remarque est en effet cohérente avec le comportement de la fibre (Fig. I-5), pour laquelle la déformation résiduelle est expliquée par le réaligement des microfibrilles.

4.3.5 Evolution de l'énergie dissipée et de l'amortissement

L'évolution de quelques niveaux d'énergie au cours de la vie des éprouvettes renseigne sur la santé de la matière. Il s'agit de l'énergie dissipée pendant un cycle (hystérésis), notée U et de l'énergie élastique notée U_e qui ont été définies préalablement dans la Section 1.4.4.2 (Fig. I-19). L'évolution de U et de l'amortissement (U/U_e) pour une éprouvette FE_0 sollicitée à 0,6 UTS est présentée à la Fig. IV-16, à titre d'exemple. Il faut noter que les mesures faites sur les boucles enregistrées tous les 50 cycles sont très dispersées. Pour une même éprouvette, le COV représentatif des dispersions est de l'ordre de 3 à 25% pour l'énergie d'hystérésis et de 3 à 27% pour l'amortissement. Les écart-types sont calculés par lots de trois mesures consécutives. On observe généralement trois phases dans l'évolution de U et U/U_e [126] [137]. Cependant, l'importance de la dispersion des mesures, empêche cette identification.

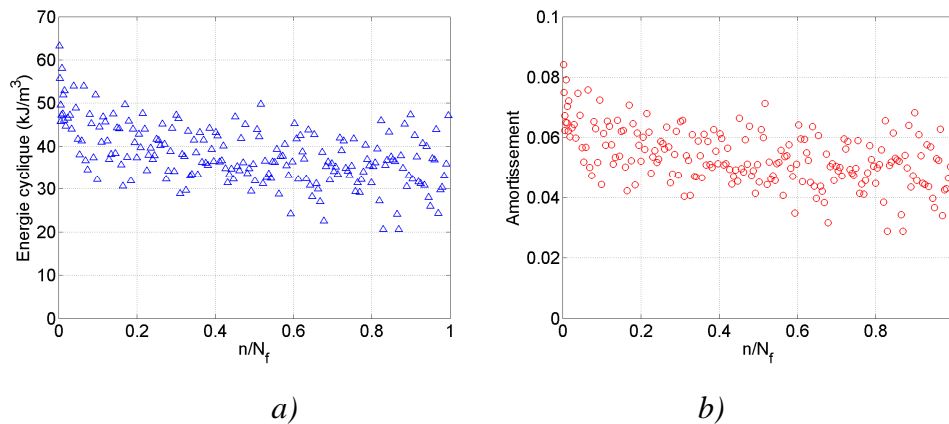
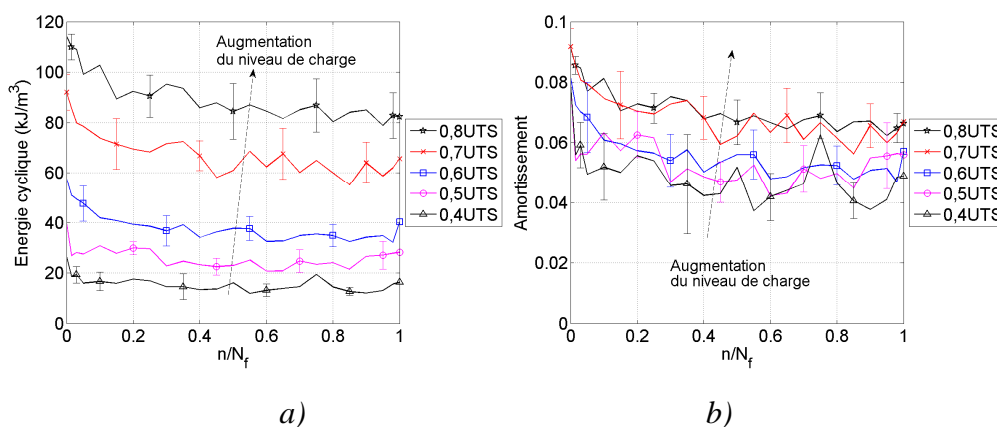


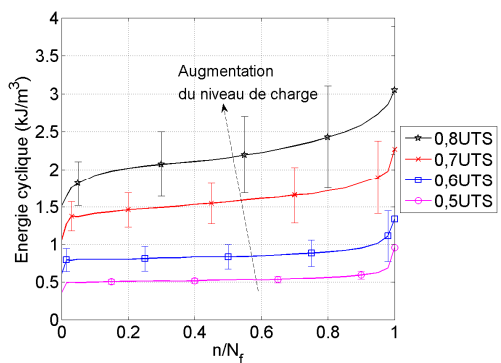
Fig. IV-16. Evolution de a) l'énergie d'hystérésis) et b) de l'amortissement d'une éprouvette FE_0 testée à 0,6 UTS. Enregistrement des boucles tous les 50 cycles.

Les courbes tracées dans la Fig. IV-17 présentent l'évolution moyenne de l'énergie d'hystérésis et de l'amortissement des six types d'éprouvettes testées à différents niveaux de charge. Il en ressort que :

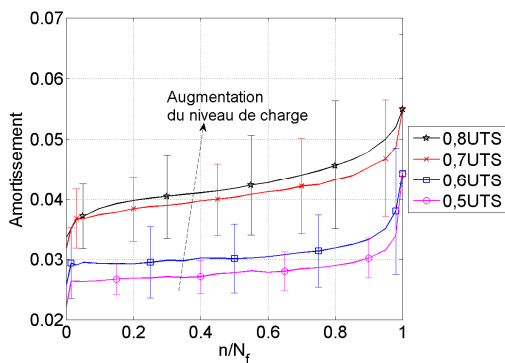
1) U et U/U_e augmentent avec le niveau de charge. Pour l'énergie d'hystérésis, plus la charge est élevée et plus la déformation est importante.

2) Les composites chargés suivant la direction des fibres de lin, i.e. FE_0 et FE_090, présentent une diminution de U et U/U_e au cours de leur vie, tandis que toutes les autres éprouvettes manifestent une tendance contraire, qui est en phase avec les observations généralement rapportées dans la littérature [126] [137]. Cependant, il est possible de s'appuyer sur les travaux de Silva et al. [226], qui ont remarqué la diminution de l'énergie d'hystérésis de la fibre de sisal en fonction du nombre de cycles. Ainsi, la structure des fibres végétales de sisal et de lin étant comparable, on peut conclure que la diminution de U et U/U_e des FE_0 et FE_090 est liée au comportement du renfort de lin. Le redressement des microfibrilles induit une dissipation d'énergie plus faible au fur et à mesure des sollicitations.

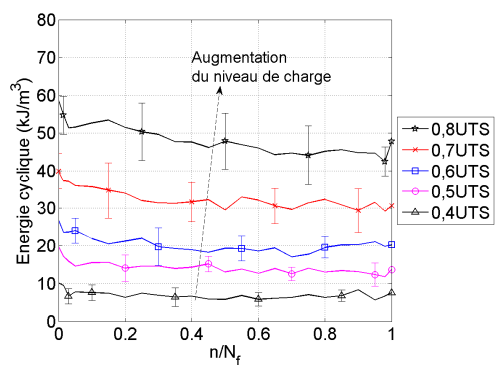




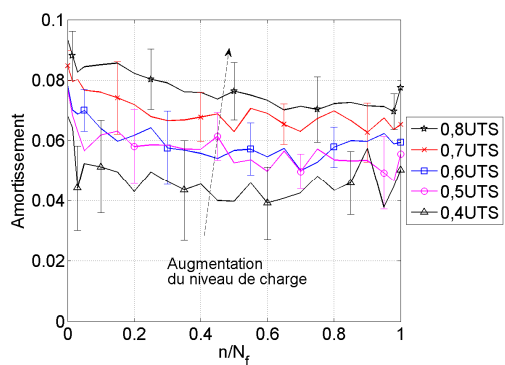
c)



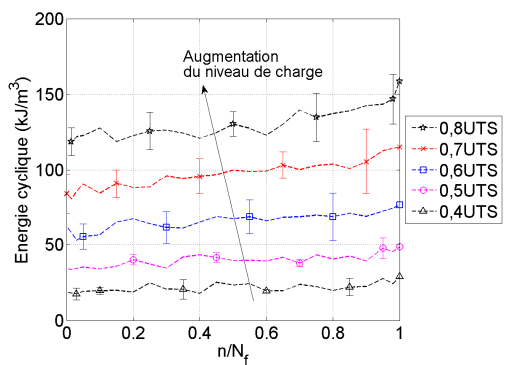
d)



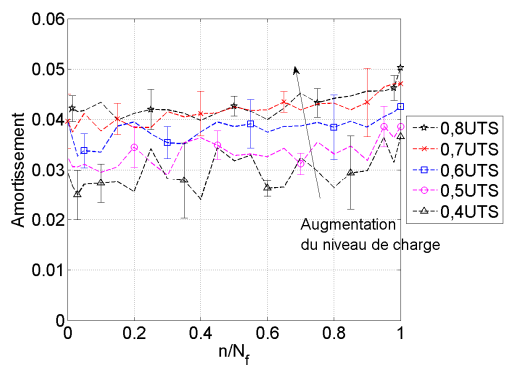
e)



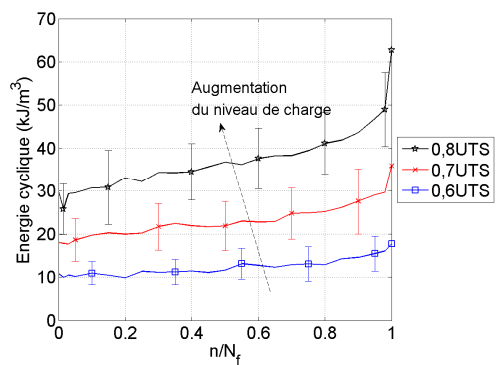
f)



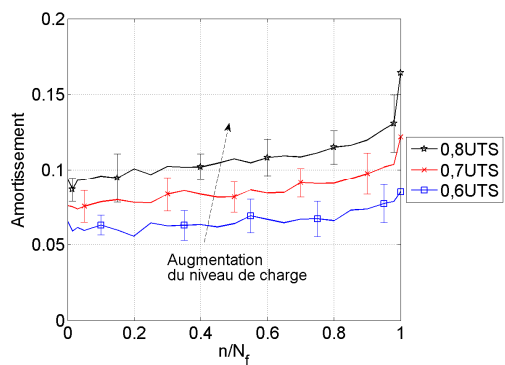
g)



h)



i)



j)

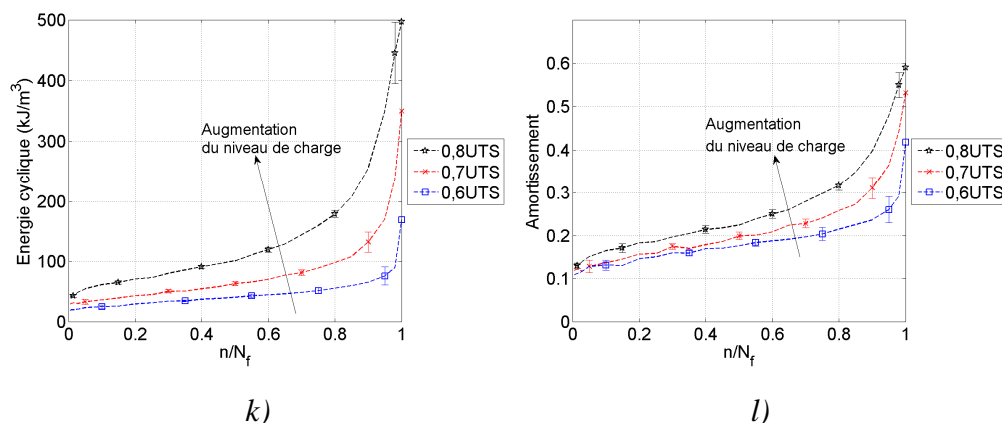


Fig. IV-17. Evolution de : a) U et b) U/U_e du FE_0 ; c) U et d) U/U_e du FE_90 ; e) U et f) U/U_e du FE_090 ; g) U et h) U/U_e du GE_090 ; i) U et j) U/U_e du FE_45 ; k) U et l) U/U_e du GE_45 pour différents niveaux de charge.

4.3.6 Mesure des modules

4.3.6.1 Choix du module en fatigue

Un moyen de suivre l'évolution de la santé matière est de mesurer la variation du module de Young au cours de la vie de l'éprouvette. Cependant, deux définitions du module sont couramment utilisées dans les études de fatigue. Il s'agit du module sécant (E_s) et du module de fatigue (E_f). En effet, E_s est la pente de la droite joignant les points haut et bas de la boucle d'hystérésis (Fig. III-43). Il représente le module « élastique » du cycle en cours. Le module de fatigue (E_f) quant à lui, est la pente de la droite tracée depuis le point haut de la boucle jusqu'à l'origine du repère. Il intègre l'histoire du chargement. Ainsi, sans la connaissance de la déformation irréversible cumulée, il n'est pas possible de calculer le module de fatigue. L'évolution des modules définis dans la Fig. III-43 est également discutée.

4.3.6.2 Module Sécant

Les courbes d'évolution du module sécant des six types d'éprouvettes en

fonction du ratio de vie pour différents niveaux de charge sont représentées dans la Fig. IV-18. Les composites FE_90, GE_090, FE_45 et GE_45 (Fig. IV-18 b, d, e et f) montrent des allures similaires, correspondant à ce qui est rapporté dans la littérature [1] [149] [164]. De façon chronologique, la baisse du module s'effectue classiquement selon trois étapes. Lors de la première phase, une chute importante du module est observée. Dans le même temps, l'augmentation des microfissures atteint rapidement la saturation. La deuxième étape est caractérisée par un ralentissement régulier des dommages. Enfin, au cours de la dernière phase, une baisse rapide de la rigidité conduisant à la rupture finale est notée. La durée de ces trois phases ainsi que la perte de rigidité engendrée varie d'un type d'éprouvette à l'autre. Parmi elles, celles des GE_090, FE_45 et GE_45 (Fig. IV-18 d, e et f) révèlent une dépendance de la perte de module au niveau de charge, contrairement au FE_90. Cependant, les études [126] [131] [192] ne concluent pas sur la relation entre la perte de module et la charge appliquée en raison de la faible quantité de données disponibles et des dispersions importantes entre les différentes éprouvettes.

Durant les essais de fatigue, les composites FE_0 et FE_090 (Fig. IV-18 a et c) présentent une augmentation de module ($\Delta E/E_0 = (E - E_0)/E_0 = E/E_0 - 1$) pouvant atteindre 2 et 7% respectivement. Dans le détail, les courbes de FE_0 se distinguent en deux groupes. Les spécimens testés entre 0,4 et 0,6 UTS pour lesquels une augmentation moyenne de 5 à 7% est constatée. Celle-ci est significativement plus élevée que celles des éprouvettes sollicitées à 0,7 et 0,8 UTS. Dans ce cas le gain en module est de l'ordre de 2%. Ainsi, même si les courbes de FE_090 présentent une variabilité importante, on peut remarquer cependant que les courbes moyennes sur 12 répétitions de l'essai à 0,7 et 0,8 UTS se situent en dessous de celles testées entre 0,4 et 0,6 UTS.

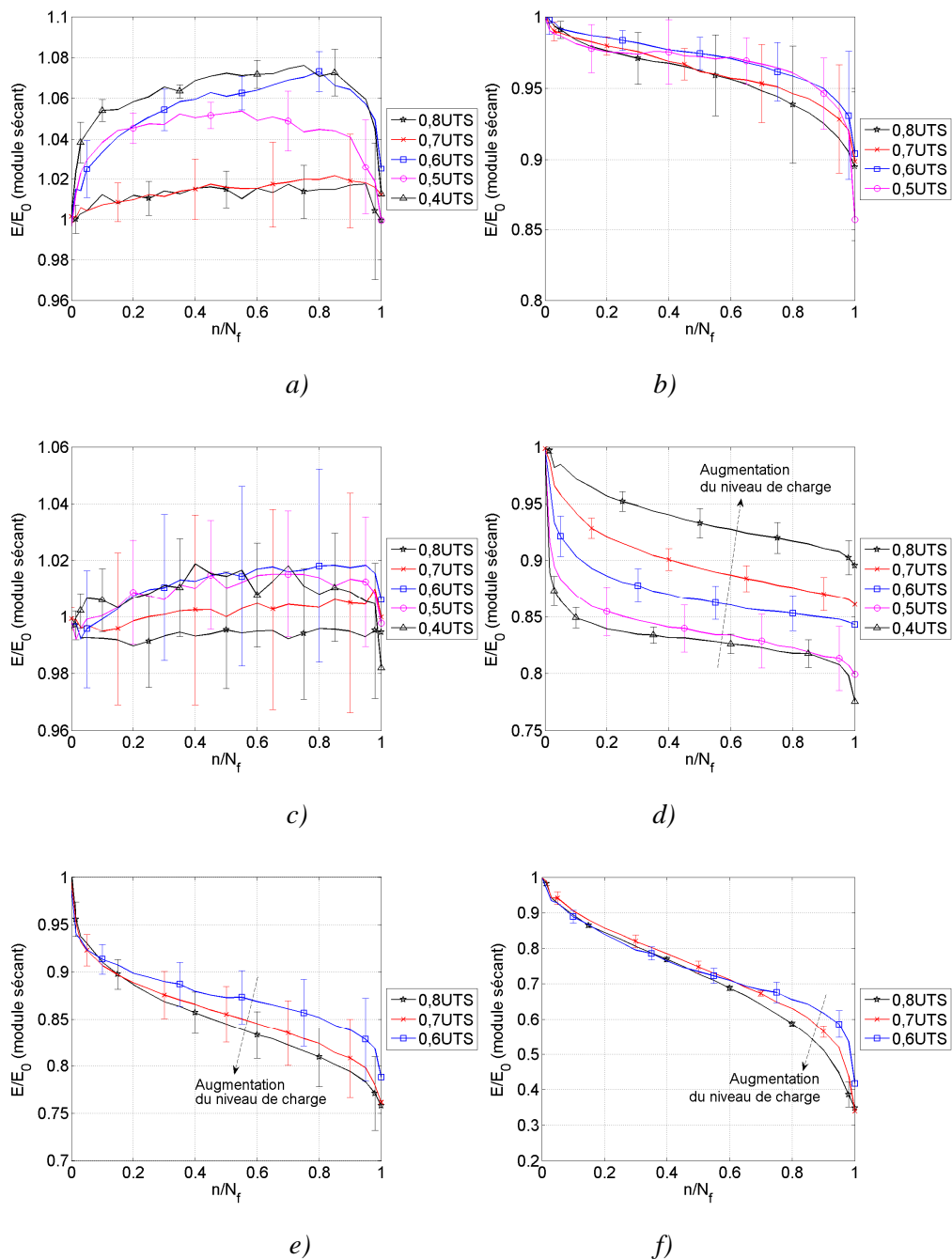


Fig. IV-18. Evolution du module sécant du : a) FE_0 ; b) FE_90 ; c) FE_090 ; d) GE_090 ; e) FE_45 et f) GE_45 pour différents niveaux de charge.

Il est important de rappeler que dans la littérature traitant de la fatigue des matériaux métalliques et composites [149] [164] [227] [228] [229], il est généralement admis que le ratio E/E_0 diminue avec le nombre de cycles (Fig. I-18). Cette baisse trouve son explication dans la progressivité du cumul dans les mécanismes d'endommagement au sein des matériaux pendant l'essai. S'agissant de

l'augmentation du module observé, il est légitime de se poser la question de la pertinence du calcul $\Delta l/l_0$ comme mesure de la déformation dans le traitement des données (section 4.2.1, avec Δl le déplacement du mors et l_0 la longueur initiale de l'éprouvette), sachant que les essais sont pilotés en force. Ainsi un essai de fatigue sur une éprouvette FE_0, équipée de jauges d'extensométrie orientées longitudinalement, testée à 0,6 UTS a été réalisé. La mesure des déplacements est continue. En raison d'une capacité de stockage limitée, l'acquisition des jauges est faite manuellement par intervalle de 5 à 10 minutes, soit tous les 1500 à 3000 cycles au cours de l'essai. La comparaison des résultats dans la Fig. IV-19, montre que le calcul des déformations par la mesure du déplacement du mors mobile sous-estime légèrement le rapport E/E_0 , au regard de la mesure par jauges. Cependant, l'écart d'environ 1% semble acceptable, et valide les mesures de déformations issues du déplacement du mors mobile qui est fiable.

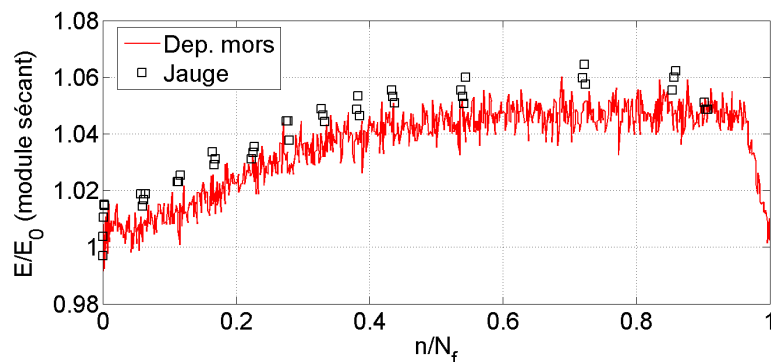


Fig. IV-19. Comparaison de l'évolution du module sécant normalisé d'une éprouvette FE_0 testé à 0,6 UTS, calculé par le déplacement du mors mobile et par les mesures de jauge.

En observant dans le détail les courbes de comportement du FE_0 et FE_090 testés à 0,6 UTS (Fig. IV-20), il apparaît que l'évolution de E/E_0 peut être subdivisée en trois parties. Pour le FE_0, on note d'abord une croissance rapide du module jusqu'à $0,2N_f$, suivie par une phase d'augmentation modérée entre 0,2 et $0,8N_f$ pouvant atteindre 7% de gain du module. Enfin une phase de diminution

s'amorce au-delà de $0,8 N_f$. L'allure de la courbe E/E_0 du FE_090 est semblable à celle du FE_0 avec un $\Delta E/E_0$ maximum proche de 4%. Une phase de diminution de plus qui ne dure que quelques cycles, est remarquée au tout début de l'évolution dans la Fig. IV-20 b.

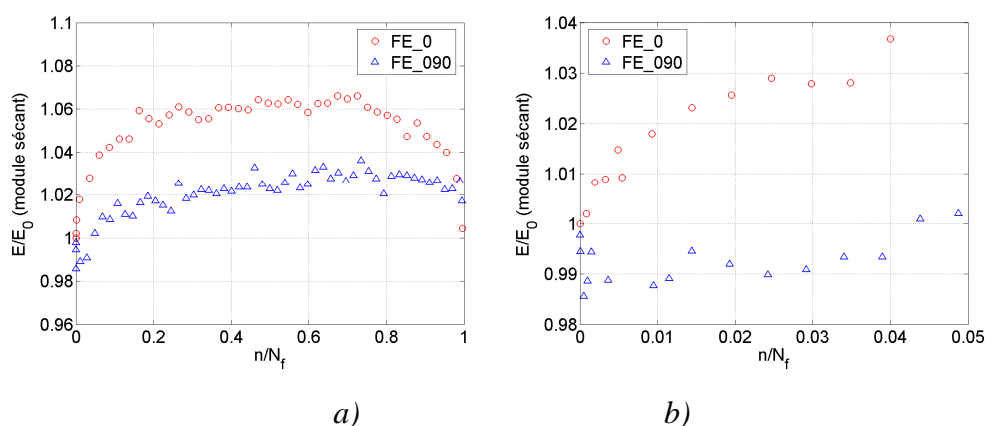
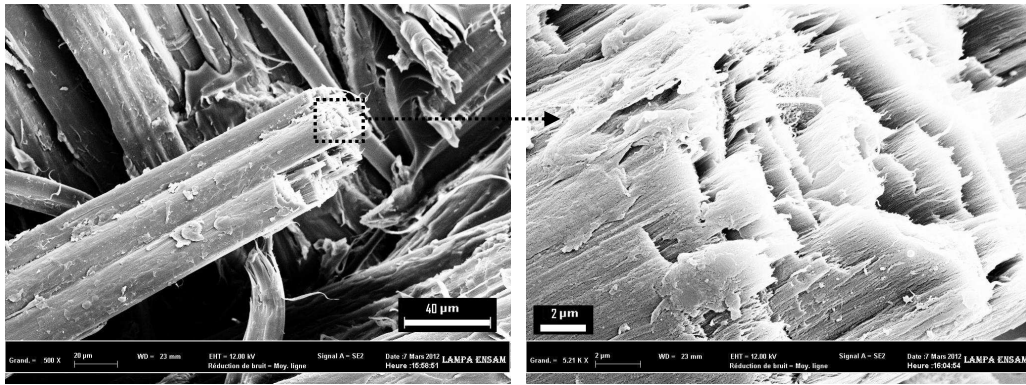


Fig. IV-20. Courbes typiques de l'évolution du module sécant du FE_0 et FE_090 testés à 0,6 UTS : a) tracés intégraux et b) vue détaillée du début de vie.

De façon marginale, l'accroissement du module dans la fatigue des composites « traditionnels » est constaté dans certains travaux. Petermann et al. [133] ont observé sur des stratifiés croisés renforcés par des fibres de carbone, une augmentation du module de l'ordre de quelques pourcents. Les auteurs attribuent ce fait au réalignement des fibres vers la direction du chargement. Dans cette étude, ce constat n'est pas fait sur les composites orientés à $\pm 45^\circ$ (FE_45 et GE_45), mais bien sur ceux en lin/époxy sollicités dans la direction des fibres (Fig. IV-18). Greco et al. [230] expliquent sommairement l'augmentation du module observée sur des composites à matrice polypropylène soumise à la fatigue par flexion, par la réorganisation des chaînes de molécules en réseaux devenant mieux ordonnées. Présentement, une augmentation est observée sur le FE_090 mais pas sur le GE_090, bien que ces deux composites aient le même type de matrice et d'empilement.



a)

b)

Fig. IV-21. Rupture par fatigue a) d'un faisceau de fibres de lin d'une éprouvette FE_090 et b) vue de détail des microfibrilles.

