



**HAL**  
open science

# Caractérisation des propriétés mécaniques et électriques des matériaux composites par méthode holographique numérique 3D et analyse diélectrique

Mayssa Karray

► **To cite this version:**

Mayssa Karray. Caractérisation des propriétés mécaniques et électriques des matériaux composites par méthode holographique numérique 3D et analyse diélectrique. Autre [cond-mat.other]. Université du Maine, 2012. Français. NNT : 2012LEMA1019 . tel-00793179

**HAL Id: tel-00793179**

**<https://theses.hal.science/tel-00793179>**

Submitted on 21 Feb 2013

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

UNIVERSITE DU MAINE – ACADEMIE DE NANTES

FACULTE DES SCIENCES ET TECHNIQUES – ENSIM

FACULTE DES SCIENCES DE SFAX



Laboratoire d'Acoustique de l'Université du Maine – UMR 6613

**THESE**

présentée par

**Mayssa KARRAY**

pour l'obtention du

**Grade de Docteur en Sciences  
de l'Université du Maine**

Spécialité : Acoustique

***Caractérisation des propriétés mécaniques et  
électriques des matériaux composites par méthode  
holographique numérique 3D et analyse diélectrique***

Soutenue publiquement le 05 Novembre 2012, devant le jury composé de

J. Molimard	<i>Professeur, Ecole des Mines de St Etienne</i>	Rapporteur
P. Sandoz	<i>Chargé de Recherches HDR, FEMTO-ST, Besançon</i>	Rapporteur
M. Bejar	<i>Professeur, Faculté des Sciences de Monastir</i>	Rapporteur
A. Triki	<i>Maître Assistant, Faculté des Sciences de Sfax</i>	Examineur
P. Picart	<i>Professeur, Université du Maine</i>	Co-Directeur de thèse
M. Gargouri	<i>Professeur, Faculté des Sciences de Sfax</i>	Co-Directeur de thèse
C. Poilane	<i>Maître de Conférences, LAUM et Université de Caen</i>	Co-Encadrant
M. Tabellout	<i>Maître de Conférences HDR, Université du Maine</i>	Invité



## Remerciements

Ce travail a été effectué de Mai 2009 à Novembre 2012 dans le cadre d'une convention de cotutelle de thèse entre le Laboratoire de l'Etat Solide à la Faculté des Sciences de Sfax en Tunisie et le Laboratoire d'Acoustique à l'Université du Maine en France (LAUM UMR CNRS 6613).

Toute ma reconnaissance à l'Université du Maine et plus particulièrement au Laboratoire d'Acoustique pour son accueil et son accompagnement. Je remercie particulièrement Rachid EL GUERJOURA pour sa serviabilité et son soutien indéniab.

Merci à l'ENSIM et à tout son personnel pour leur accueil et leur accompagnement. Un merci particulier à Julien NICOLAS, Jean-Michel CAHIER et Nicolas BOISSÉ, pour leur disponibilité et leur travail dévoué.

Merci aussi aux personnels de l'Ecole Doctorale des Sciences Fondamentale de Sfax et particulièrement à Sdika FEKI MEZGHANI et Manel ABID pour leur assistance.

Tous mes remerciements à mes co-directeurs de thèse Mohamed GARGOURI, Professeur à la Faculté des Sciences et Pascal PICART, Professeur à l'Université du Maine, pour leur encadrement, le partage de leurs connaissances, leurs conseils avisés et leur efficacité redoutable face aux problèmes rencontrés.

J'ai eu le plaisir de travailler avec les deux co-encadrant de la thèse, Dr. Christophe POILANE, Maître de Conférences à l'Université de Caen Basse-Normandie – IUT d'Alençon et Dr. Asma TRIKI, Maitre Assistante à la Faculté des Sciences de Sfax. Ce fut non seulement très utile pour assurer la continuité des travaux mais également très agréable en raison de leur disponibilité et de leur patience.

Je remercie M. Jérôme MOLIMARD, M. Patrick SANDOZ et M. Moez BEJAR pour avoir accepté de rapporter sur ce manuscrit.

Enfin, je souhaiterais remercier les thésards, le personnel du laboratoire LAUM et les doctorants que j'ai eu la chance de côtoyer pendant ces trois ans.





# Dédicace

*J'ai l'honneur de dédier ce travail :*

*À l'âme du prophète*

*Mohamed, que dieu le bénit, qui nous a éclairé la voie du bonheur.*

*À mes cher père « **Mongi** » et ma chère mère « **Najet** »*

*Qui sont la joie de ma vie et qui me procurent tant de soutien, d'amour et d'affection ; ma moindre réussite est le fruit de leur sacrifice, dévouement et persévérance ; je leurs dédie ce travail en signe d'une sincère reconnaissance et d'une gratitude éternelle.*

*À mon cher mari « **Hassen** »*

*Pour ses aides précieuses, son encouragement et sa patience, à qui je dois offrir ma réussite, qu'il trouve ici l'expression de mon affection et une récompense de ses sacrifices.*

*À mes chères sœurs*

***Maha, Marwa & Rania***

*Je vous aime de tout mon cœur*

*Je vous souhaite une vie pleine de joie, de bonheur et de réussite dans vos études et votre vie.*

*À tous les membres de ma belle famille*

*Qui ont toujours été affectueux et serviables*

*En témoignage de mon amour, je vous souhaite la bonne santé.*

*À tous mes fidèles amis pour leur aide et leur encouragement.*

*À tous ceux qui ont contribué à ma formation*

*À tous ceux qui me sont chers*

*Que ce travail soit l'expression de ma vive gratitude et de mon profond attachement*

*Mayssa ... *



## Résumé

Ce travail de thèse réalisé en cotutelle entre l'Université du Maine (France) et la Faculté des Sciences de Sfax (Tunisie) décrit l'application de méthodes d'analyse innovantes à la caractérisation des propriétés mécaniques et électriques de matériaux composites. Deux axes ont été retenus : l'utilisation des méthodes d'holographie numérique couleur développées au LAUM et l'utilisation des méthodes de spectroscopie diélectrique développées à la Faculté des Sciences de Sfax. Les structures composites dont il est fait état sont des stratifiés unidirectionnels fibres (de verre ou de carbone ou de lin) / résine époxyde élaborés au LAUM.

Le Chapitre premier dresse un état de l'art des fondamentaux théoriques et pré requis nécessaires à la compréhension du manuscrit. En particulier, il est présenté l'ensemble des méthodes d'analyse sans contact utilisées classiquement pour étudier les structures composites. Un regard critique permet de dégager une stratégie pour l'analyse, basée d'une part sur des méthodes holographiques numériques et d'autre part sur des techniques de mesure diélectrique.

Le Chapitre second est dédié au choix de la méthode d'holographie numérique. En effet, il existe dans la littérature un certain nombre de méthodes expérimentales dont les attributs n'ont pas été clairement établis. On se focalise sur les méthodes d'holographie de Fresnel et d'holographie image. En particulier, la configuration image montre quelques particularités qui sont analysées en détail : le rôle du diaphragme d'ouverture du système d'imagerie. Nous proposons une analyse de l'influence de l'ouverture sur la base de cinq critères : traitement numérique, filtrage, résolution spatiale, bruit de décorrélation et photométrie. Les résultats expérimentaux confirment l'analyse théorique et nous concluons que la méthode d'holographie de Fresnel présente des avantages d'achromatisme pour les applications avec plusieurs longueurs d'onde. C'est donc cette approche qui sera mise en oeuvre au cours des Chapitres 3 et 4.

Le 3<sup>ème</sup> Chapitre présente deux applications de l'holographie numérique au contrôle de structures composites incorporées avec des pastilles piézoélectriques dédiées à l'émission acoustique. Au cours de ce premier Chapitre d'application, nous avons démontré en premier temps, la possibilité d'analyser par holographie numérique de Fresnel en temps moyenné le comportement vibratoire des poutres composites excitées harmoniquement. Dans un second temps, on a montré que les pastilles utilisées influencent le comportement mécanique des matériaux en régime statique. Les champs des déplacements calculés sont conformes à la simulation numérique par la méthode éléments-finis.

Sur la base des résultats acquis au Chapitre 3, le Chapitre 4 présente l'analyse expérimentale et numérique des structures composites soumises à un essai de cisaillement en flexion trois points rapprochés. La méthode donne accès à une mesure tridimensionnelle du déplacement par illumination de l'échantillon selon trois directions et trois longueurs d'onde. L'objectif est de détecter le cas échéant le début du cisaillement interlaminaire. Le dispositif optique et les méthodes de mesures utilisées sont validés sur un échantillon verre/époxy. Enfin, nous présentons les résultats obtenus pour des applications à des échantillons lin/époxy et lin/carbone/époxy.

Le 5<sup>ème</sup> et dernier Chapitre aborde l'analyse des propriétés diélectriques des composites renforcés par fibres de lin étudiés dans le Chapitre précédent. Cette étude permet une analyse de la dynamique moléculaire de ces composites ce qui renseigne sur l'interface des fibres/matrice de ces composites. Deux techniques expérimentales sont mises en oeuvre : la calorimétrie différentielle à balayage (DSC) et l'impédance mètre de type Novocontrol. D'après l'étude calorimétrique, la température vitreuse diminue soit avec l'incorporation uniquement des fibres de lin dans la matrice époxyde ou soit avec l'incorporation simultanée de fibres de lin et carbone dans la matrice. Cette diminution est plus importante dans le premier cas. L'étude diélectrique et les différentes relaxations observées montrent que l'intensité des relaxations est plus faible dans le premier cas en comparaison à celle du second cas. Nous en concluons que les fibres de lin seules dans le composite sont moins hydrophiles que celles incorporées avec des fibres de carbone, ce qui explique la meilleure adhérence fibres/matrice dans le premier cas.

Mots clés : holographie numérique couleur, métrologie sans contact, mesures multidimensionnelles, champs de contraintes, champs des déplacements, émission acoustique, spectroscopie diélectrique

## Abstract

This PhD thesis conducted under joint supervision between the University of Maine (France) and the Faculty of Sciences of Sfax (Tunisia) describes the application of innovative analytical methods for the characterization of mechanical and electrical properties of composite materials. Two areas have been identified: the use of digital color holography methods developed at LAUM and use of dielectric spectroscopy methods developed at the Faculty of Sciences of Sfax. Composite structures, which are considered in this work, are laminated unidirectional fibers (glass or carbon or flax) / epoxy resin and are realized at LAUM.

The first chapter provides a state of the art of theoretical fundamentals and prerequisites needed to understand the manuscript. In particular, it is described all analytical methods conventionally used for contact less study of composite structures. A critical survey leads to a strategy for the analysis, based partly on digital holographic methods and dielectric techniques.

The second chapter is devoted to the choice of method of digital holography. Indeed, in the literature there are a lot of experimental methods whose attributes have not been clearly established. Here we focus on methods of Fresnel holography and image-plane holography. In particular, this configuration shows some features that are analyzed in detail: the role of the aperture stop of the imaging system. We propose an analysis of its influence on the basis of these criteria: digital processing, filtering, spatial resolution, and noise decorrelation. The experimental results confirm the theoretical analysis; we conclude that the Fresnel holography method has the advantage of achromatism for applications with multiple wavelengths. This approach will be implemented in Chapters 3 and 4.

The third chapter presents two applications of digital holography control of composite structures with embedded piezoelectric patches dedicated to acoustic emission. In this first chapter of application, we first demonstrate the possibility of analyzing the vibration behavior of composite beams harmonically excited with digital Fresnel holography and time averaging. In a second step, it was shown that the pellets used influence the mechanical behavior of materials under static conditions. The calculated displacement fields are consistent with the simulation by the finite element method.

Based on the results obtained in Chapter 3, Chapter 4 presents the experimental and numerical analysis of composite structures subjected to a shear test in close three-point bending. The method provides access to a three-dimensional measurement of the displacement field by illumination of the sample in three directions and three wavelengths. The objective is to detect if the interlaminar shear is beginning. The optical device and the measurement methods are validated on a sample glass / epoxy. Finally, we present the results obtained for samples with linen / flax and epoxy / carbon / epoxy.

The fifth and last chapter deals with the analysis of the dielectric properties of composites reinforced with flax fibers studied in the preceding chapter. This study provides an analysis of the molecular dynamics of these composites which provides information on the interface fiber / matrix of these composites. Two experimental techniques are implemented: the differential scanning calorimetry (DSC) and impedance meter type Novocontrol. From the calorimetry study, the glass temperature decreases with only the incorporation of flax fibers in the epoxide matrix, or with the simultaneous incorporation of flax fibers and carbon in the matrix. This decrease is greater in the first case. The dielectric study and the different observed relaxations show that the intensity of the relaxation is lower in the former compared to that of the latter. We conclude that the flax fibers incorporated in the composite are less hydrophilic than those incorporated with carbon fibers, which explains the improved adhesion fiber / matrix in the first case.

Key-words: digital color holography, contact less metrology, multidimensional measurements, displacement fields, strain fields, acoustic emission, dielectric spectroscopy

# Table des matières

## Introduction générale

### Chapitre 1 : État de l'art des méthodes de contrôle des matériaux composites

1.1 Introduction .....	9
1.2 Matériaux composites à renfort par fibres de lin.....	11
1.2.1 Les fibres naturelles.....	12
1.2.2 Les composites à renfort fibres de lin .....	21
1.3 Méthodes de contrôle des composites .....	25
1.3.1 Méthodes optiques .....	25
1.3.1 Méthodes de spectroscopie diélectrique .....	39
1.4 Conclusion.....	40
1.5 Bibliographie.....	41

### Chapitre 2 : Choix de la méthode d'holographie numérique

2.1 Introduction .....	47
2.2 Bases de l'holographie numérique.....	52
2.2.1 Diffraction .....	52
2.2.2 Interférences lumineuses.....	55
2.2.3 Enregistrement d'un hologramme numérique .....	57
2.2.3.1 Technologie du capteur .....	57
2.2.3.2 Optimisation de l'enregistrement .....	60
2.2.4 Reconstruction d'un hologramme numérique .....	62
2.2.5 Spécificités de la configuration DIPH.....	64
2.3 Comparaison entre DFH et DIPH .....	66
2.3.1 Filtrage et algorithmes .....	67
2.3.2 Influence du diaphragme d'ouverture.....	68

---

2.3.3	Résolution spatiale .....	68
2.3.4	Influence de la décorrélation de speckle .....	70
2.3.5	Efficacité photométrique.....	71
2.4	Comparaison expérimentale.....	72
2.4.1	Paramètres expérimentaux .....	72
2.4.2	Reconstructions.....	73
2.4.3	Influence de l'ouverture .....	75
2.4.4	Résolution spatiale .....	76
2.4.5	Décorrélation de speckle .....	78
2.5	Conclusion.....	81
2.6	Bibliographie.....	82
 <b>Chapitre 3 : Application de l'holographie numérique au contrôle non destructif des composites stratifiés</b>		
3.1	Introduction .....	87
3.2	Mise en œuvre des matériaux .....	88
3.3	Analyse vibratoire par holographie numérique en temps moyenné.....	90
3.3.1.	Introduction et principe de la méthode de temps moyenné.....	90
3.3.2.	Notion de vecteur sensibilité .....	92
3.3.3.	Enregistrement et reconstruction en temps moyenné .....	94
3.3.4.	Dispositif expérimental.....	97
3.3.5.	Résultats expérimentaux .....	98
3.4	Mesure plein champ 3D par holographie trichromatique.....	107
3.4.1.	Reconstruction des hologrammes numériques couleurs.....	108
3.4.2.	Dispositif expérimental.....	109
3.4.3.	Résultats expérimentaux.....	113
3.5	Conclusion .....	116
3.6	Bibliographie.....	118

## **Chapitre 4 : Application de l'essai de cisaillement en 3 points rapprochés des composites à renforts naturels**

<b>4.1 Introduction .....</b>	<b>123</b>
<b>4.2 Les échantillons.....</b>	<b>124</b>
<b>4.3 Dispositif expérimental .....</b>	<b>125</b>
<b>4.3.1 Banc optique.....</b>	<b>125</b>
<b>4.3.2 Configuration mécanique.....</b>	<b>127</b>
<b>4.4 Traitement numérique .....</b>	<b>128</b>
<b>4.4.1 Reconstruction des hologrammes.....</b>	<b>128</b>
<b>4.4.2 Déroulement des différences de phases .....</b>	<b>131</b>
<b>4.4.3 Calcul du déplacement .....</b>	<b>134</b>
<b>4.4.4 Calcul des déformations .....</b>	<b>135</b>
<b>4.5 Validation sur échantillon de verre/époxy .....</b>	<b>139</b>
<b>4.6 Application à des échantillons lin/époxy et lin/carbone/époxy .....</b>	<b>144</b>
<b>4.7 Conclusion.....</b>	<b>149</b>
<b>4.8 Bibliographie.....</b>	<b>150</b>

## **Chapitre 5 : Comportement diélectrique des composites à renforts naturels de fibre de lin**

<b>5.1 Introduction .....</b>	<b>155</b>
<b>5.2 Techniques expérimentales.....</b>	<b>156</b>
<b>5.2.1 Calorimétrie différentielle à balayage (DSC).....</b>	<b>156</b>
<b>5.2.2 Spectrométrie diélectrique.....</b>	<b>158</b>
<b>5.3 Résultats expérimentaux.....</b>	<b>164</b>
<b>5.3.1 Etude Calorimétrique (DSC).....</b>	<b>164</b>
<b>5.3.2 Etude Diélectriques des composites (D2 et B5) .....</b>	<b>165</b>
<b>5.4 Etude corrélative .....</b>	<b>185</b>
<b>5.5 Conclusion .....</b>	<b>186</b>



**5.6 Bibliographie..... 187**

**Conclusion Générale et Perspectives**

## **Introduction générale**

---



## Introduction

Les matériaux composites sont utilisés dans des nombreuses applications industrielles pour leurs excellentes propriétés mécaniques et électriques et pour leur masse volumique, faible par rapport à celles des structures métalliques. Habituellement les renforts des composites connus et fréquemment utilisés sont les fibres de verre ou de carbone. Récemment, il est apparu d'autres renforts à base de fibres naturelles et végétales notamment les fibres de lin. Ces nouvelles opportunités sont en cours de développement et d'utilisation dans divers domaines d'applications.

L'utilisation de ces composites est de plus en plus répandue et nécessite l'emploi de diverses techniques de contrôle, lorsque ces structures composites sont soumises à des sollicitations pneumatiques, thermiques, mécaniques en régimes statique ou dynamique. Le contrôle de santé in situ de tels matériaux est actuellement un challenge que nombre de laboratoires tentent de relever. Les analyses et contrôles sans contact sont les plus courants de part leur non intrusivité. Parmi les méthodes de contrôle sans contact, on situe les techniques optiques qui sont largement utilisées non seulement dans les laboratoires de recherches mais aussi dans l'industrie, offrant une excellente précision, particulièrement en ce qui concerne les techniques interférométriques.

L'holographie optique est une méthode permettant le codage et le décodage de l'information. La lumière est la clé de ce processus, elle permet de stocker l'information sur un support photosensible. Elle sert également à la restitution de l'information. Le principe de la méthode s'apparente à celui de la photographie classique, dans lequel on enregistre l'amplitude d'une scène en codant sur un support photosensible l'intensité de la lumière renvoyée par la scène. L'holographie permet d'avoir en plus de l'amplitude de la scène, sa phase (relief de la scène). La phase est obtenue en créant un mélange interférentiel entre la lumière provenant de la scène éclairée et une lumière dite « de référence », provenant de la même source que celle de l'objet. L'image de l'objet obtenue en éclairant de nouveau le support d'enregistrement par la même lumière de référence, est appelé « hologramme » et fait apparaître l'objet dans son intégralité (amplitude et relief), comme s'il était physiquement présent. Les hologrammes sont couramment utilisés pour la lutte contre la contrefaçon (billets de banques, cartes de crédits, pièces d'identité officielles, etc..). On les trouvera également pour des besoins artistiques dans des grands musées.

L'holographie numérique s'est révélée depuis le milieu des années 1990 comme une solution incontestable pour la mesure plein champ sans contact et une technique non intrusive, donnant accès à de la métrologie fine. Cette méthode est basée principalement sur le codage de la phase optique d'un milieu avec un capteur d'image numérique. La reconstruction de l'information est menée en éclairant numériquement le support par une onde de référence permettant ainsi d'accéder au relief, et donc aux variations de chemin optique occasionnées par les changements d'état de ce milieu. Des méthodes d'holographie numérique ont été développées au LAUM depuis 2002 et sont utilisées principalement dans le domaine de la vibro-acoustique et du comportement dynamique des matériaux.

Ce travail de thèse propose l'utilisation de méthodes d'holographie numérique couleur pour l'analyse sans contact de composites stratifiés à renfort de fibres de verre, carbone et lin, ainsi que la mesure de leurs déformations dans leurs trois composantes et l'application à la détection de fissures. Cependant, la connaissance précise du comportement mécanique des matériaux nécessite souvent une étude des phénomènes physiques à l'échelle des hétérogénéités. Les performances des matériaux composites dépendent à la fois des caractéristiques du renfort (nature, géométrie, orientation et fraction volumique), des caractéristiques de la matrice ainsi que de l'interface matrice/renfort. La maîtrise des propriétés électriques et mécaniques des matériaux composites nécessite une bonne connaissance de l'interface et de la microstructure du matériau. La réalisation de matériaux composites à renfort de fibres naturelles est handicapée par la non compatibilité entre les charges cellulosiques de nature hydrophile et la matrice polymère souvent de caractère hydrophobe. Cette différence dans la structure des deux matériaux entraîne un mauvais contact et une faible adhésion fibre/matrice qui se répercute sur les propriétés des composites. Pour cela, une méthode d'investigation diélectrique permettant de caractériser l'interface des composites est proposée dans ce travail de thèse.

Cette thèse s'organise en cinq Chapitres récapitulant les différentes études, complétées par une bibliographie pour chaque Chapitre.

Le premier Chapitre présente la structure des fibres végétales, particulièrement les fibres de lin, et leur intérêt pour le renfort des structures composites. Un état de l'art des méthodes optiques de contrôle des composites est également dressé ; on présente le principe et les applications des principales techniques interférométriques. Les méthodes d'analyse par spectroscopie diélectrique sont également discutées.

Le deuxième Chapitre s'attache à définir un choix pour la méthode d'holographie numérique qui sera utilisée pour l'étude des structures composites. Une première partie rappelle les bases de l'holographie numérique et détaille les attributs des méthodes d'holographie numérique image et d'holographie numérique de Fresnel. La seconde partie présente une analyse détaillée afin de comparer l'holographie numérique de Fresnel et l'holographie numérique image. L'analyse est basée sur les aspects théoriques et expérimentaux. Les résultats expérimentaux présentés dans la troisième partie confirment la conformité de l'analyse théorique et conduisent au choix de la méthode qui sera appliquée aux matériaux composites, dans les Chapitres 3 et 4.

Le troisième Chapitre décrit deux techniques d'holographie numérique pour l'analyse des structures composites : la première est la méthode du temps moyenné appliquée à un essai de sollicitation dynamique pour une analyse vibratoire sur une poutre instrumentée avec des pastilles simulant l'implantation de capteurs d'émission acoustique ; l'objectif étant de diagnostiquer l'influence de l'implant sur le comportement de la structure; la seconde méthode est une méthode trichromatique appliquée à un essai de sollicitation statique en flexion 3 points. Les résultats expérimentaux sont confrontés à des modélisations par éléments finis. Les matériaux composites étudiés sont des poutres stratifiées époxy/verre. Les résultats obtenus dans ce Chapitre seront jugés qualitatifs, beaucoup plus que quantitatifs.

Le Chapitre 4 applique une méthode d'holographie numérique trichromatique à l'étude de pré-imprégnés constitués de fils de lin et d'une résine d'époxyde. Ces composites sont soumis à un essai de flexion 3 points en appuis rapprochés dans le but d'étudier finement leur comportement en cisaillement. La méthode holographie trichromatique donne accès à une mesure tridimensionnelle du déplacement. L'objectif est de détecter le cas échéant le début du cisaillement inter laminaire, les analyses post mortem ne permettant pas toujours de valider ce dernier. Une validation sur composites à renfort fibre de verre valide le dispositif. Une simulation numérique par éléments-finis confirme les champs des déplacements et de déformations calculés.

Le Chapitre 5, dernier Chapitre du manuscrit, expose une méthode de spectroscopie diélectrique basée sur l'étude de la relaxation interfaciale Maxwell–Wagner–Sillar (MWS) qui renseigne sur l'interface fibre–matrice. Dans un premier temps, on rappelle les différents aspects concernant les polarisations diélectriques, les paramètres diélectriques et la théorie phénoménologique de la relaxation dipolaire. Ensuite, on présente les techniques

expérimentales employées et le principe de fonctionnement de chacune d'elles ainsi que le protocole d'analyse mise en place. Enfin des résultats expérimentaux décrivent le comportement diélectrique des composites, et confirment les résultats sur leur comportement mécanique obtenus au Chapitre 4.

Une conclusion générale établit un bilan de ce travail et propose quelques perspectives.

## **Chapitre 1**

# **État de l'art des méthodes de contrôle des matériaux composites**





## 1.1 Introduction

Au cours de ces dernières années, les industries de la transformation des matériaux composites ont bénéficié d'une croissance rapide et régulière, soutenue en particulier par la diversité des applications.

Par définition, un matériau composite est constitué de l'assemblage de deux ou plusieurs matériaux de propriétés différentes et complémentaires. Il s'agit le plus souvent d'un renfort noyé au sein d'une matrice permettant d'obtenir un matériau aux propriétés intermédiaires. Le renfort contribue à améliorer la résistance mécanique du matériau alors que la matrice assure le double rôle d'élément de transfert des charges vers le renfort et de protection de celui-ci [1].

Les composites ne cessent d'évoluer vers des produits qui sont, soit les moins coûteux possibles, soit les plus performants, ou bien les deux à la fois. De plus, dans un souci de protection de l'environnement et de santé publique, les composites tendent à intégrer un caractère écologique. Pour réduire les fibres traditionnelles de coût élevé (carbone, verre et aramide), de nouveaux composés ont été développés. Des recherches ont porté leur attention sur les composites renforcés par les fibres naturelles. Ces composites combinent de bonnes propriétés mécaniques avec une faible densité [2-4]. De tels composés offrent un certain nombre d'avantages bien connus qui incluent le coût, la disponibilité des ressources naturelles renouvelables, la biodégradabilité, etc... [5].

Plusieurs de ces composites à base de fibres naturelles présentent des propriétés mécaniques susceptibles d'être utilisées dans les domaines techniques. En effet, l'utilisation industrielle de fibres végétales comme renfort de matériaux composites est croissante dans de nombreux secteurs d'activités (automobile, bâtiment...). Ce succès incontestable est lié aux propriétés intrinsèques des renforts naturels. Cependant, dans l'industrie automobile, les textiles ont été employés pendant des années pour renforcer des plastiques utilisés dans des voitures, particulièrement dans les « Trabant ». Les fibres cellulosiques assurent aussi une excellente isolation [6].

Malheureusement, l'utilisation des fibres naturelles peut être limitée dans des applications industrielles dues à quelques inconvénients bien connus telles que l'absorption de l'eau, la faible stabilité dimensionnelle [3,7-10], des propriétés physiques non reproductibles, une méthode de mise en œuvre difficilement reproductible (non industrielle)... qui peuvent

mener à des composés avec des propriétés finales faibles. La limitation de l’utilisation des fibres naturelles dans ce type de composite est due au manque de compatibilité entre les fibres et la matrice. En effet, la nature polaire et hydrophile des fibres naturelles et les caractéristiques non polaires de la plupart des polymères industriels conventionnels (polyester insaturé, etc...) a pour conséquence un manque de compatibilité entre les fibres et la matrice.

Lorsqu’ils sont soumis à des contraintes externes, les matériaux composites subissent différents types de dégradation résultant de l’endommagement local au niveau de la matrice, des fibres ou de l’interface fibre-matrice. Généralement, ces mécanismes se produisent simultanément, réduisant ainsi les propriétés mécaniques du matériau composite. Les mécanismes de dégradation se développent suivant la nature des matériaux et les conditions de sollicitation mécanique imposées. Dans un matériau composite, la redistribution des contraintes, et par conséquent le processus de rupture résultant, dépend principalement de la résistance à la rupture des fibres, de la capacité de la matrice à absorber l’énergie libérée, des propriétés de l’interface fibre-matrice, de la fraction volumique des fibres ainsi que des conditions de sollicitation mécanique imposées.