Le phénomène d'accroissement du module du composite lin/époxy $[0]_{12}$ remarqué sur toutes les éprouvettes peut s'expliquer par le comportement de la microstructure de la fibre de lin. En effet, il est largement accepté, notamment dans les travaux de Baley et al. [46] et Charlet et al. [53], que la couche S2 dans la structure de la fibre de lin pilote le comportement de cette dernière (Fig. I-2). Elle est composée de microfibrilles inclinées de 6 à 11° par rapport à l'axe de la fibre. Celles-ci ont tendance à se redresser pour se réorienter dans l'axe du chargement, au fur et à mesure des cycles. Ainsi, le module de la fibre élémentaire augmente au cours d'un essai de traction suivant son axe et Baley [46] a mesuré un accroissement important du module de la fibre seule, de l'ordre de 60%, lors de chargements cycliques (Fig. IV-22). L'explication vient du redressement des microfibrilles (Fig. IV-21), donc de la diminution progressive de l'angle microfibrillaire. Dans les travaux [226] [171], les auteurs ont aussi observé une légère augmentation du module lors de la fatigue de type traction-traction, d'éprouvettes unidirectionnelles de composites renforcés par des fibres de sisal. Il en est de même pour le chanvre [28], car leur microstructure est similaire.

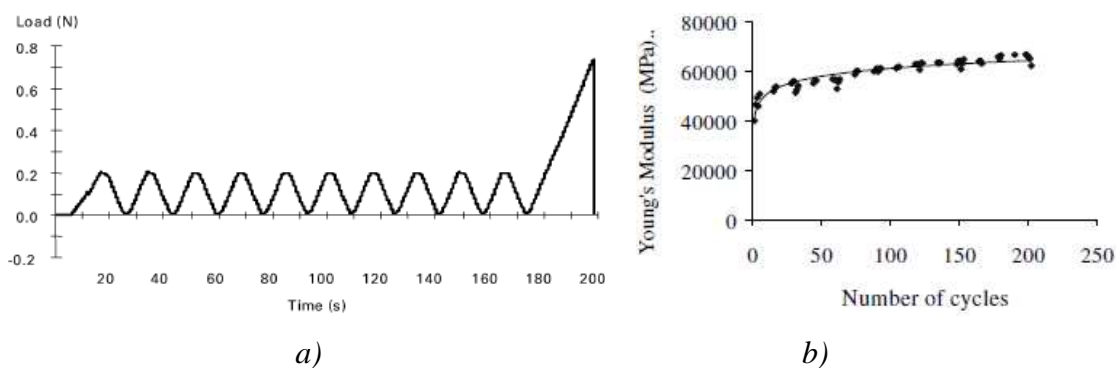


Fig. IV-22. *Fatigue d'une fibre élémentaire de lin : a) cycles de chargement et b) évolution du module d'Young [46].*

L'augmentation de la déformation résiduelle ε_r , constatée sur le FE_0 et FE_090 (Fig. IV-14 a et c) est beaucoup plus importante que sur le GE_090 (Fig. IV-15). Parallèlement à la réorientation des microfibrilles, cette élongation peut avoir pour origine le redressement des fibres de lin elles-mêmes. En effet, l'observation au microscope optique des composites de lin (Fig. II-7 a et e) montre que les fibres présentent une ondulation après la fabrication des composites, qui est plus prononcée dans le cas des stratifiés FE_090. Ce phénomène peut provenir de la mise en forme du tissu sec ou de la réticulation de la matrice dont la contraction peut créer une ondulation. Aussi, par l'effet du chargement répétitif de fatigue, les fibres peuvent potentiellement se redresser dans la direction de chargement de l'éprouvette. Ainsi, lorsqu'une fibre élémentaire est testée en fatigue, l'augmentation du module s'explique par la réorientation des microfibrilles, alors que pour le composite, le redressement des fibres ondulées peut avoir une contribution non négligeable dans la déformation résiduelle.

Une augmentation de 60% du module des fibres comme, rapporté dans [46], devrait engendrer un raidissement des composites FE_0 et FE_090 de 55 et 45% respectivement selon la CLT, or les résultats de la présente étude donnent un gain de 5-7% dans le meilleur des cas. A cet effet, il faut noter que Thuault [9] a remarqué sur plusieurs centaines de fibres de lin testées, que 30% d'entre-elles présentent un comportement linéaire en traction. En faisant l'hypothèse que la réorientation des microfibrilles n'a pas eu lieu dans ces fibres, on peut alors penser que 30% du renfort

ne contribuent pas à l'augmentation du module. D'un autre côté, il est possible que les constituants des fibres (Fig. IV-23 a), de la matrice (Fig. IV-23 b) et la liaison fibre/matrice (Fig. IV-23 c) se dégradent au cours d'essai de fatigue, tendant à abaisser le gain hypothétique de rigidité.

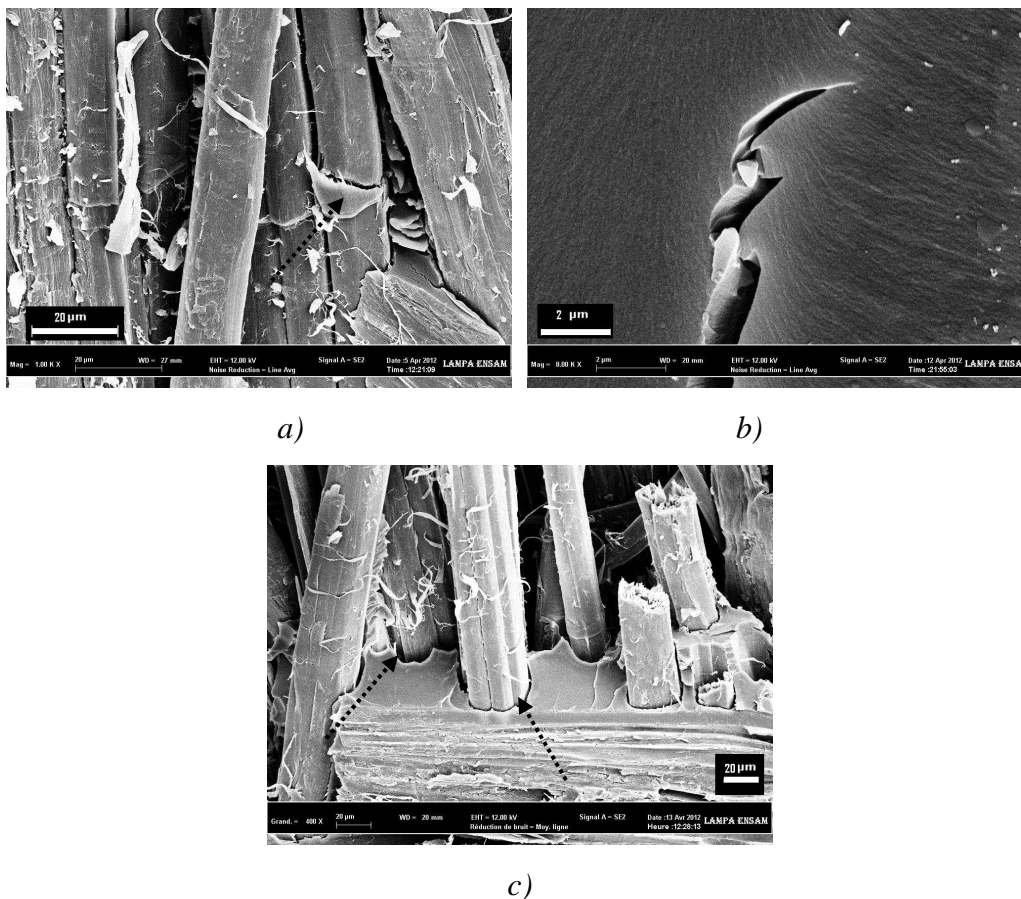


Fig. IV-23. Endommagements d'éprouvettes FE_090 : a) rupture de fibre, b) fissures de la matrice et c) décohésion fibre/matrice.

En effet, nous savons d'après l'étude [Tab. I-3], que la résistance des fibres naturelles a un coefficient de variation de 34 à 59%. Dans le cas le plus favorable pour lequel on observe un COV de 34% et en supposant que la résistance des fibres suive une loi normale alors 2,3% des fibres en queue de distribution (Fig. IV-24) (pour une probabilité inférieure à deux fois l'écart-type) ne pourraient alors pas supporter un niveau de contrainte égale à 32% de la résistance moyenne ($\sigma_{moy}^{UTS} - 2SD$). Il est très probable que certaines fibres cassent dès les premiers cycles de chargement et qu'au cours de l'essai les endommagements précités se produisent par la fatigue. Ainsi donc,

les phénomènes induisant la perte de module abaissent le gain à l'échelle de l'éprouvette.

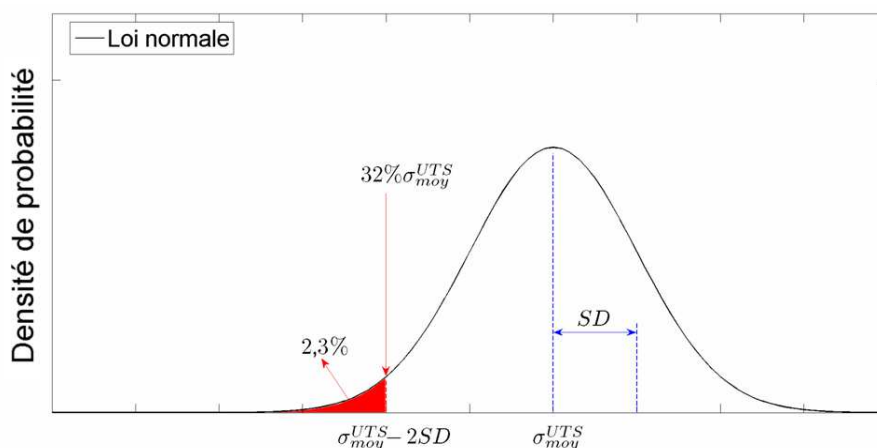


Fig. IV-24. Distribution de la résistance des fibres suivant la loi normale.

Parmi les mécanismes d'endommagement recensés, on peut ajouter la fissuration intralaminare des plis à 90° pour le FE_090, dès les premiers cycles de chargement (Fig. III-50 a). Ainsi, la chute de module observée pour le FE_090 au début de l'essai et non sur le FE_0, est alors expliquée par la fissuration des couches orthogonales au chargement (Fig. IV-20 b). A cela s'ajoute l'observation faite sur les composites unidirectionnels à 90° (FE_90) pour lesquels le chargement en fatigue entraîne une baisse du module (Fig. IV-18 b). Le comportement des couches à 90° explique le fait que l'évolution du ratio E/E_0 du FE_0 (Fig. IV-18 a) soit plus élevée que celle du FE_090 (Fig. IV-18 c) pour un même niveau de charge.

La Fig. IV-25 présente les courbes enveloppes (maximum et minimum) et moyenne sur 12 essais, de l'évolution du module des éprouvettes FE_090 testées à 0,8 UTS. La combinaison des phénomènes précités de gain (redressement des microfibrilles et des fibres) et de perte de module liée aux endommagements, fait que l'éprouvette testée peut présenter une augmentation de module ou pas.

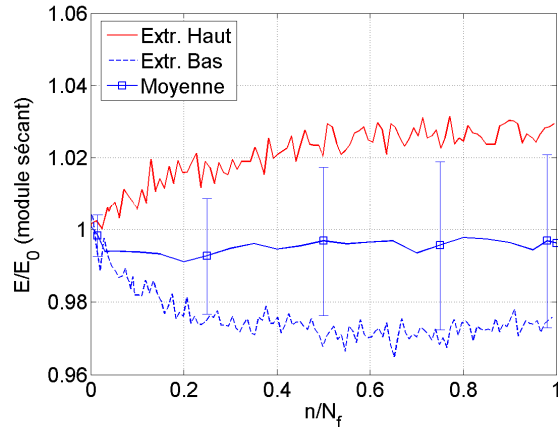
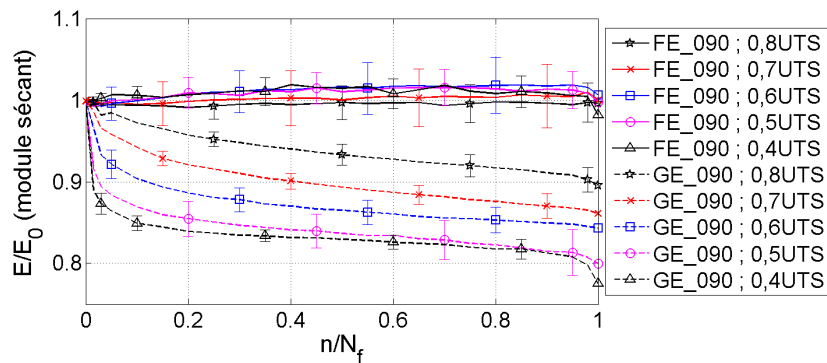


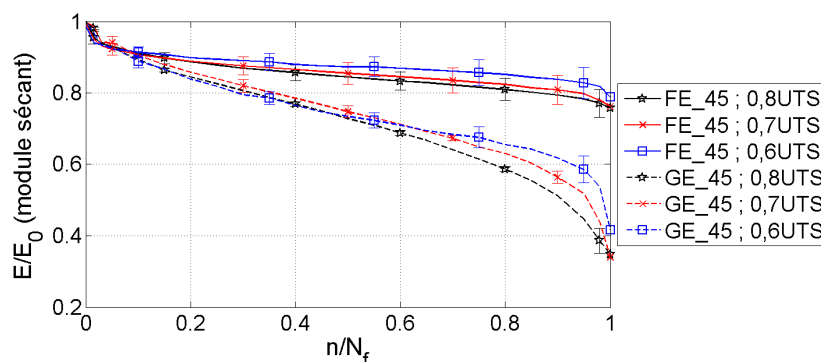
Fig. IV-25. Courbes extrêmes et moyenne de l'évolution du module sécant d'éprouvettes FE_090 testées à 0,8 UTS.

4.3.6.3 Influence du type de renfort

Les évolutions du module des composites lin/époxy et verre/époxy sont comparées dans la Fig. IV-26. Il est remarquable que, quel que soit l'empilement, les composites en lin/époxy ont une perte de module inférieure à celle de ceux en verre/époxy. En outre, l'influence des niveaux de chargement sur les évolutions du module est moins marquée pour les composites en lin/époxy. On peut en déduire que les renforts en lin donnent un comportement plus stable aux composites qu'ils renforcent, notamment, grâce aux phénomènes de gain qui compensent plus ou moins ceux de perte de module.



a)



b)

Fig. IV-26. Comparaisons de l'évolution du module au cours de la vie des éprouvettes a) FE_090 et GE_090 et b) FE_45 et GE_45.

4.3.6.4 Comparaison de l'évolution des modules

Dans la Section 3.3.3.1, six modules différents ont été définis ($E_s, E_f, E_{Ch,D}, E_{dCh,D}, E_{Ch,F}, E_{dCh,F}$) à partir d'une boucle d'hystérésis (Fig. III-43). L'évolution de E_s a été abordée dans la section précédente. Afin de comparer les modules entre-eux, une forme normalisée (E/E_0) a été suivie au cours de la fatigue pour une éprouvette FE_0 testée à 0,6 UTS. Le résultat est représenté dans la Fig. IV-27. Il est observé qu'hormis E_f qui montre une tendance à la baisse, tous les autres modules ont augmenté. En réalité, cette diminution est due à la déformation résiduelle (plastique) assez importante, tandis que les autres modules sont plutôt issus de réponses élastiques. E_f est calculé par la relation Eq. IV-13, avec σ_{\max} constante, car les essais sont pilotés en force. Le rapport $E_f/E_{f,0}$ (Eq. IV-14) dépend directement du ratio des déformations maximales initiale ($\varepsilon_{\max,0}$) et de celle du cycle en cours (ε_{\max}), comme détaillé dans la Section 4.3.4. Ainsi, comme ε_{\max} augmente avec le nombre de cycle (Fig. IV-14) et que $\varepsilon_{\max,0}$ et σ_{\max} restent constants pour chaque éprouvette alors on constate que E_f et $E_f/E_{f,0}$ diminuent. On remarque aussi que la mesure du module $E_{dCh,D}$ donne l'évolution la plus optimiste (Fig.

IV-27).

$$E_f = \sigma_{\max} / \varepsilon_{\max} \quad \text{Eq. IV-13}$$

$$E_f / E_{f,0} = (\sigma_{\max} / \varepsilon_{\max}) / (\sigma_{\max} / \varepsilon_{\max,0}) = \varepsilon_{\max,0} / \varepsilon_{\max} \quad \text{Eq. IV-14}$$

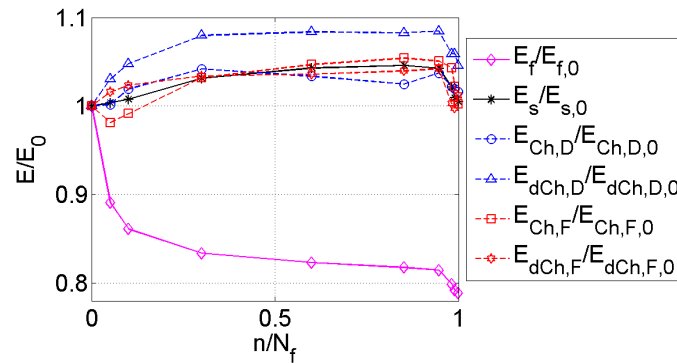


Fig. IV-27. Evolution des modules définis dans la Section 3.3.3.1 au cours de la vie d'une éprouvette FE_0 testée à 0,6 UTS.

4.3.7 Synthèse sur l'évolution des propriétés

Contrairement à certaines idées généralement admises dans la fatigue des matériaux métalliques et dans une moindre mesure dans celle des composites, on peut mettre en exergue deux phénomènes distincts dans l'évolution des propriétés des composites à renforts de lin, dont toutes les fibres ou une partie sont orientées à 0°. A la lumière des essais réalisés sur les éprouvettes FE_0 et FE_090, l'amortissement et l'énergie cyclique diminuent au lieu d'augmenter (Fig. IV-17), tandis que le module sécant augmente au lieu de diminuer avec le ratio de vie restante (Fig. IV-18). Néanmoins, la rupture se produit tout de même pour une charge inférieure à la résistance ultime quasi-statique (UTS). Ces matériaux subissent donc bien des dommages liés au chargement en fatigue. Cependant, ces endommagements ne peuvent être quantifiés par des mesures de perte de rigidité ou d'augmentation de l'énergie dissipée, comme pour les autres matériaux.

En vue de prédire le comportement en fatigue, il faut envisager que le critère de rupture établi soit lié à l'évolution des déformations maximales ou résiduelles ($\epsilon_{\max}, \epsilon_r$) (Fig. IV-14 et Fig. IV-15) ou du module de fatigue (E_f) (Fig. IV-27), dont les tendances correspondent à celles données dans la littérature. Une autre voie pour prédire l'endommagement par fatigue est d'identifier la résistance résiduelle en sollicitant un spécimen à un certain nombre de cycles avant de le solliciter en traction jusqu'à la rupture. Cette méthodologie expérimentale est très coûteuse, car elle implique la combinaison de trois paramètres qui sont le ratio de vie des éprouvettes, le nombre de niveaux de charge et le nombre de répétitions de l'essai pour la précision désirée.

4.4 Evolution de la densité de fissures

Après avoir procédé au traitement des données expérimentales enregistrées, cette partie s'intéresse à l'identification des mécanismes d'endommagement par des observations au microscope optique.

4.4.1 Processus de suivi de l'endommagement

Le suivi de l'endommagement par la caractérisation de la densité de fissures est réalisé sur les éprouvettes FE_090 et FE_45 testées à 0,6 UTS. Les essais sont arrêtés à un certain pourcentage de la vie moyenne des éprouvettes ($\overline{N_f}$). Ensuite, des échantillons prélevés des éprouvettes sont observés au microscope optique. Le processus comprend les phases de découpe (Section 3.3.2.3), polissage (Section 2.1.1) et quantification de la densité de fissures (Section 3.3.2.1.2). Le Tab. IV-9 donne les durées d'essais prévues. La densité de fissures pour le premier cycle ($n=1$) correspond à celle de l'essai de traction arrêtée à 0,6 UTS pour les éprouvettes FE_090 (Tab. III-9) et FE_45 (Tab. III-10).

n/\overline{N}_f	Nombre de cycles	
	FE_090	FE_45
~0	1	1
0,00016	10	-
0,001	63	-
0,01	626	-
0,025	1 565	-
0,05	3 161	18 810
0,1	6 260	37 560
0,3	18 809	11 2707
0,45	28 168	-
0,6	37 557	225 352
Rupture	$\overline{N}_f = 63\ 220$	$\overline{N}_f = 376\ 200$

Tab. IV-9. Proportions de la vie et nombre de cycles des essais de fatigue arrêtés.

4.4.2 Observation des fissures

La Fig. IV-28 présente les images obtenues au microscopie optique, d'éprouvettes FE_090 et FE_45 testées en fatigue à 0,6 UTS jusqu'à rupture. Les flèches indiquent les fissures visibles. On constate que les fissures localisées dans les couches transversales du FE_090 ne se propagent pas dans les plis à 0°, tandis que toutes les couches du FE_45 sont fissurées.

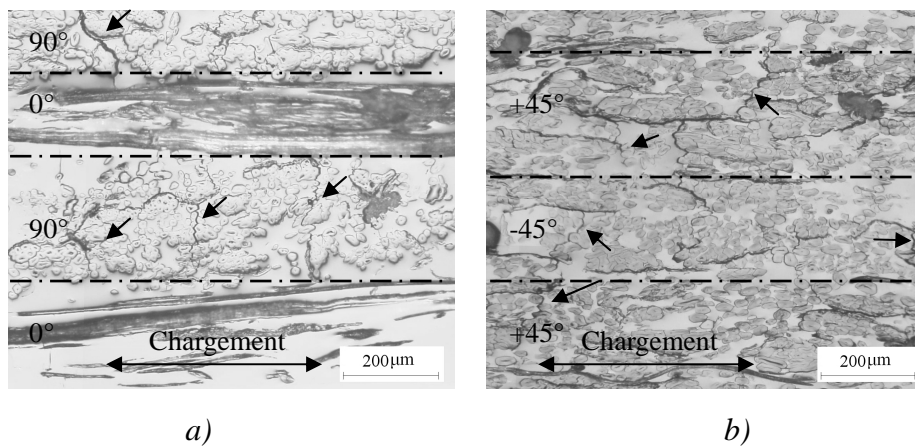


Fig. IV-28. Micrographies de la fissuration d'éprouvettes a) FE_090 et b) FE_45 testées à 0,6 UTS.

4.4.3 Relation entre la densité de fissures et l'endommagement

La Fig. IV-29 montre l'évolution de la densité de fissures et celle de la valeur moyenne de l'endommagement (D) d'éprouvettes FE_090 et FE_45 testées à 0,6 UTS. Les densités de fissures sont mesurées sur 2 à 6 échantillons provenant d'essais de fatigue arrêtés. Le facteur D est calculé avec la relation Eq. IV-15, en fonction du ratio des déformations maximales initiale ($\varepsilon_{\max,0}$) et de celle du cycle en cours (ε_{\max}). L'endommagement croît tout au long de la vie de l'éprouvette. A contrario, un endommagement basé sur le module sécant (Fig. IV-18) et l'amortissement (Fig. IV-17), donnerait des valeurs négatives pour les éprouvettes FE_0 et FE_090, en raison de leur évolution. Cela signifierait que les matériaux ne subissent pas de dommages dus à la fatigue, ce qui n'est pas possible d'après la section 4.3.7.

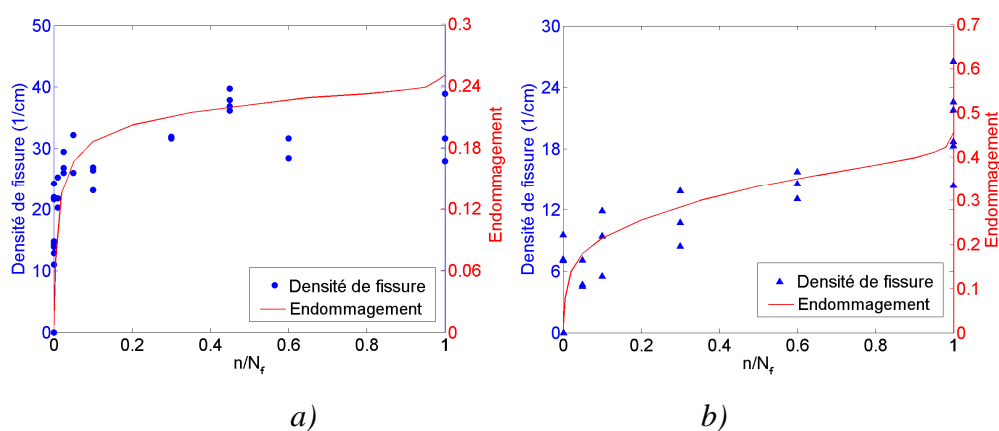


Fig. IV-29. Evolution de la densité de fissures et de l'endommagement en fonction de la vie des éprouvettes a) FE_090 et b) FE_45 testées à 0,6 UTS.

$$D = 1 - \varepsilon_{\max,0} / \varepsilon_{\max} \quad \text{Eq. IV-15}$$

On constate que la densité de fissures augmente très rapidement, dès les premiers cycles dans les couches à 90°, puis après $0,05 N_f$, elle présente une tendance stable jusqu'à la rupture (Fig. IV-29 a). Ces observations confirment que la chute du module observée au tout début de la courbe (Fig. IV-30 a) est provoquée par

l'accroissement rapide de la densité de fissure dans les couches orthogonales, jusqu'à la saturation. La perte s'arrête alors et les phénomènes de gain de module des couches à 0° deviennent majoritaires. Il n'y a pas d'accélération de la densité de fissures à la rupture pour FE_090, malgré l'accélération de la chute du module. D'un autre côté, l'allure de l'évolution de la densité de fissures du FE_45 ne semble pas présenter de saturation. Elle augmente rapidement durant les premiers cycles jusqu'aux alentours de $0,05$ à $0,1 N_f$. Ensuite elle ralentit, tout en continuant d'augmenter. Une accélération semble avoir lieu au moment de la rupture. L'évolution de la densité de fissures est parfaitement corrélée avec celle de l'endommagement D (Fig. IV-29 b) et du module sécant (Fig. IV-30 b), car les fissures se créent dans toutes les couches simultanément (Fig. IV-28 b).

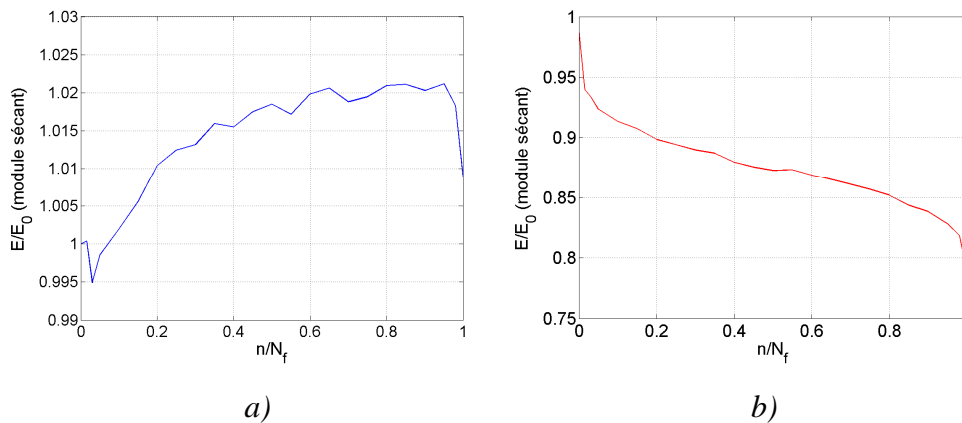


Fig. IV-30. Evolution moyenne du module sécant en fonction de la vie des éprouvettes a) FE_090 et b) FE_45 testées à 0,6 UTS.

La densité de fissures d'éprouvettes FE_090 et FE_45 après le premier cycle et la rupture en fatigue pour les niveaux de charge 0,4, 0,6 et 0,8 UTS sont tracées à la Fig. IV-31. On remarque qu'elle augmente avec la vie des éprouvettes, notamment pour le FE_45 et avec le niveau de charge. La forte variabilité est également à souligner.

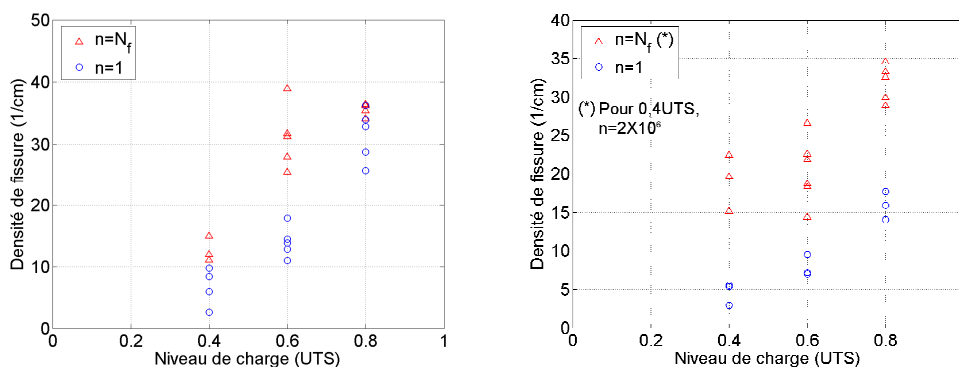


Fig. IV-31. Evolution de la densité de fissures au premier et dernier cycle de vie d'éprouvettes a) FE_090 et b) FE_45.

4.4.4 Distribution de l'espacement des fissures

La loi log-normale a été adaptée à l'histogramme de l'espacement des fissures pour différentes proportions de la vie d'éprouvettes FE_090 sollicitées à 0,6 UTS dans les Fig. IV-32 a et b. Ses paramètres en fonction du ratio $\left(n/\overline{N}_f\right)$ sont donnés dans le Tab. IV-10. n et \overline{N}_f représentent respectivement le cycle en cours et la durée de vie moyenne.

La loi log-normale offre une bonne corrélation avec les histogrammes (Fig. IV-32 a) comme le montre l'indicateur R^2 dont les valeurs sont très proches de l'unité (Tab. IV-10). L'évolution des paramètres caractéristiques tels que le mode, la médiane et la variation sont tracés en fonction du ratio de vie dans la Fig. IV-32 c. Ainsi, ces paramètres convergent très rapidement, dès le début, avant $0,05 \overline{N}_f$, puis se stabilisent dans le reste de la vie de l'éprouvette. Cette évolution est cohérente avec celle de la densité de fissures du FE_090 observée (Fig. IV-29 a).

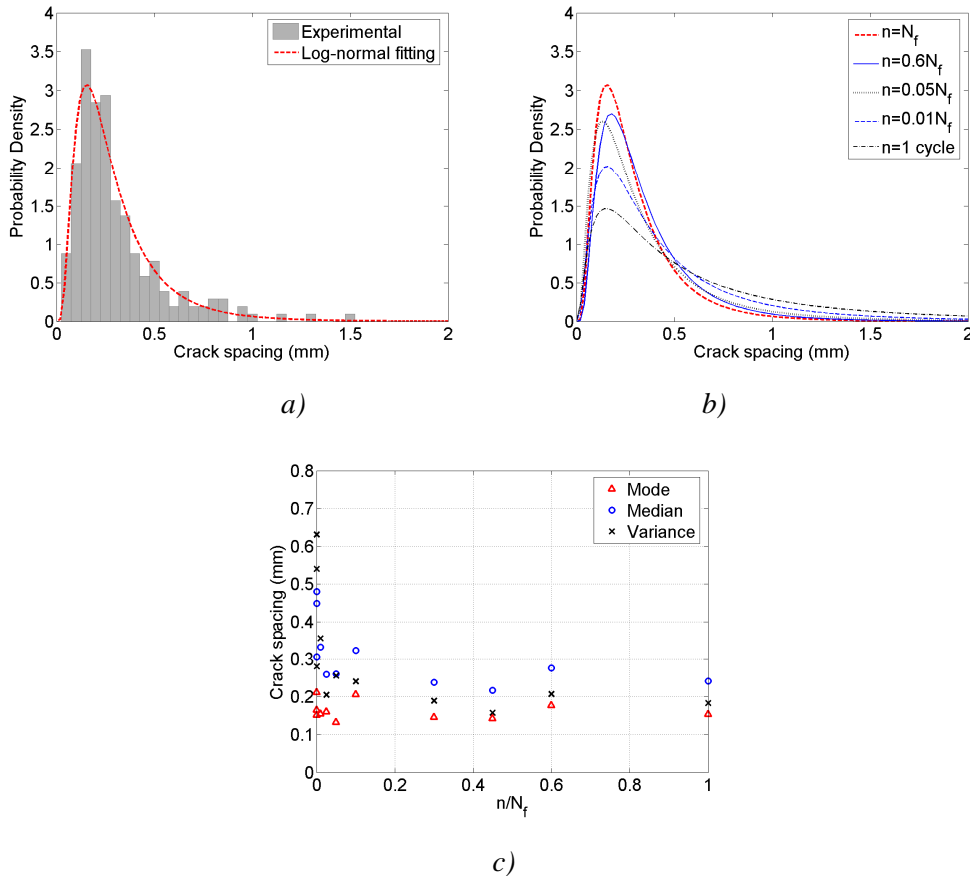


Fig. IV-32. Distribution de l'espace des fissures des éprouvettes FE_090 testées à 0,6 UTS. a) Adaptation de la loi log-normale à la distribution des fissures à la rupture ($n = \overline{N_f}$). b) Evolution de la distribution en fonction de la vie. c) Evolution du mode, de la médiane et de la variance de la loi log-normale en fonction de la vie.

Pour le FE_45, des diagrammes similaires ont été tracés dans la Fig. IV-33. Les paramètres correspondants à la loi log-normale sont tabulés dans le Tab. IV-10. La corrélation avec les histogrammes est aussi satisfaisante d'après la Fig. IV-33 a. L'indice R^2 calculé est supérieur à 0,9 pour la plupart des mesures faites. Il faut noter que lorsque le nombre de sollicitations effectuées est faible, peu de fissures sont observées, et les valeurs de la qualité de la corrélation qui en résultent sont plus faibles pour FE_090 et FE_45. Les paramètres caractéristiques de la loi log-normale convergent moins rapidement (à partir de $0,1 N_f$) que ceux du FE_090, jusqu'à la rupture.

n/\overline{N}_f	FE_090			FE_45		
	R^2	μ	σ	R^2	μ	σ
~ 0	0,9565	-0,7999	1,044	0,8389	-0,30211	1,1098
0,00016	0,8330	-0,7333	0,9046	-	-	-
0,001	0,8469	-1,1884	0,7829	-	-	-
0,01	0,8990	-1,1059	0,8732	-	-	-
0,025	0,9395	-1,3474	0,6962	-	-	-
0,05	0,9423	-1,3455	0,8221	0,7325	0,31541	0,8830
0,1	0,9792	-1,1351	0,6678	0,9236	-0,32003	0,9543
0,3	0,9662	-1,4347	0,6955	0,9343	-0,4874	0,8740
0,45	0,9811	-1,5293	0,6517	-	-	-
0,6	0,9278	-1,2868	0,6688	0,9543	-0,8021	0,9333
Rupture	0,9675	-1,4221	0,6749	0,9865	-1,0732	0,8403

Tab. IV-10. Paramètres de la loi de distribution adaptés à différents ratio de vie pour des éprouvettes FE_090 et FE_45 testées à 0,6 UTS.

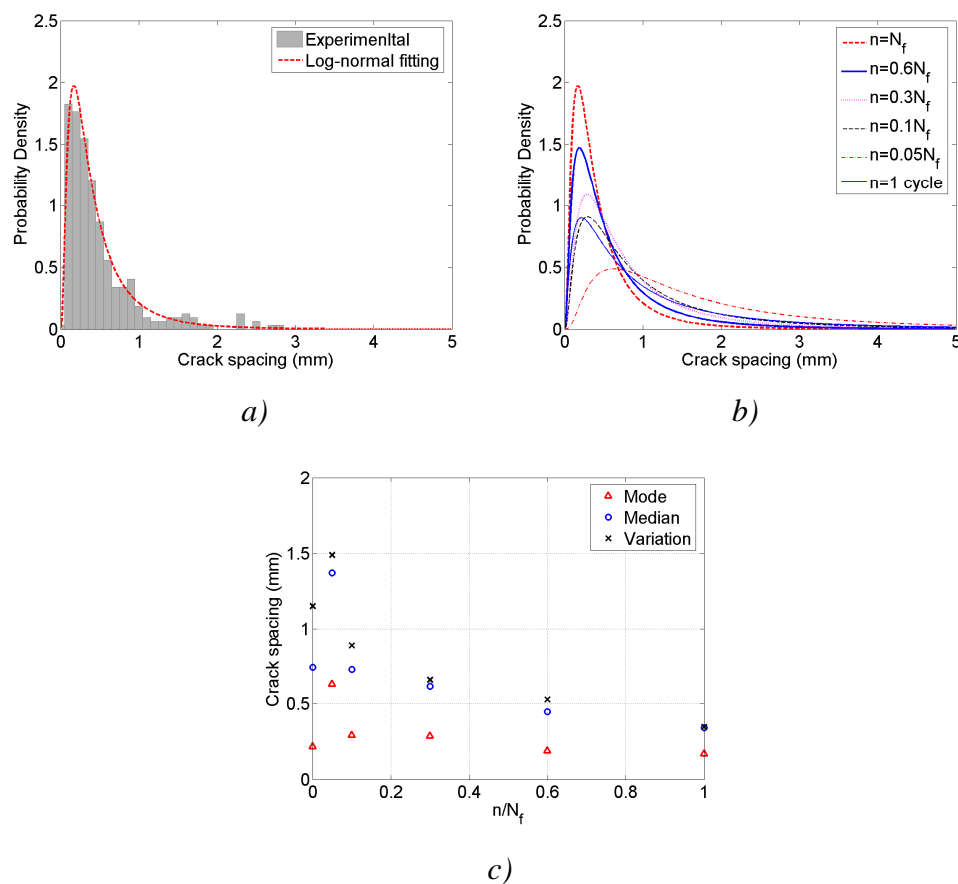


Fig. IV-33. Distribution de l'espacement des fissures des éprouvettes FE_45 testées à 0,6 UTS.

- a) *Adaptation de la loi log-normale à la distribution des fissures à la rupture* ($n = \overline{N_f}$).
- b) *Evolution des distributions en fonction de la vie.* c) *Evolution du mode, de la médiane et variance des lois log-normales en fonction de la vie.*

4.5 Conclusion

Avant de procéder à une vaste campagne expérimentale de fatigue, une étude basée sur la méthodologie des plans d'expériences a été réalisée afin d'identifier une fréquence optimale de sollicitation des éprouvettes. La fréquence de 5 Hz choisie assure une élévation de la température des éprouvettes inférieure à 10°C au cours de leur vie sous chargement de fatigue. Cette étape est importante afin d'éviter une incidence de l'auto-échauffement sur la durée de vie des éprouvettes renforcées par des fibres de lin. Plus de 200 essais ont été réalisés sur des éprouvettes issues des 6 types de matériaux (FE_0, FE_90, FE_090, GE_090, FE_45, GE_45). Le traitement des mesures expérimentales a permis d'établir les courbes de fatigue probabilisées (P-S-N), ainsi que l'évolution des propriétés mécaniques (déformations caractéristiques, amortissement, énergie d'hystérésis, module sécant et de fatigue) et de la densité de fissures, en fonction de la vie des éprouvettes. Tous les résultats présentés intègrent les effets de la variabilité relevant des renforts, du procédé de fabrication, de la réalisation des essais et des mesures. La morphologie des faciès de rupture, ainsi que des images des mécanismes intimes des fibres et des composites sont discutés.

Il apparaît que les composites renforcés de fibres de lin à 0° (FE_0 et FE_090) présentent un phénomène de raidissement au cours de la fatigue. Cette propriété n'est pas observée dans la fatigue des composites conventionnels de type carbone/polymère ou verre/polymère renforcés à 0°. Cette évolution du module est expliquée par la combinaison d'effets antagonistes, qui sont le redressement des fibres et des microfibrilles contenus dans celles-ci créant un gain et de la perte de rigidité inhérente à la dégradation des constituants (rupture éventuelle des fibres, fissures de la matrice, décohésion fibre matrice et endommagement des couches orientées à 90°).

La réorientation des microfibrilles est largement utilisée pour expliquer l'augmentation du module des fibres élémentaires de lin [46].

La comparaison entre les composites à renforts de lin et de verres imprégnés dans une matrice époxy (FE et GE) est fait sur les stratifié $[0/90]_{3s}$ et $[\pm 45]_{3s}$. Les courbes de fatigue exprimées en contrainte spécifique en fonction du nombre de cycles (SS-N) montrent qu'en raison de la densité plus faible des composites renforcés par le lin, le FE_45 résiste mieux que le GE_45. Pour des chargements de faible amplitude, le comportement en fatigue du FE_090 est comparable à celui du GE_090. Les courbes de fatigue adimensionnées par rapport à la contrainte ultime quasi-statique (UTS) en fonction du nombre de cycles (%UTS-N) révèlent que les FE peuvent endurer plus de cycles que les GE pour un même niveau de charge. L'évolution du module sécant montre que le FE présente une raideur plus stable au cours de la vie et en fonction du niveau de charge que le GE (Fig. IV-26) grâce aux phénomènes de compensation des endommagements par les gains de rigidité liés aux fibres de lin. Pour les composites FE, la dispersion des mesures diminue lorsque la charge baisse, contrairement aux GE et autres matériaux.

Les mesures de la densité de fissures sont bien corrélées avec l'endommagement lié à la déformation maximale. L'augmentation et saturation très rapide de la densité de fissures permettent d'expliquer la chute du module sécant au début d'essai de fatigue.

Chp.5 Modélisation

Cette partie s'intéresse à la modélisation par la méthode des éléments finis (EF) du comportement en fatigue des composites lin/époxy, sur la base des résultats expérimentaux. Dans un premier temps, le choix des paramètres du modèle éléments finis sur *LS-Dyna* est réalisé. Ensuite, un modèle de cumul des endommagements basé sur la loi de Miner et le critère de Tsai-Hill est développé afin de prédire la durée de vie des éprouvettes. La dernière étape concerne la simulation d'essais en fatigue sur un composite lin/époxy ayant de l'empilement orthogonal et quasi-isotrope (FE_QI). Ce dernier est réalisé pour évaluer la robustesse du modèle.

5.1 Modélisation par éléments finis

Avant de présenter dans le détail la méthodologie de prédiction de la durée de vie des composites soumis à un chargement de fatigue, il est important de fixer les paramètres de base du modèle numérique. Il s'agit d'identifier leur influence sur la précision et le temps de calcul (CPU) afin d'optimiser les performances de la simulation.

5.1.1 Calculs par éléments finis sur *LS-Dyna*

Les calculs par éléments finis sont réalisés avec le code *LS-Dyna*. Le modèle concerne uniquement la partie utile de l'éprouvette, donc en dehors des talons, modélisée par un échantillon rectangulaire de 150 mm de long par 25 mm de large avec une épaisseur t qui varie en fonction du type de matériaux (Tab. II-4).

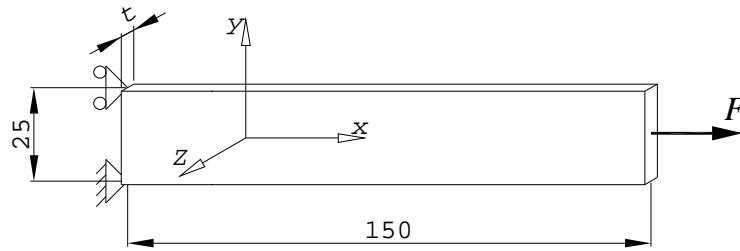


Fig. V-1. Modélisation de l'éprouvette sans les talons avec les conditions limites et le chargement. Unité en mm.

Des études portant sur le choix du type d'élément, la convergence du maillage et la réduction du modèle grâce aux symétries sont discutées. Pour cela, le cas test choisi est la modélisation de l'essai de traction uniaxiale d'une éprouvette composite orthotrope, à $[0]_{12}$ de 3 mm d'épaisseur, dont les propriétés élastiques données dans le Tab. V-1, sont celles du composite lin/époxy identifiées expérimentalement dans le Chp.3.

L'une des extrémités est fixée de manière à empêcher la translation suivant l'axe x , qui est celui de l'éprouvette. Un nœud de cette face est bloqué suivant y et z afin d'empêcher les mouvements de corps rigides. Un chargement en traction suivant l'axe x est appliqué sur l'extrémité opposée. Dans cette Section, il s'agit d'un déplacement imposé de 1,5 mm, correspondant à une déformation globale $\varepsilon_{xx} = 1\%$. La contrainte maximale ($\sigma_{x \max}$) est mesurée.

ρ (kg / m^3)	E_{11} (GPa)	E_{22} (GPa)	G_{12} (GPa)	ν_{12}
1 280	22,8	4,52	1,96	0,43

Tab. V-1. Propriétés mécaniques de l'éprouvette.

5.1.1.1 Types d'éléments finis

La modélisation de l'éprouvette est réalisée avec des éléments finis linéaires 3D ou 2D. Deux modélisations comportant le même nombre d'éléments (3 750) volumiques hexaédriques et coques quadrangulaires avec respectivement 8 et 4 points

d'intégration sont comparées.

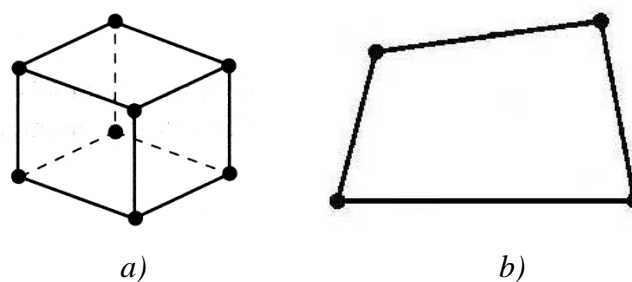


Fig. V-2. Géométrie des éléments finis : a) hexaédrique et b) quadrangulaire.

Les résultats obtenus sont donnés dans le Tab. V-2. La contrainte maximale obtenue ainsi que les isovaleurs des contraintes montrées dans la Fig. V-3, sont identiques pour les deux modélisations. Par contre, comme cela était prévisible, le temps de calcul du modèle volumique est approximativement trois fois plus important que celui du modèle constitué d'éléments coques (Tab. V-2). Donc, pour la suite de l'étude, les modèles réalisés seront constitués d'éléments 2D en raison du rapport performance/temps CPU.

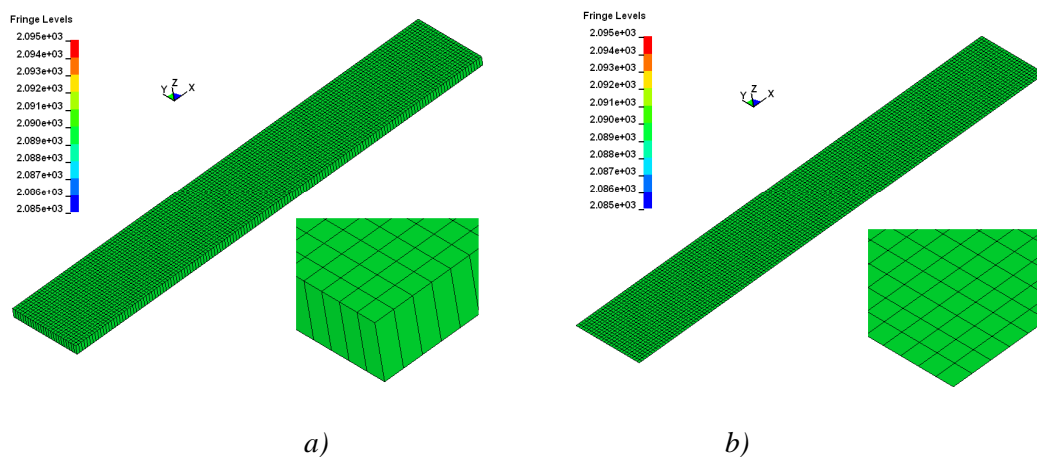


Fig. V-3. Isovaleurs des contraintes longitudinales de traction des modèles : a) volumique et b) coque.

Type d'élément	Nombre d'éléments (n_e)	$\sigma_{X \max}$ (MPa)	Temps CPU (sec)
hexaédrique	3 750	226,8	77
quadrangulaire	3 750	226,8	28

Tab. V-2. Comparaison des résultats et temps de calcul des modèles volumique et coque.

5.1.1.2 Convergence du maillage

Il est généralement admis que le raffinement du maillage accroît la précision des résultats, mais augmente aussi le temps de calcul. Une série de six modèles dont le nombre d'éléments quadrangulaires varie de 1 à 15 000, ont été réalisés. Les résultats des simulations donnent une même contrainte maximale de 226,8 MPa, quelle que soit la taille du modèle (Fig. V-4 a). En revanche, le coût en temps CPU est stable pour les maillages grossiers, mais augmente de façon exponentielle à partir de 150 éléments (Fig. V-4 b). Finalement, ce dernier maillage régulier avec une taille d'éléments de 5 mm par 5mm est considéré comme optimal et est retenu. Cette taille importante est due au fait que les gradients sont faibles puisqu'aucune hétérogénéité n'a été introduite.

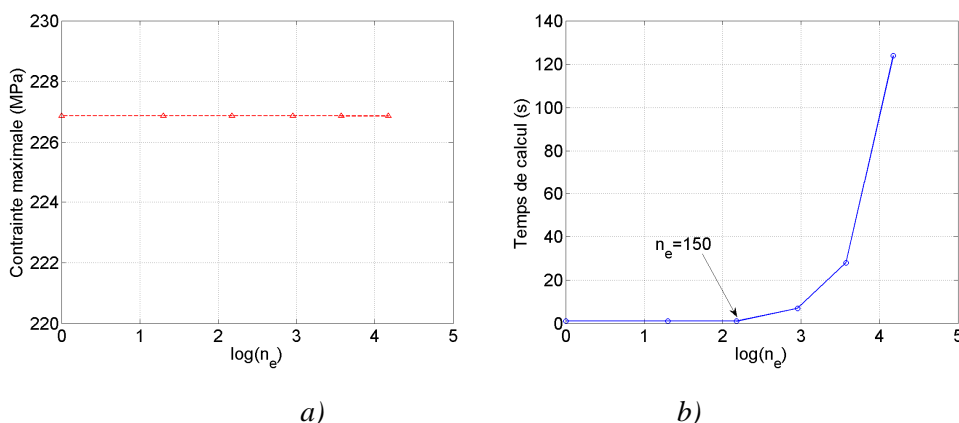


Fig. V-4. Résultats de simulation EF d'un essai de traction uniaxiale : a) convergence du calcul et b) durée du calcul.

La forme simple de l'éprouvette permet d'exploiter les symétries relatives à la géométrie, la stratification et au chargement afin de réduire la taille des modèles. Dans le cas de calculs déterministes, l'idée est de remplacer le modèle EF de l'éprouvette complète par celui d'un quart de la pièce dont les conditions aux limites et de chargement sont cohérentes avec les symétries (Fig. V-5). Cependant, la prise en compte de la variabilité des propriétés matériau et géométriques dans la modélisation empêche l'exploitation des symétries.