Pour cela, le contrôle des matériaux composites est une nécessité et a pour but d’évaluer l’intégrité des structures sans les détériorer. Cette étape importante du processus industriel est destinée à garantir la sécurité d’utilisation des matériaux contrôlés. Elle joue aussi un rôle économique non négligeable, dans le sens où elle permet une gestion optimisée de la maintenance. Une grande variété de méthodes existe et permet de détecter des anomalies internes ou de surface, de déterminer la composition ou la structure des matériaux, ou bien encore de mesurer certaines propriétés physiques. Les anomalies susceptibles d’être repérées peuvent être introduites pendant l’élaboration de la matière première, lors du processus de fabrication ou lors de la mise en service (fatigue, corrosion, fissures). Parmi les techniques de contrôle, on peut distinguer les méthodes de contrôle non destructif connus tel que les méthodes magnétique, acoustique ou thermique. Ainsi des analyses sans contact sont largement développées de nos jours, et elles permettent de mesurer les champs de déplacements et de déformations et même de détecter les fissures. Dans le cas où l’on s’intéresse à étudier l’adhérence de l’interface fibre/matrice, la méthode de spectroscopie diélectrique permet de caractériser l’interface des composites.

Afin de présenter la structure et les propriétés des matériaux à renfort fibres naturelles végétales, nous listons ci-après les principales méthodes d’analyse sans contact, en particulier les méthodes optiques et diélectriques. On s’intéressera à leur application à l’étude des matériaux composites à renfort à base de fibres de verre et fibres de lin.

## **1.2 Matériaux composites à renfort par fibres de lin**

Les matériaux polymères renforcés par des fibres synthétiques, comme les fibres d’aramide, les fibres de carbone ou les fibres de verres sont utilisés dans divers domaines d’application, comme ceux de l’automobile, de la construction, de l’aéronautique... Les fibres de verres sont les plus utilisées grâce à leur facilité de production et leurs propriétés mécaniques spécifiques importantes. Cependant, le problème rencontré lors de l’utilisation de ces matériaux vient des dangers pour l’homme et de leurs impacts négatifs pour l’environnement (allergie de la peau, cancer pulmonaire...etc.). Dans les pays développés, il existe déjà des réglementations qui limitent les utilisations de ces produits. Par contre, l’emploi des fibres naturelles a toujours été encouragé du fait des avantages spécifiques de ces matériaux souvent issus des « agro-ressources » renouvelables par rapport aux fibres de verre et parfois biodégradables. Celles-ci sont également plus légères et présentent des propriétés comparativement acceptables. Enfin, elles consomment moins d’énergie pour être produites. Elles possèdent donc des atouts sérieux pour remplacer les fibres de verre dans la préparation des matériaux polymères composites renforcés.

En règle générale, la plupart des avantages environnementaux des produits à base de fibres s’acquièrent au cours de la phase d’utilisation. Le poids réduit des composites à base de fibres naturelles contribue moins à la dégradation de l’environnement. Lorsque la même résistance mécanique est requise, l’avantage d’utiliser des fibres cellulosiques plutôt que des fibres de verre dans un matériau composite peut être perdu parce que les éléments de construction doivent alors être plus lourds. Toutefois, lorsque la même rigidité est demandée, les fibres ligno-cellulosiques permettent d’obtenir des éléments de construction plus légers, grâce à leur plus grande résistance spécifique à la flexion. Cela étant, il faut noter que l’importance des avantages pour l’environnement est fonction du type d’application.

Le cycle de vie des composites à base de polymères synthétiques renforcés par des fibres de chanvre et de lin pour les pièces de véhicules automobiles, a été évalué par divers chercheurs [11]. D’autre part, des études comparatives concernant les applications aux

véhicules automobiles des produits composites renforcés par des fibres de verre et par des fibres naturelles, ont également été conduites par les industries manufacturières. Une évaluation critique du cycle de ces produits, depuis la production primaire de la plante textile jusqu'à la fin du cycle de vie d'un véhicule automobile, révèle que, dans les limites du système, l'application des fibres a un impact positif, bien qu'infinitésimal, sur l'environnement. Les besoins en énergie non renouvelable pour la production de mats de fibres de verre ou de fibres de lin diffèrent considérablement (54,7 MJ/kg contre 9,6 MJ/kg, respectivement) [12]. Toutefois, par rapport à l'impact des matériaux à matrice polymère, les avancées générales dans l'utilisation des fibres naturelles sont limitées. Outre l'avantage direct de réduire l'impact négatif sur l'environnement au stade de la fabrication, un composite renforcé par des fibres naturelles peut également contribuer au respect de l'environnement grâce à son poids inférieur et à la consommation réduite de carburant des véhicules de transport qui en résulte, la conception des pièces constituées de fibres naturelles répondant à une exigence de rigidité.

### **1.2.1 Les fibres naturelles**

Nous pouvons subdiviser les fibres naturelles en trois grands groupes selon leur origine : les fibres végétales, les fibres minérales, les fibres animales. Nous serons intéressés dans notre travail aux renforts de types naturels végétaux.

#### **Les fibres végétales**

Cette dernière est assimilable à un empilement de plis dont la structure est constituée d'une lamelle mitoyenne, d'une paroi primaire et d'une paroi secondaire. Cette structure est présentée par la figure 1.1.

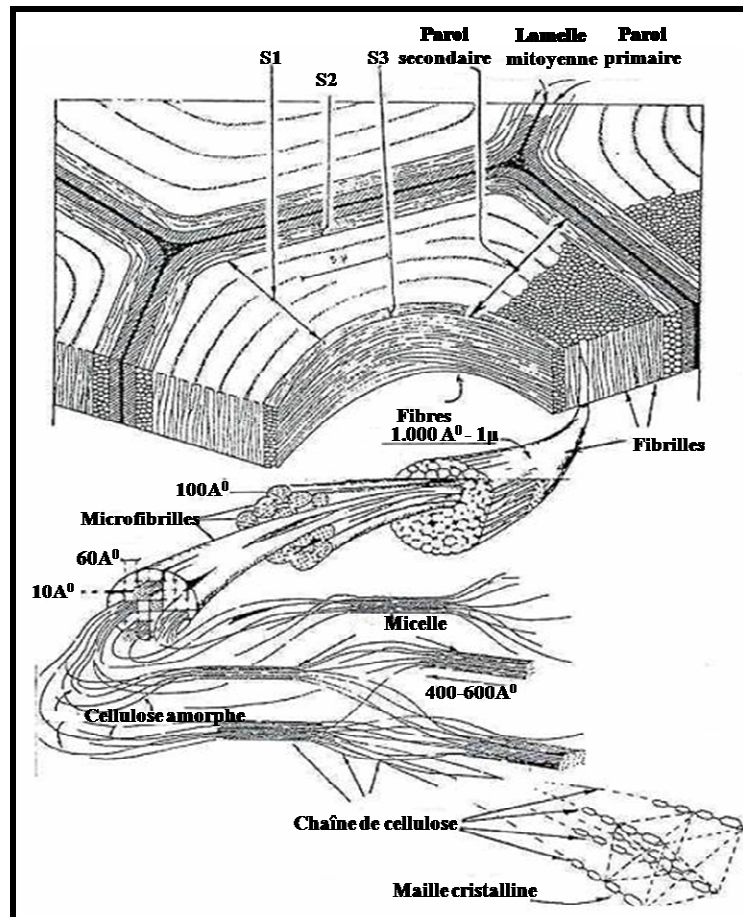


Figure 1.1 : Structure d'une fibre naturelle [5]

#### ❖ La lamelle mitoyenne

C'est une paroi d'épaisseur de 0,5 à 2 µm qui entoure les fibres, elle joue le rôle de matrice qui maintient la cohésion des fibres, elle est composée essentiellement de lignine (environ 70%) et d'hémicellulose.

#### ❖ La lignine

La lignine est un polymère rigide tridimensionnel dont les chaînes sont très courtes. Elle sert de ciment entre les fibres, elle est très peu hydrophile mais facilement oxydable par les radiations lumineuses. L'humidité et la chaleur accélèrent son vieillissement [6].

#### ❖ L'hémicellulose

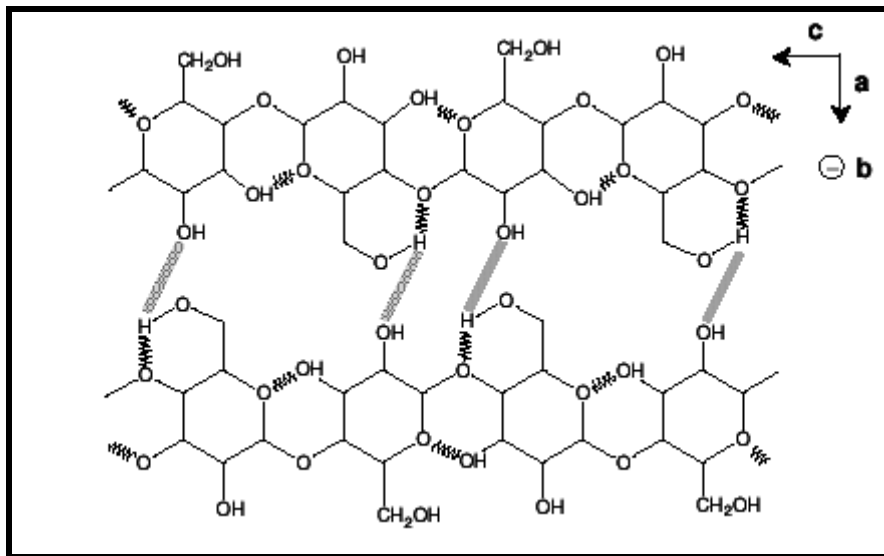
L'hémicellulose est un polymère hétérogène ramifié composé de chaînes de plusieurs sucres. Les molécules d'hémicelluloses sont très hydrophiles et adhésives, ce sont celles qui englobent les micro fibrilles.

### ❖ La paroi primaire

C’est une paroi très mince (30 à 100 nm d’épaisseur) qui se présente comme un réseau non orienté de cellulose micro fibrillaire, sa structure fine semi-rigide est à l’origine de la croissance cellulaire des parois. Cette structure est fortement hydratée.

### ❖ La cellulose

La cellulose est un polymère homogène semi cristallin dont la chaîne est formée d’un même motif chimique. Elle présente sur sa chaîne de nombreux groupement hydroxyles (figure 1.2). Ce sont ces groupements qui sont à l’origine de la cohésion avec l’autre chaîne de celluloses par des liaisons appelées pont d’hydrogène. Ces groupements constituent des zones cristallines appelés cristallites. Cette structure particulière confère à la cellulose une rigidité importante. En effet, le module d’élasticité de la cellulose est d’environ 136 GPa, il est très grand par rapport à celui de la fibre de verre qui est de l’ordre de 75 GPa.

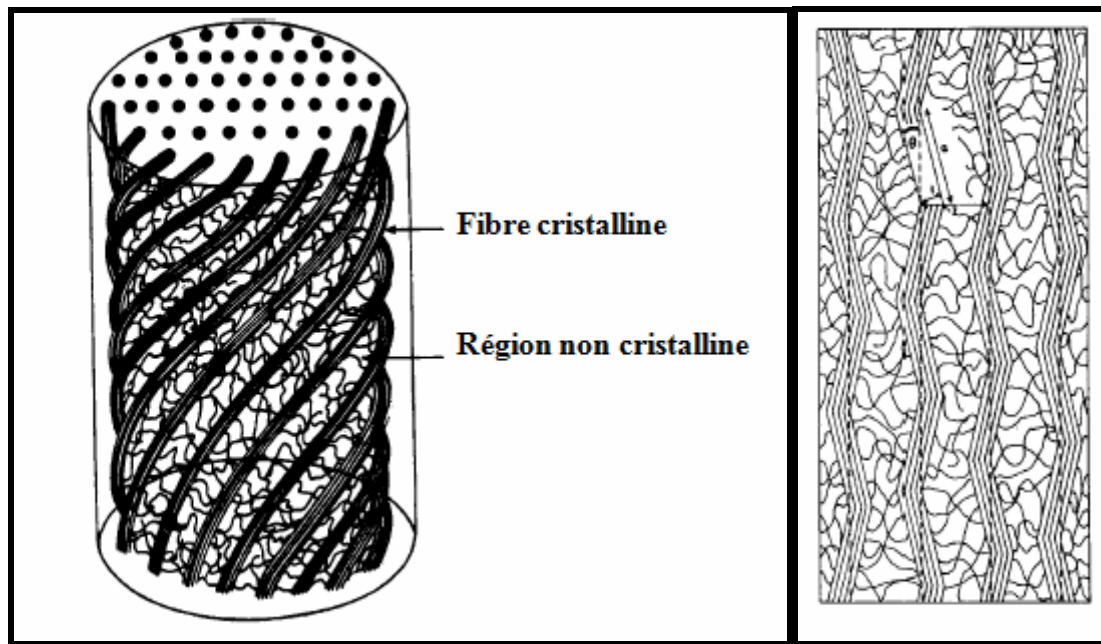


*Figure 1.2 : Représentation schématique des liaisons hydrogènes inter et intramoléculaire dans la cellulose native*

### ❖ La paroi secondaire

Inextensible, elle est beaucoup plus épaisse que la paroi primaire, elle se divise en trois parties : la paroi externe S1 (100 à 200 nm), la paroi centrale S2 (0,5 à 8 nm) et la paroi interne S3 (70 à 100 nm). Cette paroi est constituée de strates concentriques formées de micro fibrilles de celluloses serrées et disposées hélicoïdalement par rapport à l’axe de la fibre. Les

fibrilles de celluloses sont orientées parallèlement suivant un angle appelé angle micro fibrillaire. Plus l’angle micro fibrillaire sera faible plus la rigidité, la résistance à la rupture de la fibre et l’allongement à la rupture seront élevés. Les liaisons hydrogènes qui s’établissent le long et entre les chaînes cellulosiques sont à la base des bonnes propriétés des fibres cellulosiques.



*Figure 1.3 : Modèle pour la description de la rigidité de la fibre – couche dans la vue 3D - couche dans la vue 2D [6]*

Les parois primaires et secondaires diffèrent par l’arrangement des chaînes cellulosiques. La première est moins ordonnée et les chaînes se trouvent dispersées dans toutes les directions dans le plan de la paroi. Dans la seconde, elles sont regroupées en microfibrilles parallèles et inclinées par rapport à la direction de l’axe de la fibre, donnant ainsi un arrangement plus ordonné et plus dense.

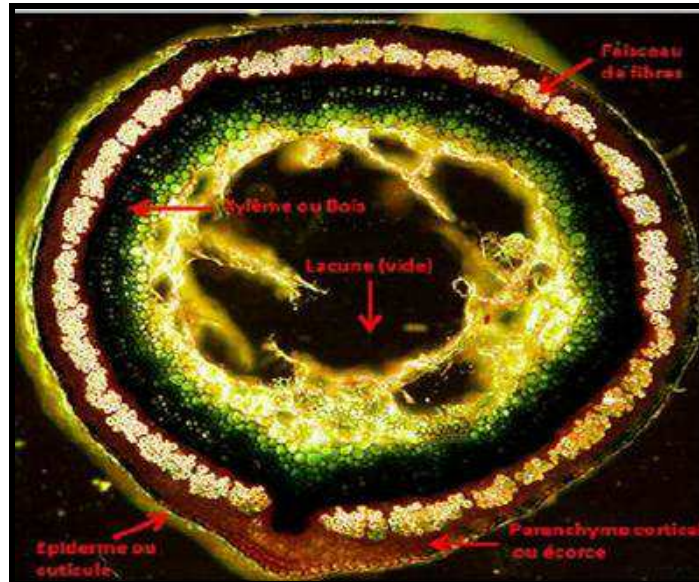
Dans notre travail, nous nous intéressons aux renforts naturels constitués par des fibres végétales de lin.

### **Les fibres de lin**

La France est le premier producteur mondial de fibres de lin. La Région Normandie en est le leader national. Le lin est une plante annuelle exploitée pour ses fibres et pour ses graines oléagineuses. Pour obtenir un maximum de fibres, il doit être cultivé dans les régions où l’été est doux et humide. Les fibres de lin sont des cellules situées en périphérie de la tige,



dans la direction longitudinale. Elles sont regroupées par paquets de 20 à 40 fibres, formant des faisceaux. Chaque tige compte 20 à 40 faisceaux. La longueur des fibres varie de 10 à 80 mm. Leur diamètre mesure environ 20 à 40  $\mu\text{m}$  mais il peut varier entre 7 et 70  $\mu\text{m}$  [13].



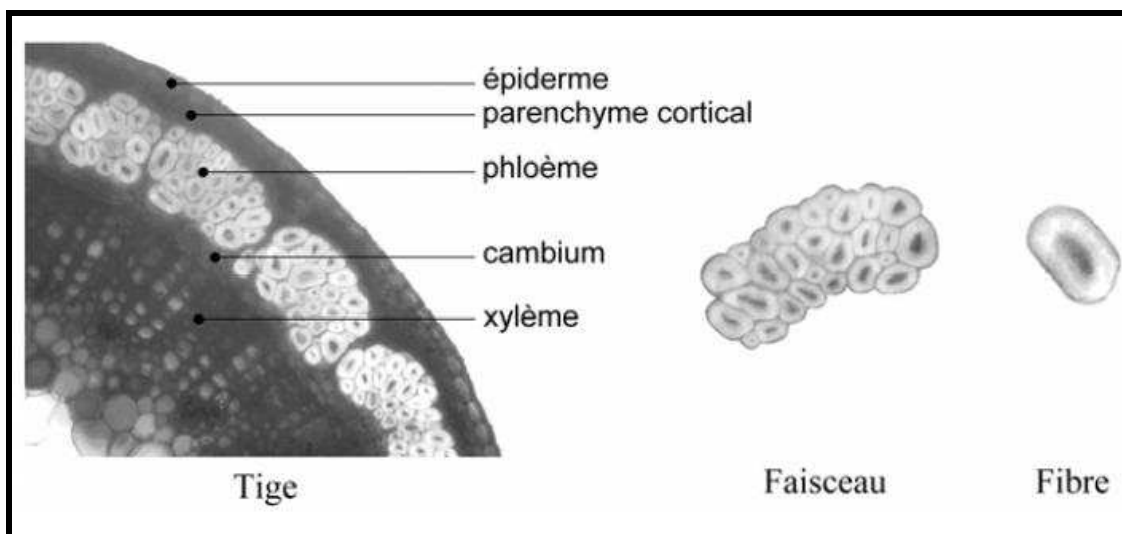
*Figure 1.4 : Coupe transversale d'une tige de lin*

La fibre de lin élémentaire a la forme d'un cylindre polygonal imparfait, généralement avec 5 à 7 cotés, et elle est composée de multicouches concentriques. L'état de surface des fibres est lisse, témoin d'une étonnante compacité de l'édifice fibrillaire. Elle est constituée essentiellement de cellulose, d'hémicellulose et de lignine (Ces composants créent une structure assimilable à celle d'un matériau composite avec l'hémicellulose jouant le rôle de la matrice et la cellulose celui de renfort), et possède une cavité en son centre, le lumen. Celui-ci est composé du cytoplasme et du noyau cellulaire lors de la croissance de la fibre, qui disparaissent à maturité. Le pourcentage de lumen dans la fibre mature varie entre 1 et 6 %.



**Figure 1.5 : Faisceau de fibres dans une tige de lin, coupe transversale**

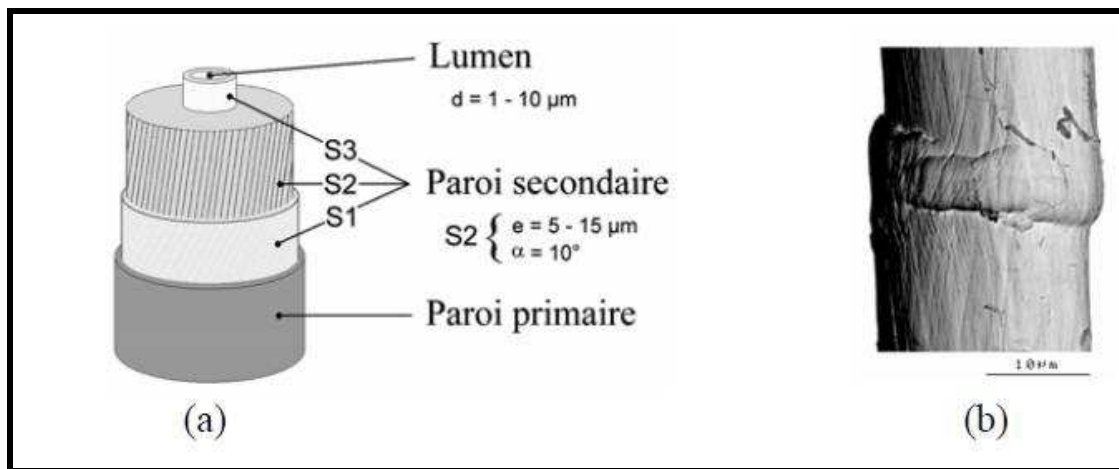
Le lin est une plante herbacée qui produit des fibres dans sa tige. Ces fibres se situent dans le phloème parenchymateux, entre le bois et l’écorce, et sont regroupées en faisceaux. Sur la section d’un faisceau (Figure 1.5), on compte environ dix à quarante fibres et une tige regroupe plusieurs dizaines de faisceaux [14].



**Figure 1.6 : Micrographies optiques de lin, de la tige à la fibre**

Le développement des fibres, directement lié à la croissance de la tige entre fin mars et début juillet, s’effectue en plusieurs temps. La première phase correspond à l’allongement de la fine paroi primaire de quelques dixièmes de millimètres à plusieurs centimètres. La deuxième phase s’amorce avec la synthèse centripète des parois secondaires : d’abord la couche S1, puis la couche principale S2 et enfin la couche S3 (Figure1.6). Finalement, la croissance s’achève avec la maturation de la fibre. Durant la vie de la cellule, le centre de la fibre est occupé par le cytoplasme ; après la mort cellulaire, cet espace est vide et il est appelé

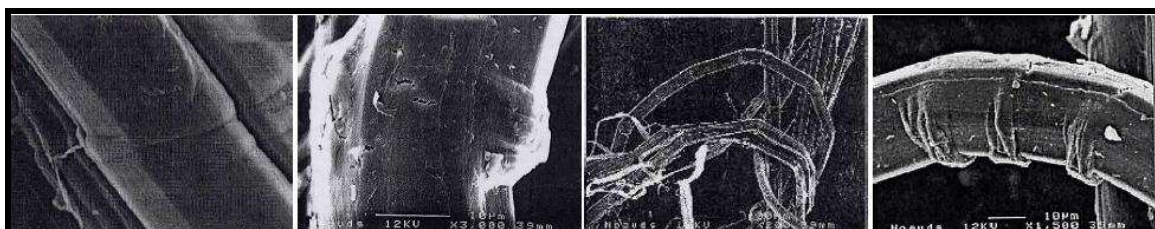
« lumen ». Son volume, qui dépend de l’épaisseur des parois fabriquées pendant l’activité du cytoplasme, occupe moins de 10 % du volume total de la fibre [15].



**Figure 1.7 : (a) Représentation schématique de la constitution pariétale d’une fibre de lin (b) Image MEB de l’orientation des micro fibrilles et des défauts de surface**

La structure composite multicouche de la fibre de lin est schématisée sur la figure 1.7. Les différentes couches pariétales sont constituées d’une matrice pectique renforcée par des microfibrilles de cellulose disposées en hélice. Dans la paroi secondaire, les microfibrilles sont orientées à  $10^\circ$  environ par rapport à l’axe de la fibre.

Dans le lin natif, des défauts peu marqués en nombre relativement faible sont présents. Les actions de l’homme et de machines lors de transformations agro-industrielles multiplient le nombre de ces défauts. Puis, lors de la mise en œuvre des surfaces textiles de nouveaux défauts apparaissent et on remarque une amplification de leur volume. Les défauts sont en grande partie responsables de l’hétérogénéité des caractéristiques mécaniques des fibres de lin et sont à l’origine de ruptures des fibres lors de sollicitations mécaniques. La figure 1.8 présente des exemples de défauts observés sur les fibres de lin au MEB. La figure 1.8 montre aussi une mono fibre de lin qui comporte des défauts à leur extrémité qui représentés au dessous.



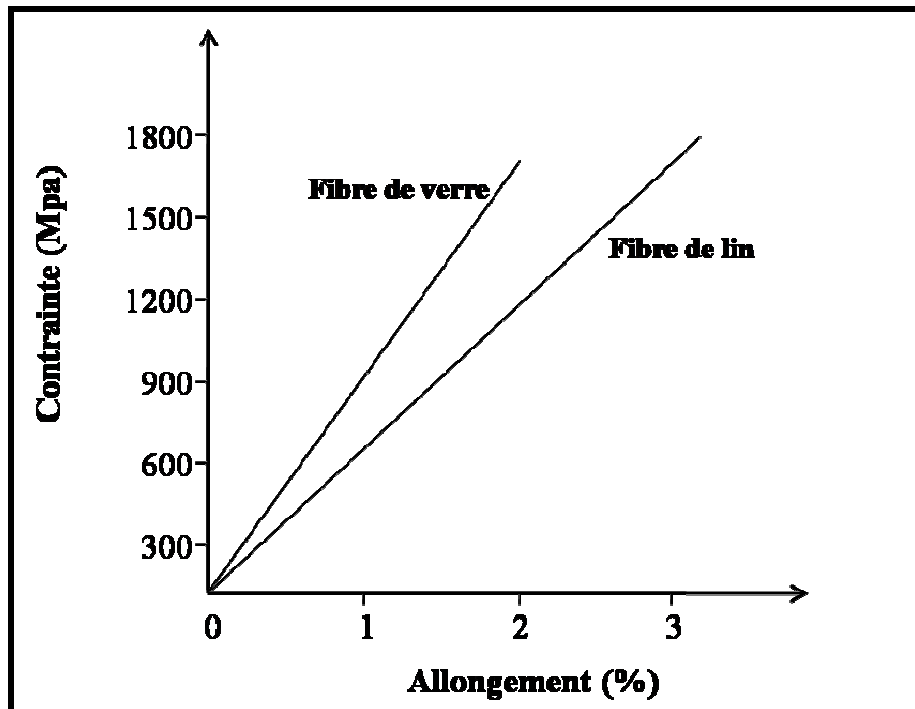
**Figure 1.8 : exemples de défauts sur les fibres de lin observé par MEB [16]**

## Les propriétés mécaniques des fibres naturelles

Dans une fibre végétale, les propriétés physiques dépendent essentiellement de la composition chimique et physique, du pourcentage de cellulose et de l’angle micro fibrillaire (voir figure 1.3).

Par exemple lors d’un essai de traction, le comportement de la fibre n’est ni parfaitement élastique, ni linéaire et la réorientation des fibrilles de cellulose entraîne une augmentation de la rigidité. La figure 1.9 présente une comparaison entre les courbes contrainte/déformation obtenues sur une fibre de lin et une fibre de verre [6]. En réalité une analyse détaillée du comportement de la fibre de lin montre une augmentation du module d’Young avec la déformation. Lors d’un essai de traction sur une fibre végétale, les paramètres influençant la courbe contrainte/déformation sont [17] :

- la nature de la fibre (composition et structure),
- la largeur de la fibre sollicitée (vrai aussi pour les fibres de verre),
- le pourcentage d’eau absorbée dans la fibre. En effet, la variation du pourcentage d’eau absorbé entraîne une variation de la section de la fibre (retrait ou gonflement) ; l’eau pénètre dans les zones amorphes et modifie le transfert de charge entre les éléments fibrillaires,
- le diamètre de la fibre qui n’est pas constant dans une même plante ; le module d’Young et la contrainte à la rupture évoluent avec les diamètres des fibres ; plus le diamètre est faible plus la rigidité et la résistance sont importantes,
- le nombre de défauts transversaux présents qui sont des endroits privilégiés de rupture [6] ; ce type de défaut est constaté sur des fibres polymères (polyéthylène, aramide...) sous les sollicitations de compression.



*Figure 1.9 : Essai de traction sur fibre unitaire. Exemple de courbe contrainte-déformation d'une fibre de verre et d'une fibre de lin*

Le tableau 1.1 illustre les propriétés mécaniques moyennes en traction de différentes fibres naturelles comparées aux fibres de renfort habituellement utilisées dans les matériaux composites [18-23].

Fibre	E (GPa)	A (%)	$\sigma_u$ (MPa)	Densité
Verre E	72-73	4,6-4,8	3200-3400	2,54
Carbone	230	1,5	3500	1,7-1,9
Lin	12-85	1-4	600-2000	1,54

*Tableau 1.1 : Propriétés mécanique en traction de fibre de lin comparées aux fibres de verre et de carbone (avec E : module d'Young ; A : allongement à rupture en traction ;  $\sigma_u$  : contrainte à rupture en traction)*

L'étude des propriétés mécaniques des renforts à fibres naturelles a permis de mettre en évidence leurs faibles densités. L'utilisation des fibres naturelles comme renfort dans les matériaux composites serait donc nécessaire. On rappelle, dans la suite, quelques propriétés mécaniques des composites renforcés par des fibres de lin.