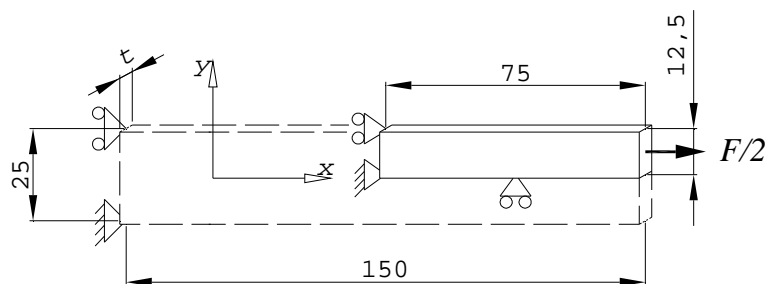


Fig. V-5. Réduction possible du modèle complet en quart d'éprouvette par les symétries.
Unité en mm.

5.1.1.3 Modèles de matériaux composites

Plusieurs modèles de lois de comportement composites sont disponibles dans la bibliothèque du logiciel *LS-Dyna*. Le Tab. V-3 répertorie les modèles matériaux existants. Les différences viennent du type de comportement (élastique ou élasto-plastique), de la nature du critère de rupture et du type d'éléments (coque ou volumique) qu'ils intègrent. D'autres restrictions à l'utilisation des modèles matériaux peuvent être dues au type de calcul EF (explicite ou implicite).

Modèle	Description	Critère de rupture	Comportement	Type d'élément
*Mat_2	Elastique, orthotrope	Non	Linéaire	Coque/Volumique
*Mat_22	Composite endommageable	Chang-Chang	Linéaire	Coque/Volumique
*Mat_54	Composite endommageable	Chang-Chang	Linéaire, élasto-plastique	Coque
*Mat_55	Composite endommageable	Tsai-Wu	Linéaire, élasto-plastique	Coque
*Mat_58	Composite stratifié	Contrainte maximale, déformation max., critères interactifs	Non-linéaire possible	Coque
*Mat_59	Composite plastique	Contrainte maximale	Linéaire, élasto-plastique	Coque/Volumique

Tab. V-3. Lois de comportement des matériaux composites disponibles [231].

La Fig. V-6 a montre les résultats de simulations de la traction en utilisant les lois matériaux listées dans le Tab. V-3. L'intégration des critères permet

potentiellement de modéliser une rupture fragile, ductile ou avec un retard (introduction de viscosité). Les comportements matériaux présentés possèdent un comportement élastique ou élasto-plastique. Ainsi, les calculs EF réalisés ne peuvent pas reproduire le comportement bi-linéaire observé lors des essais de traction sur des éprouvettes lin/époxy à 0° (Fig. III-5 a), car les modèles existants ne prennent en compte qu'un module d'Young par direction d'orthotropie. A titre d'exemple, les simulations du comportement par le modèle matériau composite stratifié (*Mat_58) en intégrant les modules normalisés ISO 527-4 (E_{11}^{ISO}) [187] et global (E_{11}^{glb}) calculé par $E_{11}^{glb} = \sigma_{11}^{\max} / \varepsilon_{11}^{\max}$, sont comparés à une mesure expérimentale dans la Fig. V-6 b). On constate que la prise en compte de E_{11}^{glb} donne une meilleure approximation, ce qui pose la question de l'adaptation des normes destinées aux composites conventionnels pour les matériaux bio-sourcés.

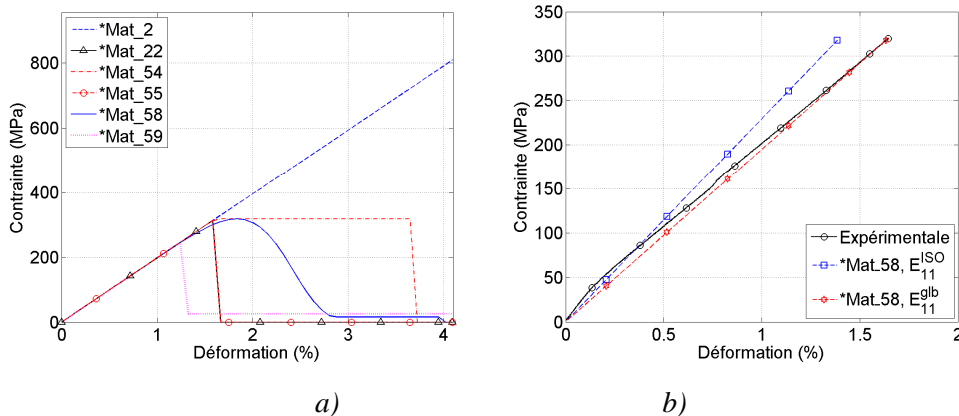


Fig. V-6. Simulations numériques de l'essai de traction du FE_0 : a) comparaison des modèles matériau LS-Dyna ; b) comparaison de la mesure expérimentale avec le modèle matériau composite stratifié (*Mat_58) pour deux types de modules longitudinaux définis.

Il est possible d'imposer un comportement prédéfini par l'utilisateur grâce au modèle matériau non-linéaire orthotrope (*Mat_40). On obtient alors une courbe qui coïncide parfaitement avec la courbe expérimentale de traction monotone d'une éprouvette FE_0 (Fig. V-7). Cependant, il faut préciser qu'outre son manque de rapport à la physique (phénoménologie imposée), ce modèle matériau manque de

stabilité et par conséquent, son utilisation n'est pas encouragée par ses développeurs [231].

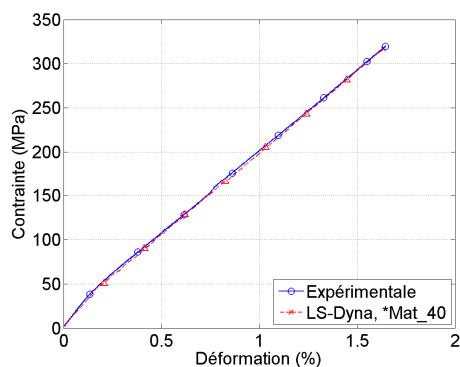


Fig. V-7. Simulation de l'essai de traction du FE_0 avec le modèle matériau non-linéaire orthotrope (*Mat_40).

Le comportement des composites lin/époxy dans la direction transversale est linéaire (Fig. III-5 b). Ainsi, la réponse en traction monotone des éprouvettes FE_90 est parfaitement simulée avec les modèles matériaux composite endommageable (*Mat_22) et composite stratifié (*Mat58), comme illustrés dans la Fig. V-8.

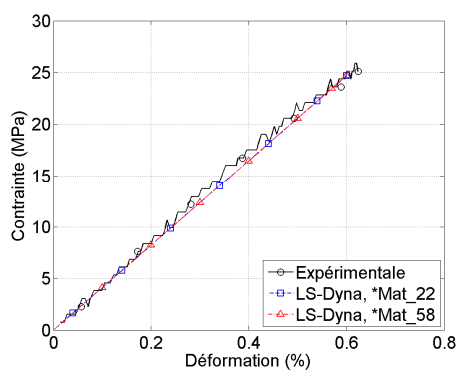


Fig. V-8. Simulation de l'essai de traction du FE_90 avec les modèles matériau composite endommageable (*Mat_22) et composite stratifié (*Mat_58).

Les résultats de la simulation de l'essai de cisaillement plan par les modèles matériau sont présentés dans la Fig. V-9. Il s'agit d'une éprouvette de type $[\pm 45]_s$ en lin/époxy sollicitée en traction uniaxiale. Toutes les courbes EF montrent un comportement élastique linéaire ou élastique-plastique parfait, hormis celle du modèle matériau composite stratifié (Fig. V-9 a). En effet, *Mat_58 décrit la non-linéarité du

comportement et se superpose parfaitement au résultat expérimental, contrairement aux modèles linéaires, tel que *Mat_22 donné en exemple dans la Fig. V-9 b.

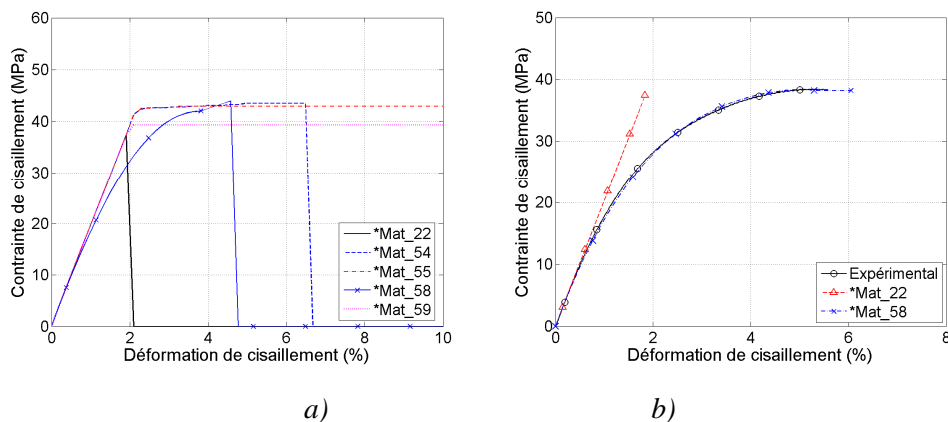


Fig. V-9. Simulation du cisaillement plan du FE_45 : a) comparaison des modèles matériau LS-Dyna ; b) comparaison de la mesure expérimentale avec les modèles matériaux composite endommageable (*Mat_22) et composite stratifié (*Mat_58).

Afin de modéliser le plus finement possible l'état de contrainte identifié au sein des composites renforcés par des fibres longues de lin imprégnées dans une matrice époxy, le modèle de matériau orthotrope doit pouvoir prendre en compte un comportement mécanique bilinéaire longitudinalement. De plus il doit être linéaire dans les directions transversale et hors-plan et non-linéaire en cisaillement. Un tel comportement n'existe pas dans la bibliothèque du code EF. Par contre, il est possible de développer un modèle matériau personnalisé, adapté aux exigences de l'utilisateur. Cependant, en raison des impératifs inhérents au temps imparti à l'étude, le choix est fait d'utiliser des modèles préexistants dans *LS-Dyna* pour les calculs EF suivants. En l'occurrence, le modèle composite stratifié (*Mat_58) en prenant E_{11}^{gl} comme module longitudinal, satisfait à la simulation des essais de traction réalisés sur les éprouvettes à renfort de lin.

Les critères intégrés aux modèles matériau de *LS-Dyna* ne sont pas directement utilisés pour prédire la rupture. Techniquement, des valeurs très importantes (supérieures à 10^6 MPa) sont arbitrairement données aux contraintes à rupture pour les désactiver. Ainsi, la prise en compte de la rupture est faite avec le

logiciel *Matlab* en post-traitement, en analysant l'état de contrainte extrait des fichiers résultats de la simulation.

La rupture successive des plis (first ply failure) prédite par le critère de Tsai-Hill en utilisant le modèle matériau *Mat_58, au cours des essais quasi statiques pour des stratifications $[0/90]_{3s}$ et $[90/45/0/-45]_{2s}$ est présentée dans l'Annexe 1.

5.2 Contexte et méthodologie

La prédiction de la tenue en fatigue des matériaux composites est un axe de recherche intéressant de nombreux auteurs [102] [103] [104] [110] [111] [112]. Les modèles élaborés sont basés sur des méthodes analytiques, numériques ou combinant les deux.

5.2.1 Méthodes de prédiction existantes

Les études relatives au calcul de la durée de vie des structures composites peuvent être classées suivant trois catégories [232] :

1) La première s'intéresse à la modélisation analytique des courbes S-N (Tab. I-6) sous la forme d'équations du type Eq. V-1. La prédiction dépend alors du niveau de chargement en contrainte ou déformation (s), du rapport de charge (η), de la fréquence de chargement (f), de la température (T), des paramètres géométriques (g), etc. L'établissement des lois de fatigue requiert des campagnes expérimentales très coûteuses en temps et en moyens, surtout pour les matériaux composites dont les propriétés dépendent d'un nombre important de paramètres (propriétés mécaniques, nombre et épaisseur des plis, séquence d'empilement, géométrie ...).

$$N_f = F(s, \eta, f, T, g, \dots) \quad \text{Eq. V-1}$$

2) Pour la deuxième catégorie de modèles, la prédiction est faite en utilisant les propriétés mécaniques résiduelles (Tab. I-7) sous la forme d'une relation de type Eq. V-2, dans laquelle D représente l'endommagement, N le nombre de cycles de fatigue. Le modèle est basé sur l'évolution du module, de la résistance résiduelle, des déformations caractéristiques ou des boucles d'hystérésis. Les auteurs calculent l'évolution de l'endommagement. La rupture est sensée avoir lieu lorsque le paramètre d'endommagement atteint une valeur critique, pouvant être égale à l'unité. La calibration de l'évolution des propriétés exige un travail expérimental très important à cause des relations de dépendance entre les paramètres.

$$\frac{dD}{dN} = F(D, N, s, \dots) \quad \text{Eq. V-2}$$

3) La dernière catégorie concerne la modélisation de l'endommagement local [233]. Cette méthode s'intéresse à l'échelle microscopique et intègre les différents mécanismes d'endommagement (rupture de la fibre, rupture de la matrice, décohésion fibre/matrice, délaminage, etc.). Les modèles phénoménologiques prennent en compte les mécanismes physiques dans les modèles de calcul EF, pour prédire la ruine des matériaux. La difficulté consiste à établir une relation quantitative entre le niveau d'endommagement local et les propriétés mécaniques macroscopiques du matériau. De plus, cette méthodologie exige une capacité de calcul importante en fonction de l'échelle de la simulation.

5.2.2 Stratégie de modélisation

Cette partie s'intéresse à la modélisation du comportement en fatigue des composites lin/époxy caractérisés expérimentalement dans les chapitres précédents. L'objectif ici, est d'établir des modèles EF capables de prédire la durée de vie en fonction du chargement en intégrant la variabilité des paramètres du système. Ce type de modélisation a déjà été proposé par Liu et Mahadevan [102] qui ont travaillé sur la fatigue de composites verre/époxy ayant une stratification du type $[\pm \theta]_{ns}$, avec n

un nombre entier. Une amélioration de ce modèle est proposée dans ce travail. L'idée de base consiste à utiliser les expressions analytiques des courbes S-N déjà établies dans les cas de chargements simples de traction uniaxiale sur des composites orientés à 0° , 90° et $\pm 45^\circ$, respectivement dénommés FE_0, FE_90 et FE_45, pour prédire la durée de vie de composites lin/époxy ayant une stratification plus complexes. L'expression analytique des courbes S-N moyennes des trois composites de base données par des relations l'Eq. IV-9, sont transformées en équations sans dimension dans Eq. V-3. Le chargement (S_{\max}) dans le modèle correspond au rapport entre la contrainte du niveau de charge (σ_{\max}) et la contrainte ultime de la couche élémentaire (σ^{UTS}). σ_{\max} représente la contrainte cyclique maximale. a et b sont respectivement calculés par les relations Eq. V-5 et Eq. V-6, dans lesquelles A et B sont pris du Tab. IV-6. $\overline{\sigma^{UTS}}$ représente la contrainte maximale moyenne donnée par les essais quasi-statiques. Lorsque le calcul est déterministe $\sigma^{UTS} = \overline{\sigma^{UTS}}$, sinon σ^{UTS} est tirée aléatoirement suivant la loi de distribution identifiée.

$$S_{\max} = a - b \times \log(N_f) \quad \text{Eq. V-3}$$

$$S_{\max} = \sigma_{\max} / \sigma^{UTS} \quad \text{Eq. V-4}$$

$$a = A / \overline{\sigma^{UTS}} \quad \text{Eq. V-5}$$

$$b = B / \overline{\sigma^{UTS}} \quad \text{Eq. V-6}$$

Le cumul de l'endommagement du matériau (D) est exprimé en fonction du nombre de cycles. La ruine du matériau se produit lorsque $D = 1$. Selon la loi de Miner (Eq. V-7) l'endommagement total (D) est la somme des endommagements élémentaires (D_i) de tous les niveaux k de charge. D_i est le rapport entre le

nombre de cycles réalisés (n_i) et le nombre de cycles à rupture ($N_{f,i}$) pour un niveau de charge donné (i). L'endommagement créé au cours d'un cycle de charge (dD_i) est donné par l'Eq. V-8. dD_i est un coefficient d'endommagement unitaire.

$$D = \sum_{i=1}^k D_i = \sum_{i=1}^k n_i dD_i = \sum_{i=1}^k \frac{n_i}{N_{f,i}} \leq 1 \quad \text{Eq. V-7}$$

$$dD_i = \frac{1}{N_{f,i}} \quad \text{Eq. V-8}$$

La traction uniaxiale d'un stratifié multidirectionnel quelconque, peut engendrer des états de contraintes multiaxiales dans les couches individuelles. Le critère de Tsai-Hill (Eq. V-9) permet de prédire la rupture d'un pli UD soumis à un état de contraintes planes, sous chargement quasi-statique, avec σ_1 , σ_2 et τ_6 qui sont les contraintes longitudinale, transversale et de cisaillement du pli dans le repère d'orthotropie. $\sigma^{1,UTS}$, $\sigma^{2,UTS}$ et $\tau^{6,USS}$ sont les résistances longitudinale, transversale et de cisaillement des couches en traction ou compression.

$$\left(\frac{\sigma^1}{\sigma^{1,UTS}} \right)^2 + \left(\frac{\sigma^2}{\sigma^{2,UTS}} \right)^2 + \left(\frac{\tau^6}{\tau^{6,USS}} \right)^2 - \frac{\sigma_1 \sigma_2}{(\sigma^{1,UTS})^2} \leq 1 \quad \text{Eq. V-9}$$

Par analogie, l'endommagement unitaire d'un pli sous chargement multiaxial peut être calculé par la relation l'Eq. V-10. Les nombres de cycles à rupture $N_{f,i}^1$, $N_{f,i}^2$ et $N_{f,i}^6$, dans les directions à 0° , 90° et $\pm 45^\circ$, sont déterminés par l'Eq. V-11 pour un composite sous chargement uniaxial d'amplitude σ_i^1 , σ_i^2 et τ_i^6 respectivement. Ainsi pour un chargement multiaxial, la loi de Miner s'écrit suivant la relation l'Eq. V-12. L'endommagement est alors intégré au modèle de calcul en fatigue dont le déroulement est schématisé dans la Fig. V-10. La ruine du pli j se

produit lorsque $D_j = 1$.

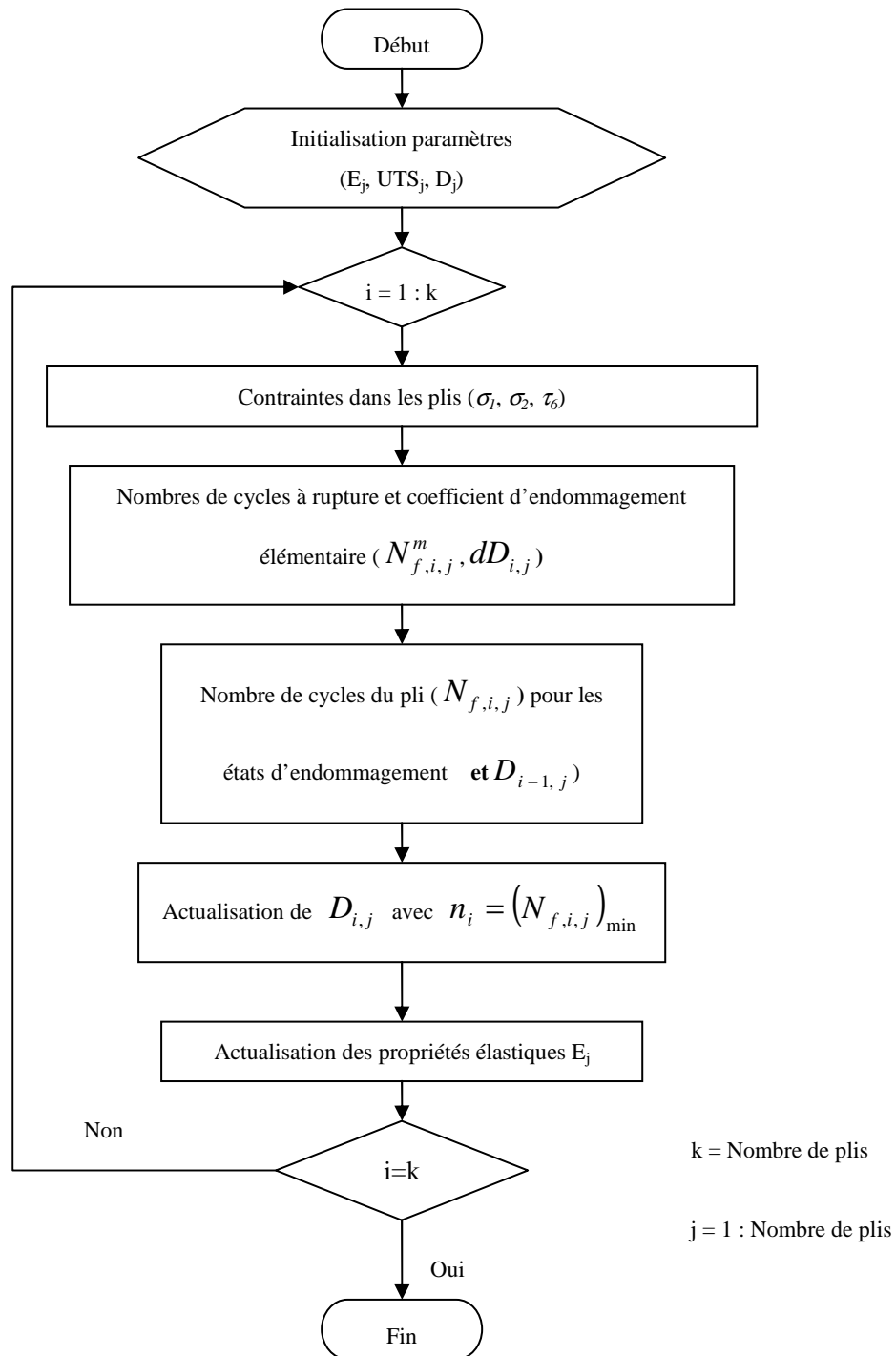


Fig. V-10. Structuration du calcul.

$$dD_i = \sqrt{\frac{1}{(N_{f,i}^1)^2} + \frac{1}{(N_{f,i}^2)^2} + \frac{1}{(N_{f,i}^6)^2} - \frac{1}{N_{f,i}^1 N_{f,i}^2}} \quad \text{Eq. V-10}$$

$$N_{f,i}^m = 10^{\frac{a^m - S_{\max}^m}{b^m}} = 10^{\frac{a^m - (\sigma_i^m / \sigma^{m,UTS})}{b^m}} \quad \text{avec } m = 1, 2, 6 \quad \text{Eq. V-11}$$

$$D = \sum_{i=1}^k D_i = \sum_{i=1}^k n_i dD_i = \sum_{i=1}^k n_i \sqrt{\frac{1}{(N_{f,i}^1)^2} + \frac{1}{(N_{f,i}^2)^2} + \frac{1}{(N_{f,i}^6)^2} - \frac{1}{N_{f,i}^1 N_{f,i}^2}} \quad \text{Eq. V-12}$$

La variable k représente le nombre de plis du stratifié. Au cours de la première itération ($i=1$), le tenseur des contraintes de chaque pli j du composite soumis à une charge globale donnée, est obtenu par un calcul EF implicite, réalisé avec le code *LS-Dyna*. Le nombre de cycles à rupture pour un chargement élémentaire du pli $(N_{f,i,j}^1, N_{f,i,j}^2, N_{f,i,j}^6)$ est calculé par la relation Eq. V-11. Dès lors, le coefficient d'endommagement multidirectionnel $(dD_{i,j})$ et le nombre de cycles à rupture $(N_{f,i,j})$ de la couche j , qui en découle, sont obtenus grâce aux relations Eq. V-10 et Eq. V-13, respectivement.

$$N_{f,i,j} = \frac{1}{dD_{i,j}} \quad \text{Eq. V-13}$$

Le nombre de cycles du premier pli rompu correspond au minimum des $N_{f,i,j}$ de k couches. Ainsi, l'endommagement de chaque couche (D_j) dépend de l'endommagement élémentaire et du minimum nombre de cycles à rupture (Eq. V-14). De nouvelles propriétés élastiques sont affectées à la couche rompue. Celles-ci sont arbitrairement fixées à 5% de leur valeur initiale.

$$D_{i,j} = dD_{i,j} \times (N_{f,i,j})_{\min} \quad \text{Eq. V-14}$$

L'état des contraintes dans les couches est recalculé de nouveau, en suivant l'algorithme itératif, autant de fois qu'il y a de couches. Les équations Eq. V-13 et Eq. V-14 se transforment respectivement en Eq. V-15 et Eq. V-16 pour $i \geq 2$. La somme des $(N_{f,i,j})_{\min}$ de toutes les boucles de calcul fournit le nombre de cycles à rupture du spécimen.

$$N_{f,i,j} = \frac{1 - D_{i-1,j}}{dD_{i,j}} \quad \text{Eq. V-15}$$

$$D_{i,j} = dD_{i,j} \times (N_{f,i,j})_{\min} + D_{i-1,j} \quad \text{Eq. V-16}$$

En raison de la grande dispersion des résultats expérimentaux de fatigue, la méthodologie du calcul déterministe peut évoluer vers une approche probabiliste, en faisant varier les propriétés mécaniques et géométriques des plis dans les données de départ de la simulation. Selon leur loi de distribution, la variabilité des paramètres peut être basée sur les écarts-types mesurés expérimentalement ou choisie arbitrairement.

5.3 Validation du modèle

5.3.1 Variables d'entrée

Cette partie, s'intéresse à la validation de la méthodologie du calcul détaillée dans la Section 5.2.2. Des simulations déterministes et variabilistes sont réalisées avec les valeurs des paramètres données dans le Tab. V-4. Les propriétés élastiques, à rupture et géométriques du modèle suivent une loi normale (Tab. V-4). Cette distribution a été vérifiée expérimentalement pour les caractéristiques élastiques et à rupture, puis choisie par défaut avec des hypothèses raisonnables pour les autres variables. Pour les calculs variabilistes, chaque couche du stratifié est affectée de propriétés tirées aléatoirement d'après les lois de distribution du Tab. V-4.

Variable	Valeur moyenne	Ecart-type	Distribution
E_{11}^{gl} (GPa)	19,3	0,9	Loi normale
E_{22} (GPa)	4,52	0,18	Loi normale
G_{12} (GPa)	1,96	0,17	Loi normale
$\sigma^{1,UTS}$ (MPa)	318	12	Loi normale
$\sigma^{2,UTS}$ (MPa)	26,1	0,6	Loi normale
$\tau^{6,US}$ (MPa)	39,7	3,3	Loi normale
Epaisseur du pli (mm)	0,18	$5\% \times 0,18$	Loi normale
Orientation du pli ($^{\circ}$)	0, +45, -45 ou 90	3	Loi normale

Tab. V-4. Propriétés statistiques des variables aléatoires de la modélisation EF.

5.3.2 Chargements simples

La première étape de validation de la méthodologie consiste à comparer les résultats numériques des simulations déterministes aux courbes S-N expérimentales des éprouvettes FE_0, FE_90 et FE_45. Pour cela, les calculs sont réalisés en affectant aux variables leur valeur moyenne, les écart-types étant considérés nuls (Tab. V-4). On constate d'après la Fig. V-11, que les simulations déterministes des cas de sollicitations simples des éprouvettes FE_0, FE_90 et FE_45, sont parfaitement en accord avec les résultats expérimentaux. Les droites de tendance se superposent parfaitement. La méthodologie est validée par les valeurs des coefficients A et B des courbes de Wöhler (Eq. IV-9) expérimentales et des modèles déterministes qui sont identiques, comme en atteste le Tab. V-5.

La deuxième étape, consiste à étudier l'influence de la variabilité sur la méthodologie. Une série de calculs est effectuée en attribuant aléatoirement, dans les distributions choisies, les valeurs de départ des variables du modèle. Pour des raisons

de temps, seuls cinq tirages d'éprouvettes sont générés pour chaque niveau de charge. Les résultats déterministes et variabilistes sont comparés aux données expérimentales dans la Fig. V-11. On remarque que les courbes de Wöhler des simulations variabilistes ont tendance à sous-estimer les durées de vie. Les valeurs des coefficients A et B identifiés pour les lois de Wöhler expérimentales et variabilistes, avec leurs différences relatives sont donnés dans le Tab. V-5. Il apparaît clairement que la simulation variabiliste sous-estime systématiquement la durée de vie pour les trois stratifications avec des écarts par rapport aux mesures expérimentales compris entre 7 et 18%. Cependant, malgré un écart moyen de 13%, des résultats variabilistes, la méthodologie est considérée valable.

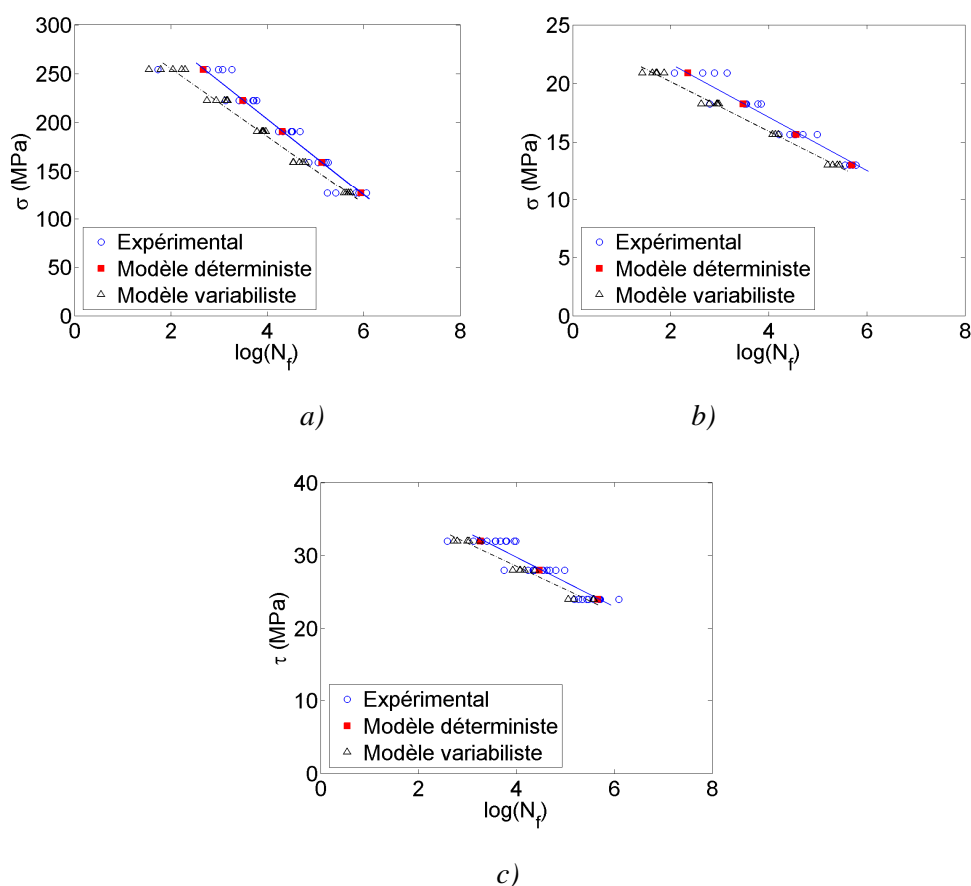


Fig. V-11. Comparaisons des résultats expérimentaux et de simulation des essais de fatigue a) longitudinale (FE_0, b) transversale (FE_90) et c) en cisaillement (FE_45).

	Expérimental		Modélisation			
			déterministe		variabiliste	
	A	B	A	B	A (%exp.)	B (%exp.)
FE_0	372	42,0	372	42,0	327 (12)	35,3 (16)
FE_90	27,3	2,59	27,3	2,59	24,4 (11)	2,13 (18)
FE_45	94	7,0	94	7,0	83,2 (11)	6,52 (7)

Tab. V-5. Paramètres expérimentaux et numériques du modèle de Wöhler des composites FE_0, FE_90 et FE_45. Ecart avec résultats expérimentaux entre parenthèses.

5.3.3 Cas tests complexes

La généralisation de la stratégie de calcul passe par l'extension de la méthodologie à la simulation du comportement de stratifiés quelconques, i.e. FE_090 et FE_QI. C'est ainsi qu'une campagne d'essais de fatigue sur des éprouvettes quasi-isotropes en lin/époxy (FE_QI) avec une stratification $[90/45/0/-45]_{2s}$ a été réalisée. Les simulations déterministes et variabilistes sont effectuées pour les deux types de composites. La comparaison avec les données expérimentales dans la Fig. V-12 et le Tab. V-6, montre que les simulations déterministes ou variabilistes réalisées, ont tendance à donner une prédiction conservatrice. L'écart est significativement plus important dans le cas variable, particulièrement lorsque le niveau de charge est élevé. On peut penser que cette évolution résulte de cumul des écarts essais/modèles déjà observés sur les stratifiés FE_0, FE_90 et FE_45 (Fig. V-11).

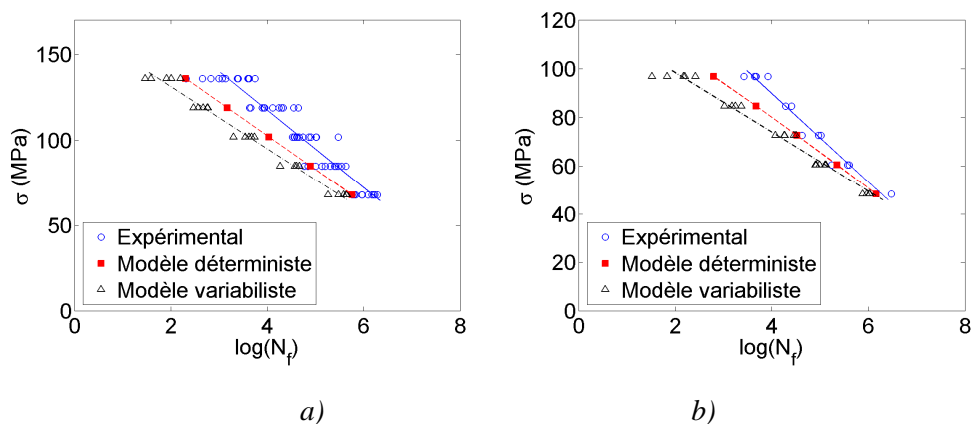
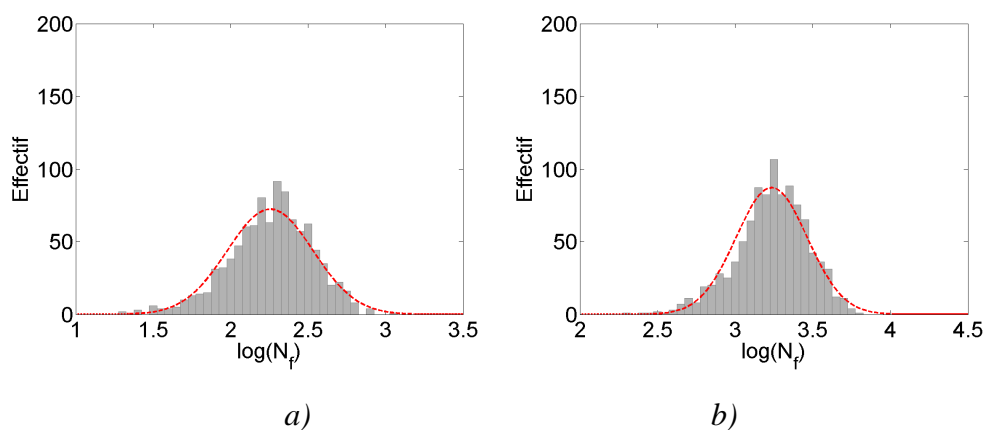


Fig. V-12. Comparisons des résultats expérimentaux et de modélisation des essais de fatigue du a) FE_090 et b) FE_QI.

	Expérimental		Modélisation			
			déterministe		variabiliste	
	A	B	A (%exp.)	B (%exp.)	A (%exp.)	B (%exp.)
FE_090	220	25,2	181 (18)	19,7 (22)	169 (23)	18,5 (27)
FE_QI	162	18,2	137 (15)	14,4 (21)	123 (24)	12,2 (33)

Tab. V-6. Paramètres expérimentaux et numériques du modèle de Wöhler des composites FE_090 et FE_QI. Ecart entre résultats déterministes, variabilistes et expérimentaux entre parenthèses.

Afin d'identifier la nature de la distribution des simulations variabilistes, les histogrammes des résultats de 1 000 tirages réalisés sur les éprouvettes quasi-isotropes (FE_QI) pour les niveaux de charges compris entre 0,4 et 0,8 UTS sont représentés dans la Fig. V-13. La loi normale adaptée est également superposée sur les graphes. La moyenne (μ), l'écart-type (σ) et l'estimateur (R^2) évaluant la qualité de l'adaptation sont donnés dans le Tab. V-7. On observe que cette loi s'adapte parfaitement aux distributions, comme en atteste R^2 . L'écart-type diminue lorsque le niveau de charge baisse, conformément aux tendances données par les résultats expérimentaux des composites renforcés par des fibres de lin (Fig. IV-11).



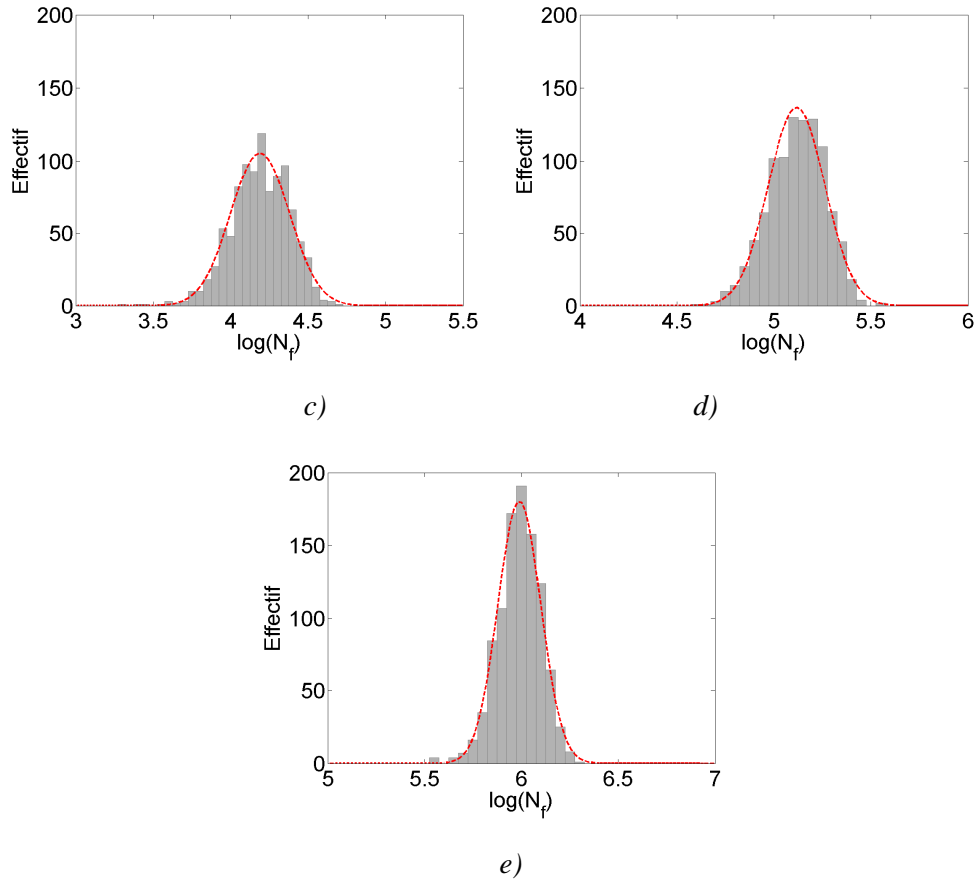


Fig. V-13. Histogrammes des résultats de simulation et adaptation de la loi normale aux distributions des éprouvettes FE_QI pour différents niveaux de charge a) 0,8 UTS ; b) 0,7 UTS ; c) 0,6 UTS ; d) 0,5 UTS et e) 0,4 UTS.

UTS	μ	σ	R^2
0,4	5,99	0,111	0,988
0,5	5,12	0,146	0,994
0,6	4,19	1,89	0,985
0,7	3,24	0,230	0,984
0,8	2,26	0,277	0,979

Tab. V-7. Paramètres d'adaptation de la loi normale aux différents niveaux de charge.

5.4 Discussion

Les résultats des simulations présentés montrent un écart systématique entre la prédiction variabiliste et les données expérimentales, même pour les cas de chargements simples. Ainsi, afin de s'assurer que le nombre de spécimens générés n'a pas d'influence sur la valeur moyenne de la durée de vie, 1 à 1 000 simulations d'éprouvettes FE_0 chargées à 0,8 UTS en fatigue ont été réalisées. On observe sur la

Fig. V-14, que la moyenne des durées de vie des calculs variabilistes oscille autour de $\log(N_f)=2,00$ soit 100 cycles et semble converger, alors que la valeur déterministe qui correspond à la courbe moyenne des résultats expérimentaux, est $\log(N_f)=2,84$ soit 692 cycles. Il semble donc que le nombre de tirages n'ait pas d'influence sur le biais dans les durées de vie des éprouvettes par les modèles.

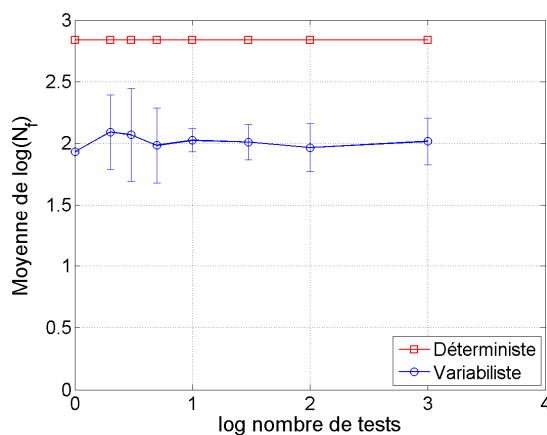


Fig. V-14. Influence du nombre d'éprouvettes simulées sur la moyenne de la prédiction des durées de vie.

La sous-estimation des durées de vie par la modélisation variabiliste peut s'expliquer par analogie à l'existence d'un «maillon faible» parmi les couches, en raison de l'affectation aléatoire de leurs caractéristiques. En effet, dans la méthodologie du calcul, les propriétés mécaniques de la couche sont dégradées lorsque son endommagement cumulé vaut 1. Or, comme le chargement est constant, il se produit alors une redistribution des contraintes sur les couches restantes. Cette augmentation de la charge, accélère la rupture des autres plis.

A titre d'illustration, trois types de simulations avec un chargement en force appliqué, correspondant à 254 MPa (0,8 UTS), sont réalisés :

1) Un calcul déterministe d'une éprouvette portant les valeurs moyennes du Tab. V-4.

2) Un calcul variabiliste, d'une éprouvette dont les propriétés affectées à

chacun des plis, sont tirées aléatoirement (Tab. V-8), en accord avec les lois de distribution établies.

Variable	Couches élémentaires											
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
E_{11}^{gbl} (GPa)	19,4	19,5	20,8	20,0	19,7	18,7	17,9	19,1	20,0	19,2	18,6	19,5
E_{22} (GPa)	4,5	4,3	4,4	4,6	4,8	4,4	4,4	4,4	4,4	4,6	4,2	4,7
G_{12} (GPa)	1,9	2,2	1,8	2,0	1,9	1,7	1,8	1,9	2,0	2,1	1,9	1,9
$\sigma^{1,UTS}$ (MPa)	338	319	325	328	330	322	304	301	325	320	308	323
$\sigma^{2,UTS}$ (MPa)	26	26	25	26	26	26	26	25	27	25	27	26
$\tau^{6,USS}$ (MPa)	38	44	42	35	34	43	43	41	36	40	42	40
Epaisseur du pli (mm)	0,18	0,20	0,18	0,17	0,19	0,18	0,18	0,19	0,18	0,20	0,19	0,17
Orientation du pli (°)	-2,2	-0,4	5,4	-2,6	1,7	1,8	-5,5	-0,7	0,3	-2,1	-2,6	0,7

Tab. V-8. Propriétés générées aléatoirement pour les couches d'éprouvettes FE_0.

3) Un calcul pseudo-déterministe (PS) sur 12 éprouvettes, dont les propriétés de chacune des 12 couches de la même éprouvettes sont identiques. Les caractéristiques de chaque éprouvette correspondent à celles d'un des plis déterminés pour la simulation variabiliste (Tab. V-8). Ces éprouvettes sont repérées $PS\#i$ avec i correspondant au numéro de la couche dont les propriétés sont données dans le Tab. V-8.

Les nombres de cycles à rupture calculés sont donnés dans le Tab. V-9. L'évolution de la rupture des couches pour les trois types de simulations est représentée en fonction de la durée de vie parcourue dans la Fig. V-15. La rupture finale se produit lorsque toutes les 12 couches unidirectionnelles sont rompues.

	Déterministe	Pseudo-déterministe												Variabiliste
		#1	#2	#3	#4	#5	#6	#7	#8	#9	#10	#11	#12	
N_f	692	1 163	487	642	725	833	582	249	193	607	523	294	577	223
$\log(N_f)$	2,84	3,07	2,69	2,81	2,86	2,92	2,77	2,40	2,29	2,78	2,72	2,47	2,76	2,35

Tab. V-9. Nombre de cycles à rupture prédits par les simulations déterministe, pseudo-déterministes et variabiliste.

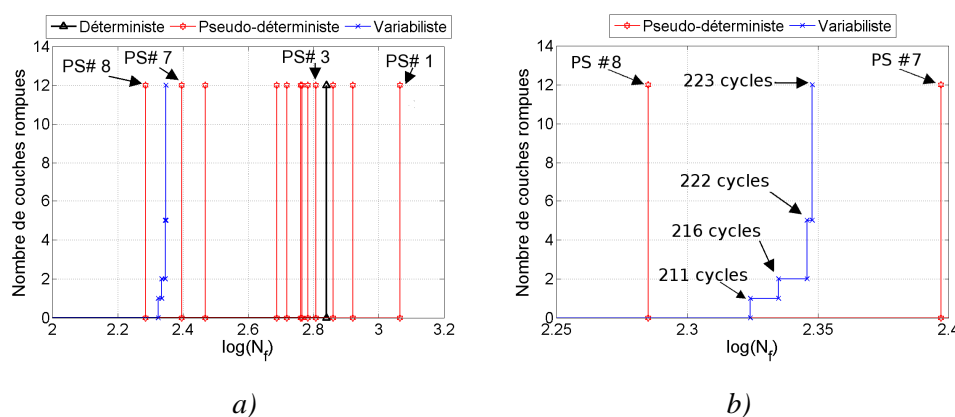


Fig. V-15. Nombre de couches cassées en fonction de la vie d'éprouvettes FE_0 chargées à 0,8 UTS. a) Résultats déterministe, pseudo-déterministes et variabiliste ; b) détail du résultat variabiliste.

Les résultats déterministes et pseudo-déterministes montrent une rupture fragile. Les couches d'une même éprouvette cassent simultanément car il n'y a aucune différence entre les propriétés des plis constitutifs. La durée de vie du modèle déterministe qui vaut $\log(N_f) = 2,84$ soit 692 cycles (Tab. V-9), coïncide avec la courbe expérimentale moyenne (Fig. V-11). Pour les calculs pseudo-déterministes, on trouve des durées de vie dans l'intervalle $2,28 \leq \log(N_f) \leq 3,07$ soit $193 \leq N_f \leq 1163$ cycles. Ces Nombres de cycles, encadrent la valeur déterministe (Fig. V-15 a) en raison des distributions normales choisies. Cependant, on peut remarquer que la moyenne des résultats pour 12 simulations pseudo-déterministes ($\log(N_f) = 2,71$ soit 573 cycles) est inférieure de 17% à la valeur du calcul

déterministe ($\log(N_f)=2,84$ soit 692 cycles) des éprouvettes FE_0. Ce constat est indépendant du nombre de simulations réalisées. Il dépend plutôt de l'angle d'orientation des plis. Avec des couches orientées à 0° , le modèle déterministe possède des propriétés de membrane longitudinale maximales tandis les orientations des couches des simulations pseudo-déterministes qui sont nécessairement différentes de 0° en raison de leur tirage aléatoire, donnent des raideurs inférieures. On peut cependant penser que la moyenne des résultats pseudo-déterministes convergerait vers la valeur déterministe pour des orientations non particulières, c'est-à-dire différentes de 0 ou 90° .

L'endommagement de la simulation variabiliste est progressif. La chronologie des ruptures de couches est donnée dans le Tab. V-10. Le premier pli casse à $\log(N_f)=2,32$ (211 cycles), suivi d'une deuxième rupture à $\log(N_f)=2,33$ (216 cycles). On observe ensuite successivement la rupture de 3 plis à $\log(N_f)=2,35$ soit 221,71, 222,20 et 222,48 cycles respectivement. Ces ruptures survenant au cours du même cycle sont considérées simultanées. Il en est de même pour les 7 derniers plis qui cassent, produisant la ruine finale de l'éprouvette à $\log(N_f)=2,35$ (223 cycles). Ces ruptures en fonction du nombre de cycles sont représentées en détail dans la Fig. V-15 b.

Durée de vie des couches avant rupture												
	#3	#8	#9	#2	#4	#12	#11	#5	#10	#6	#7	#1
N_f	210,91	216,20	221,71	222,20	222,48	223,00	223,00	223,00	223,00	223,02	223,03	223,04
$\log(N_f)$	2,32	2,33	2,35	2,35	2,35	2,35	2,35	2,35	2,35	2,35	2,35	2,35

Tab. V-10. Chronologie de la rupture des 12 couches de la simulation variabiliste d'une éprouvette FE_0 à 0,8UTS.

L'évolution de l'état de contraintes (Eq. V-16), représenté par le critère de Tsai-Hill (Eq. V-9) dans les 12 couches de l'éprouvette variabiliste, en fonction du nombre de cycles est montré dans la Fig. V-16. On observe que la couche # 3 ayant la valeur du critère de Tsai-Hill la plus critique, casse la première au bout de 211 cycles. Ainsi, la valeur du critère dans les couches restantes augmente dès le cycle suivant. La redistribution des contraintes après chaque rupture accroît automatiquement la valeur du critère de Tsai-Hill et accélère la ruine finale de l'éprouvette. L'ordre de succession des ruptures est donné dans le Tab. V-10.

La Fig. V-17 révèle bien une corrélation entre l'accroissement de la valeur du critère de Tsai-Hill dans la couche # 1, qui est la dernière à rompre (Tab. V-10) et l'apparition des ruptures précédentes. Il ressort que le nombre de cycles d'écart entre la première rupture de couche (pli #3 à 211 cycles) et la dernière rupture (pli #1 à 223 cycles), est faible. La phase de rupture représente donc 5,4% de la vie de l'éprouvette. Il est intéressant de remarquer que dans le meilleur des cas, une éprouvette pseudo-déterministe ayant les mêmes propriétés que la couche # 1 (Tab. V-8), sollicitée avec le même niveau de contrainte, peut endurer 1 163 cycles au lieu des 223 cycles du calcul déterministe, soit une durée de vie 5 fois plus importante (Tab. V-9 et Fig. V-15 a). Par conséquent, l'analogie avec la théorie du maillon faible, montre que c'est la couche la plus faible, cassant la première, qui pilote la durée de vie de l'éprouvette.

Il faut souligner que la couche # 3 du modèle variabiliste n'est pas celle qui a les raideurs de membrane longitudinale les plus faibles, mais la valeur du critère de Tsai-Hill qu'elle atteint dès le début du chargement est la plus élevée parmi tous les 12 plis. Cela est dû au rapport entre l'état de contrainte local et les propriétés à ruptures tirées aléatoirement. De même la couche # 1 qui est la dernière à rompre, ne possède pas non plus les plus grandes propriétés mécaniques du stratifié.