## 1.2.2 Les composites à renfort fibres de lin

### Propriétés mécaniques

Les propriétés mécaniques d’un composite dépendent non seulement des propriétés intrinsèques de chacune des deux phases (et de leurs proportions respectives) mais également de la qualité de l’adhésion entre celles-ci et de la dispersion des renforts dans la matrice [24]. Il est souvent difficile d’identifier l’effet relatif de chacun de ces facteurs sur les propriétés mécaniques des composites. Beaucoup de revues ont été publiées ces dernières années traitant de l’utilisation de fibres de cellulose en tant qu’élément de renfort de matériaux polymères [25-32] et de nano charges d’origine végétale : nanocristaux et micro fibrilles de cellulose.

Nous allons par la suite présenter des travaux illustrant les différents facteurs influençant les propriétés mécaniques des composites à fibres végétales, particulièrement la morphologie des particules, leur dispersion, la quantité de fibres, la qualité de l’interface...

Les aspects les plus importants de la morphologie du renfort sont probablement son facteur de forme et sa taille car ces deux paramètres définissent la surface interfaciale entre le renfort et le polymère. Une augmentation de cette interface favorise le transfert de contrainte entre le renfort et la matrice. Ce dernier paramètre est également délicat pour les fibres d’origine végétale car elles présentent de nombreuses liaisons hydrogènes, une forte tendance à l’agrégation se traduit par des zones de faiblesse mécanique.

L’état de dispersion est également gouverné par la morphologie des fibres. Des fibres longues seront plus difficiles à disperser que les fibres courtes. En revanche, des fibres de longueur trop faible impliquent une surface de contact entre les fibres et la matrice trop réduite pour assurer un bon transfert de contrainte.

J. Gassan et A.K. Bledzki sont parmi les premiers chercheurs qui ont travaillé à améliorer les caractéristiques des matériaux renforcés par les différentes types de fibres végétales. En 1997, ils ont étudié les propriétés mécaniques des composites à renfort jute/polypropylène et l’influence de traitement de la surface des fibres sur le comportement mécanique de ces types de composites [33]. En 1998, ils ont amélioré les propriétés mécaniques de composite jute/époxy par un traitement alcalin des fibres [34].

Autre composite à renfort de fibre végétale : le bois composite [35]. Ce matériau est composé de fibres de bois et de résines plastiques. Il est très utilisé aujourd’hui pour le

bâtiment, l’habillement, la création de mobilier urbain, de mobilier intérieur et même dans le domaine aéronautique. Ce matériau est réputé imputrescible et résistant aux intempéries et au soleil.

C. Baley compte parmi les premiers chercheurs intéressés particulièrement par l’analyse des fibres de lin. Il a montré que la connaissance du comportement des fibres de lin est d’une importance cruciale pour leur utilisation en tant que renfort des matériaux composites [36]. Il a étudié aussi l’influence de la microstructure de la fibre de lin sur le comportement du composite de stratifié lin/époxy [37], ainsi que l’influence des traitements chimiques sur les propriétés de la surface et de l’adhérence des fibres de lin-résine polyester [38].

L’assèchement de fibres de lin influence significativement sur leur résistance à la traction. C. Baley montre que ce résultat peut être expliqué par la création des dommages au sein de la fibre et par la modification de la composition chimique des composants de la matrice. Cette perte d’eau comporte une modification de l’adhérence entre les micro fibrilles de cellulose et la matrice. Cette modification est due à l’évolution des composants assurant le transfert de charge entre les micro fibrilles et conditionne ainsi la force de la paroi cellulaire [39].

Les fibres de lin, présentent une non-uniformité dans beaucoup de leurs caractéristiques (diamètre non constant le long de la fibre, longueur variable, présence de défauts...). Ceci entraîne une dispersion de leurs propriétés mécaniques. B. Lamy et C. Pomel ont testé des composites tissés à base de fibres de lin et à base de fibres de verre en flexions répétées afin de déterminer leurs caractéristiques élastiques et d’analyser leur rupture par endommagement. Comparant les deux composites lin/époxy et verre/époxy, il apparaît d’une part que la présence de défauts sur les fibres de lin conduit à la diminution du module d’Young des composites lin/époxy et d’autre part que ces composites résistent mieux à l’endommagement que ceux renforcés par des fibres de verre. En revanche, les parties proéminentes de l’armure dans les matériaux renforcés par des tissus de lin s’interpénètrent, ce qui diminue la tendance au délaminage [16].

C. Poilâne a montré que le comportement des composites lin/époxy n’est pas linéaire à partir d’un test de quatre types de stratifiés préimprégnés destinés à un renfort de fils de lin de textile unidirectionnel en utilisant un titrage des fils variables. Les quatre préimprégnés

comportent des fils de 400, 105 ou 42 tex. La rigidité évolue du module d'Young initial vers une rigidité finale 40% plus faible. Les résultats montrent que la rigidité et les paramètres de rupture tels que la contrainte à rupture, la déformation à rupture, le module d'Young longitudinal sont proportionnels au pourcentage de fibres et inversement proportionnels au titrage des fils. Les fils de lin les plus fins réalisés industriellement dans l'industrie du textile ont un titrage de 28 tex. Bien que les difficultés technologiques soient énormes, l'utilisation de ces fils pour l'élaboration de pré imprégné semble une piste à tester. La baisse de rigidité des composites lin/époxyde testés est un point remarquable qui a été peu étudié dans la littérature jusqu'à maintenant. Il est contraire au comportement des fibres unitaires, de la résine, et a priori des fils constitutifs du matériau composite. Une analyse poussée de l'endommagement s'avère donc nécessaire pour comprendre le comportement du composite [40].

### **Zone inter faciale (fibre/matrice)**

Il est courant d'analyser le comportement des composites en fonction de leurs deux composantes de base, matrice et renfort. En revanche la littérature scientifique et technique est beaucoup plus discrète sur l'influence de l'interface. La notion d'interface reste relativement floue, lorsqu'elle ne se génère que lors de la mise en œuvre du composite et qu'il est difficile de lui attribuer un ensemble de propriétés mécaniques. Néanmoins, l'interface assurant la continuité entre deux matériaux différents, fibres et résine, un défaut d'adhérence produit des problèmes de comportement mécanique dans la mesure où l'interface occupe une double fonction de protection des fibres contre les agressions extérieures, hydro thermiques particulièrement, d'une part, et de transmission d'efforts inter fibres d'autre part. Des études ont présenté d'ailleurs le rôle important de l'interface sur le comportement mécanique des composites à court terme [41], spécialement en terme d'amorçage et de propagation de fissures, en traction transverse et cisaillement, mais aussi sur le comportement à long terme en fatigue dynamique sous contraintes biaxiales [42], mettant ainsi en évidence l'intérêt du développement d'ensimages spécifiques. Il n'existe pas actuellement de méthodes normalisées de quantification de la qualité de l'interface fibre/matrice. En outre, différentes méthodes, présentées ci-dessous, sont déjà largement utilisées et ont été développées dans des laboratoires de recherche.

### **❖ Analyse microscopique**



Les premières tentatives de contrôle de la qualité de l’interface ont consisté à essayer de visualiser la zone inter faciale [43]. Pourtant, les techniques classiques de microscopie ne fournissent en général que peu d’informations. Ainsi, en microscopie optique, la zone entre fibres et matrice n’est visible que lorsqu’elle est très développée, ce qui est le cas uniquement pour certains couples fibre/matrice (fibre de lin/matrice thermdurcissable époxyde ou fibre de carbone/matrice thermoplastique semi-cristalline, par exemple). Des méthodes plus puissantes, telles que la microscopie électronique par transmission à haute résolution, ont permis d’observer le contact entre phases à l’échelle atomique [44]. Enfin, l’analyse au microscope électronique à balayage des faciès de rupture de matériaux composites apporte des renseignements sur les modes de fracture, mais ces méthodes restent lapidaires et elles permettent de juger qualitativement, et non quantitativement, l’adhésion fibre/matrice.

#### ❖ **Analyses physico-chimiques**

Plus récemment, certaines méthodes d’étude des surfaces ont été mises en œuvre [45, 46] : spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) ; spectrométrie Raman ; spectroscopie d’électrons Auger (AES) ; spectroscopie électronique pour l’analyse chimique (XPS ou ESCA) ; spectrométrie de masse à émission secondaire (SIMS) ; spectrométrie diélectrique, etc.

Ces méthodes permettent en général de réaliser une analyse chimique de couches superficielles de quelques nanomètres d’épaisseur. Elles sont applicables à l’analyse d’ensimages sur fibres nues, éventuellement sur fibres déchaussées, mais trouvent néanmoins leurs limites pour l’analyse « in situ » de composites réels. Il n’est pas possible de visualiser clairement l’interface qui reste non apparente au niveau de fibres de 10 à 20  $\mu\text{m}$  de diamètre. On préfère les atteindre de façon indirecte par l’étude des comportements de la zone inter faciale procréée par les propriétés qu’elle attribue au composite soit un modèle (mono filamentaire) ou réel (stratifié industriel).

#### ❖ **Analyses micromécaniques sur composites modèles mono filamentaires**

Des essais sur composites modèles mono filamentaires permettent d’accéder localement à l’adhésion fibre/matrice en mesurant la résistance inter faciale particulièrement en cisaillement, plus rarement en traction et d’établir les traits fondamentaux du transfert de charge et de la rupture inter faciale.

## ❖ Analyses mécaniques macroscopiques sur les composites industriels

Dans le domaine industriel, des essais mécaniques traditionnels en traction, flexion, cisaillement ou compression sur éprouvettes planes et barreaux sont le plus souvent utilisés pour qualifier rapidement l’interface fibre/matrice. En effet, le niveau d’adhésion fibre/matrice influe dans une certaine mesure sur les lois de comportement des composites de quelques pour-cent à plusieurs dizaines de pour-cent. Malheureusement, il apparaît que les propriétés les plus fréquemment tenues tels que les modules et les propriétés à la rupture ne sont pas les plus sensibles au facteur « interface ». Des études récentes ont présenté que des méthodes plus fines d’analyse des endommagements telles que l’émission acoustique, intégrées à des essais conventionnels de traction [47], ou une détermination des propriétés d’amorçage et de propagation de fissures par application de la mécanique de la rupture [42, 48] menaient à des résultats beaucoup plus significatifs (écarts de plusieurs centaines de pour-cent pour des interfaces de qualités différentes). On consignera également qu’un couplage de ces essais traditionnels avec un vieillissement hydro thermique (tenue à l’eau chaude) permet de juger de la capacité des ensimages à assurer leur rôle de protection à long terme contre les agressions extérieures [49]. Enfin, une dernière technique nommée spectroscopie mécanique, permet de raccorder la qualité de l’adhésion fibre/matrice aux modifications des spectres d’amortissement mécaniques mesurées [50, 51]. Or, le module élastique, la température de transition vitreuse, l’amortissement à la température de transition vitreuse sont influencés par l’interface. En revanche, l’apparition de transitions secondaires correspondant au comportement propre de l’interphase est très rarement visible.

## 1.3 Méthodes de contrôle des composites

### 1.3.1 Méthodes optiques

Grâce à leurs qualités et à leur fiabilité, les techniques optiques sont largement utilisées non seulement dans les laboratoires de recherches mais aussi dans l’industrie. Elles permettent un contrôle non destructif et sans contact avec une excellente précision, particulièrement pour les techniques interférométriques.

Les principales techniques d’interférométrie optique pour mesurer des déformations ou des contraintes sont la photoélasticité, les méthodes de moiré, les techniques de *speckle*, de shearographie et l’interférométrie holographique. Elles sont largement utilisées dans la recherche fondamentale et en industrie dans divers problèmes d’ingénierie (mécanique,

biologie, médecine, etc.). Le principe général de ces techniques est la superposition de deux ondes cohérentes (interférences), représentatives de différents états de l'objet testé, et donnant lieu à des réseaux périodiques de franges contenant l'information sur les paramètres caractéristiques du phénomène observé : déplacement, augmentation de température, absorption d'énergie, vibration, etc.

Jusqu'au début des années 1980, l'analyse des réseaux de franges était effectuée manuellement. Les nouvelles technologies de l'information permettent l'utilisation de systèmes capables de mémoriser un grand nombre d'images et de les traiter en des temps de plus en plus courts. Combinant l'interférométrie optique et l'imagerie numérique, de nouvelles approches en métrologie optique et en mesure non destructive ont pu être mises au point telles que les techniques d'investigation en "temps réel". Nous présentons ci-dessous quelques techniques optiques interférométriques.

### **Photoélasticité**

L'analyse expérimentale par photoélasticité permet d'obtenir des informations de plein champ relatives à la répartition des contraintes dans un échantillon. La différence des contraintes principales est obtenue par l'analyse des isochromes à partir d'un polariscope circulaire. L'orientation des contraintes principales est obtenue par l'analyse des isoclines.

Avec le développement de la photoélasticité numérique combinée à des techniques d'imagerie numérique, il est possible de déterminer automatiquement l'ordre des franges isochromatiques en plein champ. L'analyse des isoclines peut être obtenue par des méthodes complémentaires, telles que le déphasage, la couleur du champ, la charge pas à pas...etc [52]. Yoneyama et al. [53] ont utilisé un interféromètre combiné avec un polariscope circulaire pour la séparation des contraintes dans deux dimensions. La phase isopachic est analysée à partir d'images obtenues en décalant un miroir dans l'interféromètre.

On peut utiliser la méthode de photoélasticimétrie, pour déterminer les contraintes appliquées à l'aide de la biréfringence obtenue. La photoélasticimétrie est une technique expérimentale permettant de visualiser les contraintes existant à l'intérieur d'un solide grâce à sa photoélasticité. C. Bonnafous et al ont proposé une étude pour évaluer la liaison fil de chanvre imprégné/époxy [44]. Des composites mono filamentaires contenant un fil de chanvre orienté à 0° ou 90° ont été spécifiquement développés. La contrainte critique de cisaillement inter facial est définie par des essais de fragmentation. L'évolution du champ de contrainte

suivi par photoélasticimétrie a présenté des zones de redistribution des contraintes autour des fragmentations identifiées par des ellipses à 45° de la direction de sollicitation. C. Bonnafous et al [54] ont montré à partir des résultats obtenus que la déformation de cisaillement est plus importante pour les points situés à l’interface fil/matrice. Ces mesures ont permis de reconstruire les lois de comportement de points situés dans le fil, dans la résine et à l’interface fil/matrice.

### Interférométrie moiré

L’interférométrie moiré est une technique optique très sensible pour mesurer les champs des déplacements dans le plan (figure 1.10). Un motif de franges est formé à partir de la superposition de deux réseaux : l’un est attaché à l’échantillon, l’autre assure une référence. Le réseau de référence en interférométrie moiré est formé à partir du motif d’interférences entre deux faisceaux laser collimatés. Ceci entraîne une amélioration de la sensibilité d’au moins un à deux ordres de grandeur par rapport au moiré géométrique. Récemment, l’interférométrie moiré a évoluée dans le but d’étudier le déplacement local et les champs de déformation associés à la microstructure des composites. L.G. Melin a appliqué cette technique sur les composites carbone/époxy pour mesurer le champ des déplacements important autour des fissures de délaminage [55]. Y. Min a déterminé les contraintes résiduelles par l’utilisation de l’interférométrie moiré avec décalage de phase. Le nombre important de franges obtenues pour de très faibles déplacements offre une grande précision [56]. En utilisant une configuration sphérique à double faisceau optique, A. Martinez compare les ruptures détectées à l’aide d’interférométrie de moiré et d’interférométrie de speckle [57].

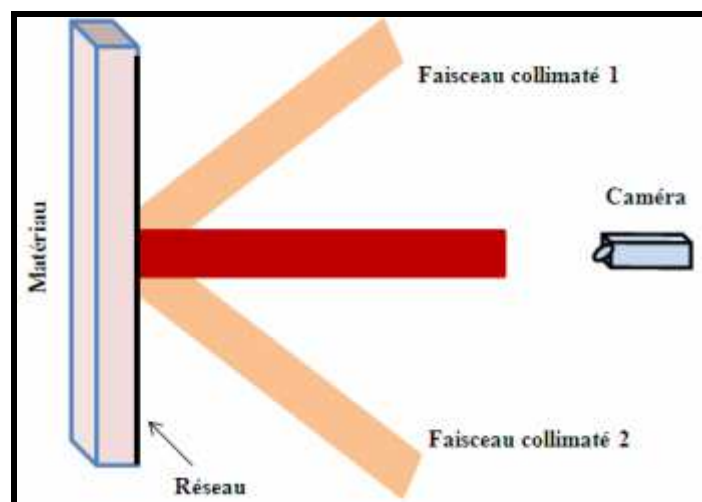


Figure 1.10 : Principe de l’interférométrie de moiré

## Interférométrie holographique

Cette méthode permet de restituer un objet en trois dimensions, en utilisant les interférences produites par une onde laser de référence envoyée directement sur le support d’enregistrement et une onde laser objet diffractée par l’objet testé. L’amplitude et le relief de l’objet sont codés par ces interférences. L’holographie analogique utilisant des plaques argentiques, a été inventée en 1947 par Dennis Gabor, physicien hongrois [58]. Les hologrammes sont classés en différents types suivant la configuration éclairage/observation.

### ❖ Hologramme par transmission

L’onde de référence et l’onde objet se propagent dans le même sens et se recombinent sur la même face du support photosensible. On peut distinguer deux configurations d’holographie par transmission.

La configuration « in line » ou hologramme dans l’axe a été exploitée par Gabor [58]. Le faisceau référence et faisceau objet ont la même direction en éclairant le support photosensible. Lors de la restitution de ces hologrammes dans ce cas, l’onde de référence se superpose à l’onde objet et gêne l’observation (voir figure 1.11). La configuration « off axis » ou hologramme hors axe pour laquelle le faisceau référence et le faisceau objet ne sont pas confondus (figure 1.12).

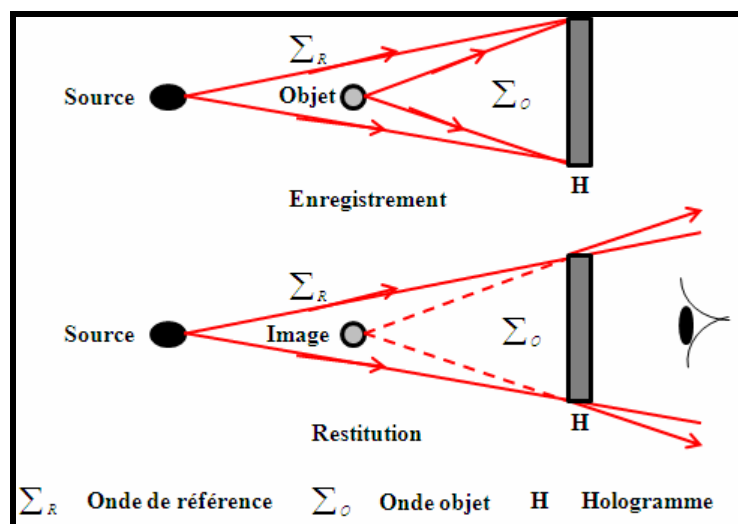


Figure 1.11 : Hologramme par transmission – Hologramme de Gabor

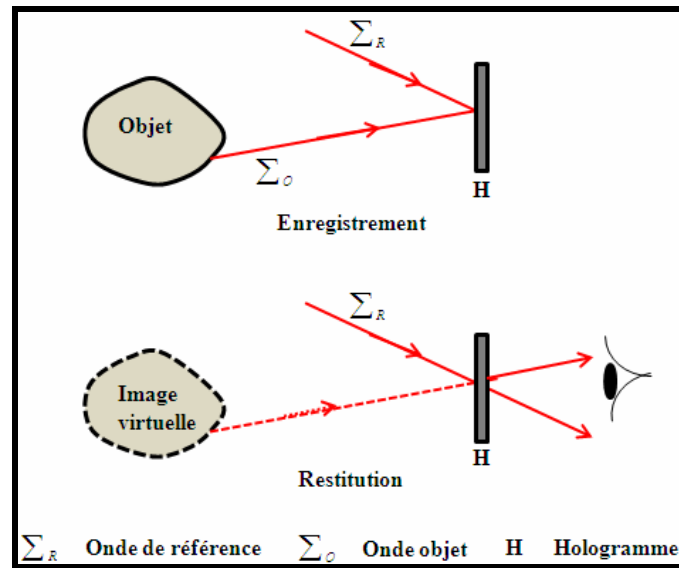


Figure 1.12 : Hologramme par transmission – Hologramme hors axe

❖ Hologramme par réflexion

L’onde de référence et l’onde objet se propagent en sens inverse (figure 1.13) et interfèrent sur le plan d’enregistrement. Ces hologrammes sont faciles à observer en lumière blanche. De ce fait, ils sont très utilisés en holographie d’art.

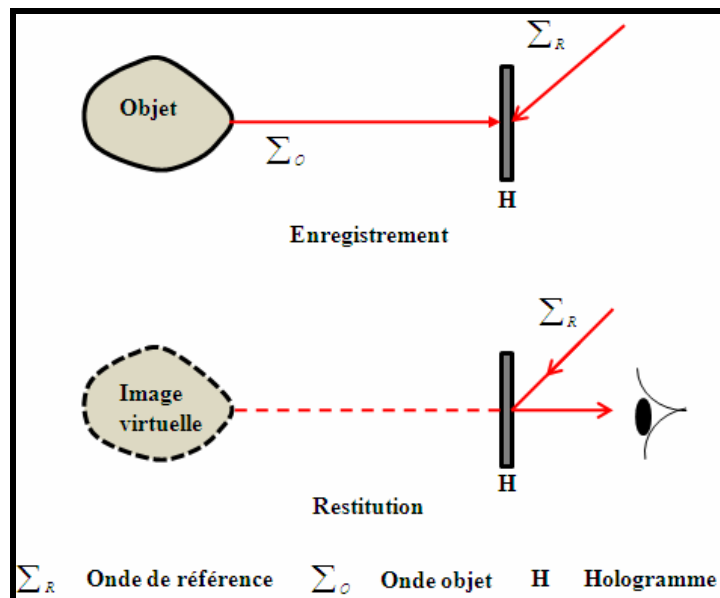
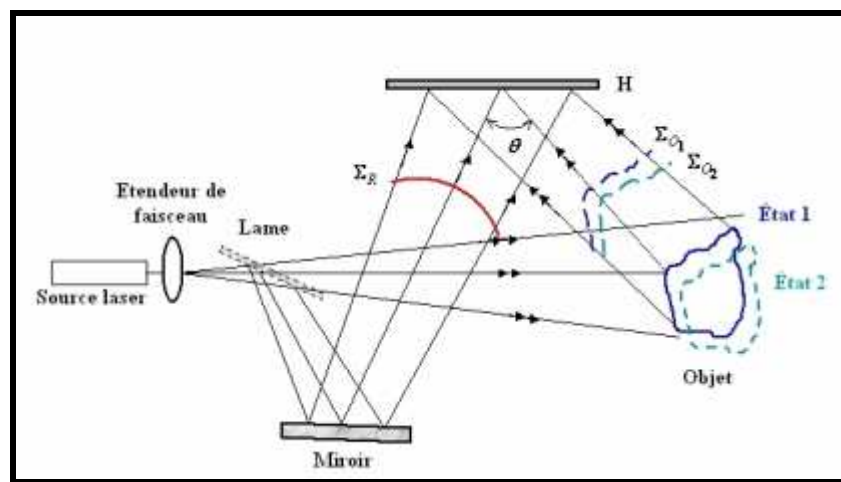


Figure 1.13: Hologramme par réflexion

En interférométrie holographique, les interférences observées sont caractéristiques des déplacements micrométriques subis par l’objet. La mesure des interférences permet de quantifier les déplacements avec une sensibilité d’une fraction de micromètres. Il existe plusieurs méthodes d’interférométrie holographique.

### ❖ Interférométrie par double exposition

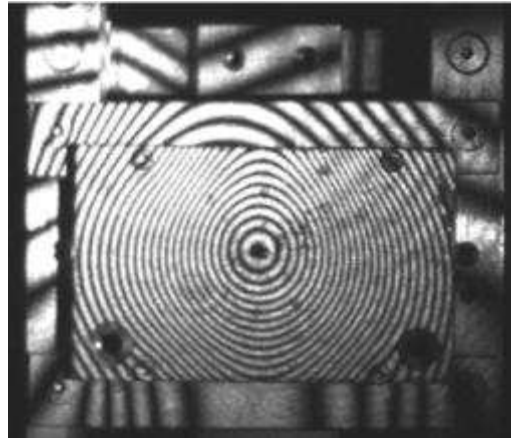
La technique est similaire à celle utilisée pour réaliser un hologramme simple. On effectue une première exposition avec l'objet dans l'état 1 puis une seconde exposition sur la même plaque avec l'objet dans l'état 2 [59-63]. Après développement on obtient une plaque contenant la somme des deux hologrammes. A la restitution on obtient la superposition de deux ondes issues de l'objet dans les états 1 et 2. Ces deux ondes interfèrent et les franges d'interférences observées traduisent la modification subie par l'objet. Les franges sont des lignes d'iso-amplitude de déplacement. La méthode permet de détecter et de mesurer des variations de phase survenues entre les deux expositions.



**Figure 1.14 : Enregistrement d'hologrammes en double exposition**

Cette technique est appliquée en contrôle non destructif, en analyse de contraintes mécaniques thermiques ou pneumatiques d'un objet industriel et également en analyse de défauts dans l'objet tels que défauts de collage ou fissures dans les structures.

En guise d'illustration, la figure 1.15 montre un hologramme double exposition d'un assemblage mécanique en aluminium soumis à une force appliquée sur son panneau arrière. La vue montre le haut de l'assemblage. Les franges d'interférences visualisées sur le panneau sont interprétées comme étant des lignes d'iso déplacement de la structure. La forme symétrique des franges montre que le panneau ne subit pas de déformation fortement anisotrope.



*Figure 1.15 : Exemple d'hologramme en double exposition*

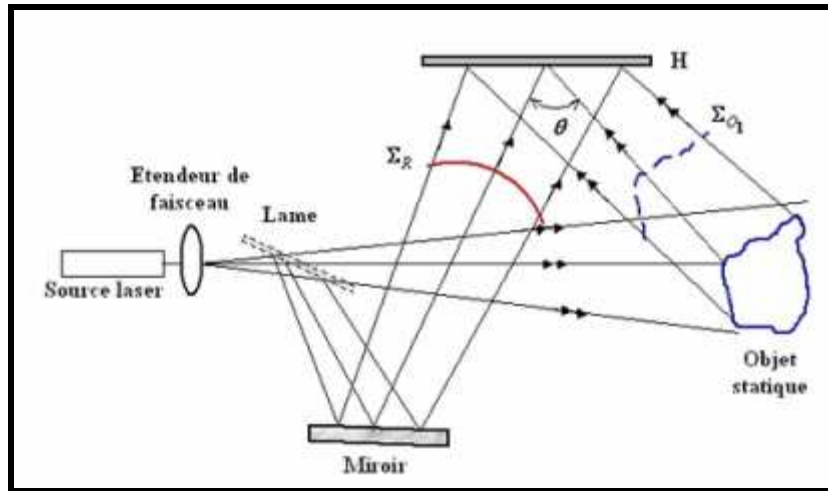
#### ❖ Interférométrie holographique en temps réel

Avec un laser continu on enregistre l'hologramme d'un objet au repos. On développe le support photosensible puis on le remet exactement en place dans le montage. Le repositionnement doit être effectué à une longueur d'onde près. Ensuite, on éclaire simultanément l'hologramme avec le faisceau référence et l'objet avec le faisceau objet [59].

On regarde à travers l'hologramme et on observe l'objet éclairé et l'image holographique de l'objet. Dans l'ordre diffracté, il se produit des interférences entre l'onde diffractée et l'onde issue de l'objet dans son état courant. Si l'objet se déplace ou se déforme, des franges d'interférences apparaissent. On suit l'évolution de ces franges en temps réel avec l'œil ou une caméra rapide si l'objet évolue trop vite.

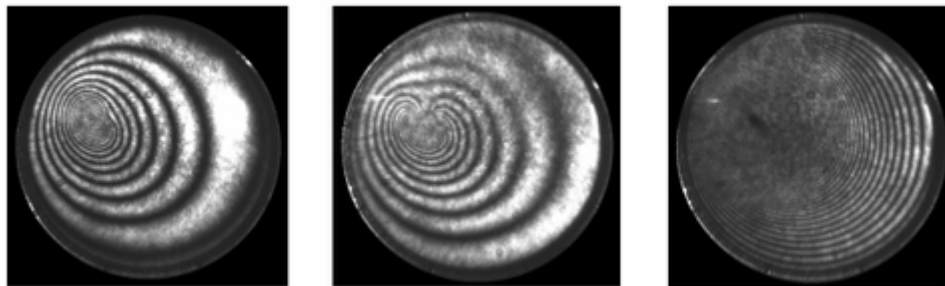
Le dispositif expérimental est classique puisqu'il s'agit d'enregistrer l'hologramme de l'objet au repos (figure 1.16). La source lumineuse doit également être cohérente spatialement et temporellement sauf si on peut assurer l'égalité parfaite entre les chemins optiques objet et référence. On peut aussi utiliser un laser impulsionnel pour l'enregistrement, ce qui permet d'obtenir des temps de pose très courts.





*Figure 1.16 : Enregistrement d'un hologramme en temps réel*

L'interférométrie en temps réel est utilisée pour le contrôle non destructif, l'analyse vibratoire ou encore la compréhension globale du comportement d'ensembles mécaniques soumis à des contraintes statiques ou évoluant lentement. La figure 1.17 illustre l'apparition de franges en temps réel lorsque l'on chauffe avec une source thermique une membrane composite dans laquelle est présent un défaut de collage. Lorsque la contrainte thermique augmente le nombre de franges augmente jusqu'à ne plus être observables car trop serrées, comme le montre l'image de droite.



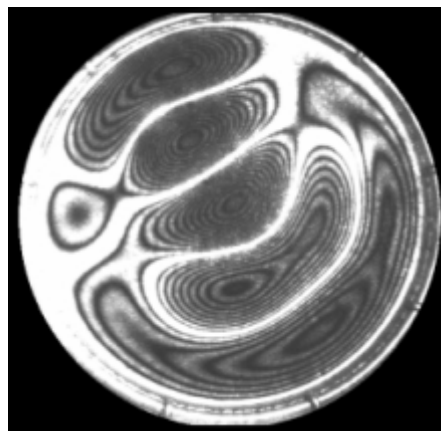
*Figure 1.17 : Exemple d'hologrammes en temps réel*

❖ **Interférométrie holographique en temps moyenné**

Cette méthode est aussi connue sous le nom d'interférométrie holographique par intégration temporelle. Cette méthode est dédiée à l'analyse vibratoire des structures. Le principe est simple : dans un montage holographique classique on enregistre l'hologramme de l'objet en vibration avec un temps de pose long devant la période de la vibration [59,64]. La méthode permet de visualiser la cartographie d'amplitude de l'objet en vibration périodique et également ses lignes nodales. L'onde diffractée est modulée par une fonction qui dépend

exclusivement de l'amplitude de la vibration. Le dispositif expérimental est classique puisqu'il s'agit d'enregistrer l'hologramme de l'objet (voir figure 1.16). Cependant, l'objet doit être excité sinusoïdalement par une source de vibration qui peut être un haut parleur (excitation acoustique) ou un pot vibrant (excitation mécanique). Cette technique, associée au temps réel est très utile pour la caractérisation des modes vibratoires de structures industrielles : analyse modale, validation de codes de calculs, etc...

La figure 1.18 montre les franges de Bessel obtenues lors de l'excitation d'une membrane composite par un haut parleur placé sur sa face arrière pour une fréquence d'excitation de 2200 Hz.



*Figure 1.18 : Hologramme temps moyenné à 2200Hz*

#### ❖ Interférométrie de Speckle

L'interférométrie de *speckle* utilise des caméras CCD pour calculer et visualiser le champ des déplacements d'un objet contrairement à l'interférométrie holographique. Grâce à son adaptabilité aux applications industrielles, cette méthode s'est beaucoup développée ces dernières années et tend à remplacer progressivement les systèmes holographiques pour le contrôle non destructif [65-67]. Parmi les nombreuses techniques d'interférométrie de speckle, la shearographie et la TV-holographie (ESPI) ont une place de choix. Ces techniques permettent de mesurer des déplacements de l'ordre de quelques nanomètres.

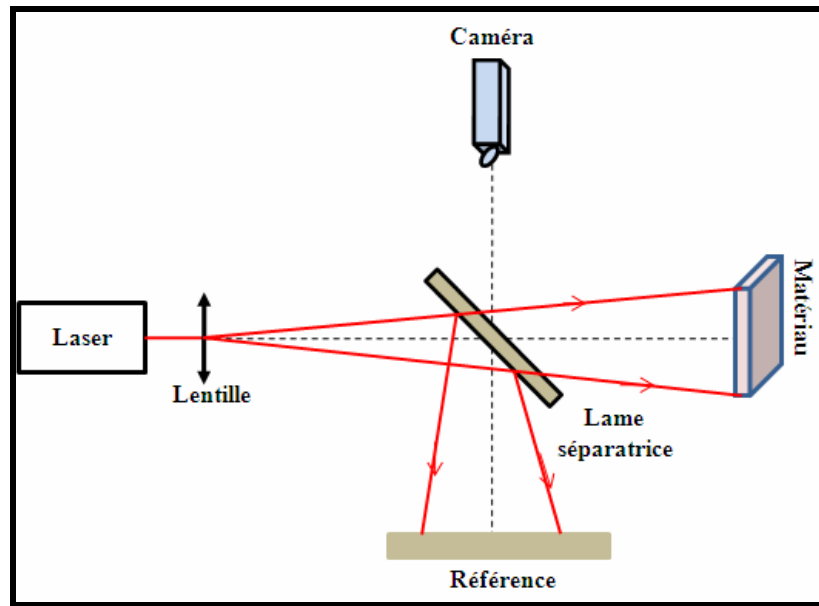
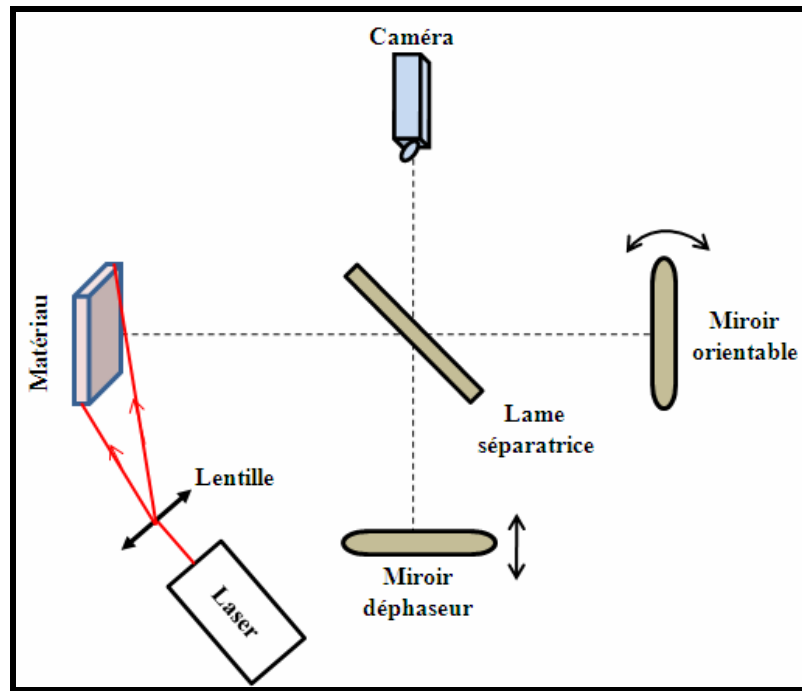


Figure 1.19 : Principe de l'interférométrie de speckle

#### ❖ Interférométrie de speckle à dédoublement latéral ou « shearographie »

La shearographie est une technique laser plein champ. On mesure la déformation de la surface (déplacement ou déformation) sans contact (figure 1.19). Elle a été développée pour surmonter les limitations de l'holographie en éliminant le faisceau de référence. Elle ne nécessite pas l'isolation des vibrations ; par conséquent, c'est un outil pratique qui peut être utilisé dans l'environnement industriel. Le principe de la shearographie est de faire interférer deux ondes issues de l'objet, mais décalées latéralement. L'image de l'objet est dédoublée en décalant une onde par rapport à l'autre. On dit aussi que l'on a cisailé l'image, d'où le terme *to shear*, cisaillement en anglais, soit *shearography*. L'utilisation d'un interféromètre de Michelson permet le réglage du taux de cisaillement grâce à un miroir orientable. Deux images légèrement décalées d'une quantité connue interfèrent sur le capteur CCD d'une caméra. Un cristal piézoélectrique est placé derrière le second miroir afin d'ajouter un terme de phase connu au signal si nécessaire. Selon Y.Y. Hung [68, 69], il existe trois versions de shearographie employant des supports d'enregistrement différents: émulsion photographique, thermoplastique et numérique.



*Figure 1.20 : Principe de la shearographie*

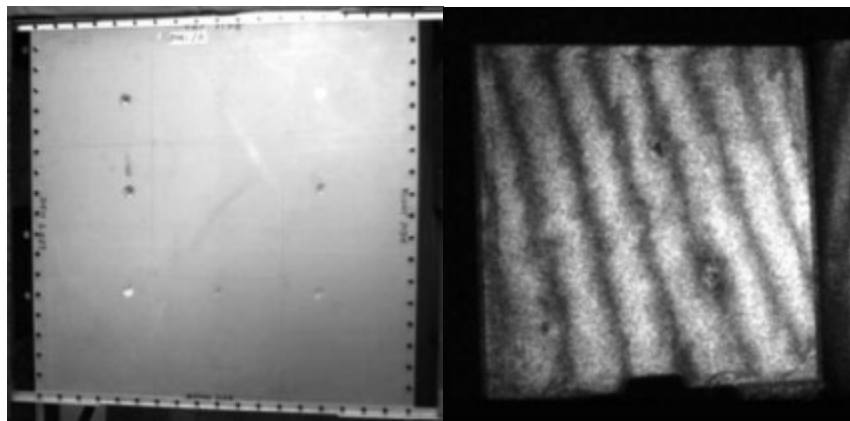
La shearographie bénéficie de beaucoup de validations industrielles, en particulier pour les essais non destructifs. Par exemple, l'industrie du caoutchouc utilise couramment la shearographie pour évaluer la qualité des pneus, et l'industrie aérospatiale l'a adopté pour les essais non destructifs de structures d'aéronefs, en particulier, les structures composites [70].



*Figure 1.21 : Délamination dans un récipient composite sous pression à filament enroulé [69]*

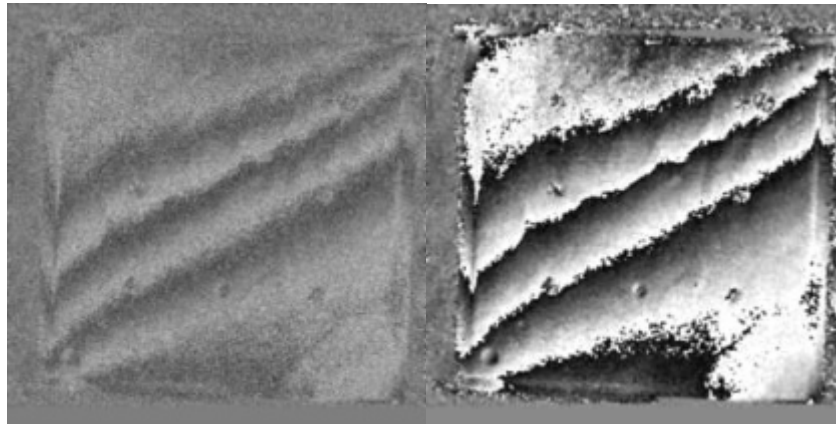
La shearographie peut révéler des défauts internes du matériau par l'identification en surface des déformations anormales. On trouve des applications de la shearographie pour analyser des champs de contrainte [71], la caractérisation des matériaux, l'évaluation des

contraintes résiduelles, la détection de fuites, les vibrations [72, 73] et pour effectuer des mesures de forme 3-D. La figure 1.22 montre les défauts détectés et l'analyse structurale de larges panneaux en hélicoptère lors des essais non destructifs de structures composites par shearographie en utilisant la charge thermique et la technique de décalage de phase. L'image d'un panneau déformé thermiquement présente un contraste très faible et un bruit fort. Après une opération d'amélioration de l'image en utilisant une combinaison adéquate de filtrage et de rehaussement de contraste, la visibilité des franges est sensiblement améliorée, bien que la visibilité des défauts soit relativement pauvre. L'application de la technique de décalage de phase améliore significativement la qualité de l'image ainsi que la visibilité des défauts.



**Figure 1.22 : Panneau composite d’hélicoptère (gauche) ; franges avec contraste amélioré (droite)**

Cette technique permet de calculer la phase à l'état de surface correspondant en utilisant au moins trois images acquises au même état de chargement mais avec un déphasage individuel de 90 degrés. Ce déphasage peut facilement être introduit en déplaçant l'un des deux miroirs de l'élément de cisaillement. L'acquisition des images doit être suffisamment rapide en particulier pour un chargement thermique. La figure 1.23 montre la carte de phase calculée, qui est assez bruitée, mais qui peut être considérablement améliorée (cf. figure 1.23, droite) en utilisant un filtrage spécial qui élimine le bruit statistique, mais conservant les  $2\pi$  discontinuités de l'image.

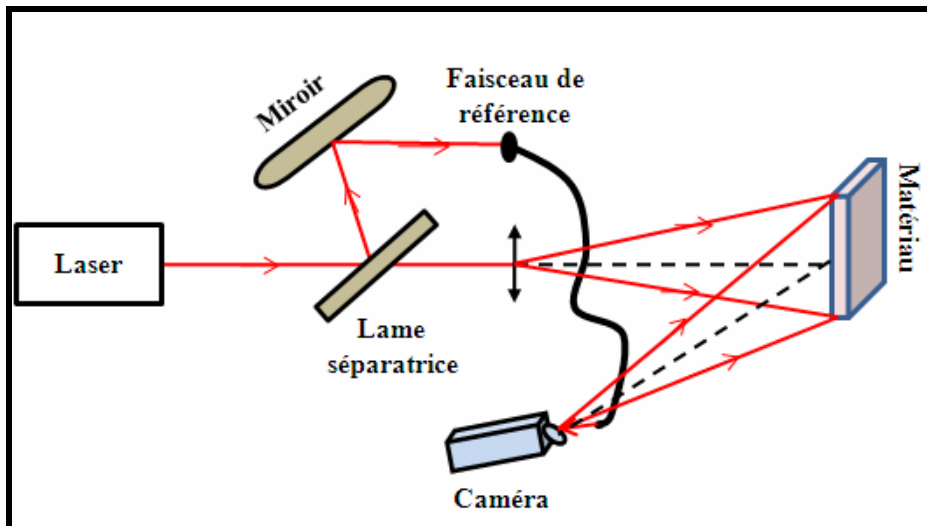


**Figure 1.23 : Image de phase (gauche) ; Image de phase filtrée (droite)**

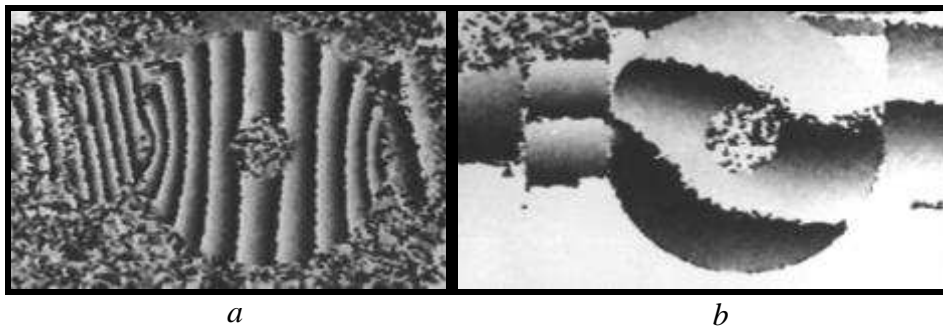
#### ❖ Interférométrie de speckle électronique ou « TV-holographie »

La TV-holographie est une technique interférométrique, de la famille de l'interférométrie électronique de *speckle* (ESPI), dérivée du principe d'enregistrement holographique [34]. Un faisceau laser, passant par une lentille divergente éclaire l'objet étudié. Une partie de ce faisceau laser est injecté dans une fibre optique dont la sortie est face au plan de la caméra (figure 1.24). Les franges, observées dans le plan du capteur CCD, proviennent des interférences entre l'onde sphérique sortant de la fibre et le champ de *speckle* dû à la surface rugueuse de l'objet. Classiquement, l'enregistrement de cet interférogramme permet de visualiser et de mesurer tout changement dans le trajet optique du faisceau provenant de l'objet. Ainsi, la technique permet de déterminer des cartes de déplacement (en comparant les deux états de l'objet) avec une précision de  $0,1 \mu\text{m}$  sur toute la surface d'un objet. La technique a été surtout utilisée pour mesurer les déplacements quasi-statiques en utilisant des lasers continus, l'équipement étant placé sur un banc optique très stable. La figure 1.25 présente le déplacement dans le plan et hors plan d'une rondelle sous compression.

Récemment, des systèmes TV-holographie avec laser pulsé sont apparus [74]. Ces équipements permettent d'enregistrer *in situ*, sans exiger un environnement très stable. Par diverses excitations telles que chaleur, pression et vibrations [75], il est possible de détecter et d'étudier les défauts et les faiblesses structurelles dans les matériaux composites [76].



*Figure 1.24 : Principe de la TV-holographie*



*Figure 1.25 : TV-holographie d'une rondelle sous compression, déplacements hors plan (a), déplacements dans le plan (b)*

### Ultrasons lasers

Le contrôle de matériaux composites peut s'avérer difficile pour des structures à géométries complexes. L'intérêt du laser ultrasonore réside dans sa capacité à détecter des défauts dans des structures de forme irrégulière. Sa rapidité d'exécution, son application sans contact et sa maniabilité pour le contrôle de pièces à géométrie particulière en font ses principaux atouts [77]. Le laser ultrasonore fonctionne avec deux faisceaux lasers qui entrent en interaction avec la surface du composant. Le premier laser génère de brèves impulsions lumineuses qui au contact de la pièce génèrent des ondes ultrasonores tandis que le second détecte les ultrasons. L'onde ultrasonore générée se propage à l'intérieur du matériau, et se réfléchit soit sur le fond de la pièce soit sur un défaut. Le mouvement provoqué à la surface par l'onde réfléchiée, engendre une variation de la fréquence de la lumière rétrodiffusée du laser qui détecte les ondes. Le signal est ensuite démodulé puis transformé en signal électrique par l'intermédiaire d'un système optique. Enfin, le signal électrique est analysé par un système équivalent au contrôle ultrasonore mono-élément et est affiché sur un oscilloscope

[78]. Pour le contrôle des matériaux composites, la technique du laser ultrasonore est notamment utilisée pour détecter les défauts, tels que les fissures [78], des délaminages, ou encore de porosités. Cette méthode est facilement utilisable lors de la fabrication, l’assemblage de pièces et également lorsqu’elles sont en service. La vitesse de contrôle est comparable à celle d’un système c-scan [79]. Trétout [79] a montré le potentiel de cette méthode pour la détection de corrosion et de délaminages dans les matériaux composites CFRP.

### **1.3.1 Méthodes de spectroscopie diélectrique**

Le comportement mécanique et électrique des matériaux composites est conditionné par la microstructure qui dépend de la mise en œuvre et des caractéristiques du renfort, des caractéristiques de la matrice, des propriétés de l’interface renfort/matrice. De nombreux travaux ont été menés au cours de ces dernières années pour étudier l’adhérence interfaciale, la résistance à l’absorption d’humidité des matériaux et les charges spatiales dans un polymère, par des méthodes diélectriques. Les phénomènes de relaxation dans les diélectriques ont été étudiés par I.G. Matiss en 1988 [80]. Ces phénomènes décrivent la réponse d’un matériau suite à l’application d’un champ électrique. Les spectrométries mécanique et diélectrique sont deux techniques qui permettent d’étudier le comportement viscoélastique et diélectrique en considérant la relaxation mécanique et diélectrique selon le mode d’excitation externe et suivant la fréquence utilisée. La spectrométrie mécanique permet d’étudier les variations du module d’Young en fonction de la température. La spectrométrie diélectrique permet d’étudier l’évolution de la constante diélectrique complexe du matériau placé entre les plateaux d’un condensateur, en fonction de la température et de la fréquence. Cette dernière technique donne des informations précieuses sur le comportement thermique et fréquentiel des composites polymères [81,82]. La présence de charges spatiales dans les matériaux isolants tels que les polymères diminue leurs performances et pose par la suite de nombreux problèmes industriels. Différentes techniques sont utilisées pour étudier en particulier le vieillissement du polymère sous l’effet des contraintes électriques, et l’influence des différents facteurs régissant l’apparition et l’évolution des charges spatiales au sein de ce matériau.



## 1.4 Conclusion

Notre travail de thèse est consacré à la caractérisation des endommagements et à la détection des fissures et des défauts des matériaux composites à renfort des fibres de verre et particulièrement les fibres de lin. Nous avons présenté la structure de la fibre naturelle végétale et ses propriétés mécaniques ainsi que les propriétés mécaniques des composites à renfort de fibres de lin.

Nous avons présenté dans ce chapitre les méthodes les plus importantes utilisées pour contrôler ces matériaux composites. Ces méthodes sont d’une part des techniques optiques sans contact et d’autre part des techniques diélectriques.

L’analyse du comportement des structures composites par les méthodes optiques peut être menée soit en régime dynamique, soit en régime statique. Les techniques interférométriques sont sans contact et donnent une excellente précision.

Néanmoins l’étude mécanique des composites par méthode optique interférométrique peut être complétée par des informations concernant la mobilité des entités chargées, la réorientation des dipôles, afin d’étudier l’adhérence de l’interface fibre/matrice. La méthode diélectrique est adaptée à cette approche.

Dans cette thèse, nous nous intéresserons à appliquer deux méthodes pour contrôler des composites à renfort de fibres de verre, carbone et lin. Parmi les méthodes optiques, on adoptera en premier temps une méthode d’holographie trichromatique puisqu’elle permet d’étudier les propriétés mécaniques des structures en trois dimensions lors d’un essai statique et l’holographie en temps moyenné lors d’un essai dynamique.

En deuxième temps, on choisira une méthode diélectrique qui permet d’effectuer des mesures diélectriques en complément à la méthode d’holographie utilisée validant les résultats obtenus concernant les propriétés mécaniques des matériaux étudiés et leur adhérence fibre/matrice.

## 1.5 Bibliographie

1. J.-M. Berthelot. Matériaux Composites. Comportement mécanique et analyse des structures, Éditions TEC & DOC, 4ème édition (2006).
2. B.F. Abu-Sharkh, H. Hamid, degradation study of date palm fiber/polypropylene composites in natural and artificial weathering: mechanical and thermal analysis, *Poly. Dég. Stab.* **85**, 967-973 (2004).
3. W. Wang, M. Sain, P.A. Cooper, Study of moisture absorption in natural fiber composites, *Comp. Science. Tech.* **66**, 379-386(2006).
4. A.K. Bledzki, J. Gassan, Composite reinforced with cellulose based fibers, *Prog. Poly. Sci.* **24**, 221-274 (1999).
5. L.A. Pothan, Z. Oommen, S. Thomas, Dynamic mechanical analysis of bananas fiber reinforced polyester composites, *Comp. Sci. Tech.* **63**, 283-293 (2003).
6. C. Baley, Fibre naturelle de renfort pour matériaux composites, *Tech. Ing.* **AM 5130**.
7. A.K. Mohanty, M. Misra, G. Hinrichsen, Biofibers, biodegradable polymers and biocomposites, *Macro. Mat. Eng.* **276-277**, 1-24 (2000).
8. H. Ismail, N. Rosnah, H.D. Rozman, Effect of various bonding systems on mechanical properties of oil palm fibre reinforced rubber composites, *Eur. Poly. J.* **33**, 1231-1238 (1997).
9. A. Arbelaiz, B. Fernandez, G. Cantero, R. Llano-Ponte, A.Valea, I. Mondragon, Mechanical properties of flax fiber/polypropylene composites. Influence of fiber /matrix modification and glass fiber hybridization, *Comp. Part A. App. Sci. Manif.* **36**, 1637-1644 (2005).
10. Y. Li, Y.W. Mai, L. Ye, Sisal fiber an ditz composites, *Comp. Science. Tech.* **60**, 2037-2055 (2000).
11. J.E.G. Van Dam, L. Harriëtte, Consultation sur les fibres naturelles. Rome, (2004).
12. P.V. Joeseeph, G. Mathew, K. Joeseeph, G. Groeninckx, S. Thomas, Dynamic mechanical properties of short sisal fibre reinforced polypropylene composites, *Comp. part A.* **34**, 275-290 (2003).
13. K. Charlet, Contribution à l'étude de composites unidirectionnels renforcés par des fibres de lin : relation entre la microstructure de la fibre et ses propriétés mécaniques, (2008).
14. K. Charlet, C. Morvan, J. Bréard, J.P. Jernot, M. Gomina, Etude morphologique d'un composite naturel-La fibre de lin, *RCMA.* **16**, 11-24 (2006).
15. V. Bossuyt, Etude de la structure et des propriétés mécaniques de la fibre de lin, Thèse, Université de Lille, France (1941).
16. B. Lamy, C. Pomel, Composites renforcés par des fibres de lin : avantages et inconvénient identifiés, *Matériaux*, 1-5 (2002).
17. P.J. Wakelyn, N.R. Bertoniere, A.D. French, Cotton fibers. In: M. Lewin, E. M. Pearce, *Handbook. Fib. Sci. Tech. New York, Fiber Chemistry*, 577-724 (1998).
18. C. Baley, Analysis of the flax fibers. Textile behavior and analysis of the tensile stiffness incrise. *Comp. Part A.* **33**, 939-948 (2002).
19. D. Guillon, Fibers de verre de rnfocement. *Tech. Ing. A 2210, Plastique et composite* (1995).
20. J. Luyckx, Fibers carbone, *Tech. Ing. A 2210, Plastique et composite* (1995).
21. C. Baley, Analyses of the flax fibers tensile behavior and analysis of the tensile stiffness increase. *Comp. Part A,* **33**, 939-948 (2002).
22. D.N. Saheb, J.P. Jog, Natural fiber polymer composite, *Adv. Poly. Tech.* **18**, 351-363

- (1999).
23. E.T.N. Bisanda, M.P. Ansell, Properties of sisal/CNSL composite, *J. Mat. Sci.* **27**, 1690-1700 (1992).
  24. X. Dirand, B. Hilaire, J.P. Soulier, M. Nardin, Interfacial shear strength in glass fiber/vinylester-Resin composites, *Comp. Sci. Tech.* **56**, 533-539 (1996).
  25. S. Ochi, Mechanical properties of kenaf fibers and kenaf/ PLA composites, *Mech. Mat.* **40**, 446-452 (2008).
  26. M. Idicula, A. Boudenne, S. Thomas, Thermophysical properties of natural fiber reinforced polyester composites, *Comp. Sci. Tech.* **66**, 2719-2725 (2006).
  27. H. Dennir, U. Atikler , D. Balkose, F. Tihminlioglu, The effect of fiber surface treatments on the tensile and water sorption properties of polypropylene-luffa fiber composites, *Comp. Part A.* **37**, 447-456 (2006).
  28. N. Sgriccia, M.C. Hawley, M. Misra, Characterization of natural fiber surfaces and natural fiber composites, *Comp. part A.* **39**, 1632-1637 (2008).
  29. O. Devi, S.S. Bhagawan, S. Tomas, Mechanical properties of pineapple leaf fiber-reinforced polyester composites.
  30. L.A. Pothan , S. Thomas , G. Groeninckx, The role of fibre/matrix interactions on the dynamic mechanical properties of chemically modified banana fibre/polyester composites, *Comp. Part A.* **37**, 1260-1269 (2006).
  31. A. Arbelaiz , B. Fernandez, G. Cantero , R. Llano-Ponte, A.Valea, I. Mondragon, Mechanical properties of flax fibre/polypropylene composites. Influence of fibre/matrix modification and glass fibre hybridization, *Comp. Part A.* **36**, 1637-1644 (2005).
  32. S. Mishra, J.B. Naik, Y. P. Patil, The compatibilising effect of maleic anhydride on swelling and mechanical properties of plan–fiber- reinforced novolac composites, *Comp. Sci. Tech.* **60** 1729-1735 (2000).
  33. J. Gassan, A.K. Bledzki, The influence of fiber-surface treatment on the mechanical properties of jute-polypropylene composites, *Appl. Sci. Manuf.* **28**, 1001-1005 (1997).
  34. J. Gassan, A.K. Bledzki, Possibilities for improving the mechanical properties of jute/epoxy composites by alkali treatment of fibres, *Comp.Sci.Tech.* **59**, 1303-1309 (1999).
  35. H. Bouafif, Effets des caractéristiques intrinsèques des fibres de bois et des procédés de mise en forme sur la performance des matériaux composites bois/thermoplastique (thèse de doctorat à l’Institut des Sciences et Industries du Vivant et de l’Environnement (Agro Paris Tech, 2009).
  36. C. Baley, Analysis of the flax fibres tensile behaviour and analysis of the tensile stiffness increase, *Appl. Sci. Manuf.* **33**, 939–948 (2002).
  37. C. Baley , A. Le Duigou , A. Bourmaud , P. Davies, Influence of drying on the mechanical behaviour of flax fibres and their unidirectional composites, *Appl. Sci. Manuf.* **43**, 1226-1233 (2012).
  38. C. Baley, F. Busnel , Y. Grohens, O. Sire, Influence of chemical treatments on surface properties and adhesion of flax fibre–polyester resin, *Appl. Sci. Manuf.* **37**, 1626-1637 (2006).
  39. C. Baley, C. Morvan, Y. Grohens, Influence of the Absorbed Water on the Tensile Strength of Flax Fibers. *Macro. Symp.* **222**, 195-201 (2005).
  40. C. Poilâne, A.Vivet, L. Momayez, B. B. Doudou, M. Ayachi, J. Chen, Propriétés mécaniques de préimprégnés lin/époxyde, JNC 16, Toulouse, France (2009).
  41. P. Krawczak, Étude de la contribution de l’interface à la cohésion de composites à matrice organique et fibres de verre. Thèse de doctorat, Université de Lille. École des Mines de Douai (1993).
  42. M.H. Mourin, Étude de l’influence de l’interface sur le comportement à long terme de tubes en composites verre époxy soumis à une pression interne. Thèse de Doctorat.