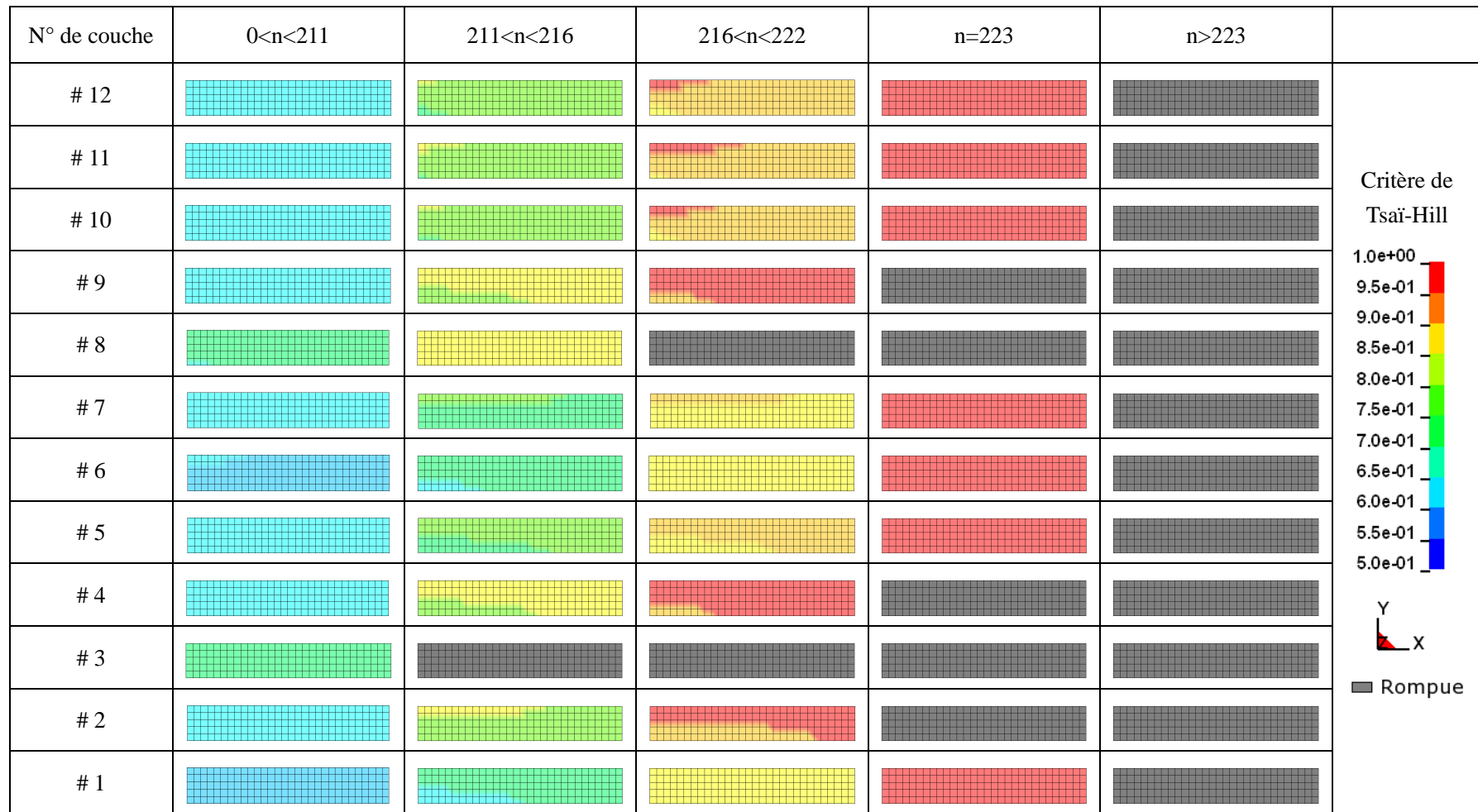


Fig. V-16. Evolution du critère de Tsai-Hill dans chacune des 12 couches du composites $[0]_{12}$ au cours du chargement de fatigue. Les couches en gris sont rompues.

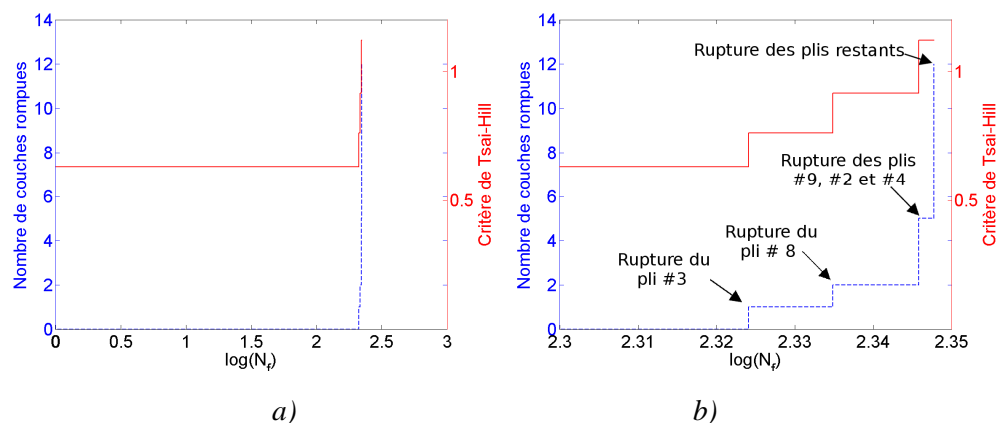


Fig. V-17. a) Corrélation entre l'évolution du nombre de couches cassées et celle du critère de Tsai-Hill dans le dernier pli rompu (#1) en fonction de la vie d'une éprouvette FE_0 chargée à 0,8 UTS. a) Vue globale ; b) vue de détail au moment de la rupture.

En déterministe, la prédiction de la durée de vies des éprouvettes ayant des stratifications complexes (FE_090 et FE_QI), est conservatrice (Fig. V-12). Ce biais systématique peut être imputable à l'activation de mécanismes physiques que la stratégie de modélisation ne prend pas en compte. Ces phénomènes ont pour effet de favoriser la résistance en fatigue du lin/époxy.

Enfin, les points suivants peuvent être évoqués afin d'améliorer la robustesse de la méthodologie du calcul :

- Le comportement affecté aux composites dans la direction des fibres est considéré linéaire, malgré la bilinéarité de la courbe contrainte-déformation, comme les essais quasi-statiques l'ont montrée (Fig. III-5 a). Ce manque de fidélité au comportement matériau dans la direction longitudinale fausse le calcul de l'état de contrainte des couches.

- La modélisation simplifiée, ne reproduit pas les phénomènes physiques du matériau, décrits dans le Chp.4. Par exemple, les propriétés évoluent physiquement au cours de la vie (Fig. IV-18), alors qu'elles sont considérées constantes dans les simulations. Il est discutable de considérer qu'il ne reste que 5% des propriétés élastiques initiales à une couche rompant en fin de vie comme implémenté dans la

modélisation. On peut penser qu'il soit nécessaire d'augmenter les propriétés résiduelles d'une couche ayant atteint la rupture. Il est possible d'envisager de compenser la simplicité du modèle en permettant la rupture d'une couche lorsque le cumul de l'endommagement est supérieur à une valeur à déterminer, autre que l'unité. Ce réglage serait compensatoire au manque de « fidélité » à la physique du matériau.

- Les propriétés mécaniques et leur coefficient de variation affectés aux plis proviennent de mesures faites à l'échelle de stratifiés multicouches constitués de 12 plis. L'effet de moyenne mis en évidence dans la Section 3.2.2.6 (Fig. III-25), peut, en effet, jouer sur la moyenne et le coefficient de variation des propriétés physiques telles que le module d'Young et la résistance du matériau des couches élémentaires. On peut penser que les propriétés des plis élémentaires auront une variabilité (COV) supérieure à celle des données issues des composites caractérisés.

- Le choix de loi de distribution de certaines variables du modèle listées dans le Tab. V-4 est issu de l'étude expérimentale. En revanche, pour les autres, les lois de distribution et les écart-types sont choisis arbitrairement. Il peut être intéressant d'étudier la nature réelle de leur distribution.

D'autres phénomènes physiques et paramètres expérimentaux auraient pu être considérés dans les calculs EF comme, de façon non exhaustive, la différenciation des propriétés (bi-modularité) entre traction et compression au cours du calcul ainsi que lors du post-traitement, l'influence du rapport de charge, la vitesse de chargement ou même éventuellement la fréquence et l'auto-échauffement. Néanmoins, les simulations donnent des prédictions de durées de vie satisfaisantes par rapport aux mesures expérimentales et toujours de manière conservative. Ces résultats encourageants pourront être améliorés par la suite, à la lumière des constats faits plus haut, impliquant une complexification de la modélisation.

5.5 Conclusion

Un modèle de prédiction de la fatigue des composites lin/époxy est proposé dans ce Chapitre. La stratégie du calcul EF consiste à combiner le cumul des dommages avec un critère d'endommagement multidirectionnel inspiré du critère de Tsai-Hill. Le modèle matériau composite stratifié (*Mat_58) de la bibliothèque du code *LS-Dyna* a été choisi à cause de son aptitude à simuler fidèlement les essais de traction monotone à 0° , 90° et $\pm 45^\circ$. Les résultats numériques de fatigue donnent des prédictions conservatives avec une précision satisfaisante. En simulation variabiliste, il apparaît que la ruine de l'éprouvette est déclenchée par le maillon faible la stratification. Des tirages aléatoires utilisant la méthode de Monte-Carlo pour 1 000 calculs ont été réalisés sur cinq niveaux de charge pour des éprouvettes FE_QI préalablement caractérisées en fatigue. Les simulations montrent que la distribution des durées de vie données suit une loi normale. Ceci peut paraître attendu puisque toutes les distributions ont été choisies « normale ». La prise en compte des phénomènes physiques plus complexes permettra d'améliorer la prédiction numérique.

Conclusion et perspectives

Les objectifs du développement durable sont à l'origine de réglementations de plus en plus contraignantes pour la protection de l'environnement. Ainsi, les exigences dans l'utilisation des matières premières et dans le traitement des pièces arrivant en fin de vie, encouragent l'utilisation des matériaux ayant un faible impact sur l'environnement, notamment le développement des composites biosourcés. Les composites renforcés par des fibres végétales offrent une solution alternative à l'utilisation des fibres traditionnellement utilisées comme renforts, en particuliers celles de verre qui sont les plus utilisées pour les pièces de grande diffusion. A cet effet, parmi les fibres végétales, celles de lin semblent les plus prometteuses de par leurs propriétés mécaniques spécifiques, leur prix et disponibilité en France particulièrement. En effet, une bonne résistance mécanique et tenue en fatigue sont particulièrement exigées dans la conception de pièces destinées à des applications liées au transport et plus particulièrement à l'automobile.

L'étude bibliographique a permis de comprendre l'intérêt de l'utilisation de la fibre de lin comme renfort pour les composites à matrice polymère. Elle possède les propriétés mécaniques les plus élevées parmi les fibres végétales, bien qu'elles soient inférieures à celles des renforts conventionnels, tels que le verre, le kevlar et le carbone. Cependant, grâce à la faible densité du lin, ses propriétés spécifiques sont comparables, voire supérieures à celles du verre. Ainsi, la détermination des propriétés mécaniques du pli unidirectionnel élémentaire a permis de calculer avec une bonne précision celles du composite lin/époxy par les relations connues de la loi

des mélanges et la théorie classique des stratifiés. Les études menées sur le comportement des fibres élémentaires de lin ont indiqué une très grande variabilité, avec des coefficients de variation compris entre 25 et 60%. C'est pour cela, que la variabilité des propriétés a fait l'objet d'analyses statistiques dans le travail présenté.

Dans le deuxième chapitre, le procédé de fabrication, les mesures volumétriques et géométriques des matériaux composites envisagés dans l'étude sont détaillées. Les observations aux microscopes électroniques à balayage (MEB) et optique (MO) ont mis en évidence la présence d'irrégularités et de défauts dans la morphologie des fibres et faisceaux de fibres de lin. Cependant, l'état du composite sein, vierge de tout chargement mécanique a été caractérisé par le moyen du MO. Cette phase est un préalable nécessaire à l'évaluation de la santé de la matière par les mesures quantitatives de la densité de fissures dans les chapitres suivants.

La caractérisation quasi-statique des propriétés mécaniques des composites lin/époxy comparées à celles des verre/époxy ayant les mêmes taux de fibres et stratification est présentée dans la troisième partie. Les éprouvettes dont les renforts sont orientés dans la direction du chargement (FE_0 et FE_090) montrent un comportement bilinéaire. Les composites verre/époxy montrent des propriétés supérieures à celles en lin/époxy. Cependant, l'écart se réduit très substantiellement lorsque les propriétés sont ramenées à la densité du composite. Dans le cas particulier du cisaillement plan, la contrainte maximale spécifique du lin/époxy est même supérieure à celle du verre/époxy. Les essais cycliques ont révélé une plastification (déformation irréversible) importante des composites renforcés par le lin. Grâce aux observations faites au MO l'évolution de la densité de fissures a pu être corrélée avec l'allure de la courbe de traction des composites FE_090 et FE_45. La loi lognormale donne la meilleure qualité d'adaptation à la distribution de l'espacement des fissures. D'un point de vue statistique, le coefficient de variation des propriétés des composites unidirectionnels $[0]_{12}$ et $[90]_{12}$ de lin/époxy, est inférieur à 5%. Cette dispersion qui est très largement inférieure à celle des fibres de lin élémentaires (25 à 60%), est

expliquée par l'effet de moyenne du très grand nombre de fibres présente dans une éprouvette, à l'aide d'un modèle par éléments finis simple. Il apparaît également que les COV de l'ordre de 10%, mesurés sur les stratifiés $[0/90]_{3s}$ et $[\pm 45]_{3s}$, renforcés par du lin, sont comparables à ceux des verre/époxy, et sont légèrement supérieurs à ceux des composites UD de lin. Ce constat confirme le fait que les composites renforcés par des fibres végétales peuvent offrir le même niveau de confiance en service que les composites conventionnels. La grande variabilité des fibres élémentaires n'a donc que très peu d'influence sur celle du composite qu'elles renforcent.

L'étude du comportement en fatigue est détaillée dans le Chp.4. Elle débute par une campagne préliminaire visant à identifier la fréquence optimale de sollicitation empêchant un auto-échauffement supérieur à 10°C, au moyen d'un plan d'expériences. Les courbes S-N des 6 types de composites sont établies avec la fréquence de 5 Hz précédemment validée et un rapport de charge de 0,1. Il est constaté que le lin/époxy peut présenter une durée de vie comparable à celle du verre/époxy lorsque les niveaux de charge sont inférieurs à 30 et 64 MPa respectivement pour les empilements à $[0/90]_{3s}$ et $[\pm 45]_{3s}$. Le suivi de l'évolution des propriétés a permis de mettre à jour des comportements phénoménologiques particuliers du lin/époxy. Outre, une déformation résiduelle importante, remarquée même pour la stratification $[0]_{12}$, le module sécant croît de 2 à 7% au cours d'essais de fatigue du FE_0 et FE_90. En descendant aux échelles micro et mésoscopiques, l'augmentation du module résulte de la combinaison des effets de gain attribué au redressement des microfibrilles et au réalignement des fibres elles-mêmes qui s'opposent à ceux impliquant une perte de rigidité due à la rupture des fibres, la décohésion fibre/matrice et la dégradation de la matrice par fissuration transversale. Au fur et à mesure de la vie du matériau, l'énergie dissipée ainsi que l'amortissement diminuent. Comparativement à l'évolution du module sécant du verre/époxy, celle du lin/époxy est plus stable.

La dernière partie se focalise sur la réalisation d'une méthodologie de prédiction de la durée de vie des composites par une modélisation mécano-variabiliste. Cette méthodologie basée sur des simulations par éléments finis, combine un critère d'endommagement multidirectionnel à l'échelle du pli, inspiré du critère de Tsai-Hill, les expressions analytiques des courbes moyennes de Wöhler des stratifiés orientés à 0, 90 et $\pm 45^\circ$ et la méthode Monté-Carlo. L'objectif visé consiste à capitaliser les essais déjà réalisés pour prédire la durée de vie de composites ayant un empilement quelconque. Ainsi, le nombre d'essais de fatigue, extrêmement coûteux en temps et en matériaux est minimisé. Ces premiers résultats de simulation prenant en compte la variabilité des propriétés du lin/époxy, montrent que les prédictions obtenues sont conservatives avec une précision satisfaisante.

Il apparaît à l'issue de ces travaux de nombreuses perspectives. Tout d'abord, s'agissant de caractérisation des propriétés mécaniques, il peut être intéressant de faire varier la vitesse de chargement au cours des essais quasi-statiques. En effet, le comportement bilinéaire du lin/époxy à $[0]_2$ et à $[0/90]_{3s}$ semble dû aux caractéristiques visqueuses des fibres. Les essais de fatigue ayant différents rapports de charge sur les FE_0, FE_90 et FE_45 ajouteront des données complémentaires pour l'établissement des critères de fatigue et ainsi nourrir le modèle de simulation. Le comportement de fluage du lin/époxy est aussi très intéressant pour étudier l'évolution de la déformation résiduelle de celle-ci.

Pour pouvoir suivre correctement de l'évolution de l'endommagement de composites renforcés par des fibres de lin grâce au MO, il est important d'investiguer une autre méthode de polissage qui permettra de s'affranchir de l'utilisation de l'eau. En effet, celle-ci peut engendrer certains endommagements en favorisant le gonflement de la fibre par la prise d'humidité et ensuite créer des fissures qui perturbent les observations. La mise en œuvre de nouvelles techniques d'observation non-destructives, comme la Tomographie Microscopique de Synchrotron à rayons X (XTM) peut être envisagée. L'émission acoustique et la thermographie infrarouge

peuvent offrir d'autres pistes pour le suivi de la santé du matériau, afin de mieux comprendre les mécanismes de ruine de ce bio-composite.

Afin d'améliorer la simulation numérique, il serait judicieux d'intégrer dans le modèle davantage de phénomènes physiques, tels que l'évolution des modules d'élasticité, l'évolution de la densité de fissures, la déformation résiduelle et échauffement de l'éprouvette par dissipation d'énergie d'hystérésis. Certaines de ces informations sont disponibles dans les nombreuses données mesurées. Tous ces paramètres peuvent influencer à des degrés divers, l'état de contraintes pendant l'essai de fatigue. De façon plus pérenne, il peut être utile de développer un modèle de matériau propre au comportement observé pour le composite lin/époxy, notamment la bilinéarité de la réponse des fibres lorsqu'elles sont sollicitées dans leur axe. Ce comportement reste original comparé à ce qui est généralement observé dans les composites conventionnels. Une étude de sensibilité des résultats de calcul par rapport aux paramètres d'entrée variables, permettrait d'ajuster le degré de complexité de la modélisation.

Annexe 1 : Simulations quasi statiques

Les résultats expérimentaux du comportement quasi-statique des composites lin/époxy sous état de contrainte simple (longitudinal, transversal et en cisaillement plan) sont simulés de façon satisfaisante en utilisant le modèle matériau *Mat_58 (Fig. V-6 b, Fig. V-8 et Fig. V-9 b). Pour les stratifications complexes, $[0/90]_{3s}$ et $[90/45/0/-45]_{2s}$, des simulations utilisant les critères propres à la loi *Mat_58 et celui de Tsai-Hill ont été réalisées. Les propriétés affectées aux modèles sont les valeurs moyennes mesurées expérimentalement.

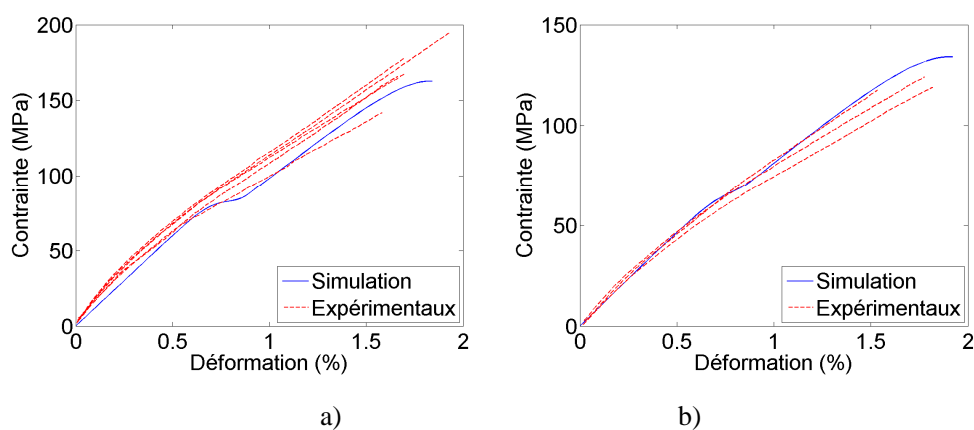


Fig. A-1. Superposition des courbes de traction simulées et expérimentales des composites a) FE_090 et b) FE_QI. Prise en compte des critères de rupture propres à *Mat_58

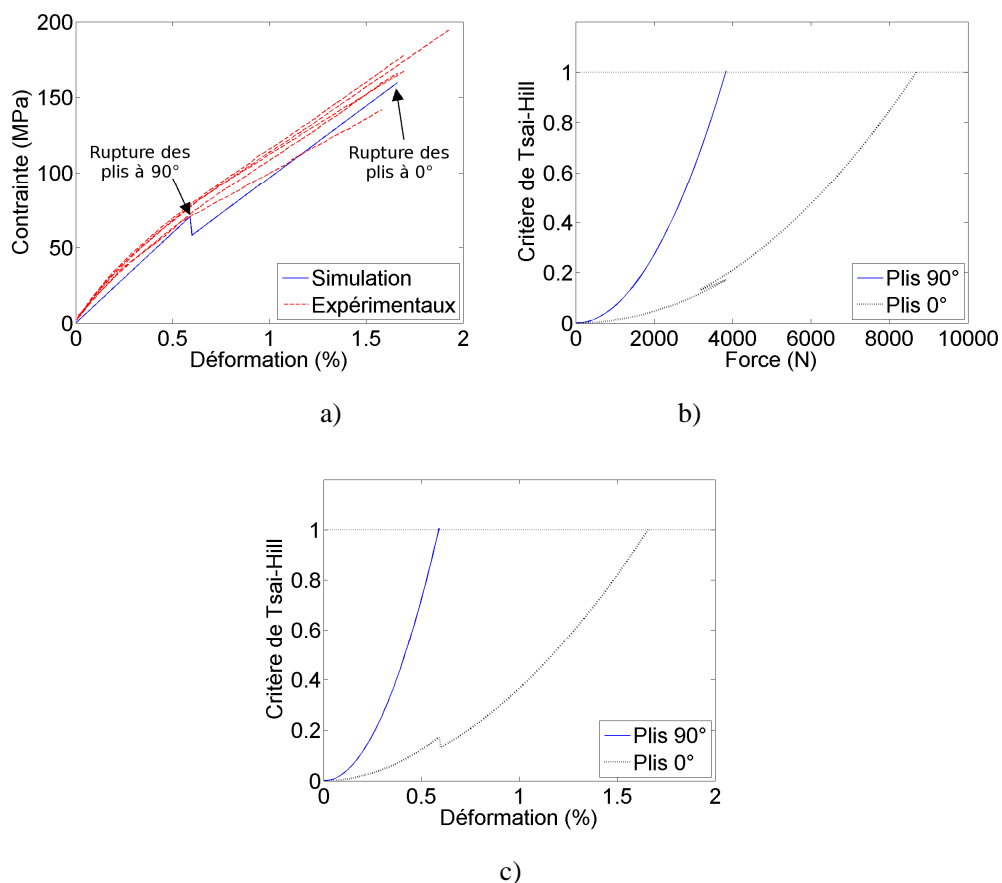
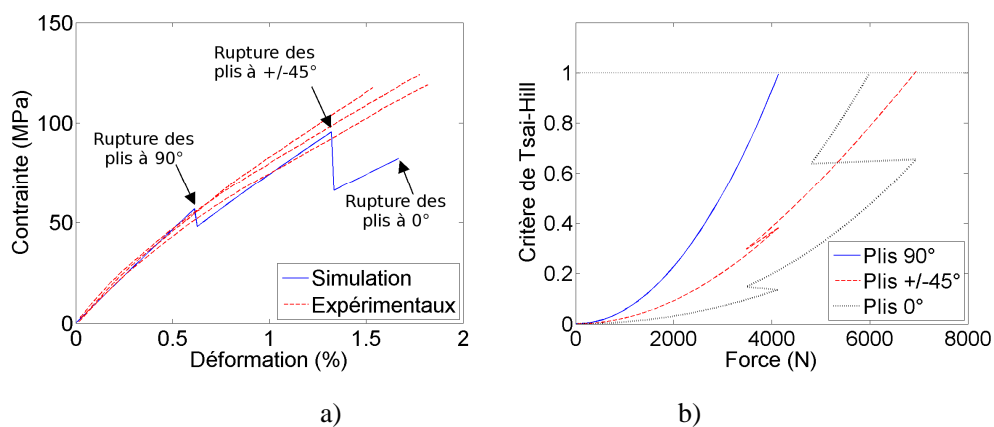
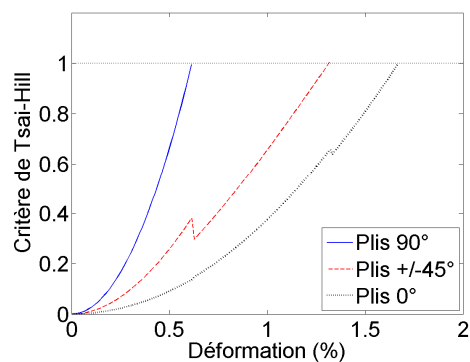


Fig. A-2. a) Superposition des courbes de traction simulées intégrant le critère de Tsai-Hill et expérimentales des composites FE_090. b) et c) Evolution du critère de Tsai-Hill dans les couches à 0 et 90° en fonction des charge et déformation du composite





c)

Fig. A-3. a) Superposition des courbes de traction simulées intégrant le critère de Tsai-Hill et expérimentales des composites FE_ QI. b) et c) Evolution du critère de Tsai-Hill dans les couches à 0, +/-45° et 90° en fonction des charge et déformation du composite

Les résultats de calcul de la loi *Mat_58 se situent dans les faisceaux de courbes expérimentales (Fig. A-1). On constate cependant un phénomène d'ondulation de la courbe simulée en raison d'effets de retard et de lissage des ruptures, correspondant à des états de dégradation des couches rompues. L'utilisation du critère de Tsai-Hill (Fig. A-2 a et Fig. A-3 a) révèle une rupture fragile des couches ayant atteint la valeur critique du critère fixée à 1. Ces ruptures entraînent un report de charge sur les couches restantes matérialisé par un saut dans la valeur du critère en fonction de charge (Fig. A-2 b et Fig. A-3 b) et de déformation (Fig. A-2 c et Fig. A-3 c) et une chute de raideur du stratifié.

On peut remarquer que la dégradation des 8 couches à $\pm 45^\circ$ du stratifié Quasi-Isotrope (QI), dans la dernière partie de la courbe simulée, diminue significativement la raideur du composite. Ce phénomène pose la question de la pertinence du choix de la valeur critique du critère de Tsai-Hill au moment de la rupture des plis. On peut ainsi, envisager un ajustement de cette valeur ou un choix de critère propre en fonction de l'orientation des plis

Références bibliographiques

- [1] Talreja R. Fatigue of Polymer Matrix Composites. In: Talreja R, Manson JAE, editors. Fatigue of polymer matrix composites. Elsevier Science, pp. 529–552, 2001.
- [2] Renard J. Fatigue des matériaux composites renforcés de fibres continues. AM 5410, pp. 1-13.
- [3] Jao Jules E. Couplages entre propriétés thermiques, réactivité chimique et viscosité des matériaux composites therm durcissables en relation avec les conditions de leur élaboration fondée sur l’hystérésis diélectrique. Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure d’arts et Métiers, 2001.
- [4] Corbière-Nicollier T, Gfeller Laban B, Lundquist L, Leterrier Y, Manson JAE, Jolliet O. Life cycle assessment of biofibres replacing glass fibres as reinforcement in plastics. Resources, Conservation and Recycling, Vol. 33, pp. 267-287, 2001.
- [5] Le Duigou A, Davies P, Baley C. Interfacial bonding of Flax fibre/Poly(L-lactide) bio-composites. Composites Science and Technology, Vol. 70, pp. 231–239, 2010.
- [6] Baley C, Contribution à l’étude de matériaux composites à matrice organique renforcés par des fibres de lin. Rapport HDR. Université de Bretagne Sud-Lorient, 2003.
- [7] Baley C. Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites. Vol. 5. Techniques de l’ingénieur, 2008.
- [8] Velde KV, Kiekens P. Thermoplastic pultrusion of natural fibre reinforced composites. Composite Structures, Vol. 54, n°. 2-3, pp. 355-360, 2001.
- [9] 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.
- [10] Charlet K, Contribution à l’étude de composites unidirectionnels renforcés par des fibres de lin: relation entre la microstructure de la fibre et ses propriétés mécaniques. Thèse de doctorat, Université de Caen, 2008.
- [11] Bos H. The potential of flax fibres as reinforcement for composite materials. Thèse de doctorat, Eindhoven, 2004.
- [12] Kelly A, Zweben C, Comprehensive composite materials : fiber reinforcements and general theory of composites Vol. 1, Elsevier, 2000

- [13] Consultants N. L'industrie française des matériaux composites. Rapport final de l'étude pour le compte de la DiGITIP / SIM .17 décembre 2001.
- [14] Le plastique armé : application au matériel tubulaire. Technip éd. 1986: Chambre syndicale de la recherche et de la production du pétrole et du gaz naturel.
- [15] Ridruejo A, Gonzalez C, Llorca J. Damage micromechanisms and notch sensitivity of glass-fiber non-woven felts: An experimental and numerical study. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*. Vol. 58, pp. 1628–1645, 2010.
- [16] Blassiau S. Modélisation des phénomènes microstructuraux au sein d'un composite unidirectionnel carbone/époxy et prédiction de durée de vie : contrôle et qualification de réservoirs bobines. Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris. 2005
- [17] Iliescu D. Approches expérimentale et numérique de l'usinage a sec des composites carbone/époxy. Thèse de doctorat, École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers. 2008.
- [18] Gay D. Matériaux composites. Hermès, Paris, 1989.
- [19] Summerscales J, Dissanayake NPJ, Virk AS, Hall W. A review of bast fibres and their composites. Part 1 – Fibres as reinforcements. *Composites: Part A*, Vol. 41, pp. 1329-1335, 2010.
- [20] Turner JA. Linseed law: a handbook for growers and advisers. Hadleigh, Suffolk: BASF (UK) Limited; June 1987. ISBN: 0-9502752-2-0.
- [21] Shekhar Sharma HS, Van Sumere CF. The biology and processing of flax. Belfast: M Publications; 1992. ISBN: 0-9519963-0-4.
- [22] Lewington A. Plants for people. Eden project books. London: Transworld Publisher; 2003. ISBN: 1-903-91908-8.
- [23] Muir AD, Westcott ND. Flax: the genus *Linum*. Boca Raton (FL): CRC Press; 2003. ISBN: 0-4153-0807-0.
- [24] Oksman K, Mathew AP, Langstrom R, Nystrom R, Joseph K. The influence of fibre microstructure on fibre breakage and mechanical properties of natural fibre reinforced polypropylene. *Composites Science and Technology*. Vol. 69, pp. 1847-1853, 2009.
- [25] Bergfjord C, Holst B. A procedure for identifying textile bast fibres using microscopy: Flax, nettle/ramie, hemp and jute. *Ultramicroscopy*. Vol. 110, pp. 1192-1197, 2010.
- [26] Farnfield CA, Alvey PJ, editors. Textile terms and definitions. 7th ed. Manchester: The Textile Institute; 1975. ISBN: 0-900739-17-7.
- [27] Bonnafous C. Analyse multi échelle des mécanismes d'endommagement de composites chanvre/époxy à renforts tissés. Caractérisation de l'interface fibre/matrice. Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique. 2010.
- [28] Placet V. Characterization of the thermo-mechanical behaviour of Hemp fibres intended for the manufacturing of high performance composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*. Vol. 40, pp. 1111-1118, 2009.
- [29] Pickering KL, Beckermann GW, Alam SN, Foreman NJ. Optimising industrial hemp fibre for composites. *Composites: Part A*, Vol. 38, pp. 461–468, 2007.

- [30] De Leo P, Miceli A, Antonaci C, Vigna G. Characterisation and enzymatic hydrolysis of nettle (*Urtica dioica* L) deproteinated biomass. *Journal Sci Food Agric*. Vol. 63, N° 4, pp. 91–95, 1993.
- [31] Dreyer J, Dreyling G, Feldmann F. Wiederinkulturahme der Fasernessel *Urtica dioica* L als nachwachsender Rohstoff zur Faser- und Zellstoffproduktion: qualitative und quantitative differenzierung von ehemals genutzten Klonen, *Angewandte Botanik*. *Journal Appl Bot*, Vol. 70, N° 1-2, pp. 28-39, 1996.
- [32] Davies GC, Bruce DM. Effect of environmental relative humidity and damage on the tensile properties of flax and nettle fibres. *Text Res Journal*. Vol. 68, N° 9, 623–629, September 1998.
- [33] Bacci L, Baronti S, Predieri S, Virgilio ND. Fiber yield and quality of fiber nettle (*Urtica dioica* L.) cultivated in Italy. *Industrial crops and products*. Vol. 29, 480-484, 2009.
- [34] Bodros E, Baley C. Study of the tensile properties of stinging nettle fibres (*Urtica dioica*). *Materials Letters*. Vol. 62, pp. 2143–2145, 2008.
- [35] Park JM, Quang ST, Hwang BS, DeVries KL. Interfacial evaluation of modified Jute and Hemp fibers/polypropylene (PP)-maleic anhydride polypropylene copolymers (PP-MAPP) composites using micromechanical technique and nondestructive acoustic emission. *Composites Science and Technology*, Vol. 66, pp. 2686–2699, 2006.
- [36] Silva FA, Chawla N, Filho RDT. Tensile behavior of high performance natural (sisal) fibers. *Composites Science and Technology*. Vol. 68, pp. 3438–3443, 2008.
- [37] Shinoj S, Visvanathan R, Panigrahi S. Towards industrial utilization of oil palm fibre: Physical and dielectric characterization of linear low density polyethylene composites and comparison with other fibre sources. *Biosystems engineering*. Vol. 106, pp. 378-388, 2010.
- [38] Van de Weyenberg I, Chi Truong T, Vangrimde B, Verpoest I. Improving the properties of UD flax fibre reinforced composites by applying an alkaline fibre treatment. *Composites: Part A*. Vol. 37, pp. 1368–1376, 2006.
- [39] Vilaseca F, Lo Pez A, Llauro X, Pelach MA, Mutje P. Hemp strands as reinforcement of polydytyrene composite. *Chemical Engineering Research and Design*. Vol. 82, pp. 1425–1431, 2004
- [40] Ragoubi M, Bienaimé D, Molina S, George B, Merlin A. Impact of corona treated hemp fibres onto mechanical properties of polypropylene composites made thereof. *Industrial Crops and Products*. Vol. 31, pp. 344–349, 2010.
- [41] Bodros E, Pillin I, Montrelay N, Baley C. Could biopolymers reinforced by randomly scattered flax fibre be used in structural applications? *Composites Science and Technology*. Vol. 67, pp. 462-470, 2007.
- [42] Arbelaiz A, Fernandez B, Valea A, Mondragon I. Mechanical properties of short flax fibre bundle/poly(3-caprolactone) composites: Influence of matrix modification and fibre content. *Carbohydrate Polymers*. Vol. 64, pp. 224–232, 2006.
- [43] Arbelaiz A, Fernandez B, Ramos JA, Retegi A, Llano-Ponte R, Mondragon I.

- Mechanical properties of short flax fibre bundle/polypropylene composites: Influence of matrix/fibre modification, fibre content, water uptake and recycling. *Composites Science and Technology*. Vol. 65, pp. 1582–1592, 2005.
- [44] Anonymous. Auto body made of plastics resists denting under hard blows. *Pop Mech*. Vol. 76, N°7, 1941.
- [45] « Du lin à la fibre », Rapport de l'Institut technique du Lin, oct. 2008.
- [46] Baley C. Analysis of the flax fibres tensile behaviour and analysis of the tensile stiffness increase. *Composites Part A*. vol. 33, pp. 939-948, 2002.
- [47] Charlet K, Jernot JP, Gomina M, Bréard J, Morvan C, Baley C. Influence of an Agatha flax fibre location in a stem on its mechanical, chemical and morphological properties, *Composites Science and Technology*. Vol. 69, N° 9, pp. 1399-1403, 2009.
- [48] Baley C, Morvan C, Grohens Y. Influence of the absorbed water on the tensile strength of flax fibers. *Macromol symp*. N° 222, pp. 195-201, 2005.
- [49] Bos HL, Donald AM. In situ ESEM study of the deformation of elementary flax fibres. *Journal of Materials Science*. pp. 221-274, 1999.
- [50] Sarén MP, Serimaa R. Determination of microfibril angle distribution by X-raydiffraction. *Wood Science and Technology*. Vol. 40, N°6, pp. 445-460, 2005.
- [51] Wang HH, Drummond JG, Reath SM, Hunt K, Watson PA. An improved fibril angle measurement method for wood fibres. *Wood Science and Technology*. Vol. 34, N° 6, pp. 493-503, 2001.
- [52] Thierry JP. Mise en évidence des polysaccharides sur coupes fine en microscopie électronique. *J. Microsc.*, Vol. 6, pp. 987, 1967.
- [53] Charlet K, Jernot JP, Bréard J, Gomina M. Scattering of morphological and mechanical properties of flax fibres. *Industrial Crops and Products*. Vol. 32, Issue 3, pp. 220-224, November 2010
- [54] Charlet K, Béakou A. Mechanical properties of interfaces within a flax bundle – Part I: Experimental analysis. *International Journal of Adhesion & Adhesives*. Vol. 31, pp. 875-881, 2011.
- [55] Bourmaud A, Baley C. Rigidity analysis of polypropylene/vegetal fibre composites after recycling. *Polymer Degradation and Stability*. Vol. 94, pp. 297-305, 2009.
- [56] Andersons J, Porike E, Sparniņš E. The effect of mechanical defects on the strength distribution of elementary flax fibres. *Composites Science and Technology*. Vol. 69, pp. 2152-2157, 2009.
- [57] Zafeiropoulos NE, Dijon GG, Baillie CA. A study of the effect of surface treatments on the tensile strength of flax fibres: Part I. Application of Gaussian statistics. *Composites: Part A*. Vol. 38, pp. 621–628, 2007.
- [58] Baley C, Busnel F, Grohens Y, Sire O. Influence of chemical treatments on surface properties and adhesion of flax fibre–polyester resin. *Composites: Part A*. Vol. 37, pp. 1626-1637, 2006.
- [59] Sharifah H. Aziz, Martin P. Ansell. The effect of alkalization and fibre alignment on the mechanical and thermal properties of kenaf and hemp bast fibre

- composites: Part 1 - polyester resin matrix. *Composites Science and Technology*. Vol. 64, pp. 1219-1230, 2004.
- [60] Beckermann GW, Pickering KL. Engineering and evaluation of hemp fibre reinforced polypropylene composites: Fibre treatment and matrix modification. *Composites: Part A*. Vol. 39, pp. 979-988, 2008.
- [61] Garcia-Jaldon C, Dupeyre D, Vignon MR. Fibres from semi-retted hemp bundles by steam explosion treatment. PII: S0961-9534(97)10039-3
- [62] Li Y, Pickering KL, Farrell RL. Analysis of green hemp fibre reinforced composites using bag retting and white rot fungal treatments. *Industrial crops and products*. Vol. 29, pp. 420-426, 2009.
- [63] Stamboulis A, Baillie CA, Peijs T, Effects of environmental conditions on mechanical and physical properties of flax fibers, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*. Vol. 32, N° 8, pp. 1105-1115, 2001.
- [64] Charlet K, Baley C, Morvan C, Jernot JP, Gomina M, Bréard J. Characteristics of Hermes flax fibres as a function of their location in the stem and properties of the derived unidirectional composites. *Composites: Part A*. Vol. 38, pp. 1912-1921, 2007.
- [65] Lamy B, Pomel C. Composites renforcés par des fibres de lin: avantage et inconvénients identifiés. Ecole Centrale de Nantes. *Matériaux* 2002.
- [66] Zafeiropoulos NE, Dijon GG, Baillie CA. A study of the effect of surface treatments on the tensile strength of flax fibres: Part II. Application of Weibull statistics. *Composites: Part A*. Vol. 38, pp. 629-638, 2007.
- [67] Bax B, Mussig J. Impact and tensile properties of PLA/Cordenka and PLA/flax composites. *Composites Science and Technology*. Vol. 68, pp. 1601–1607, 2008.
- [68] Canigueral N, Vilaseca F, Mendez JA, Lopez JP, Barbera L, Puig J, Pelach MA, Mutje P. Behavior of biocomposite materials from flax strands and starch-based biopolymer. *Chemical Engineering Science*. Vol. 64, pp. 2651- 2658, 2009.
- [69] Le Duigou A, Davies P, Baley C. Seawater ageing of flax/poly(lactic acid) biocomposites. *Polymer Degradation and Stability*. Vol. 94, pp. 1151–1162, 2009.
- [70] Cicala G, Cristaldi G, Recca G, Ziegmann G, El-Sabbagh A, Dickert M. Properties and performances of various hybrid glass/natural fibre composites for curved pipes. *Materials and Design*. Vol. 30, pp. 2538–2542, 2009.
- [71] Zini E, Focarete ML, Noda I, Scandola M. Bio-composite of bacterial poly(3-hydroxybutyrate-co-3-hydroxyhexanoate) reinforced with vegetable fibers. *Composites Science and Technology*. Vol. 67, pp. 2085–2094, 2007.
- [72] Newman RH. Auto-accelerative water damage in an epoxy composite reinforced with plain-weave flax fabric. *Composites: Part A*. Vol. 40, pp. 1615–1620, 2009.
- [73] Gu H, Liyan L. Research on properties of thermoplastic composites reinforced by flax fabrics. *Materials and Design*. Vol. 29, pp. 1075–1079, 2008.
- [74] Liu Q, Hughes M. The fracture behaviour and toughness of woven flax fibre reinforced epoxy composites. *Composites: Part A*. Vol. 39, pp. 1644–1652, 2008.
- [75] Assarar M, Scida M, Mahi AE, Poilâne C, Ayad R. Influence of water ageing on mechanical properties and damage events of two reinforced composite materials:

- flax fibres and glass fibres. *Materials and Design*. Vol. 32, pp. 788-795, 2011.
- [76] Gning PB, Liang S, Guillaumat L, Pui WJ. Influence of process and test parameters on the mechanical properties of flax/epoxy composites using response surface methodology. *Journal of Mat Sci*. Vol. 46, pp. 6801-6811, 2011.
- [77] Bella GD, Fiore V, Valenza A. Effect of areal weight and chemical treatment on the mechanical properties of bidirectional flax fabrics reinforced composites. *Materials and Design*. Vol. 31, pp. 4098-4103, 2010.
- [78] Wong S, Shanks RA, Hodzic A. Effect of additives on the interfacial strength of poly(L-lactic acid) and poly(3-hydroxy butyric acid)-flax fibre composites. *Composites Science and Technology*, Vol. 67, pp. 2478-2484, 2007.
- [79] Alix S, Marais S, Morvan C, Lebrun L. Biocomposite materials from flax plants: Preparation and properties. *Composites: Part A*. Vol. 39, pp. 1793-1801, 2008.
- [80] Aamr-Daya E, Langlet T, Benazzouk A, Quéneudec M. Feasibility study of lightweight cement composite containing flax by-product particles: Physico-mechanical properties. *Cement & Concrete Composites*. Vol. 30, pp. 957-963, 2008.
- [81] Poilâne C, Vivet A, Momayez L, Doudou BB, Ayachi M, Chen J. Propriétés mécaniques de préimprégnés lin/époxyde. *Comptes Rendus des JNC 16*, Toulouse 2009.
- [82] John MJ, Anandjiwala RD. Chemical modification of flax reinforced polypropylene composites. *Composites: Part A*. Vol. 40, pp. 442-448, 2009.
- [83] Pizzi A, Kueny R, Lecoanet F, Massetau B, Carpentier D, Krebs A, Loiseau F, Molina S, Ragoubi M. High resin content natural matrix-natural fibre biocomposites. *Industrial Crops and Products*. Vol. 30, pp. 235-240, 2009.
- [84] Burgueno R, Quagliata MJ, Mohanty AK, Mehta G, Drzal LT, Misra M. Hybrid biofiber-based composites for structural cellular plates. *Composites: Part A*. Vol. 36, pp. 581-593, 2005.
- [85] Bao J. Tolérance à l'impact de biocomposites à base de fibres de lin. Mémoire de master, Université de Bourgogne, 2010.
- [86] Wambua P, Vangrimde B, Lomov S, Verpoest I. The response of natural fibre composites to ballistic impact by fragment simulating projectiles. *Composite Structures*. Vol. 77, pp. 232-240, 2007.
- [87] Meredith J, Ebsworth R, Coles SR, Wood BM, Kirwan K. Natural fibre composite energy absorption structures. *Composites Science and Technology*. Vol. 72, pp. 211-217, 2012.
- [88] Bos HL, Mussig J, Oever MJA. Mechanical properties of short-flax-fibre reinforced compounds. *Composites: Part A*. Vol. 37, pp. 1591-1604, 2006.
- [89] ISO 14129, Fibre-reinforced plastic composites - Determination of the in-plane shear stress/shear strain response, including the in-plane shear modulus and strength, by the $\pm 45^\circ$ tension test method, April 1998.
- [90] Deng C. Etude du vieillissement d'un bio-composite. Thèse de master, Université de Bourgogne 2010.
- [91] Le Duigou A, Pillin I, Bourmaud A, Davies P, Baley C. Effect of recycling on mechanical behaviour of biocompostable flax/poly(L-lactide) Composites.

- Composites: Part A. Vol. 39, pp. 1471–1478, 2008.
- [92] Halpin JC. Stiffness and expansion estimates for oriented short fiber composites. *Journal Compos Mater.* Vol. 3, pp. 732–734, 1969.
- [93] Liu Q, Stuart T, Hughes M, Sharma HSS, Lyons G. Structural biocomposites from flax – Part II: The use of PEG and PVA as interfacial compatibilising agents. *Composites: Part A.* Vol. 38, pp. 1403–1413, 2007.
- [94] Baley C, Bréard J, Montrelay N. Analyse du comportement en traction de plis unidirectionnels lin/époxy - Relation entre les propriétés des fibres et celles des plis. *Comptes Rendus des JNC 14, Compiègne*, pp. 23–31, 2005.
- [95] Heijenrath R, Peijs T. Natural-fibre-mat-reinforced thermoplastic composites based on flax fibres and polypropylene. *Adv Compos Lett.* Vol. 5 N° 3, pp. 81–85, 1996.
- [96] Madsen B, Lilholt H. Physical and mechanical properties of unidirectional plant fibre composites – an evaluation of the influence of porosity. *Composites Science and Technology.* Vol. 63, pp. 1265–1272, 2003.
- [97] Antoine Le Duigou, Peter Davies, Christophe Baley. Macroscopic analysis of interfacial properties of flax/PLLA biocomposites. *Composites Science and Technology.* Vol. 70, pp. 1612–1620, 2010.
- [98] Bathias C, Pineau A. *Fatigue des matériaux et des structures 1.* ISBN 978-2-7462-1710-2. 2008.
- [99] Reis PNB, Ferreira JAM, Antunes FV, Costa JDM. Flexural behaviour of hybrid laminated composites. *Composites: Part A.* Vol. 38, pp. 1612-1620, 2007.
- [100] Ferry L, Perreux D, Varchona D, Sicot N. Fatigue behaviour of composite bars subjected to bending and torsion. *Composites Science and Technology.* Vol. 59, pp. 575-582, 1999.
- [101] Goeij WC, Tooren MJL, Beukers A. Implementation of bending-torsion coupling in the design of a wind-turbine rotor-blade. *Applied Energy.* Vol. 63, pp. 191-207, 1999.
- [102] Liu Y, Mahadevan S. Stochastic fatigue damage modeling under variable amplitude loading. *International Journal of Fatigue.* Vol. 29, pp. 1149–1161, 2007.
- [103] Post NL, Cain J, McDonald KJ, Case SW, Lesko JJ. Residual strength prediction of composite materials: Random spectrum loading. *Engineering Fracture Mechanics.* Vol. 75, pp. 2707-2724, 2008.
- [104] EL-Zein MS, K.T.Teh SY, Huang CY. Fatigue life of a fiber composite under spectrum loading. In: Cardon AH, Fukuda H, Reifsnider K. *Progress in durability analysis of composites systems.* A.A. Balkema, Rotterdam, Brookfield, pp. 87-90, 1996.
- [105] Tai NH, Ma CCM, Lin JM, Wu GY. Effects of thickness on the fatigue-behavior of quasi-isotropic carbon/epoxy composites before and after low energy impacts. *Composites Science and Technology.* Vol. 59, pp. 1753-1762, 1999.
- [106] Beheshty MH, Harris B, Adam T. An empirical fatigue-life model for high-performance fibre composites with and without impact damage. *Composites: Part A.* Vol. 30, pp. 971–987, 1999.

- [107] Rabbe P, Lieurade HP, Galtier A. Essais de fatigue : partie I. Techniques de l'Ingénieur, traité matériaux métalliques. M4170. Pages 1-22.
- [108] Schijve J. Statistical distribution functions and fatigue of structures. *International Journal of Fatigue*. Vol. 27, pp. 1031–1039, 2005.
- [109] ASTM STP 744. *Statistical Analysis of Fatigue Data*. ed. R. E. Little and J. C. Ekvall. American Society for Testing and Materials, 1981.
- [110] Delahay T. Développement d'une méthode probabiliste de calcul en fatigue multiaxiale prenant en compte la répartition volumique des contraintes. Thèse de doctorat, Université Bordeaux I, 2004.
- [111] Bastenaire F. Etude statistique et physique de la dispersion des résistances et des durées à la fatigue. Thèse de doctorat, Université de Paris, 1960.
- [112] Castillo E, Fernandez-Canteli A, Esslinger V, Thürlimann B. Statistical model for fatigue analysis of wires, strands and cables. In *IABSE Proceedings P-82/85*, Zürich, pp. 1–40, 1985.
- [113] Castillo E, Fernández-Canteli A, Pinto H, López-Aenlle M. A general regression model for statistical analysis of strain–life fatigue data. *Materials Letters*. Vol. 62, pp. 3639–3642, 2008.
- [114] Castillo E, Fernandez-Canteli A, Hadi AS. On fitting a fatigue model to data. *International Journal of Fatigue*. Vol. 21, pp. 97–106, 1999.
- [115] Bastenaire F. Aspects probabilistes et statistiques de la rupture par fatigue. *Revue française de Mécanique*, N° 37, 1971.
- [116] Williams CR, Lee YL, Rilly JT. A practical method for statistical analysis of strain–life fatigue data. *International Journal of Fatigue*. Vol. 25, pp. 427–436, 2003.
- [117] Koller R, Ruiz-Ripoll ML, García A, Fernández-Canteli A, Castillo E. Experimental validation of a statistical model for the Wöhler field corresponding to any stress level and amplitude. *International Journal of Fatigue*. Vol. 31, pp. 231–241, 2009.
- [118] Sakin R, Ay I. Statistical analysis of bending fatigue life data using Weibull distribution in glass-fiber reinforced polyester composites. *Materials and Design*. Vol. 29, pp. 1170-1181, 2008.
- [119] Fernández-Canteli A, Castillo E, López-Aenlle M, Seitzl S. Using statistical compatibility to derive advanced probabilistic fatigue models. *Procedia Engineering*. Vol. 2, pp. 1131–1140, 2010.
- [120] Kang KW, Lim DM, Kim JK. Probabilistic analysis for the fatigue life of carbon/epoxy laminates. *Composite Structures*, Vol. 85, pp. 258–264, 2008.
- [121] AFNOR. A 03-405 : Produits Métalliques-Essais de fatigue-Le traitement statistique des données, 1991.
- [122] Yang JN, Jones DL, Yang SH, Meskini A. A Stiffness Degradation Model for Graphite/Epoxy Laminates. *Journal of Composite Materials*. Vol. 24, pp. 753-770, 1990.
- [123] Wu WF, Lee LJ, Choi ST. A Study of Fatigue Damage and Fatigue Life of Composite Laminates. *Journal of Composite Materials*. Vol. 30, pp. 123-137, 1996.