- Université de Lille. École des mines de Douai (1990).
43. J.P. Favre, Caractéristiques physiques et hygrométriques des composites : Étude de l'interface, **89** (1990).
  44. M. Guigon, Phénomènes interfaciaux dans un composite carbone/époxy. Étude par microscopie électronique par transmission. JNC 6, Paris, Paris (1988).
  45. J.E. Castle, J.F. Watts, Surface analytical techniques for studying interfacial phenomena in composite materials (Techniques d'analyse superficielle pour l'étude des phénomènes interfaciaux dans les matériaux composites), IPCM, London (1989).
  46. J.L. Thomason, Characterization of fiber surfaces and the interphase in fiber-reinforced polymer, IPCM, London (1989).
  47. P. Krawczak, J. Pabiot, Acoustic emission applied to glass fiber/organic thermosetting matrix interface characterization, *App. Comp. Mat.*, **1**, 373-386 (1995).
  48. P. Krawczak, J. Pabiot, Fracture mechanics applied to glass fiber/epoxy matrix interface characterization, *J. Comp. Mat.* **29**, 2230-2253 (1995).
  49. P. Krawczak, J. Pabiot, Influence of the loading mode and the hydrothermal environment on the contribution of the interface to the cohesion of glass/epoxy composites, *Poly. Poly. Comp.* **3**, 299-306 (1995).
  50. J.L. Thomason, Investigation of composite interphase using dynamic mechanical analysis: Artifacts and reality, *Poly. Comp.* **11**, 105-113 (1990).
  51. P.S. Chua, Characterization of the interfacial adhesion using tan delta, Reinforced Plastics/Composite Institute, SPI (1987).
  52. Z. Leia, H. Yuna, D. Yuna, Y. Kang, Numerical analysis of phase-stepping interferometric photoelasticity for plane stress separation, *Opt. Las. Eng.* **45**, 77-82 (2007).
  53. S. Yoneyama, Y. Morimoto, M. Kawamura, Two-dimensional stress separation using phase-stepping interferometric photoelasticity, *Meas. Sci. Technol.* **16**, 1329-1334 (2005).
  54. C. Bonnafous, F. Touchard, L. C. Arnault, C. Dever, Caractérisation expérimentale de l'interface fil/matrice dans les composites chanvre/époxy, JNC 17, Poitiers (2011).
  55. L.G. Melin, H.T. Goldrein, J.M. Huntley, S. Nilsson, S.J.P. Palme, A study of mode delamination cracks by high magnification moiré interferometry, *Comp. Sci. Tech.* **58**, 515-525 (1998).
  56. Y. Mina, M. Hongb, Z. Xic, L. Jiana, Determination of residual stress by use of phase shifting moiré interferometry and hole-drilling method, *Opt. Las. Eng.* **44**, 68-79. (2006).
  57. A. Martinez, R.R. Vera, J.A. Rayas, H.J. Puga, Fracture detection by grating moiré and in-plane ESPI techniques, *Opt. Las. Eng.* **39**, 525-536 (2003).
  58. D. Gabor, A New Microscopic Principles, *Nature* **161**, 777-778 (1948).
  59. S. Paul, Holographie Industrielle, Teknéa, Toulouse, (1994).
  60. R.E. Brooks, L.O. Heflinger, R.F. Wuerker, Interferometry With a Holographically Reconstructed Comparison Beam, *App. Phy. Let.* **7**, 248-249 (1965).
  61. J.M. Burch, A.E. Ennos, R.J. Wilton, Dual and Multiple Beam Interferometry by Wavefront Reconstruction, *Nature*, **209**, 1015-1016 (1966).
  62. K.A. Haines, B.P. Hildebrand, Interferometric Measurements on Diffuse Surfaces by holographic Techniques, *App. Opt.* **5**, 595-602 (1966).
  63. J.E. Sollid, J.B. Swint, A Determination of the Optimum Beam Ratio to Produce Maximum Contrast Photographic Reconstructions from Double-Exposure Holographic Interferograms, *App. Opt.* **9**, 2717-2719 (1970).
  64. J.E. Sollid, Holographic Interferometry Applied to Measurements of Small Static Displacement of Diffusely Reflecting Surfaces, *App. Opt.* **8**, 1587-1595 (1969).
  65. D.N. Borza, Specialized techniques in holographic non-destructive testing of composites, *Comp. Part B*, **29B**, 497-504 (1998).
  66. Y.N. Denisyuk, The reflexion of the optical properties of an object in the wave field of its

- scattered radiation, *Opt. I Spec.* **15**, 522-532 (1963).
67. R. Ambu, F. Aymerich, F. Ginesu, P. Priolo, Assessment of NDT interferometric techniques for impact damage detection in composite laminates, *Comp. Sci. Tech.* **66**, 199-205 (2006).
  68. Y.Y. Hung, Applications of digital shearography for testing of composite structures, *Comp: Part B.* **30**, 765-773 (1999).
  69. Y.Y. Hung, H.P. Ho, Shearography: An optical measurement technique and applications, *Mat. Sci. Eng.* **49**, 61-87 (2005).
  70. W. Steinchen, G. Kupfer, P. Maâckel, F. Voâssing, Determination of strain distribution by means of digital shearography, *Measurement*, **26**, 79-90 (1999).
  71. C.W. Sim, F.S. Chau, S.L. Toh, Vibration analysis and non-destructive testing with real-time shearography, *Opt. Las. Tech.* **27**, 45-49 (1995).
  72. S.L. Toh, C.J. Tay, H.M. Shang, Q.Y. Lin, Time-average shearography in vibration analysis, *Opt. Las. Tech.* **27**, 51-55 (1995).
  73. Y.Y. Hung, Applications of digital shearography for testing of composite structures, *Comp: Part B.* **30**, 765-773 (1999).
  74. H. Steinbichler, G. Gehring, TV-Holography and Holographic Interferometry: Industrial Applications, *Opt. Las. Eng.* **24**, 111-127 (1996).
  75. J. P. Chambard, V. Chalvidan, X. Carniel, J. C. Pascal, Pulsed TV-holography recording for vibration analysis applications, *Opt. Las. Eng.* **38**, 131-143 (2002).
  76. J.V. A. Santos, H. M. R. Lopes, M. Vaz, C.A. M. Soares , M.J.M. de Freitas, Damage localization in laminated composite plates using mode shapes measured by pulsed TV holography, *Comp. Str.* **76**, 272-281 (2006).
  77. M. Honlet, Industrial inspection of composite and metallic aerospace structures using laser ultrasonics, Honlet Optical Systems GmbH.
  78. O. Focke, M. Kalms, C. Kopylow, NDT of free formed CFRP composites with laser ultrasonic, Asia Pacific Conference on NDT, 2006.
  79. H. Trétout, Review of advanced ultrasonic techniques for aerospace structures, *NDT.net*, **3** (1998).
  80. I.G. Matiss, V.D. Shtrauss, Multi-parameter dielectric relaxation spectrometry for quality control of composites, *Poly. Poly. Comp.* **4**, 189-194, (1996).
  81. A. Triki, M. Guicha, Med Ben Hassen, M. Arous, Z. Fakhfakh, Studies of dielectric relaxation in natural fibres reinforced unsaturated polyester, *Springer*, **46**, 3698-3707, (2011).
  82. M. Arous, I. Ben Amor, S. Boufi, A. Kallel, Experimental study on dielectric relaxation in alfa fiber reinforced epoxy composites, *Appl. Poly. Sci.* **106**, 3631-3640, (2007).

## **Chapitre 2**

### **Choix de la méthode d'holographie numérique**



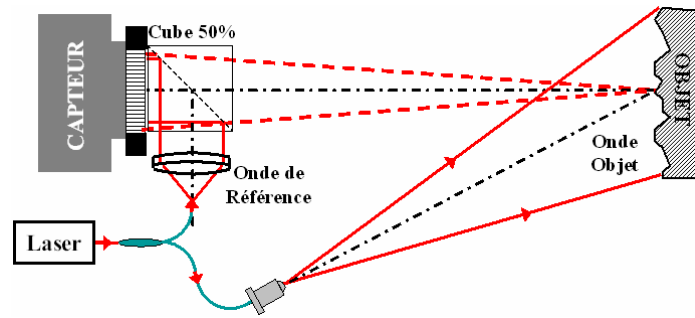
## 2.1 Introduction

Les techniques optiques basées sur le phénomène de speckle sont maintenant largement utilisées dans le domaine de la mécanique expérimentale. Leurs principaux avantages sont d'être non intrusives et sans contact. En outre, les techniques optiques donnent accès à des cartes de déplacement avec une résolution spatiale élevée permettant le calcul de paramètres mécaniques, également avec une haute résolution spatiale. L'interférométrie holographique numérique est bien adaptée pour la mesure quantitative de déplacements à l'échelle microscopique.

L'holographie numérique a été établie expérimentalement dans les années 90 [1,2]. Dernièrement, de nombreuses possibilités fascinantes ont été démontrées : la mise au point peut être choisie librement [3], un hologramme unique peut fournir une mesure du contraste de phase en imagerie microscopique [4], les aberrations du système optique peuvent être compensées [5], les propriétés des matériaux peuvent être étudiées [6], l'holographie numérique couleur [7,8] et le temps moyenné sont également possibles [9]. Les approches théoriques pour les algorithmes de reconstruction ont été décrites par plusieurs auteurs [10-14]. Le traitement des hologrammes numériques est généralement basé sur la transformée discrète de Fresnel [11], qui est appliquée sur un unique hologramme numérique [1] ou après un prétraitement sur la base d'hologrammes décalés en phase [2,15].

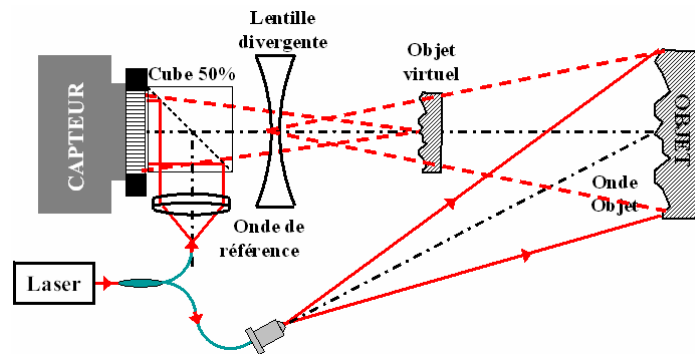
L'holographie numérique présente différentes architectures telles que holographie de Fresnel, holographie de Fourier, holographie de Fourier sans lentille et holographie image [16,17]. La figure 2.1 montre la configuration de Fresnel dans laquelle l'objet est placé devant le capteur à une certaine distance, et diffracte la lumière en champ libre [1,11]. L'onde de référence est mélangée avec l'onde objet par l'intermédiaire du cube. En général, l'onde de référence est plane et légèrement inclinée, ce qui confère le caractère « hors axe » au montage holographique. La reconstruction du champ objet est obtenue par une transformation de Fourier de l'hologramme multiplié par un terme de phase quadratique lié à la distance de propagation objet-capteur. La figure 2.2 montre une configuration incluant une lentille divergente, ce qui permet de réduire la bande passante spatiale de l'objet, et ainsi respecter les conditions de Shannon [18]. L'image de l'objet est virtuelle, droite, de taille plus petite, et localisée devant le capteur. Cette configuration permet de diminuer la distance objet-capteur de la configuration de Fresnel. La reconstruction inclut également la multiplication par la phase quadratique, avec la distance objet virtuel-capteur.



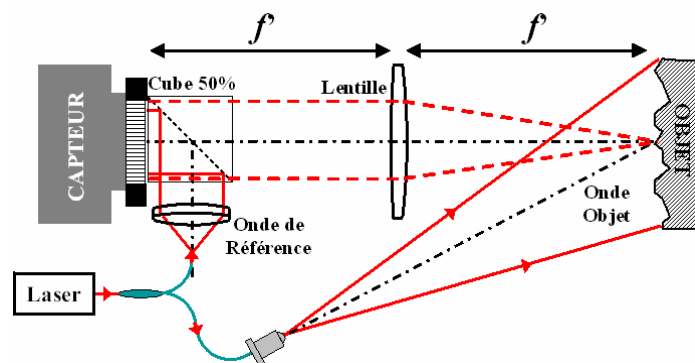


**Figure 2.1 : Holographie de Fresnel**

La figure 2.3 montre la configuration d’holographie de Fourier avec lentille [16,17]. Une lentille convergente est insérée entre l’objet et le capteur. La distance focale de la lentille est telle que l’objet est placé au foyer objet de la lentille et le capteur est placé au foyer image. La reconstruction du champ objet est obtenue par une transformation de Fourier de l’hologramme enregistré. La lentille produit une phase quadratique qui compense celle de la transformée de Fresnel. Notons que la lentille ne forme pas l’image de l’objet sur le plan capteur.

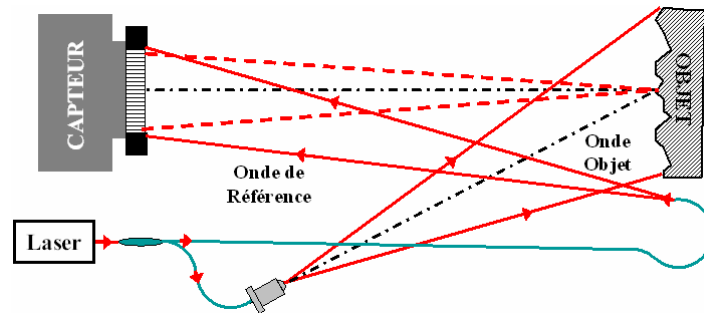


**Figure 2.2 : Holographie de Fresnel avec réduction du spectre de fréquences spatiales de l’objet**



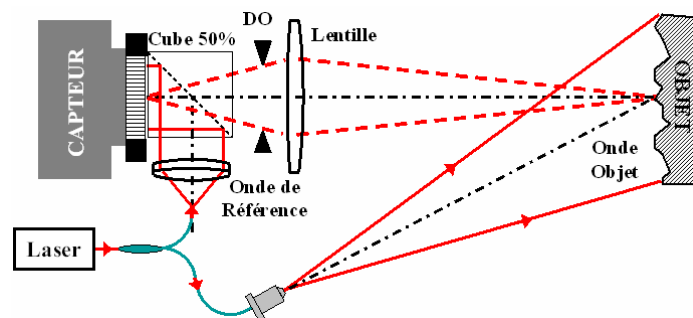
**Figure 2.3 : Holographie de Fourier**

La figure 2.4 illustre la configuration d'holographie de Fourier dite « sans lentille » (« Lens-Less Fourier Holography » en anglais [13,17]). La particularité du montage est que l'onde de référence est maintenant sphérique et que le point source est placé dans le plan de l'objet. L'objet diffracte en champ libre et l'onde de référence a la même courbure que l'onde objet. Ces courbures se compensent et la reconstruction du champ objet est donné directement par la transformée de Fourier de l'hologramme enregistré.



**Figure 2.4 : Holographie de Fourier sans lentille**

La dernière configuration est celle dite « holographie image » et décrite sur la figure 2.5. Une lentille convergente est placée entre objet et capteur et elle forme l'image de l'objet sur le plan capteur (ou au proche voisinage). Cette configuration est celle utilisée très souvent en microscopie holographique numérique. Un diaphragme d'ouverture est associé à cette lentille (DO) et il limite le cône lumineux des rayons provenant de l'objet.



**Figure 2.5 : Holographie image**

Pour simplifier les appellations au cours de ce Chapitre, on notera :

- DFH, acronyme de « Digital Fresnel Holography », la méthode d'holographie numérique de Fresnel (Figure 2.1),
- DIPH, acronyme de « Digital Image-Plane Holography », la méthode d'holographie numérique image (Figure 2.5).

Les méthodes DFH et DIPH trouvent leur intérêt en métrologie sans contact avec des applications pour l'étude des contraintes mécaniques, des vibrations, de champs des déplacements ou de mesures de forme de surface [8,11,13,16,17]. Il y a quelques fortes similitudes entre les cinq méthodes d'holographie numérique, en particulier concernant le traitement des données et leur lien intime avec l'analyse de Fourier. D'un point de vue expérimental, la technique de Fresnel avec réduction du spectre de fréquences est intéressante pour des objets de grandes dimensions [18]. Dans le cadre de cette thèse, les objets auront des tailles modestes, et cette méthode ne sera pas développée. La technique d'holographie de Fourier est complexe à mettre en oeuvre si on doit placer un point source dans le plan de l'objet, ceci étant d'autant plus critique si cet objet doit être soumis à des chargements mécaniques (statiques ou lentement variables). La solution utilisant la lentille ne présente pas d'atouts indiscutables. Les deux méthodes expérimentales qui présentent un intérêt pour les applications en acoustique et mécanique sont donc DFH et DIPH. Ainsi, le choix de la méthode devrait s'appuyer sur les atouts de l'une par rapport à l'autre. Cependant, certaines figures de mérite expliquant les avantages et les inconvénients des méthodes n'ont pas été discutées dans la littérature. Ce Chapitre a pour objet la comparaison entre les méthodes DFH et DIPH. En particulier, la configuration image montre quelques particularités qui seront détaillées : le rôle du diaphragme d'ouverture du système d'imagerie. Nous proposons une analyse de l'influence de l'ouverture sur la base de cinq critères : traitement numérique, filtrage, résolution spatiale, bruit de décorrélation et photométrie.

Dans la littérature, le traitement des hologrammes numériques peut être basé sur la méthode du décalage de phase [2], ce qui nécessite au moins trois enregistrements pour traiter efficacement les données [15]. Une grande quantité d'articles de revues décrivant les aspects des arrangements des déphasages et de traitement est disponible, et ne sera pas discutée ici [16]. Ce Chapitre se concentre sur le cas où les hologrammes numériques sont enregistrés hors axe [1,11,14] et où la phase et l'amplitude du champ objet peuvent être extraits avec un seul hologramme.

Ce choix se justifie comme suit : l'enregistrement d'un hologramme unique par instant est un outil puissant pour étudier les événements dynamiques et réaliser des acquisitions à grande vitesse. Des exemples démontrant les potentialités d'une telle approche peuvent être trouvés dans [19] pour la méthode DFH et [20,21] pour DIPH. Comme nous cherchons à comparer objectivement les deux méthodes, les mêmes contraintes doivent être appliquées.

En effet, l'optimisation expérimentale de ces méthodes peut être réalisée selon plusieurs degrés de liberté. L'amplitude de l'onde de référence peut notamment être augmentée, par rapport à celle du faisceau objet, afin d'obtenir une plus grande souplesse dans les conditions de Shannon lors de l'enregistrement, en particulier pour ce qui concerne le non-chevauchement des trois ordres de diffraction [22,23]. Nous considérerons ici que les ondes de référence des deux méthodes sont des ondes planes et sont expérimentalement ajustées pour avoir la même amplitude. On mettra donc l'accent sur l'information portée par l'onde objet lorsque l'objet est éclairé sous les mêmes conditions. Les fréquences spatiales du faisceau de référence sont fixées et pour DIPH, une lentille est ajoutée pour former l'image sur la zone du capteur. Cette lentille est associée à un diaphragme à iris, dont le rôle est de limiter l'ouverture du faisceau à travers le système d'imagerie. En 1997 [22], G. Pedrini a présenté la première étude comparative entre DFH et DIPH et il a montré que DIPH est un cas particulier de DFH, car l'hologramme numérique reconstruit conduit à la simulation de l'amplitude complexe dans tout l'espace, et non pas seulement au plan capteur. G. Pedrini [22] a également discuté qualitativement des reconstructions d'objets et des résolutions spatiales des deux méthodes. L'approche proposée ici a pour but de tenir compte à la fois des aspects théoriques et expérimentaux pour permettre une comparaison quantitative et beaucoup plus objective.

Notons que la configuration DIPH correspond aussi à un montage particulier de la méthode d'interférométrie de speckle examinée exhaustivement par P. Jacquot [24]. Cependant, pour éviter toute confusion, l'objectif de ce Chapitre n'est pas d'établir une comparaison généralisée entre l'holographie numérique et l'interférométrie de speckle. En effet, les méthodes d'interférométrie de speckle sont surabondantes et se répartissent dans au moins trois principales familles : référence en ligne, éclairage double et configurations de cisaillement [24]. Dans la famille des montages à référence en ligne, qui semble à avoir une certaine similitude avec DIPH, plusieurs variantes peuvent être envisagées, y compris par exemple le choix entre un faisceau de référence « speckle » ou « lisse », et l'alignement strict ou relaxé du faisceau objet, chaque configuration présentant ses propres avantages et inconvénients.

Ce Chapitre est construit autour de 3 parties : la première rappelle les bases de l'holographie numérique et détaille les attributs des méthodes DIPH et DFH, la seconde partie présente une analyse détaillée afin de comparer l'holographie numérique de Fresnel et

l'holographie numérique image. L'analyse est basée sur les aspects théoriques et expérimentaux. En particulier, une analyse théorique de l'influence de l'ouverture de la lentille dans le cas de l'holographie image est proposée. Le filtrage optimal et les conditions de recouvrement d'image sont ainsi établis. Les résultats expérimentaux présentés dans la troisième partie confirment la justesse de l'analyse théorique. La conclusion rappelle les principaux résultats obtenus lors de cette étude et les conséquences qui en découlent pour nos applications aux matériaux composites, dans les Chapitres 3 et 4.

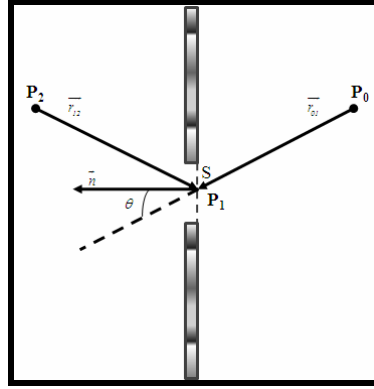
## **2.2 Bases de l'holographie numérique**

Les phénomènes primaires constituant l'holographie sont les interférences et la diffraction, qui ont lieu en raison de la nature ondulatoire de la lumière. L'hologramme est caractérisé par les interférences entre deux ondes : onde objet et onde de référence. La combinaison de ces deux ondes contient l'information du champ objet étudié, en termes d'amplitude complexe. Ainsi, l'holographie est un procédé d'enregistrement de la phase et de l'amplitude de l'onde diffractée par un objet. Ce procédé d'enregistrement permet de restituer ultérieurement une image en trois dimensions. Ceci est réalisé en utilisant les propriétés de la lumière cohérente issue des lasers. L'holographie « numérique » diffère de l'holographie « analogique » par les supports d'enregistrements et par la mise en œuvre du procédé de restitution de l'image de l'objet. La restitution des informations de phase et d'amplitude est assurée par la simulation numérique de la diffraction de l'onde de référence sur la matrice « hologramme numérique ».

Ce paragraphe pose les bases physiques de l'holographie numérique dans le cadre des approximations de Fresnel.

### **2.2.1 Diffraction**

La diffraction est le comportement des ondes lorsqu'elles rencontrent un obstacle qui ne leur est pas complètement transparent ; le phénomène peut être interprété par la diffusion d'une onde par les points de l'objet. La diffraction se manifeste par le fait qu'après la rencontre avec un objet, l'énergie de l'onde n'est pas conservée selon les lois de l'optique géométrique. Ce phénomène a été largement étudié par Huygens-Fresnel et Kirchhoff et très bien présenté par Goodman [25]. La théorie de la diffraction, dans sa forme élémentaire, repose sur le principe de Huygens-Fresnel (Figure 2.6).



**Figure 2.6 : Principe d'Huygens-Fresnel et pupille diffractante**

Considérons une surface diffractante  $S$  et un point source en  $P_2$  émettant un faisceau d'amplitude  $A_0$  et de vecteur d'onde  $k$ , illuminant la surface  $S$ . Chaque élément de surface  $ds$  atteint par la lumière se comporte comme une source secondaire qui émet des ondes sphériques d'amplitude ( $j = \sqrt{-1}$ ) :

$$U(P_1) = A_0 \frac{\exp(jkr_{12})}{r_{12}} \quad (2.1)$$

Le champ diffracté en  $P_0$  est donc décrit par la superposition des différentes ondes sphériques émises depuis la surface d'onde primaire. L'amplitude complexe au point  $P_0$  est donnée par une intégrale de superposition :

$$\begin{aligned} U(P_0) &= \frac{1}{j\lambda} \iint_S U(P_1) \frac{\exp(jkr_{01})}{r_{01}} \cos(\vec{n}, \vec{r}_{01}) dS \\ &= \frac{A_0}{j\lambda} \iint_S \frac{\exp(jk(r_{01} + r_{12}))}{r_{01}r_{12}} \cos \theta dS \end{aligned} \quad (2.2)$$

Sur la figure 2.7, l'ouverture diffractante est placée dans le plan  $(x,y)$  et l'onde se propage suivant les  $z$  positifs. On s'intéresse à l'onde secondaire propagée dans le plan  $(X,Y)$  situé à la distance  $z = d_0$  du front d'onde primaire.