- [124]Subramanian S, Reifsnider KL and Stinchcomb WW. A cumulative damage model to predict the fatigue life of composite laminates including the effect of a fibre-matrix interphase. *International Journal of Fatigue*. Vol. 17, N° 5, pp. 343-351, 1995
- [125]Vallons K, Zong M, Lomov SV, Verpoest I. Carbon composites based on multi-axial multi-ply stitched preforms – Part 6. Fatigue behaviour at low loads: Stiffness degradation and damage development. *Composites: Part A*. Vol. 38, pp. 1633–1645, 2007.
- [126]De Monte M, Moosbrugger E, Quaresimin M. Influence of temperature and thickness on the off-axis behaviour of short glass fibre reinforced polyamide 6.6 – cyclic loading. *Composites: Part A*. Vol. 41, pp. 1368-1379, 2010.
- [127]Renz R, Szymikowski R. Locally resolved hysteresis measurement of advanced glass-mat thermoplastic composites. *International Journal of Fatigue*. Vol. 32, pp. 174–183, 2010.
- [128]Gilbert JL, Ney DS, Lautenschlager EP. Self-reinforced composite poly(methyl methacrylate): static and fatigue properties. *Biomaterials*. Vol. 16, pp. 1043-1055, 1995.
- [129]Tate JS, Kelkar AD. Stiffness degradation model for biaxial braided composites under fatigue loading. *Composites: Part B*. Vol. 39, pp. 548–555, 2008.
- [130]Wu Z, Wang X, Iwashita K, Sasaki T, Hamaguchi Y. Tensile fatigue behaviour of FRP and hybrid FRP sheets. *Composites: Part B*. Vol. 41, pp. 396-402, 2010.
- [131]Keller T, Tirelli T, Zhou A. Tensile fatigue performance of pultruded glass fiber reinforced polymer profiles. *Composite Structures*, Vol. 68, pp. 235–245, 2005.
- [132]Plumtree A, Melo M, Dahl J. Damage evolution in a $[\pm 45]_2S$ CFRP laminate under block loading conditions. *International Journal of Fatigue*. Vol. 32, pp. 139-145, 2010.
- [133]Petermann J, Schulte K. The effects of creep and fatigue stress ratio on the long-term behaviour of angle-ply CFRP. *Composite Structures*. Vol. 57, pp. 205-210, 2002.
- [134]Dyer KP and Isaac DH. Fatigue behaviour of continuous glass fibre reinforced composites. *Composites Part B*. Vol. 29B, pp. 725–733, 1998.
- [135]Xiong JJ, Shenoi RA. A two-stage theory on fatigue damage and life prediction of composites. *Composites Science and Technology*. Vol. 64, pp. 1331-1343, 2004.
- [136]Goel A, Chawla KK, Vaidya UK, Chawla N, Koopman M. Characterization of fatigue behavior of long fiber reinforced thermoplastic (LFT) composites. *Materials characterization*. Vol. 60, pp. 537-544, 2009.
- [137]Tan TF, Dharan CKH. Cyclic Hysteresis Evolution as a Damage Parameter for Notched Composite Laminates. *Journal of Composite Materials*. Vol. 44, pp. 1977-1990, 2010.
- [138]Brodowsky HM, Jenschke W, Mader E. Characterization of interphase properties: Microfatigue of single fibre model composites. *Composites: Part A*. Vol. 41, pp. 1579–1586, 2010.
- [139]Kenny JM, Marchetti M. Elasto-plastic behavior of thermoplastic composite

- laminates under cyclic loading. *Composite Structures*. Vol. 32, pp. 375-382, 1995.
- [140] Pegoretti A, Ricco T. Fatigue crack propagation in polypropylene reinforced with short glass fibres. *Composites Science and Technology*. Vol. 59, pp. 1055-1062, 1999.
- [141] Momenkhani K, Sarkani S. A New Method for Predicting the Fatigue Life of Fiber-reinforced Plastic Laminates. *Journal of Composite Materials*. Vol. 40, pp. 1971-1892, 2006.
- [142] Drozdov AD. Cyclic viscoelastoplasticity and low-cycle fatigue of polymer composites. *International Journal of Solids and Structures*. Vol. 48, pp. 2026-2040, 2011.
- [143] Clark SD, Sheno RA, Allen HG. Modelling the fatigue behaviour of sandwich beams under monotonic, 2-step and block-loading regimes. *Composites Science and Technology*. Vol. 59, pp. 471-486, 1999.
- [144] Mallick PK, Zhou Y. Effect of mean stress on the stress-controlled fatigue of a short E-glass fiber reinforced polyamide-6,6. *International Journal of Fatigue*. Vol. 26, pp. 941-946, 2004.
- [145] Ruggles-Wrenn MB, Hetrick G, Baek SS. Effects of frequency and environment on fatigue behavior of an oxide-oxide ceramic composite at 1200 °C. *International Journal of Fatigue*. Vol. 30, pp. 502-516, 2008.
- [146] Ruggles-Wrenn MB, Christensen DT, Chamberlain AL, Lane JE, Cook TS. Effect of frequency and environment on fatigue behavior of a CVI SiC/SiC ceramic matrix composite at 1200°C. *Composites Science and Technology*. Vol. 71, pp. 190-196, 2011.
- [147] Tai NH, Ma CCM, Wu SH. Fatigue behaviour of carbon fibre/PEEK laminate composites. *Composites*. Vol. 26, pp. 551-559, 1995.
- [148] Philippidis TP, Passipoularidis VA. Residual strength after fatigue in composites: Theory vs. experiment. *International Journal of Fatigue*. Vol. 29, pp. 2104-2116, 2007.
- [149] Van Paepegem W, Degrieck J. A new coupled approach of residual stiffness and strength for fatigue of fibre-reinforced composites. *International Journal of Fatigue*. Vol. 24, pp. 747-762, 2002.
- [150] Epaarachchi JA, Clausen PD. A new cumulative fatigue damage model for glass fibre reinforced plastic composites under step/discrete loading. *Composites: Part A*. Vol. 36, pp. 1236-1245, 2005.
- [151] Yang JN, Liu MD. Residual Strength Degradation Model and Theory of Periodic Proof Tests for Graphite/Epoxy Laminates. *Journal of Composite Materials*. Vol. 11, pp. 176-203, 1977.
- [152] Thwe MM, Liao K. Durability of bamboo-glass fiber reinforced polymer matrix hybrid composites. *Composites Science and Technology*. Vol. 63, pp. 375-387, 2003.
- [153] Berthelot JM, Le Corre JF. Statistical analysis of the progression of transverse cracking and delamination in cross-ply laminates. *Composites Science and Technology*. Vol. 60, pp. 2659-2669, 2000.

-
- [154] Berthelot JM, Leblond P, El Mahi A, Le Corre JF. Transverse cracking of cross-ply laminates: Part 1. Analysis. *Composites: Part A*. Vol. 27A, pp. 989-1001, 1996.
- [155] Berthelot JM, El Mahi A, Leblond P. Transverse cracking of cross-ply laminates: Part 2. Progressive widthwise cracking. *Composites Part A*. Vol. 27A, pp. 1003-1010, 1996.
- [156] Smith LV, Weitsman YJ. Sea water effects on the fatigue response of polymeric composites. In: A.H. Cardon, H. Fukuda, K Reifsnider. *Progress in durability analysis of composites systems*. A.A. Balkema, Rotterdam, Brookfield. pp. 217-223, 1996
- [157] Thomas C. Etude des mécanismes d'endommagement des composites fibres de carbone/matrice polyamide : application à la réalisation de réservoirs de stockage de gaz sous haute pression de type IV. Thèse de doctorat. École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2011.
- [158] Hoang NT, Gamby D, Lafarie-Frenot MC. Predicting fatigue transverse crack growth in cross-ply carbon-epoxy laminates from quasi static strength tests by using iso-damage curves. *International Journal of Fatigue*. Vol. 32, pp. 166-173, 2010.
- [159] Gassan J, Dietz T. Fatigue behavior of cross-ply glass-fiber composites based on epoxy resins of different toughnesses. *Composites Science and Technology*. Vol. 61, pp. 157-163, 2001.
- [160] Ogasawara T, Ishikawa T, Yokozeki T, Shiraishi T, Watanabe N. Effect of on-axis tensile loading on shear properties of an orthogonal 3D woven SiC/SiC composite. *Composites Science and Technology*. Vol. 65, pp. 2541-2549, 2005.
- [161] Bechel VT, Fredin MB, Donaldson SL, Kim RY, Camping JD. Effect of stacking sequence on micro-cracking in a cryogenically cycled carbon/bismaleimide composite. *Composites: Part A*. Vol. 34, pp. 663-672, 2003.
- [162] Gagel A, Lange D, Schulte K. On the relation between crack densities, stiffness degradation, and surface temperature distribution of tensile fatigue loaded glass-fibre non-crimp-fabric reinforced epoxy. *Composites: Part A*. Vol. 37, pp. 222-228, 2006.
- [163] Reifsnider KL, Talug A. Analyses of fatigue damage in composite laminates. *Int. Journal Fatigue*. Vol.1, pp. 3-1, 1980.
- [164] Reifsnider KL, Durability and damage tolerance of fibrous composite systems, *Handbook of Composites*, edited by S.T. Peters, Vol. 35, pp. 794-809, 1998.
- [165] Hwang W, Han KS. Fatigue of composites – fatigue modulus concept and life prediction. *Journal Compos Mater*. Vol. 20, pp. 154-165, 1986.
- [166] Toyama N, Takatsubo J. An investigation of non-linear elastic behavior of CFRP laminates and strain measurement using Lamb waves. *Composites Science and Technology*. Vol. 64, pp. 2509-2516, 2004.
- [167] Ogihara S, Kobayashi S, Takeda N, Kobayashi A. Damage mechanics characterization of transverse cracking behavior in high-temperature CFRP laminates. *Composites Science and technology*. Vol. 61, pp. 1049-1055, 2001.

- [168]Mattsson D, Joffe R, Varna J. Damage in NCF composites under tension: Effect of layer stacking sequence. *Engineering Fracture Mechanics*. Vol. 75, pp. 2666–2682, 2008.
- [169]Broutman LJ, Sahu S. A new theory to predict cumulative fatigue damage in glass fiber reinforced plastics. *Composite materials: testing and design (2nd Conference)*. ASTM STP, 497, pp. 170–88, 1972.
- [170]Hahn HT, Kim RY. Proof testing of composite materials. *Journal Compos Mat*. Vol. 9, pp. 297–311, 1975.
- [171]Towo AN, Ansell MP. Fatigue evaluation and dynamic mechanical thermal analysis of sisal fibre–thermosetting resin composites. *Composites Science and Technology*. Vol. 68, pp. 925–932, 2008.
- [172]Arnold N. Towo, Martin P. Ansell. Fatigue of sisal fibre reinforced composites: Constant-life diagrams and hysteresis loop capture. *Composites Science and Technology*. Vol. 68, pp. 915–924, 2008.
- [173]Silva FA, Mobasher B, Filho RDT. Fatigue behavior of sisal fiber reinforced cement composites. *Materials Science and Engineering A*. Vol. 527, 5507-5513, 2010.
- [174]Elouaer A, Aboura Z, Ayad R, Sabhi H, Benzeggagh ML. Suivi de l'endommagement en fatigue des composites à base de fibre végétales. *Comptes Rendus des JNC 16*, Toulouse 2009.
- [175]Ferreira JM, Silva H, Costa JD, Richardson M. Stress analysis of lap joints involving natural fibre reinforced interface layers. *Composites: Part B*. Vol. 36, pp. 1–7, 2005.
- [176]Gassan J. A study of fibre and interface parameters affecting the fatigue behaviour of natural fibre composites. *Composites: Part A*. Vol. 33, pp. 369-374, 2002.
- [177]Mécanismes de Rupture et endommagement des matériaux composites. Chapitre 12, pp. 224-260, 2010.
- [178]Liang S. Impact transverse sur assemblages collés des stratifiés composites. *Mémoire de master, Université de Bourgogne*, 2009.
- [179]Talreja R. Damage and fatigue in composites – A personal account. *Composites Science and Technology*. Vol. 68, pp. 2585–2591, 2008.
- [180]Fiche technique de SICOMIN.
- [181]ASTM D 3171–99. Standard Test Methods for Constituent Content of Comp Mater.
- [182]Rask M, Madsen B, Sørensen BF, Fife JL, Martyniuk K, Lauridsen EM. In situ observations of microscale damage evolution in unidirectional natural fibre composites. *Composites, Composites: Part A*. Vol. 43, pp. 1639-1649, 2012.
- [183]Bourmauda A, Claudine Morvan C, Baley C. Importance of fiber preparation to optimize the surface and mechanical properties of unitary flax fiber. *Industrial Crops and Products*. Vol. 32, pp. 662–667, 2010.
- [184]Arbelaiz A, Fernandez B, Ramos JA, Mondragon I. Thermal and crystallization studies of short flax fibre reinforced polypropylene matrix composites: Effect of treatments. *Thermochimica Acta*. Vol. 440, pp. 111–121, 2006.

-
- [185] Wong S, Shanks R, Hodzic A. Interfacial improvements in poly(3-hydroxybutyrate)-flax fibre composites with hydrogen bonding additives. *Composites Science and Technology*. Vol. 64, pp. 1321–1330, 2004.
- [186] Le Bras M, Duquesne S, Fois M, Grisel M, Poutch F. Intumescent polypropylene/flax blends: a preliminary study. *Polymer Degradation and Stability*. Vol. 88, pp. 80-84, 2005.
- [187] ISO 527-4, Determination of tensile properties-Test conditions for isotropic and orthotropic fibre-reinforced plastic composites, July 1997.
- [188] NF EN ISO 14126, Fibre-reinforced plastic composites: determination of compressive in the in-plan direction, January 2000.
- [189] Baley C, Perrot Y, Busnel F, Guezenoc H, Davies P. Transverse tensile behaviour of unidirectional plies reinforced with flax fibres. *Materials Letters*. Vol. 60, pp. 2984–2987, 2006.
- [190] Bourmaud A, Morvan C, Baley C. Apport de la nanoindentation pour la caractérisation mécanique de fibres végétales, *Comptes Rendus des JNC 16*, Toulouse 2009.
- [191] Zhou G, Davies GAO. Characterization of thick glass woven roving/polyester laminates: 1. Tension, compression and shear. *Composites*. Vol. 26, pp.579-586, 1995.
- [192] Sawadogo CAH. Comportement en fatigue des composites monolithiques et sandwichs: détection et suivi de l'endommagement par techniques non destructives. Thèse de doctorat, Université de Lille 1. 2009.
- [193] Shokrieh MM, Omidj MJ. Investigation of strain rate effects on in-plane shear properties of glass/epoxy composites. *Composite Structures*. Vol. 91, pp. 95–102, 2009.
- [194] Thomas C. Etude des mécanismes d'endommagement des composites fibres de carbone / matrice polyamide : application à la réalisation de réservoirs de stockage de gaz sous haute pression de type IV. Thèse de doctorat, École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2011.
- [195] Van Paepegem W, De Baere I, Degrieck J. Modelling the nonlinear shear stress-strain response of glass fibre-reinforced composites. Part I: Experimental results. *Composites Science and Technology*. Vol. 66, pp. 1455–1464, 2006.
- [196] Papadakis N, Reynolds N, Pharaoh MW, Wood PKC, Smith GF. Strain rate effects on the shear mechanical properties of a highly oriented thermoplastic composite material using a contacting displacement measurement methodology-Part A: elasticity and shear strength. *Composites Science and Technology*. Vol. 64, pp. 729–738, 2004.
- [197] Krucinska I, Zurek W, Egbers G. The influence of fibre irregularity on the tensile properties of carbon and glass fibres. *Composites Science and Technology*. Vol. 54, pp. 169-175, 1995.
- [198] Boniface L, Smith P, Ogini S, Bader M. Observation on transverse ply crack growth in (0/90²)_s CFRP laminate under monotonic and cyclic loading. In *Sixth International Conference on Composite Materials (ICCM 6) and Second European Conference on Composite Materials (ECCM 2)*, volume 3, pages

- 3156–3165. New York Elsevier. Proceedings. 1987.
- [199]Garret K, Bailey J. Multiple transverse fracture in 90° cross-ply laminates of a glass fiber-reinforced polyester. *Journal of Composite Materials*. Vol.12, pp. 157–168, 1977.
- [200]Chapitre 12, Mécanisme de rupture et endommagement des matériaux composites. Document ONERA.
- [201]Kane RJ, Converse GL, Roeder RK. Effects of the reinforcement morphology on the fatigue properties of hydroxyapatite reinforced polymers. *Journal of the mechanical behaviour of biomedical materials*. Vol. 1, pp. 261–268, 2008.
- [202]Morscher GN. Modal acoustic emission of damage accumulation in a woven SiC/SiC composite. *Composites Science and Technology*. Vol. 59, pp. 687-697, 1999.
- [203]Laiiurte P. Contribution à l'étude du comportement pseudo élastique d'un alliage de titane beta metastable, application aux arcs orthodontiques. Thèse de doctorat, Université de Metz, 2003.
- [204]Genet M. Vers un matériau virtuel pour les composites céramiques. Thèse de doctorat, Ecole Normale Supérieure de Cachan, 2010.
- [205]Revest N, Thionnet A, Renard J, Boulay L, Castaing P. Comportement en fatigue de structures épaisses en matériaux composites. *Comptes Rendus des JNC 16*, Toulouse 2009.
- [206]Joffe R, Varna J. Analytical modeling of stiffness reduction in symmetric and balanced laminates due to cracks in 90° layers. *Composites Science and Technology*. Vol. 59, pp. 1641-1652, 1999.
- [207]Revest N. Comportement en fatigue de pièces épaisses en matériaux composites. Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2011.
- [208]ISO 13003, Fibre-reinforced plastic - Determination of fatigue properties under cyclic loading conditions, 2003.
- [209]ISO 291, Plastics - Standard atmospheres for conditioning and testing, 1997.
- [210]Kim J, Jeong HY. A study on the hysteresis, surface temperature change and fatigue life of SM490A, SM490A-weld and FC250 metal materials. *International Journal of Fatigue*. Vol. 32, Issue 7, pp. 1159-1166, 2010.
- [211]Parant E, Rossi P, Boulay C. Fatigue behavior of a multi-scale cement composite. *Cement and Concrete Research*. Vol. 37, Issue 2, pp. 264-269, February 200.
- [212]Petermann J, Schulte K. Strain based service time estimation for angle-ply laminates. *Composites Science and Technology*. Vol. 62, Issues 7–8, pp. 1043-1050, 2002.
- [213]Williams CR, Lee YL, Rilly JT. A practical method for statistical analysis of strain–life fatigue data. *International Journal of Fatigue*. Vol. 25, Issue 5, pp. 427-436, 2003.
- [214]Gregory N. Morscher, Greg Ojard, Robert Miller, Yasser Gawayed, Unni Santhosh, Jalees Ahmad, Reji John. Tensile creep and fatigue of Sylramic-iBN melt-infiltrated SiC matrix composites: Retained properties, damage development, and failure mechanisms. *Composites Science and Technology*.

- Vol. 68, Issues 15–16, pp. 3305-3313, 2008.
- [215] Payan J, Hochard C. Damage modelling of laminated carbon/epoxy composites under static and fatigue loadings. *International Journal of Fatigue*, Vol. 24, Issues 2–4, pp. 299-306, 2002.
- [216] Sawadogo CAH. Comportement en fatigue des composites monolithiques et sandwichés: détection et suivi de l'endommagement par techniques non destructives. Thèse de doctorat, Université de Lille I, 2009.
- [217] Bathias C. An engineering point of view about fatigue of polymer matrix composite materials. *International Journal of Fatigue*. Vol. 28, pp. 1094–1099, 2006.
- [218] JIS E 4207 : Truck frames for railway rolling stock – General rules for design.
- [219] Guillaumat L. Reliability of composite structures- impact loading. *Composites and Structures*. Vol.76, pp. 163-172, 2000
- [220] Doehlert DH. Uniform shell designs. *Applied statistics*. Vol. 19, pp. 231–239, 1970.
- [221] Mathieu D, Phan-Tan-Luu R, Sergent M, Méthodologie de la recherche expérimentale, Etude dans un domaine expérimental sans contrainte, Laboratoire de Méthodologie de la Recherche Expérimentale Centre de St.
- [222] ThermaCAMTM Researcher 2001 Operation Manual, FLIR Publication number: 1 557 488 version A, 2001.
- [223] Toubal L. Approches analytique et expérimentale de l'endommagement par fatigue d'un composite carbone/époxy. Thèse de doctorat. Université Toulouse III-Paul Sabatier. 2004.
- [224] Case SW, Reifsnider KL. Fatigue of Composite Materials. *Comprehensive Structural Integrity*. Chapter 4.16, pp. 405-441, 2003.
- [225] Bucar T, Nagode M, Fajdiga M. An improved neural computing method for describing the scatter of S–N curves. *International Journal of Fatigue*. Vol. 29, pp. 2125–2137, 2007.
- [226] Silva FA, Chawla N, Filho RDT. An experimental investigation of the fatigue behavior of sisal fibres. *Materials Science and Engineering A*. Vol. 516, pp. 90-95, 2009.
- [227] Reifsnider KL, Henneke EG, Stinchcomb WW, Duke JC. Damage mechanics and NDE of composite laminates. *Mechanics of Composite Materials Advances*. pp. 399-420, 1983.
- [228] Naik NK. Woven-fibre thermoset composites. *Fatigue of composites*. Bryan Harris. pp. 297-313, 2003.
- [229] Himmel N, Keinert M, Maier M. Fatigue characterization of general purpose thermoplastic composites subject to elementary mechanical loadings. *Progress in Durability Analysis of Composite Systems*. pp. 81-86. ISBN 90 5410 809 6. 1996.
- [230] Greco A, Musardo C, Maffezzoli A. Flexural creep behaviour of PP matrix woven composite. *Composites Science and Technology*. Vol. 67, pp. 1148–1158, 2007.
- [231] LS-Dyna Keyword user's Manual. Vol 1, May 2007, Version 971. Livermore

software technology corporation.

[232] Degrieck J, Van Paepegem W. Fatigue damage modelling of fibre reinforced composite materials: review. *Appl Mech Rev.* Vol. 54, pp. 279–300, 2001.

[233] Tserpes KI, Papanikos P, Labeas G, Pantelakis Sp. Fatigue damage accumulation and residual strength assessment of CFRP laminates. *Composite Structures.* Vol. 63, pp. 219–30, 2004.

Résumé

L'étude présentée porte sur la caractérisation et la comparaison des propriétés quasi-statiques et en fatigue de composites à fibres de lin et de verre avec une matrice époxy. Une importante campagne d'essais de fatigue a été réalisée à partir des propriétés quasi-statiques de traction et cisaillement plan mesurées. Il apparaît que les caractéristiques en statique et en fatigue du verre/époxy sont supérieures à celles du lin/époxy à taux de fibres et stratification identiques. Cependant, en raison de la faible densité des renforts de lin, les écarts entre les propriétés spécifiques des deux matériaux sont faibles. La mesure de l'évolution des propriétés en fatigue a mis à jour des comportements phénoménologiques particuliers tels que la diminution de l'amortissement et l'augmentation de la rigidité des lin/époxy ayant des fibres parallèles à la direction du chargement, au cours de la vie des éprouvettes. Le suivi de l'endommagement par la mesure des densités de fissures montre que celle-ci augmente avec le chargement et le nombre de cycles appliqués. Les simulations par éléments finis de la durée de vie des composites lin/époxy, intégrant la variabilité des paramètres du modèle par la méthode de Monté-Carlo, donnent des courbes de Wöhler conservatives par rapport aux données expérimentales. Conformément aux mesures expérimentales, la variabilité des durées de vie calculées diminue lorsque le chargement baisse.

Mots clés : fibres naturelles, lin, bio-composite, statique, fatigue, S-N, endommagement, densité de fissures, éléments finis, Monté-Carlo.

Abstract

The present study focuses on the characterization and comparison of the quasi-static and fatigue properties of flax and glass fibre reinforced composites with an epoxy matrix. An extensive experimental campaign of fatigue tests have been performed using the measured quasi-static tension and in plane-shear properties. It appears that the static and fatigue characteristics of the glass/epoxy composites are higher than that of flax/epoxy ones with similar fibre volume fraction and lay-ups. However, due to the low density of flax reinforcements, the differences between the specific properties of the two materials are low. The measurement of the evolution of the fatigue properties has highlighted particular phenomenological behaviours such as the decrease of the damping and the increase of the stiffness of flax/epoxy composites having fibres parallel to the loading direction, during specimens' life. The monitoring of material damage by measuring the crack density showed its increase with the loading level and the number of cycles applied. Finite elements simulations of the life cycle of flax/epoxy composites, incorporating the variability of the model's parameters by Monte Carlo method, gave conservative Wöhler curves compared with experimental data. In agreement with the experimental measurements, the variability of lifetimes calculated decreases when the load decreases.

Keywords: natural fibres, flax, bio-composite, static, fatigue, S-N, damage, crack density, finite elements, Monté-Carlo.

The logo for SPIM (École doctorale SPIM) features the letters 'S', 'P', 'I', and 'M' in a large, white, sans-serif font. The 'S' is stylized with a thick orange horizontal bar to its left. The letters are set against a light grey background.