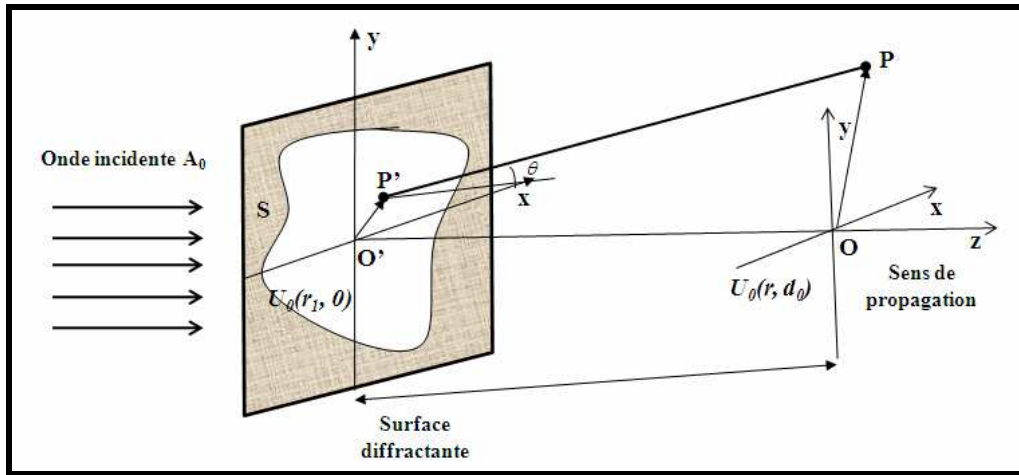


Figure 2.7 : Diffraction par une ouverture

D'après la figure, on constate que :

$$U_o(X, Y, d_o) = \frac{1}{j\lambda} \int_{-\infty}^{+\infty} \int_{-\infty}^{+\infty} A(x, y) \frac{\exp(jkr)}{r} \cos \theta dx dy \quad (2.3)$$

Avec  $r = \sqrt{d_o^2 + (X - x)^2 + (Y - y)^2}$  et  $\cos(\theta) = \frac{d_o}{r}$

D'après le principe d'Huygens-Fresnel, l'équation (2.3) devient :

$$U_o(X, Y, d_o) = \frac{-jd_o}{\lambda} \int_{-\infty}^{+\infty} \int_{-\infty}^{+\infty} A(x, y) \frac{\exp\left(2j\pi/\lambda \sqrt{d_o^2 + (X - x)^2 + (Y - y)^2}\right)}{d_o^2 + (X - x)^2 + (Y - y)^2} dx dy \quad (2.4)$$

Cette équation est une équation de convolution entre le champ initial  $U(x, y, z)$  et une fonction  $h(x, y, d_o)$  appelée réponse impulsionnelle de l'espace libre (la propagation est considérée en champ libre) :

$$U(X, Y, d_o) = A(X, Y) * h(X, Y, d_o) \quad (2.5)$$

La réponse impulsionnelle de l'espace libre est donnée par :

$$h(X, Y, d_o) = -\frac{jd_o}{\lambda} \frac{\exp\left(2j\pi/\lambda \sqrt{d_o^2 + X^2 + Y^2}\right)}{d_o^2 + X^2 + Y^2} \quad (2.6)$$

Dans les conditions d'approximation de Fresnel,

$$d_0 \gg \frac{\pi}{4\lambda} \left[ (X-x)^2 + (Y-y)^2 \right]_{max}^2 \quad (2.7)$$

La fonction  $h(x,y,d_0)$  devient

$$h(X,Y,d_0) = -\frac{jd_0}{\lambda} \exp\left(\frac{2j\pi d_0}{\lambda}\right) \exp\left(\frac{j\pi}{\lambda d_0}(X^2 + Y^2)\right) \quad (2.8)$$

Sous ces conditions, le champ diffracté à la distance  $d_0$  s'exprime maintenant :

$$U_o(X,Y,d_0) = -\frac{j \exp(2j\pi d_0/\lambda)}{\lambda d_0} \exp\left(\frac{j\pi}{\lambda d_0}(X^2 + Y^2)\right) \times \iint A(x,y) \exp\left(\frac{j\pi}{\lambda d_0}(x^2 + y^2)\right) \exp\left(\frac{-2j\pi}{\lambda d_0}(xX + yY)\right) dx dy \quad (2.9)$$

L'équation (2.9) s'appelle la transformée de Fresnel.

Ce champ diffracté interférera avec une onde de référence sur le support photosensible. Ce phénomène physique intervenant dans l'enregistrement des hologrammes est le phénomène d'interférences lumineuses que nous présenterons par la suite.

### 2.2.2 Interférences lumineuses

Pour coder l'information, l'holographie nécessite de constituer des interférences entre l'onde diffractée par l'objet et une onde de référence dans le plan d'observation.

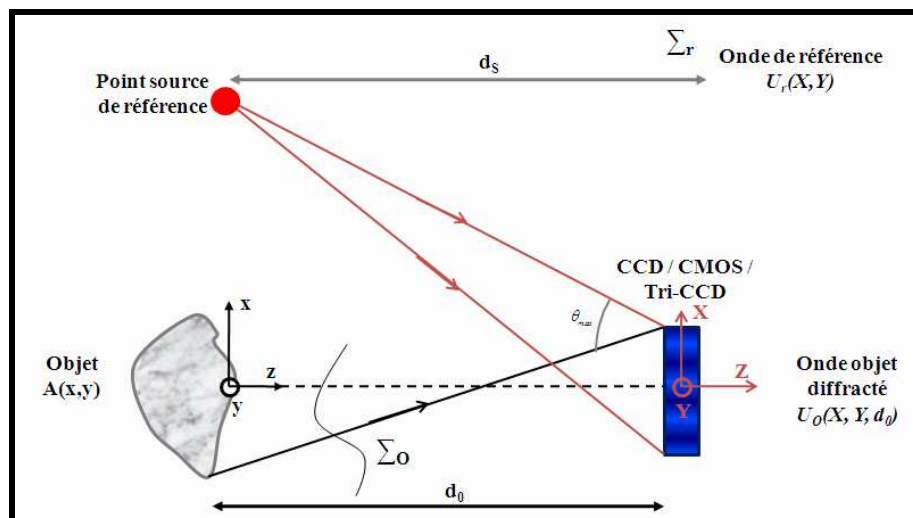


Figure 2.8 : Interférences lumineuses



Les interférences sont un phénomène qui se produit lorsque deux ou plusieurs ondes de même nature se superposent, et nécessitent l'utilisation d'une source spatialement et temporellement cohérente.  $U_r$  est l'amplitude complexe du front d'onde de référence au plan d'enregistrement :

$$U_r(X, Y) = a_r(X, Y) \exp(i\varphi_r(X, Y)) \quad (2.10)$$

Avec  $a_r$  son amplitude supposée uniforme et  $\varphi_r$  sa phase.

Le champ diffracté  $U_0$  par l'objet à la distance  $d_0$ , peut être exprimé par :

$$U_0(X, Y) = a_0(X, Y) \exp(i\varphi_0(X, Y)) \quad (2.11)$$

L'interférogramme obtenu dans le plan d'enregistrement est :

$$H = |U_r + U_0|^2 = |U_r|^2 + |U_0|^2 + U_r^* U_0 + U_r U_0^* \quad (2.12)$$

Les franges d'interférences générées par les deux ondes objet et référence, faisant entre elles un angle  $\theta$  ont pour interfrange (Figure 2.8) :

$$i = \frac{\lambda}{2 \sin(\theta/2)} \quad (2.13)$$

La fréquence d'échantillonnage est limitée par le capteur à :

$$f_e = \frac{1}{\max(p_x, p_y)} \quad (2.14)$$

Avec  $p_x$  et  $p_y$  les pas des pixels du capteur dans les directions  $x$  et  $y$ . Cependant la résolution doit respecter le critère de Shannon, soit  $f_e \geq 2/i$ . Ainsi, l'angle maximum entre les deux ondes est :

$$\theta_{\max} \leq 2 \arcsin \left( \frac{\lambda}{4 \max(p_x, p_y)} \right) \quad (2.15)$$

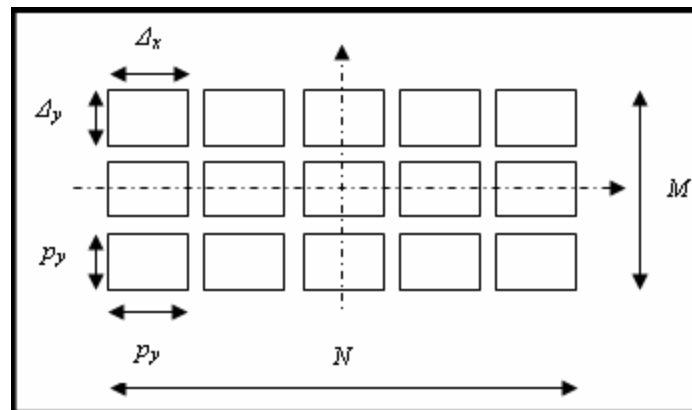
La relation (2.15) fixe l'angle maximum acceptable entre les deux ondes, dans le plan du capteur. Cet angle dépend du pas des pixels. Pour  $\lambda = 532\text{nm}$  et  $p_x = p_y = 4,65\mu\text{m}$ , on a  $\theta_{max} \leq 3,27^\circ$ .

## 2.2.3 Enregistrement d'un hologramme numérique

### 2.2.3.1 Technologie du capteur

Le support photosensible est l'un des éléments principaux de la chaîne de mesure. Un capteur d'images est un composant électronique photosensible servant à convertir un rayonnement électromagnétique (UV, visible ou IR) en un signal électrique analogique. Ce signal est ensuite amplifié, puis numérisé par un convertisseur analogique-numérique et enfin traité pour obtenir une image numérique. Le capteur met à profit l'effet photoélectrique, qui permet aux photons incidents de générer des électrons à chaque élément actif (photosite ou pixel) d'une matrice de capteurs élémentaires constitués de photodiodes. Il est nettement plus efficace que la pellicule photographique : jusqu'à 99 % (en théorie) et près de 50 % (en pratique) des photons reçus permettent de collecter un électron, contre environ 5 % de photons qui révèlent le grain photosensible d'une pellicule argentique.

Deux grandes familles de capteurs sont disponibles : CCD et CMOS.



**Figure 2.9: Matrice de pixels**

Quel que soit le capteur utilisé (CMOS ou CCD), le support d'enregistrement comportera, respectivement aux directions  $X$ ,  $Y$  du plan d'enregistrement,  $N \times M$  pixels de pas  $p_x \times p_y$ . Chacun de ces pixels est de dimension  $\Delta_x \times \Delta_y$  (Figure 2.9).

### Le capteur monochrome CCD

Le capteur monochrome CCD (Charge-Coupled Device, ou dispositif à transfert de charge) utilisé, de marque PCO Pixel Fly, assure la conversion d'un signal lumineux en un signal électrique. Cette technique introduite en 1969 est en usage courant depuis la fin des années 70 et fournit des détecteurs pour les domaines visible, infrarouge et proche UV. Cette technologie est la plus simple à fabriquer et possède une bonne sensibilité. Il existe actuellement 3 types principaux de CCD. Les CCD « pleine trame » sont typiquement les plus sensibles à la lumière et offrent un meilleur rendement. Leur inconvénient provient de la présence d'un obturateur mécanique qui aura une durée de vie limitée. Aussi, ces CCD ne peuvent pas enregistrer une nouvelle image avant que la matrice ne soit lue. Le CCD « à transfert de trame » utilise un capteur divisé en 2 parties. L'avantage de cette architecture est que la sensibilité est la même que pour un CCD pleine trame, mais qu'elle est moins sensible aux trainées que cette dernière. Cependant, des trainées se produiront si la source de lumière est très intense (phénomène de blooming). Au lieu d'utiliser une matrice complète pour le transfert de trame, le CCD « à transfert interligne » dispose de colonnes masquées sur la matrice photosensible elle-même. Le désavantage de cette configuration est que la taille effective de la partie sensible est réduite, mais cela peut être compensé par l'utilisation de micro-lentilles qui concentrent la lumière sur les pixels. Les 3 types de CCD fonctionnent tous de la même manière pour convertir les photons en électrons, mais c'est la méthode de lecture et donc la manière dont les pixels sont organisés qui change (figure 2.10). Le capteur Pixel Fly est de type à transfert de trame.

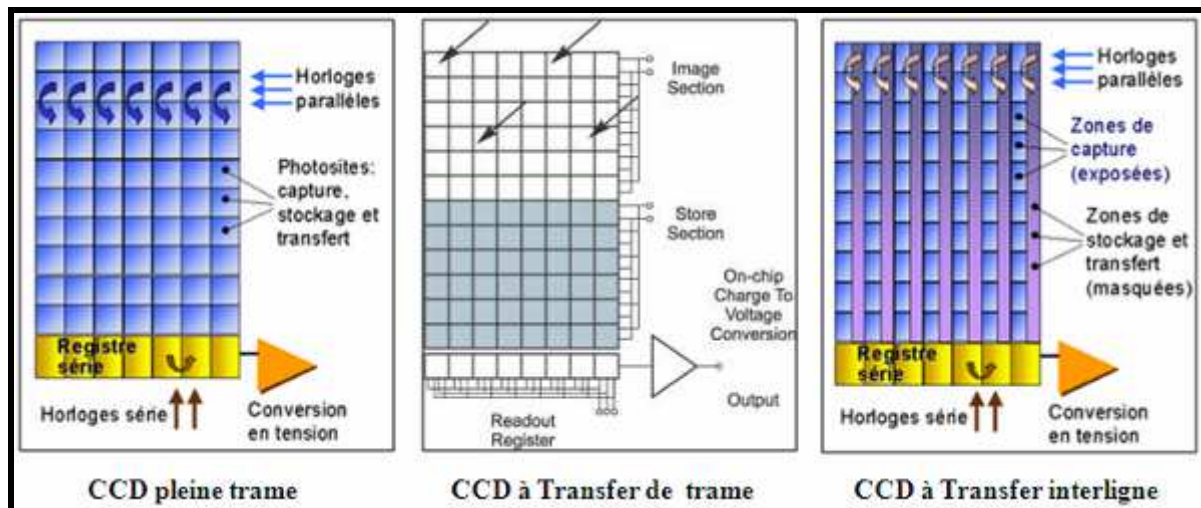
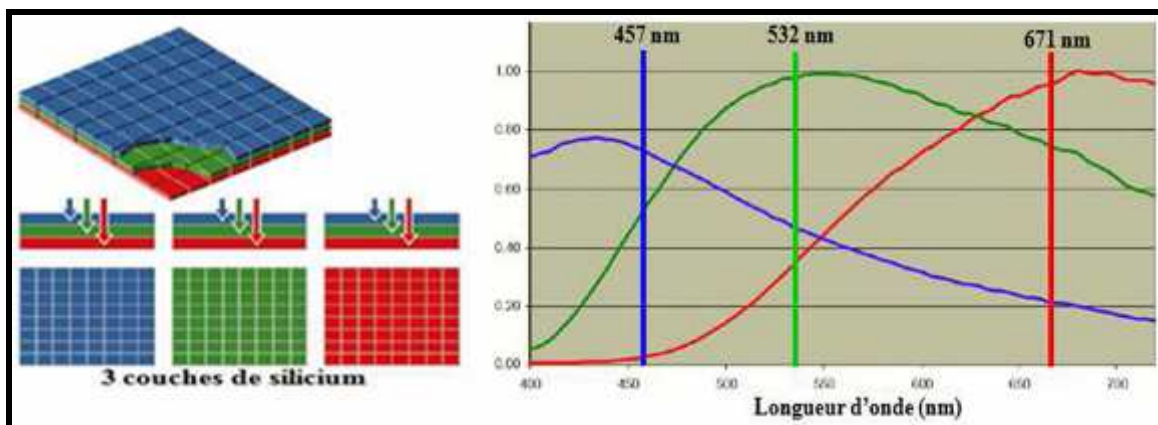


Figure 2.10 : Principe des différents types de CCD

### Capteur à base de stack de photodiodes

Le dispositif d'holographie numérique couleur utilise un capteur d'images basé sur un stack de photodiodes (Fovéon X3). Ce capteur CMOS comporte trois couches séparées de détecteurs de pixels intégrés dans le silicium. Chaque couche enregistre une couleur différente. Puisque les couches sont empilées, toutes les couleurs sont capturées. La sélectivité spectrale est alors relative à la profondeur

de pénétration des photons dans le silicium. Cependant, le capteur n'a pas une sélectivité optimale ce qui est montré sur la figure 2.11. Les photons rouges et verts peuvent être détectés dans la bande bleue, des photons rouges et bleus dans la bande verte, des photons verts dans la bande rouge, la probabilité de trouver des photons bleus dans la bande rouge et les photons rouge dans la bande bleue étant relativement faible. Dans ces conditions, il est difficile de reconstruire les hologrammes monochromes indépendamment et encore plus de faire de la métrologie multidimensionnelle. Pour cela, on a choisi de créer un décalage spectral des hologrammes dans le plan de Fourier, par multiplexage spatio-chromatique, en donnant à la référence verte une porteuse spatiale indépendante. Les références bleu et rouge ont été combinées en un unique faisceau de référence.



*Figure 2.11 : Sélectivité des filtres chromatiques du capteur Fovéon X3*

### Capteur d'enregistrement 3CCD

Le détecteur matriciel 3CCD est équipé d'un prisme et de trois capteurs CCD (pour le rouge, le vert et le bleu). La lumière incidente est séparée par le prisme dichroïque, qui oriente chaque longueur d'onde vers son capteur CCD. Contrairement aux technologies précédentes, ce capteur offre une bonne résolution spatiale et un excellent rendu des couleurs. La sélectivité spectrale du capteur est très bien adaptée à la détection trichromatique (Figure 2.12). De ce fait, aucun photon rouge ou vert n'est détecté dans la bande bleue et vice versa.

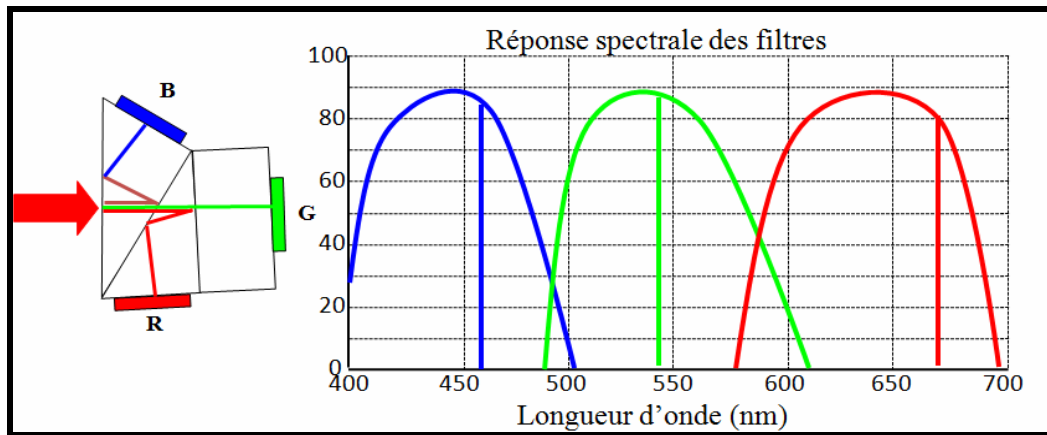


Figure 2.12 : Capteur d'enregistrement 3CCD

### 2.2.3.2 Optimisation de l'enregistrement

En règle générale, considérons un objet étendu, de taille  $\Delta A_x \times \Delta A_y$ , illuminé par une onde monochromatique cohérente de longueur d'onde  $\lambda$  et un ensemble de coordonnées de référence fixées à l'objet  $(x,y,z)$  et au plan d'enregistrement  $(X,Y,z)$ .

Dans le cas de l'holographie numérique de Fresnel, l'objet diffracte une onde vers le plan d'enregistrement localisé à la distance  $d_0$ . La figure 2.13 illustre le dispositif expérimental.

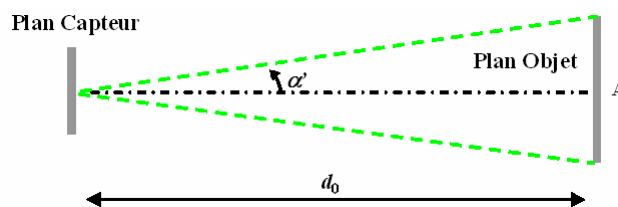


Figure 2.13 : Schéma de principe du dispositif pour holographie numérique de Fresnel

La surface objet produit un front d'onde qui sera noté selon l'équation (2.16) :

$$A(x, y) = A_0(x, y) \exp(i\psi_0(x, y)) \quad (2.16)$$

L'amplitude  $A_0$  décrit la réflectivité de l'objet et  $\psi_0$  décrit son état de surface et son relief ou forme. La phase  $\psi_0$  est aléatoire et uniforme sur  $[-\pi, +\pi]$ . Quand on tient compte de la théorie de la diffraction sous les approximations de Fresnel [25], l'onde objet diffractée à la distance  $d_0$  est exprimée par la relation suivante:

$$\begin{aligned}
 O(x, y, d_0) = & -\frac{i \exp(2i\pi d_0 / \lambda)}{\lambda d_0} \exp\left(\frac{i\pi}{\lambda d_0}(x^2 + y^2)\right) \\
 & \times \iint A(X, Y) \exp\left(\frac{i\pi}{\lambda d_0}(X^2 + Y^2)\right) \exp\left(-\frac{2i\pi}{\lambda d_0}(xX + yY)\right) dXdY
 \end{aligned} \tag{2.17}$$

Du fait de la rugosité de l'objet, le champ diffracté à la distance  $d_0$  est un champ de speckle qui a une phase aléatoire et uniforme sur  $[-\pi, +\pi]$ . Dans le plan de Fourier, l'onde objet occupe une bande de fréquences spatiales égale à  $\Delta u \times \Delta v = (\Delta A_x / \lambda d_0) \times (\Delta A_y / \lambda d_0)$ . Dans le plan d'enregistrement, l'onde objet est mélangée avec une onde de référence plane écrite comme :

$$R(x, y) = a_r \exp(2i\pi(u_0 x + v_0 y)) \tag{2.18}$$

Avec  $a_r$  son module et  $(u_0, v_0)$  sont les fréquences spatiales porteuses. Dans le cas où  $(u_0, v_0) \neq (0, 0)$  on est en configuration « hors axe » et quand  $(u_0, v_0) = (0, 0)$  on est en configuration « en ligne ». Comme précisé auparavant, nous considérons ici le cas « hors-axe ». Le capteur reçoit un éclaircissement similaire à (2.12), que nous noterons :

$$H = |O|^2 + |R|^2 + OR^* + O^* R \tag{2.19}$$

Le théorème de Shannon (relation (2.15)) appliqué à l'holographie numérique « hors-axe », avec pour résultat la séparation spatiale des trois ordres de diffraction apparaissant dans l'équation (2.19), mène à la distance optimale d'enregistrement [14]. Pour une forme d'objet circulaire de diamètre  $\Delta A = \Delta A_x = \Delta A_y$  :

$$d_0 = \frac{(2 + 3\sqrt{2})p_x}{2\lambda} \Delta A \tag{2.20}$$

Idéalement, les fréquences spatiales de l'onde de référence doivent être ajustées sur [14]:

$$\begin{cases}
 u_0 = \pm \frac{1}{p_x} \left( \frac{1}{2} - \frac{1}{2 + 3\sqrt{2}} \right) \\
 v_0 = \pm \frac{1}{p_y} \left( \frac{1}{2} - \frac{1}{2 + 3\sqrt{2}} \right)
 \end{cases} \tag{2.21}$$

De même pour un objet de forme carrée de coté  $\Delta A = \Delta A_x = \Delta A_y$ , on obtient la distance optimale d'enregistrement suivante [14] :

$$\begin{cases} u_0 = \pm \frac{3}{8p_x} \\ v_0 = \pm \frac{3}{8p_y} \end{cases} \quad (2.22)$$

Pratiquement, les fréquences spatiales peuvent être ajustées en procédant comme suit : le faisceau de référence est perpendiculaire au plan de l'enregistrement mais l'objet est latéralement décalé de quantités :

$$\begin{cases} \Delta X = \frac{\lambda d_0}{p_x} \left( \frac{1}{2} - \frac{1}{2 + 3\sqrt{2}} \right) \\ \Delta Y = \frac{\lambda d_0}{p_y} \left( \frac{1}{2} - \frac{1}{2 + 3\sqrt{2}} \right) \end{cases} \quad (2.23)$$

Dans le cas d'un objet carré, le décalage est :

$$\begin{cases} \Delta X = \frac{3 \lambda d_0}{8 p_x} \\ \Delta Y = \frac{3 \lambda d_0}{8 p_y} \end{cases} \quad (2.24)$$

#### 2.2.4 Reconstruction d'un hologramme numérique

Le processus de reconstruction des hologrammes peut être mené par de nombreuses stratégies. Les reconstructions de l'amplitude et de la phase de l'objet codé sont basées sur la simulation numérique de la diffraction sur l'ouverture numérique incluse dans l'hologramme numérique. Pour une distance de reconstruction égale à  $d_r = -d_0$ , le champ reconstruit  $A_r$  est donné par la version discrète de l'équation (2.17) (connue comme l'algorithme « Discrete Fresnel Transform ») [1,11,14]. L'ordre +1 est alors localisé aux coordonnées spatiales  $(\lambda d_0 u_0, \lambda d_0 v_0)$ . En raison des conditions de Shannon, la distance minimale qui peut être entrée dans l'algorithme est donné par  $d_0 \geq \max\{Np_x^2/\lambda, Mp_y^2/\lambda\}$ . Le calcul donne un résultat complexe, duquel on peut évaluer l'amplitude (module) et la phase (argument) de l'image.

L'intégrale de diffraction de Fresnel de l'équation (2.17) est discrétisée en remplaçant la double intégrale par une double sommation et les coordonnées du plan d'enregistrement sont échantillonnées avec un pas correspondant à celui de la matrice de pixels. La transformée de Fresnel discrétisée est écrite :

$$A_r(n\Delta\eta, m\Delta\xi) = \sum_{k=0}^{K-1} \sum_{l=0}^{L-1} H(lp_x, kp_y) \exp\left(-\frac{i\pi}{\lambda d_r} (l^2 p_x^2 + k^2 p_y^2)\right) \exp\left(\frac{2i\pi}{\lambda d_r} \left(\frac{ln}{L} + \frac{km}{K}\right)\right) \quad (2.25)$$

Où  $l, k, n, m$  sont des indices correspondant respectivement aux versions discrètes de  $X, Y, x, y$ . Si la reconstruction est calculée avec  $(K, L) \geq (M, N)$  points, alors les pas d'échantillonnage de  $A_r$  sont égaux à  $\Delta\eta = \lambda d_0 / L p_x$  et  $\Delta\xi = \lambda d_0 / K p_y$  [11,14]. La transformée de Fresnel discrète est adaptée à une large variété de formes et de tailles d'objets.

La deuxième possibilité pour reconstruire l'objet est basée sur les formules de convolution de la diffraction. Une description approfondie a été fournie par Kreis en 1997 [11] et un algorithme à grandissement variable a été décrit dans [12,26-28]. Ceci signifie que le champ reconstruit est obtenu par cette équation de convolution (\* signifie convolution), à n'importe quelle distance  $d_r$  :

$$A_r(x, y, d_r) = \{w(x, y) H(x, y)\} * h(x, y, d_r) \quad (2.26)$$

Où  $h(x, y, d_r)$  est le noyau associé à la diffraction sur la distance  $d_r$ ,  $w(x, y) = \exp(i\pi(x^2 + y^2) / \lambda R_c)$  est un front d'onde sphérique numérique de reconstruction dont le rayon de courbure est  $R_c$ . Les paramètres de reconstruction sont reliés au grandissement de l'image reconstruite  $\gamma$ , de telle sorte que  $d_r = -\gamma d_0, R_c = \gamma d_0 / (\gamma - 1)$ . Le grandissement peut être choisi avec  $\gamma = \min\{L p_x / \Delta A_x, K p_y / \Delta A_y\}$ , ce qui signifie que l'objet reconstruit couvre l'horizon reconstruit de taille  $L p_x \times K p_y$  [12].

Le noyau de convolution peut être la réponse impulsionnelle de la propagation libre dans l'espace. Un tel noyau mène à une fonction de transfert qui est la transformée de Fourier de la réponse impulsionnelle. L'expression mathématique de  $h$  est donnée par Goodman [25] et doit être adaptée à l'holographie hors-axe, en localisant la fonction de transfert à l'aide du théorème de modulation [26] :



$$h(x, y, d_r) = \frac{id_r}{\lambda} \frac{\exp\left[2i\pi / \lambda \sqrt{d_r^2 + x^2 + y^2}\right]}{d_r^2 + x^2 + y^2} \exp(-2i\pi(u_0x + v_0y)) \quad (2.27)$$

La fonction de transfert du spectre angulaire peut également être employée comme fonction de transfert du processus de reconstruction. Dans ce cas l'expression mathématique doit être adaptée et donnée par [12] :

$$G(u, v, d_r) = \begin{cases} \exp\left[2i\pi d_r / \lambda \sqrt{1 - \lambda^2(u - u_0)^2 - \lambda^2(v - v_0)^2}\right] \\ \quad \text{si } |u - u_0| \leq Lp_x / 2\lambda d_r \text{ et } |v - v_0| \leq Kp_y / 2\lambda d_r \\ 0 \quad \text{ailleurs} \end{cases} \quad (2.28)$$

Le lecteur pourra considérer les références [12,26-29] pour de plus amples détails sur le processus de reconstruction. Le calcul pratique d'une telle équation peut être exécuté selon les propriétés de la transformée de Fourier, de ce fait menant à un algorithme à double transformée de Fourier (DFFT) :

$$A_r = FT^{-1}[FT[w \times H] \times FT[h]] \quad (2.29)$$

Cet algorithme inclut trois FFT en utilisant la réponse impulsionnelle, ou bien seulement deux en utilisant la fonction de transfert du spectre angulaire :

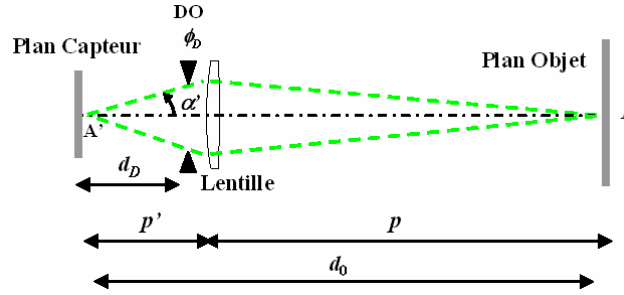
$$A_r = FT^{-1}[FT[w \times H] \times G] \quad (2.30)$$

Dans les algorithmes de DFFT, l'objet reconstruit est échantillonné par un certain nombre de points qui peuvent être choisis librement avec  $(K, L) \geq (M, N)$ , tandis qu'avec l'algorithme DFT le nombre de points est donné par  $(K, L) = (\Delta A_x / \Delta \eta; \Delta A_y / \Delta \xi)$ .

### 2.2.5 Spécificités de la configuration DIPH

Dans le cas de DIPH, la lentille d'imagerie est associée à un diaphragme à ouverture variable. Dans la méthode présentée dans [22,30], l'ouverture est placée au plan focal de l'objectif. Cependant, les systèmes commerciaux de formation d'image incluent une ouverture circulaire (diaphragme à iris) à l'intérieur de l'objectif. Dans cette étude, nous considérons le cas d'objectifs pour lesquels l'ouverture n'est pas localisée dans le plan focal. Cette ouverture a

un diamètre  $\phi_D$  et elle est placée à la distance  $d_D$  du détecteur. Le dispositif expérimental est illustré par la figure 2.14. La lentille est à la position  $p$  de l'objet et l'image est à la position  $p'$  de la lentille.



**Figure 2.14 : Géométrie du dispositif d'holographie image**

Dans ce cas, l'objet est projeté sur le plan d'enregistrement, et notons  $A'(x,y)$  le champ complexe projeté dans ce plan. Pour optimiser l'enregistrement, l'image de l'objet doit entièrement se situer dans le plan d'enregistrement. Ainsi le grandissement transversal doit être  $|\gamma| = \min\{Np_x/\Delta A_x, Mp_y/\Delta A_y\}$ . Dans une telle configuration, l'onde d'objet occupe une bande de fréquences spatiales égale à :

$$(\Delta u \times \Delta v) = (\Delta A_x / \lambda p \times \Delta A_y / \lambda p) = (|\gamma| \Delta A_x / \lambda p' \times |\gamma| \Delta A_y / \lambda p').$$

Maintenant, l'hologramme image est écrit :

$$H = |A|^2 + |R|^2 + A'R^* + A'^*R \quad (2.31)$$

Cependant, la distance de reconstruction  $d_r$  doit être au moins  $d_r > \max\{Np_x^2/\lambda, Mp_y^2/\lambda\}$  afin de satisfaire la condition d'échantillonnage de la phase quadratique de la transformée de Fresnel discrète (équation (2.25)). Compte tenu que l'image de l'objet est projetée sur le plan d'enregistrement, ou dans un voisinage extrêmement proche, la transformée de Fresnel discrète ne peut pas être appliquée pour reconstruire le champ objet.

La reconstruction de l'amplitude et de la phase objet doit donc être exécutée selon la stratégie de convolution avec la fonction de transfert du spectre angulaire. En effet, la réponse impulsionnelle ne peut être calculée car elle ne satisfera pas aux conditions de Shannon. Compte tenu que  $d_r \cong 0$ , la fonction de transfert est une fonction uniforme à bande limitée

[22,30-33]. Dans le plan de Fourier, la fonction de filtrage peut être écrite ainsi, d'après (2.28) :

$$G'(u, v) = \begin{cases} 1 & \text{si } |u - u_0| \leq \Delta A_x / 2\lambda p \text{ si } |v - v_0| \leq \Delta A_y / 2\lambda p \\ 0 & \text{ailleurs} \end{cases} \quad (2.32)$$

et l'onde objet est reconstruite selon :

$$A'_r = FT^{-1}[FT[H] \times G'] \quad (2.33)$$

L'équation (2.33) peut être interprétée comme une formule de convolution identiquement à l'équation (2.26), mais maintenant la réponse impulsionnelle est une fonction sinus cardinal.

La section suivante discute des figures de mérite pour comparer objectivement les méthodes DFH et DIPH.

### 2.3 Comparaison entre DFH et DIPH

La seconde partie du Chapitre 2 propose une analyse détaillée de cinq figures de mérite basées sur des aspects théoriques et des résultats expérimentaux. Ces figures de mérite sont : le filtrage et les algorithmes, l'influence de l'ouverture, l'efficacité photométrique, la résolution spatiale et le bruit de décorrélation. Nous présentons un modèle théorique comprenant tous les paramètres physiques (albedo de l'objet, surface du pixel, nombre d'ouverture, grandissement transversal, diamètre objet et puissance laser) permettant d'établir le rapport photométrique comme outil de comparaison. Afin d'étudier l'influence de la décorrélation de speckle, la phase optique de la reconstruction objet doit être calculée. Le décorrélation apparaît quand un changement se produit à la surface de l'objet. Dans cette partie, nous appliquons un chargement mécanique à l'objet avec une reproductibilité tout à fait bonne. En changeant le chargement mécanique, différents changements de phase avec différentes décorrélations sont produits. Une méthode basée sur un filtrage passe-bas est employée pour comparer objectivement la sensibilité des deux méthodes à la décorrélation. Les équations données pour une comparaison objective sont expliquées dans le sens de l'enregistrement optimal, selon les conditions de Shannon. Il est évident que des avantages/inconvénients des deux méthodes peuvent être échangés si on modifie les conditions expérimentales considérées comme étant optimales.

### 2.3.1 Filtrage et algorithmes

Comme discuté préalablement, les algorithmes ont quelques similitudes fortes. Le tableau 2.1 donne une vue d'ensemble des propriétés des différentes méthodes de reconstruction. La méthode de reconstruction la plus simple utilisée en holographie numérique est la transformée de Fresnel discrète. Le plus haut niveau de complexité est obtenu par le procédé de convolution avec grandissement variable, mais l'objet peut être reconstruit avec le même nombre de points que le capteur d'enregistrement [12]. Le temps de calcul est indiqué pour un Pentium 4CPU 2.99GHz avec 2Go RAM et les logiciels ont été construits avec MATLAB. Notons que la charge de calcul n'est pas représentée seulement par le nombre de calculs FFT, mais que ce dernier y contribue principalement.

Reconstruction	DFH		DIPH
Méthode de reconstruction	Transformé de Fresnel Discrète	Convolution avec grandissement	Convolution avec filtrage binaire
Nombre de FFT	1	2 ou 3	2
Nombre de points de calcul	libre, $(K, L) \geq (M, N)$	libre, $(K, L) \geq (M, N)$	libre, $(K, L) \geq (M, N)$
Nombre de points d'échantillonnage de l'objet	imposé $\Delta A_x L p_x / \lambda d_0 \times A_y K p_y / \lambda d_0$	libre $\geq M \times N$	imposé $M \times N$
Filtrage dans le plan de Fourier	non	oui	oui
Fonction de filtrage	-	phase quadratique	tout-ou-rien
Terme de phase quadratique additionnel	non	oui, onde sphérique de reconstruction	non
Echantillonnage de l'objet reconstruit	$(\lambda d_0 / L p_x, \lambda d_0 / K p_y)$	$(p_x, p_y)$	$(p_x, p_y)$
Temps de calcul	2.703s pour $(K, L) = (2048, 2048)$	7.25s pour $(K, L) = (1024, 1360)$	3.203s pour $(K, L) = (1024, 1360)$
Complexité	**	*****	***

**Tableau 2.1. Attributs des méthodes de reconstruction**

### 2.3.2 Influence du diaphragme d'ouverture

Cet aspect n'apparaît pas clairement dans la littérature, mais il doit être précisé que l'hologramme image est également l'hologramme numérique de Fresnel du diaphragme d'ouverture. Ceci signifie que l'holographie image doit être optimisée selon les mêmes règles que pour l'holographie numérique de Fresnel. Ainsi, et selon la relation (2.20), nous devons placer l'ouverture à la distance :

$$d_D = \frac{(2+3\sqrt{2})p_x}{2\lambda} \phi_D \quad (2.34)$$

Ceci signifie que l'ouverture numérique de la lentille d'imagerie doit être telle que :

$$\sin \alpha' \cong \frac{\phi_D}{2d_D} = \frac{\lambda}{(2+3\sqrt{2})p_x} \quad (2.35)$$

Par exemple si  $\lambda = 532\text{nm}$  et  $p_x = 4,64\mu\text{m}$ , on a  $\sin \alpha' \cong 0,0183$ . Ainsi la méthode DIPH ne fonctionnera que si l'ouverture numérique de l'imagerie est faible. En effet, si l'équation (2.35) n'est pas respectée, les trois ordres de diffraction de l'hologramme du diaphragme se recouvrent et ainsi l'ordre +1 utile de l'équation (2.31) est corrompu par l'ordre 0 de l'ouverture. Notons que l'ouverture numérique est seulement liée à la longueur d'onde et la taille du pixel, quelque soit la taille de l'objet puisque l'optimisation est liée au diamètre d'ouverture. Dans le cas de DFH, l'ouverture numérique utile du faisceau est définie selon le faisceau capteur-objet (Figure 2.10). Elle est égale à  $\sin \alpha' \cong \Delta A/d_0 = \lambda / ((2+3\sqrt{2})p_x)$ , de ce fait donnant le même résultat que l'équation (2.35). De ce point de vue, l'optimisation suit les mêmes règles pour les deux méthodes et n'est pas dépendante de la taille de l'objet.

### 2.3.3 Résolution spatiale

En holographie numérique, la résolution spatiale dans le domaine reconstruit s'avère être égale à [11,14] :

$$\rho_x = \frac{\lambda d_0}{N p_x} \quad \rho_y = \frac{\lambda d_0}{M p_y} \quad (2.36)$$

Son interprétation est simple : c'est la largeur de la tache de diffraction numérique d'une ouverture numérique rectangulaire avec la taille  $(Np_x \times Mp_y)$  et une transmittance uniforme. Elle dépend seulement de la taille du capteur, de la longueur d'onde et de la distance d'enregistrement. En reconstruisant l'objet par la méthode de convolution avec un grandissement ajustable, la résolution spatiale devient  $\rho_x^\gamma = |\gamma| \rho_x$  et  $\rho_y^\gamma = |\gamma| \rho_y$  dans l'horizon reconstruit qui a une taille reliée à  $|\gamma|$  [12,26,27].

À partir des équations (2.20) et (2.36), la résolution équivalente à l'hologramme de Fresnel reconstruit dans le plan du capteur avec l'algorithme DFFT est simplement :

$$\rho_x^\gamma = \frac{(2 + 3\sqrt{2}) p_x}{2} \times \frac{\gamma \Delta A_x}{Np_x} \quad \rho_y^\gamma = \frac{(2 + 3\sqrt{2}) p_y}{2} \times \frac{\gamma \Delta A_y}{Mp_y} \quad (2.37)$$

Lorsque l'ajustement du grandissement est réglé de telle sorte que l'objet reconstruit est donné par la taille de l'horizon du capteur (horizon d'enregistrement), puisque  $\gamma \Delta A_x \cong Np_x$  (avec relation similaire pour la direction y), ceci conduit à :

$$\rho_x^\gamma = \frac{(2 + 3\sqrt{2}) p_x}{2} \quad \rho_y^\gamma = \frac{(2 + 3\sqrt{2}) p_y}{2} \quad (2.38)$$

Dans le cas de l'holographie image, la résolution spatiale est influencée par la lentille d'imagerie. La réponse impulsionnelle du processus est liée à la réponse impulsionnelle de la lentille d'imagerie. Il suit que la résolution spatiale est donnée par la taille du speckle dans le plan d'enregistrement [34]. La taille de la tache est liée au spot de diffraction de l'ouverture de la lentille d'imagerie, et elle est donc donnée par :

$$\rho'_x = \rho'_y = \frac{\lambda d_D}{\phi_D} = \frac{(2 + 3\sqrt{2}) p_x}{2} \quad (2.39)$$

Les équations (2.38) et (2.39) montrent que, dans les conditions de Shannon, les résolutions spatiales sont équivalentes pour les deux méthodes.

### 2.3.4 Influence de la décorrélation de speckle

Une limitation des deux méthodes est donnée par la décorrélation de speckle qui se produit quand l'objet est déformé. Cette décorrélation ajoute un bruit de fréquence spatiale élevée au signal utile. En raison de cette influence, les cartes de phase non filtrées ne sont pas directement appropriées à la visualisation ou à la comparaison avec quelques résultats théoriques. En outre, la carte de phase non filtrée doit être déroulée avec un algorithme immunisé au bruit, mais les méthodes alternatives basées sur un filtrage sinus/cosinus existent [35]. La décorrélation de speckle a été théoriquement étudiée par beaucoup d'auteurs [34,36-39].

Pour étudier la décorrélation de la phase du speckle, la description statistique du second ordre est d'intérêt. En particulier, la décorrélation intervient lors de la comparaison de deux phases optiques extraites à partir d'enregistrements. C'est une variable aléatoire ayant les propriétés de la phase d'un speckle. La raison est que la phase optique est étroitement liée à la surface objet, qui est le plus souvent une surface rugueuse. Ainsi, la description des propriétés de la corrélation est liée à la fonction de densité de probabilité du second ordre de la phase [39, p.406]. Le calcul analytique de la fonction de densité de probabilité conjointe de la phase  $\psi_1$  et  $\psi_2$  de deux speckle est délicat et ne sera pas détaillé dans ce Chapitre. Le lecteur est invité à lire cette référence [39, p. 406] et [40, p.163].

Nous notons  $\varepsilon = \psi_1 - \psi_2$  le bruit induit par la décorrélation du speckle entre deux champs objets reconstruits avec deux états différents de l'objet, et notons le changement de phase  $\Delta\varphi$  dû à la charge de l'objet. On a  $\psi_2 = \psi_1 + \varepsilon + \Delta\varphi$ ,  $\Delta\varphi$  étant considéré comme une variable déterministe. La densité de probabilité dépend du module du facteur de cohérence complexe  $|\mu|$ . Pour la phase optique, la densité de probabilité du second ordre du bruit de phase  $\varepsilon$  est donnée par l'équation (2.40), où  $\beta = |\mu| \cos(\varepsilon)$  [34] :

$$p(\varepsilon) = \frac{1-|\mu|}{2\pi} (1-\beta^2)^{-3/2} \left( \beta \sin^{-1} \beta + \frac{\pi\beta}{2} + \sqrt{1-\beta^2} \right) \quad (2.40)$$

L'équation (2.40) décrit la probabilité du bruit de phase dans la différence de phase entre deux reconstructions, dont le taux de corrélation est  $|\mu|$ , pour n'importe quel chargement de l'objet (mécanique, pneumatique, thermique, acoustique, etc). Notons que dans [37-39], M. Lehmann a discuté la décorrélation de speckle dans le cas de speckle résolu et non résolu et

en tenant compte d'ondes de référence lisse ou de type speckle. Dans [38], la densité de probabilité de l'erreur de phase induite par la décorrélation est déclinée en tenant compte du nombre total de grains de speckle par pixel, qui dépend du rapport entre le déplacement du speckle dans le plan image et la taille du pixel du capteur. Bien que l'équation (2.40) soit établie sans prendre en compte l'intégration spatiale possible due à la surface pixel (speckle résolu ou non), elle ne dépend simplement que d'un coefficient de corrélation  $|\mu|$ . Les courbes de l'équation (2.40) et des équations données dans [38] présentent en outre les mêmes profils. Il en résulte que l'équation (2.40) peut être utilisée comme indicateur pertinent pour comparer la sensibilité à la décorrélation des différentes méthodes expérimentales, le facteur de corrélation  $|\mu|$  étant un marqueur qualitatif extrait des données expérimentales.

La mesure de l'équation (2.40) peut être obtenue selon la méthode décrite dans l'article [42]. La soustraction entre la différence de phase filtrée passe-bas et la différence de phase non filtrée permet une évaluation de l'écart type du bruit inclus dans les données brutes. Si  $h_f(l,k)$  est le noyau de convolution  $n \times n$  utilisé pour le filtrage passe-bas, alors l'écart type de bruit mesuré  $\sigma_\Delta$  est lié à la vraie valeur  $\sigma_\varepsilon$  de l'écart type de bruit par l'équation (2.41) :

$$\sigma_\Delta = \sigma_\varepsilon \sqrt{1 - 2h_f(0,0) + \sum_{k=-n}^{k=+n} \sum_{l=-n}^{l=+n} |h_f(l,k)|^2} \quad (2.41)$$

Les équations (2.40) et (2.41) seront employées pour analyser les résultats expérimentaux de la sensibilité à la décorrélation de speckle.

### 2.3.5 Efficacité photométrique

On considère un objet circulaire illuminé par le laser de puissance  $P_0$ . On considère l'objet comme un diffuseur lambertien dont l'albedo est noté  $R_d$ . Nous considérons  $\tau$  le coefficient de transmission du cube semi-réfléchissant. Puis, tenant compte que  $d_0$  doit être fixé par l'équation (2.20) et que la surface objet est  $S_o$ , l'éclairement  $I_{DFH}$  donné sur le capteur (figure 2.1) est donné par l'équation (2.42) :

$$I_{DFH} = \frac{\tau R_d \lambda^2 P_0}{(2 + 3\sqrt{2})^2 p_x^2 S_o} \quad (2.42)$$



Dans le cas où l'image de l'objet est projetée sur le capteur par l'objectif, l'éclairement devient :

$$I_{DIPH} = \frac{\tau R_d T_L P_0}{S_{Obj}} \sin^2 \alpha' \quad (2.43)$$

Où on a noté  $T_L$  le facteur de transmission de l'objectif de formation d'images. Les équations (2.35), (2.42) et (2.43) conduisent au rapport :

$$\frac{I_{DFH}}{I_{DIPH}} = \frac{1}{T_L} > 1 \quad (2.44)$$

Ainsi, nous constatons que l'efficacité photométrique est légèrement en faveur de la méthode DFH. Ce résultat est également indépendant de la taille de l'objet, prouvant qu'il n'y a pas d'avantage spécifique de la méthode DIPH pour un grand objet comparé à la méthode DFH. Pratiquement, dans la méthode DFH et à partir de l'équation (2.20) un objet très étendu doit être placé loin du capteur d'enregistrement et cela pourrait être un aspect limitatif. Cependant, il est possible de réduire pratiquement la taille de l'objet à l'aide d'un ensemble de lentilles divergentes qui produit une image virtuelle de plus en plus proche du capteur (voir figure 2.2) [43]. Ce cas conduit à  $I_{DFH}/I_{DIPH} = 1$ . Mais, en termes de rendement photométrique, il n'y a pas de différence significative entre les méthodes DFH et DIPH (équation (2.44)).

## 2.4 Comparaison expérimentale

### 2.4.1 Paramètres expérimentaux

La comparaison expérimentale est basée sur un interféromètre en configuration de Mach Zehnder, en accord avec les figures 2.1 et 2.5. Ces configurations ne seront pas détaillées et on se contente de donner quelques paramètres expérimentaux. Le capteur possède 8 bits et  $M \times N = 1024 \times 1360$  pixels de taille  $4,65 \mu\text{m} \times 4,65 \mu\text{m}$ . La source de lumière est un laser HeNe continu ( $\lambda = 632,8 \text{nm}$ ,  $P_0 = 30 \text{mW}$ ) et l'objet est une structure mécanique de taille  $\Delta A_x \times \Delta A_y = 40 \times 35 \text{mm}^2$ . L'objet est localisé à  $d_0 = 1030 \text{mm}$  du capteur et il est illuminé avec un spot circulaire de 40mm de diamètre. Dans le cas de DIPH, la lentille d'imagerie est associée à un diaphragme d'ouverture variable placé près de son plan. Le grandissement est tel

que l'image de l'objet couvre entièrement le capteur. Les fréquences spatiales sont ajustées selon l'équation (2.23).

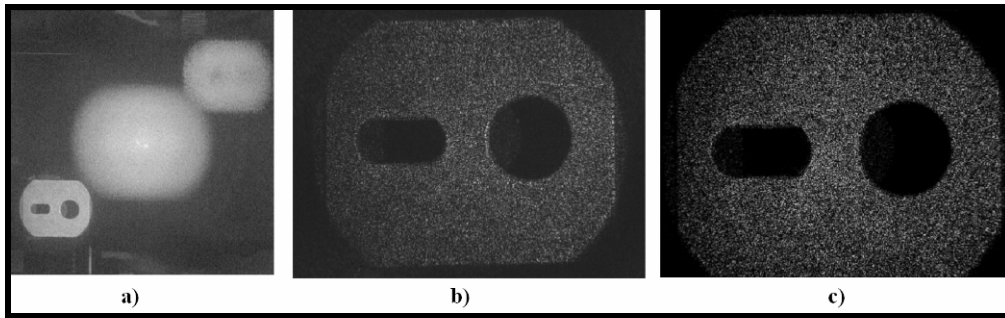
Pour comparer les deux méthodes, l'hologramme numérique est reconstruit en utilisant la transformé de Fresnel discrète avec  $(K,L) = (2048,2048)$  et avec la méthode de convolution tels que  $(K,L) = (M,N) = (1024,1360)$ . Dans ce dernier cas, nous obtenons un objet reconstruit ayant le même horizon que celui obtenu avec DIPH (voir le tableau 2.1).

Le grandissement pour la méthode de convolution est choisi identique à celui obtenu avec l'objectif, soit  $|\gamma| = 0,146$ . La lentille à une longueur focale de 150mm et le diaphragme est placé à 145mm du capteur. De l'équation (2.34), le diamètre optimal en respectant Shannon est  $\phi_D = 6,32\text{mm}$ , soit  $\sin\alpha' = 0,021$ , menant à un nombre d'ouverture égal à 23,8. Puisque l'ouverture est un diaphragme à iris, le diamètre est ajusté avec 4 valeurs  $\phi_D = \{3,56; 5,5; 7,41; 9,94\}$  mm. Malheureusement, il n'a pas été possible d'ajuster le diaphragme exactement à son diamètre optimal. Les amplitudes des faisceaux de référence et objet sont ajustées au même niveau pour les deux méthodes.

Pour étudier la décorrélation, nous appliquons un chargement mécanique à l'objet avec une reproductibilité tout à fait correcte. Cette bonne reproductibilité peut être appréciée sur des résultats expérimentaux. Pour chaque configuration expérimentale, nous enregistrons 5 états de l'objet correspondant à 4 chargements mécaniques. Le filtrage des cartes de phase brutes est réalisé par un filtre moyenne glissante de taille  $5 \times 5$  pixels selon la méthode décrite dans [35]. Le filtre moyen utilisé pour étudier le bruit de décorrélation selon la méthode décrite dans [42] est de taille  $7 \times 7$  pixels menant à  $\sigma_\varepsilon = \sigma_\Delta/0,989$ .

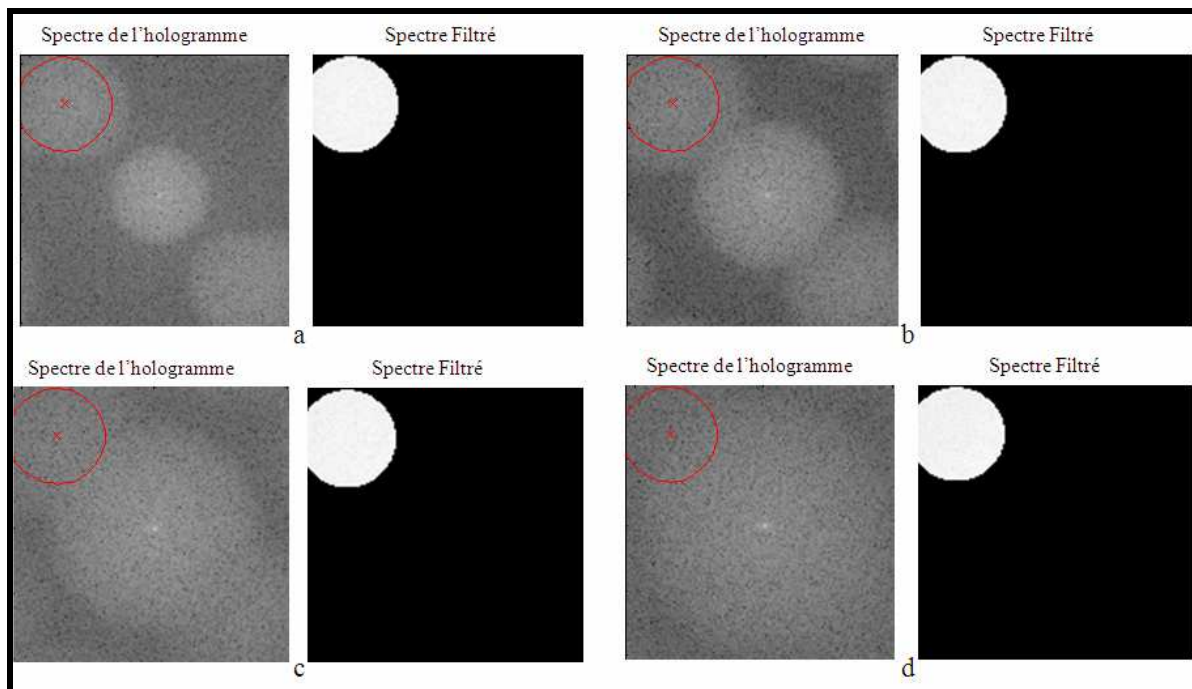
### 2.4.2 Reconstructions

La figure 2.15 montre l'objet reconstruit avec les trois algorithmes du tableau 2.1. Le temps de pose est 573ms. La figure 2.15a montre le champ reconstruit avec les trois ordres de diffraction inclus dans le champ total. La partie utile du champ correspondant à l'objet reconstruit est échantillonnée par  $511 \times 511$  pixels avec des pas  $\Delta\xi = \Delta\eta = 68,65\mu\text{m}$ . Les reconstructions de la figure 2.15b,c sont échantillonnées par  $1024 \times 1360$  pixels avec un pas  $p_x = p_y = 4,65\mu\text{m}$ .



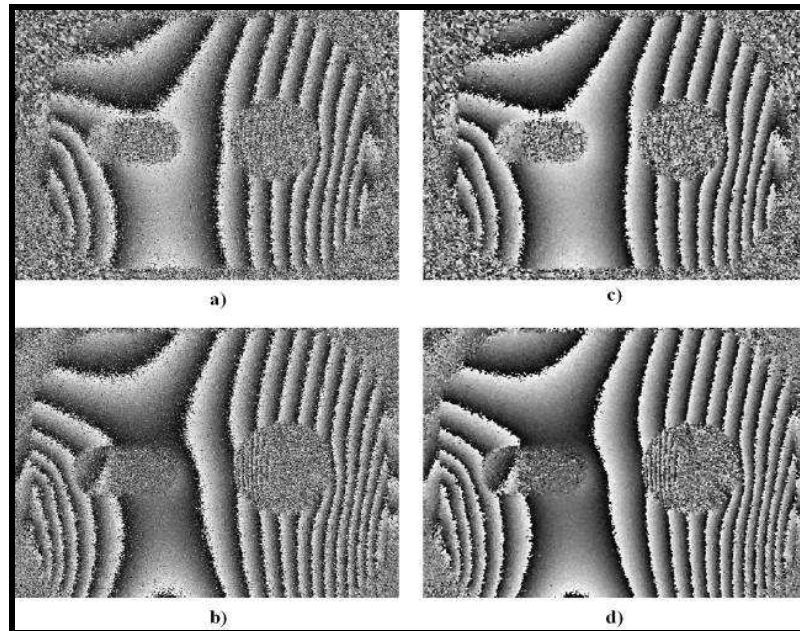
**Figure 2.15. Reconstructions de l'objet, a) DFH : Transformation de Fresnel discrète, b) DFH : Convolution avec grandissement, c) DIPH : Convolution**

L'amplitude obtenue figure 2.15b est assez similaire à celle de la figure 2.15c, à l'exception de la légère différence de taille de l'objet qui peut être observée, et qui est due au grandissement transversal qui n'est pas rigoureusement de 0,146 pour DIPH.



**Figure 2.16 : Filtrages pour DIPH avec les ouvertures a)  $\phi_D = 3,56mm$ , b)  $\phi_D = 5,5mm$ , c)  $\phi_D = 7,41mm$ , d)  $\phi_D = 9,94mm$**

La figure 2.16 présente les spectres des hologrammes obtenus par DIPH pour les différents diamètres du diaphragme, ainsi que les fonctions de filtrage tout-ou-rien. Les cercles en rouge délimitent les zones utiles du spectre de l'objet. On observe que le spectre de l'hologramme est de plus en plus brouillé plus on augmente le diamètre du diaphragme.



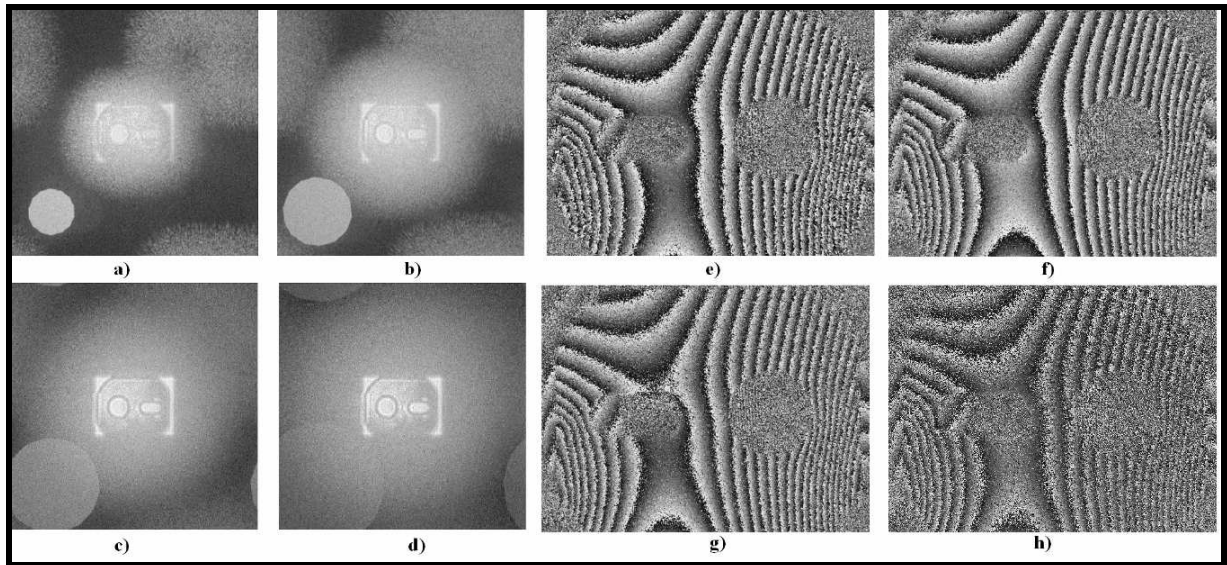
**Figure 2.17 : Différences de phase, a) DFH : Non filtrée avec convolution, b) DIPH : Non filtrée, c) DFH : filtrée, d) DIPH : filtrée**

La figure 2.17 montre les différences de phases (modulo  $2\pi$ ) obtenues pour DFH et DIPH avec la même charge appliquée. Les figures 2.17a et 2.17c montrent les cartes de phases non filtrée et filtrée pour DFH. Les figures 2.17b et 2.17d montrent les cartes de phase non filtrée et filtrée pour DIPH avec le diamètre  $\phi_D = 5,5\text{mm}$ . La figure 2.17 montre la concordance très bonne entre les deux méthodes et donne l'appréciation de la reproductibilité correcte du chargement mécanique. En effet, le résultat obtenu avec DIPH présente tout juste un peu plus de franges que celui obtenu avec DFH.

### 2.4.3 Influence de l'ouverture

Comme précisé, l'hologramme image est également l'hologramme de Fresnel de l'ouverture. Ainsi le diaphragme peut être reconstruit en calculant la transformée de Fresnel discrète avec  $d_r = d_D = 145\text{mm}$ . Quand  $\phi_D > 6,3\text{mm}$ , le diamètre ne respecte pas les conditions de Shannon, de ce fait le recouvrement des trois ordres de diffraction de l'ouverture se produit. Ceci signifie que la partie spectrale utile de l'objet, également localisée aux fréquences spatiales  $(u_0, v_0)$  est recouverte par la contribution de l'ordre zéro de la pupille. Il s'en suit une pollution due à ces ordres de diffraction. Cette pollution peut s'observer également sur la figure 2.16. La conséquence est que les variations de phase entre deux chargements mécaniques sont corrompues et que la visibilité des franges diminue. Les figures 2.18a,b,c,d montrent le champ reconstruit par transformée de Fresnel discrète avec la mise au

point sur le diaphragme à iris, pour respectivement  $\phi_D = \{3,56; 5,5; 7,41; 9,94\}$ mm. On peut clairement observer le recouvrement pour  $\phi_D \geq 7,41$ mm. Les figures 2.18e,f,g,h montrent les variations de phase obtenues avec les quatre diamètres d'ouverture différents. Il est observé que la visibilité des franges diminue drastiquement pour  $\phi_D \geq 7,41$ mm, la partie droite de la figure étant d'abord affectée. La figure 2.18h montre la diminution forte de visibilité obtenue pour  $\phi_D \geq 9,94$ mm.



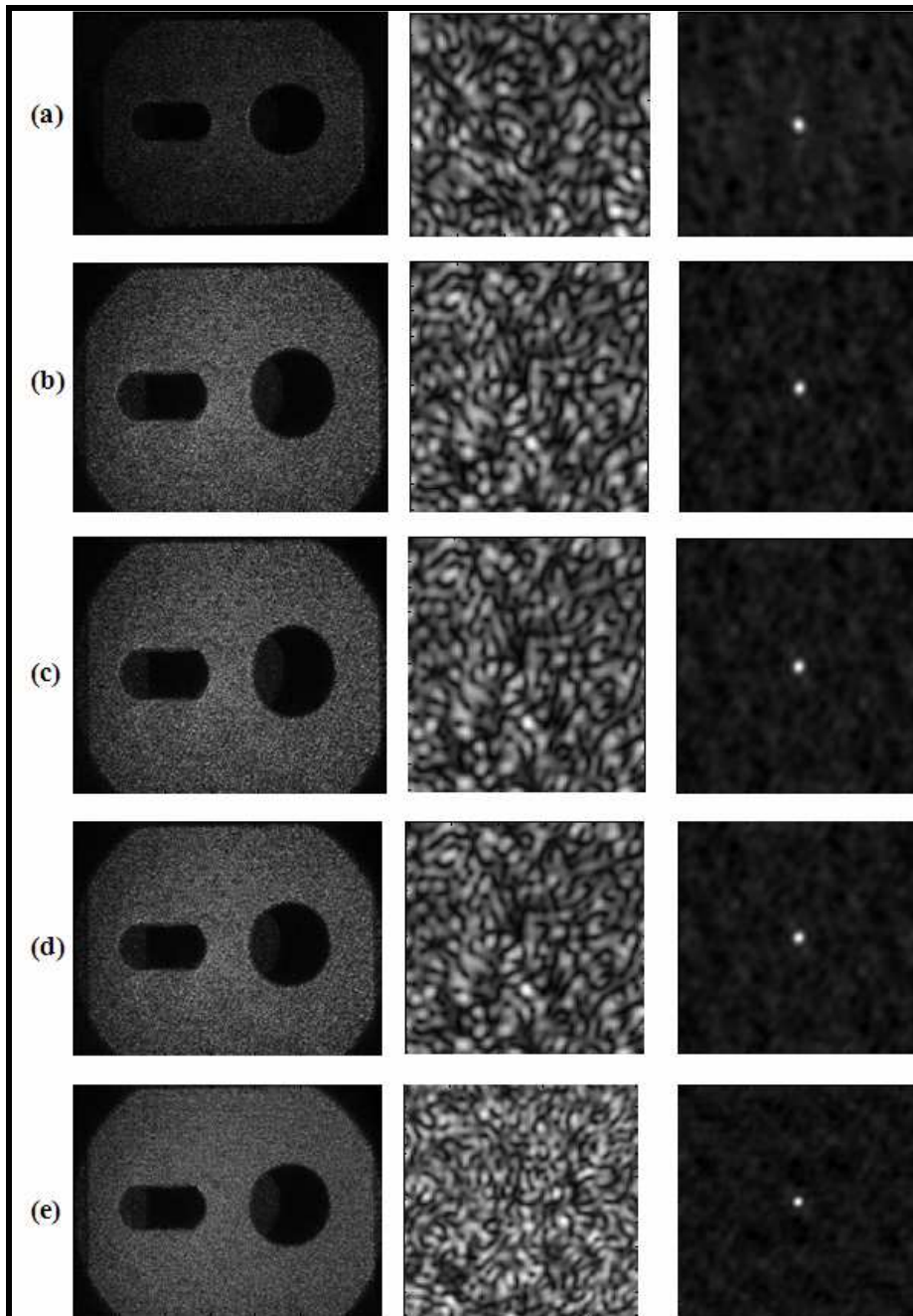
**Figure 2.18 : Reconstructions holographiques du diaphragme a)  $\phi_D = 3,56$ mm, b)  $\phi_D = 5,5$ mm, c)  $\phi_D = 7,41$ mm, d)  $\phi_D = 9,94$ mm et différences de phase obtenues avec DIPH e)  $\phi_D = 3,56$ mm, f)  $\phi_D = 5,5$ mm, g)  $\phi_D = 7,41$ mm, h)  $\phi_D = 9,94$ mm**

Cette analyse expérimentale confirme que la méthode DIPH est seulement valide si l'ouverture numérique du système de formation d'image est faible, typiquement avec des nombres d'ouverture supérieurs à 20.

#### 2.4.4 Résolution spatiale

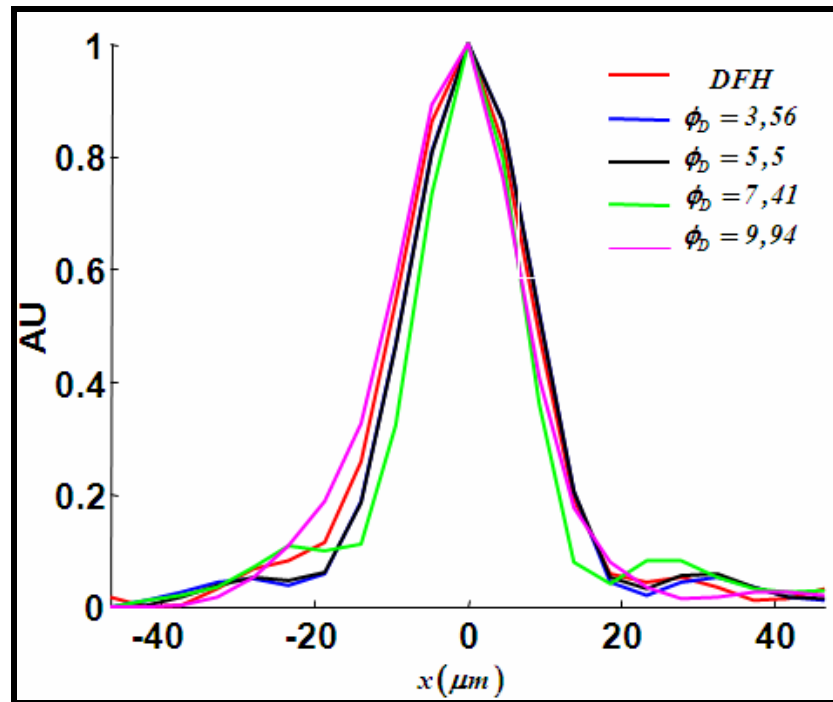
A partir des paragraphes sur la résolution spatiale et des paramètres expérimentaux, les résolutions spatiales sont évaluées à  $\rho_x^\gamma = 15,03\mu\text{m}$  et  $\rho_y^\gamma = 19,85\mu\text{m}$  pour DFH et  $\rho_x^\gamma = \rho_y^\gamma = 15,51\mu\text{m}$  pour DIPH. Ces valeurs sont proches, ce qui signifie que les résolutions spatiales sont identiques lorsqu'on respecte les conditions de Shannon. Les mesures expérimentales de la résolution sont effectuées comme suit : une zone carrée de  $101 \times 101$  pixels est extraite à partir des objets reconstruits et inclut suffisamment de grains de speckle.

Ensuite, la fonction d'auto corrélation des imagettes est calculée à l'aide d'algorithmes FFT et, après normalisation, on extrait des profils suivant  $x$ .



**Figure 2.19 : Image moyenne, zone extraite et autocorrélation a) DFH, b) DIPH  $\phi_D = 3,56\text{mm}$ , c) DIPH  $\phi_D = 5,5\text{mm}$ , d) DIPH  $\phi_D = 7,41\text{mm}$ , e) DIPH  $\phi_D = 9,94\text{mm}$**

Les figures 2.19a,b,c,d,e montrent les sous imagettes et les fonctions d'auto corrélation pour respectivement DFH et DIPH avec  $\phi_D = \{3,56; 5,5; 7,41; 9,94\}\text{mm}$ . La figure 2.20 présente les profils de la fonction d'auto corrélation obtenus pour DFH et DIPH.



**Figure 2.20 : Profils de la fonction d'auto corrélation pour DFH et DIPH**

La figure 2.20 montre que les résolutions spatiales sont comparables pour tous les cas. Elle est légèrement meilleure pour  $\phi_D = 7,41\text{mm}$  puisque l'auto corrélation est plus étroite, mais pour  $\phi_D = 9,94\text{mm}$ , la résolution est dégradée puisque la courbe est plus large que la largeur théorique du grain de speckle ( $9,23\mu\text{m}$ ). Ainsi, il apparaît que l'augmentation de l'ouverture n'améliore pas la résolution, du fait que la courbe pour  $\phi_D = 9,94\text{mm}$  est plus large que pour  $\phi_D = 3,56\text{mm}$ . En effet, le chevauchement des ordres de diffraction du diaphragme d'ouverture dans l'hologramme de Fresnel participe à dégrader la résolution spatiale lorsque le diamètre d'ouverture du diaphragme dépasse une certaine valeur. Il n'y a donc pas d'intérêt à augmenter le diamètre d'ouverture du diaphragme.

#### 2.4.5 Décorrélation de speckle

Comme discuté précédemment, l'influence de la décorrélation de speckle est estimée pour le cas pratique de la mesure de déformation. Par conséquent nous avons appliqué le même chargement mécanique dans des configurations expérimentales et nous avons alors estimé la densité de probabilité de la carte de bruit. Nous avons appliqué quatre chargements mécaniques, accrus par étape constante. L'approximation de la densité de probabilité expérimentale par l'équation (2.40) permet une comparaison objective du degré de décorrélacion, donnant des clés pour comparer la sensibilité des méthodes à la décorrélacion.



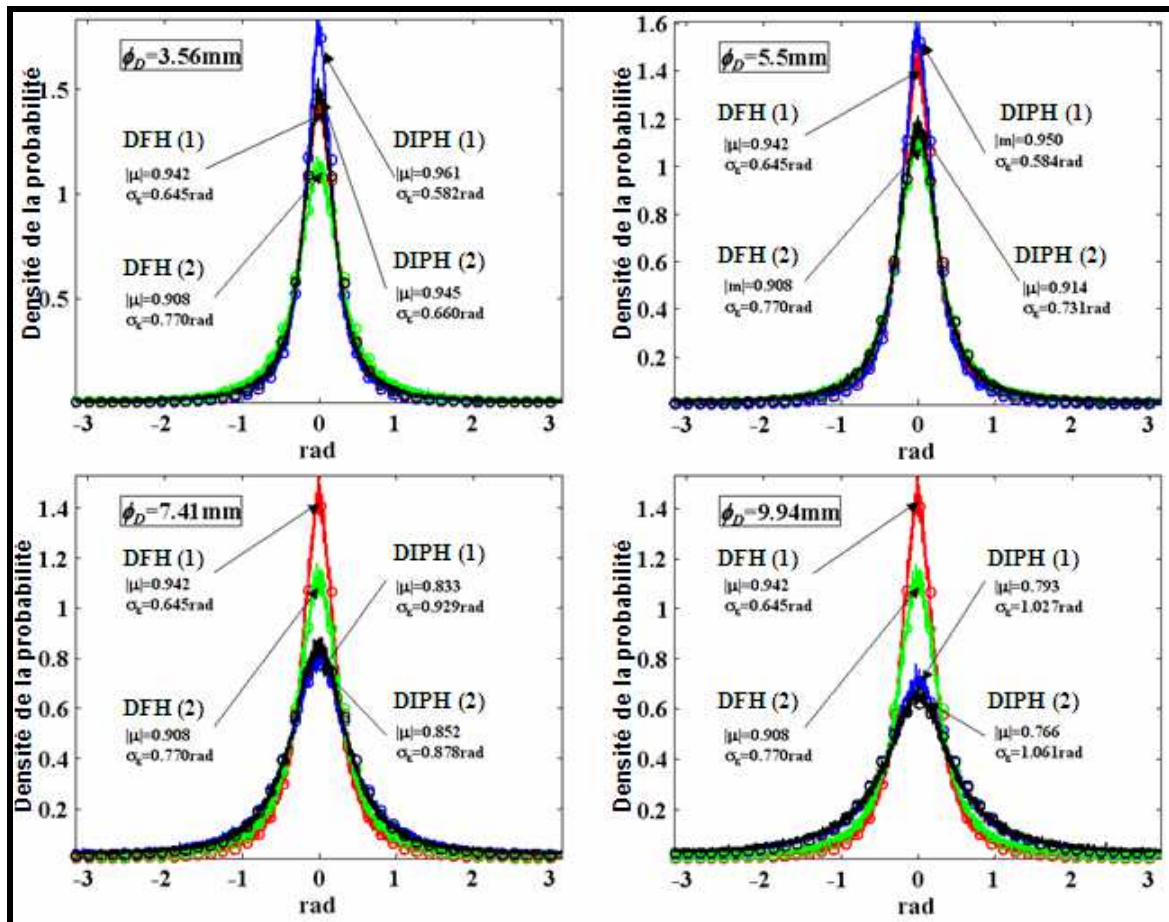


Figure 2.21 : Sensibilité à la décorrélation, (1) déformation entre la 3<sup>ème</sup> et la 1<sup>ère</sup> reconstruction, (2) déformation entre la 5<sup>ème</sup> et la 1<sup>ère</sup> reconstruction, — données expérimentales, o approximations avec eq. (2.40)

La figure 2.21 montre la densité de probabilité de décorrélation de speckle pour le DFH et DIPH et pour deux états de déformations notés (1) et (2). L'état (1) correspond à la différence de phase entre le 3<sup>ème</sup> et le 1<sup>er</sup> chargement et l'état (2) correspond à la différence de phase entre le 5<sup>ème</sup> et le 1<sup>er</sup> chargement. La valeur estimée de  $|\mu|$  et l'écart type de bruit  $\sigma_\varepsilon$  sont indiqués pour chaque courbe. Le tableau 2.2 présente les valeurs expérimentales de  $|\mu|$  et  $\sigma_\varepsilon$  pour les deux méthodes, en fonction du diamètre, et pour les deux états de chargement.



Méthode	Charge (1)		Charge (2)	
	$ \mu $	$\sigma_\varepsilon (rad)$	$ \mu $	$\sigma_\varepsilon (rad)$
DFH	0,942	0,645	0,908	0,770
DIPH : $\phi_D = 3,56mm$	0,961	0,582	0,945	0,660
DIPH : $\phi_D = 5,5mm$	0,950	0,584	0,914	0,731
DIPH : $\phi_D = 7,41mm$	0,833	0,929	0,852	0,878
DIPH : $\phi_D = 9,94mm$	0,793	1,027	0,766	1,061

**Tableau 2.2 : Mesure de la décorrélation de speckle**

La figure 2.21 prouve que la décorrélation de speckle est fortement influencée par la taille d'ouverture. Elle montre que la décorrélation de speckle augmente avec l'augmentation de l'ouverture du diaphragme ( $\phi_D = 9,94mm$ ), et elle paraît être « saturée » puisqu'il n'y a pas de différence significative entre les deux états de chargement, alors que ce n'est pas le cas pour  $\phi_D = 3,56mm$  (voir tableau 2.2). Il en découle que DFH est moins sensible à la décorrélation que DIPH si l'ouverture numérique est plus grande que  $\lambda/((2+3\sqrt{2})p_x)$  (équation (2.35) non respectée).

Dans ce cas, DIPH est plus sensible à la décorrélation avec une grande ouverture. Ce résultat n'est pas compatible avec les résultats bien connus de Lehmann [37-39], qui a démontré que la décorrélation de speckle diminue avec l'augmentation du diamètre d'ouverture. Cette contradiction est due à l'influence de l'ordre 0 du diaphragme qui induit des fluctuations de phase en plus de celles produites par la décorrélation de speckle pure induite par le chargement mécanique.

Quand les conditions de Shannon sont remplies,  $\sin\alpha' < \lambda/((2+3\sqrt{2})p_x)$ , les deux méthodes ont la même sensibilité à la décorrélation de speckle. Ceci peut être apprécié avec la figure 2.21 pour  $\phi_D = 5,5mm$  pour lequel les courbes de DFH et DIPH sont quasi superposées. Il est prévisible que pour  $\phi_D = 6,3mm$  (Conditions de Shannon pour l'ouverture) les courbes seront parfaitement superposées.

## 2.5 Conclusion

Ce Chapitre a exposé des figures du mérite pour la comparaison entre l'holographie numérique de Fresnel et l'holographie numérique image. En raison de la simplicité de la transformée de Fresnel, l'holographie numérique de Fresnel est tout à fait adaptée au traitement d'image simple et automatisé. Le rôle primordial du diaphragme d'ouverture dans la configuration d'holographie numérique image a été mis en évidence. Il est montré que le diaphragme doit satisfaire aux conditions de Shannon de son propre hologramme numérique de Fresnel.

Dans le cas de la méthode d'holographie numérique image, si les conditions d'échantillonnage ne sont pas respectées, l'objet reconstruit et la phase optique sont corrompues par un bruit dû à la superposition des ordres de diffraction du diaphragme d'ouverture. Ainsi, la résolution spatiale est influencée par le diamètre d'ouverture du diaphragme et tend à se dégrader lorsque celui-ci augmente. En revanche, dans les conditions de Shannon, les résolutions sont identiques pour les deux méthodes.

La sensibilité à la décorrélation du speckle est augmentée avec l'augmentation de l'ouverture du diaphragme. Ce résultat est étonnant, compte tenu des études antérieures sur la décorrélation du speckle, mais il peut être expliqué par l'influence primordiale du chevauchement ou non des ordres de diffraction de l'hologramme de Fresnel du diaphragme. La décorrélation induit une forte diminution du rapport signal sur bruit sur les variations de phase entre deux états de chargement mécanique.

L'étude menée au cours de Chapitre induit une conséquence pratique sur les méthodes d'holographie numérique que nous utiliserons par la suite : la configuration de Fresnel est la plus simple car elle ne nécessite pas d'ajout de lentille ni de réglage du diaphragme d'ouverture (tant en position qu'en diamètre). Compte tenu que nous travaillons avec des objets de taille modeste, la méthode d'hologamie numérique de Fresnel sera systématiquement mise en oeuvre pour les études sur les matériaux composites aux Chapitres 3 et 4 de cette thèse.

## 2.6 Bibliographie

1. U. Schnars, W. Jüptner, Direct recording of holograms by a CCD target and numerical reconstruction, *Appl. Opt.* **33**, 179-181 (1994).
2. I. Yamaguchi, T. Zhang, Phase shifting digital holography, *Opt. Lett.* **22**, 1268-1270 (1997).
3. I. Yamaguchi, J. Kato, S. Ohta, J. Mizuno, Image formation in phase shifting digital holography and application to microscopy, *Appl. Opt.* **40**, 6177-6186 (2001).
4. E. Cuque, F. Bevilacqua, C. Depeursinge, Digital holography for quantitative phase contrast imaging, *Opt. Lett.* **24**, 291-293 (1999).
5. S. De Nicola, P. Ferraro, A. Finizio, G. Pierattin, Correct-image reconstruction in the presence of severe anamorphism by mean of digital holography, *Opt. Lett.* **26**, 974-976 (2001).
6. P. Picart, B. Diouf, E. Lolive, J.-M. Berthelot, Investigation of fracture mechanisms in resin concrete using spatially multiplexed digital Fresnel holograms, *Opt. Eng.* **43**, 1169-1176 (2004).
7. I. Yamaguchi, T. Matsumura, J. Kato, Phase shifting color digital holography, *Opt. Lett.* **27**, 1108-1110 (2002).
8. P. Tankam, Q. Song, M. Karray, J.C. Li, J.M. Dese, P. Picart, Real-time three-sensitivity measurements based on three-color digital Fresnel holographic interferometry, *Opt. Lett.* **35**, 2055-2057 (2010).
9. P. Picart, J. Leval, D. Mounier, S. Gougeon, Time-averaged digital holography, *Opt. Lett.* **28**, 1900-1902 (2003).
10. L. Onural, Diffraction from a wavelet point of view, *Opt. Lett.* **18**, 846-848 (1993).
11. Th. Kreis, M. Adams, W. Jüptner, Methods of digital holography: a comparison, *Proc. SPIE* **3098**, 224-233 (1997).
12. J.C. Li, P. Tankam, Z. Peng, P. Picart, Digital holographic reconstruction of large objects using a convolution approach and adjustable magnification, *Opt. Lett.* **34**, 572-574 (2009).
13. C. Wagner, S. Seebacher, W. Osten and W. Jüptner, Digital recording and numerical reconstruction of lens less Fourier holograms in optical metrology, *Applied Optics* **38**, 4812-4820 (1999).
14. P. Picart, J. Leval, General theoretical formulation of image formation in digital Fresnel holography, *J. Opt. Soc. Am. A* **25**, 1744-1761 (2008).
15. K. Creath, Phase shifting speckle interferometry, *Appl. Opt.* **24**, 3053-3058 (1985).
16. Th. Kreis, *Holographic Interferometry – Principles and Methods* (Akademie Verlag Series in Optical Metrology 1, Akademie Verlag GmbH, Berlin, 1996).
17. P. Picart, J.C. Li, *Digital Holography* (ISTE Wiley, London, 2012).
18. U. Schnars, Th. Kreis, W. Juptner, Digital recording and numerical reconstruction of holograms: Reduction of the spatial frequency spectrum, *Opt. Eng.* **35**, 977-982 (1997).
19. P. Picart, J. Leval, F. Piquet, J.-P. Boileau, Th. Guimezanes, J.-P. Dalmont, Tracking high amplitude auto-oscillations with digital Fresnel holograms, *Opt. Expr.* **15**, 8263-8274 (2007).
20. D. Aguayo, F.M. Mendoza Santoyo, M.H. De la Torre-Ibarra, M.D. Salas-Araiza, C. Caloca-Mendez, D.A. Gutierrez Hernandez, Insect wing deformation measurements using high speed digital holographic interferometry, *Opt. Expr.* **18**, 5661-5667 (2010).
21. C. Pérez-López, M.H. De la Torre-Ibarra, F. Mendoza Santoyo, Very high speed cw digital holographic interferometry, *Opt. Expr.* **14**, 9709-9715 (2006).
22. G. Pedrini, H. Tiziani, Y. Zou, Digital double pulse-TV holography, *Opt. & Las. Eng.* **26**, 199-219 (1997).
23. Á.F. Doval, C. Trillo, Hybrid opto-numerical quasi Fourier transform digital holographic

- camera, Proc. SPIE **6341**, 63410Z, (2006).
24. P. Jacquot, Speckle interferometry: A review of the principal methods in use for experimental mechanics applications, *Strain* **44**, 57-69 (2008).
  25. J.W. Goodman, *Introduction to Fourier Optics*, Second Edition (McGraw-Hill Editions, New York, 1996).
  26. P. Picart, P. Tankam, D. Mounier, Z. Peng, J.C. Li, Spatial bandwidth extended reconstruction for digital color Fresnel holograms, *Opt. Expr.* **17**, 9145-9156 (2009).
  27. J.C. Li, Z. Peng, P. Tankam, Q. Song, P. Picart, Digital holographic reconstruction of a local object field using an adjustable magnification, *J. Opt. Soc. Am. A* **28**, N°6, 1291-1296 (2011).
  28. P. Tankam, P. Picart, D. Mounier, J.M. Desse, J.C. Li, Method of digital holographic recording and reconstruction using a stacked color image sensor, *Appl. Opt.* **49**, 320-328 (2010).
  29. F. Zhang, I. Yamaguchi, L.P. Yaroslavsky, Algorithm for reconstruction of digital holograms with adjustable magnification, *Opt. Lett.* **29**, 1668-1670 (2004).
  30. H.O. Saldner, N.E. Molin, K.A. Stetson, Fourier-transform evaluation of phase data in spatially phase-biased TV holograms, *Appl. Opt.* **35**, 332-336 (1996).
  31. S. Schedin, G. Pedrini, H. Tiziani, F.M. Santoyo, Simultaneous three-dimensional dynamic deformation measurements with pulsed digital holography, *Appl. Opt.* **38**, 7056-7062 (1999).
  32. G. Pedrini, H. Tiziani, Quantitative evaluation of two-dimensional dynamic deformations using digital holography, *Opt. Las. Technol.* **29**, 249-256 (1997).
  33. G. Pedrini, Ph. Froening, H. Fessler, H. Tiziani, Transient vibration measurements using multi pulse digital holography, *Opt. Las. Technol.* **29**, 505-511 (1997).
  34. J.C. Dainty, *Laser Speckle and Related Phenomena* (Springer Verlag, Berlin, 1984).
  35. H.A. Aebischer, S. Waldner, A simple and effective method for filtering speckle-interferometric phase fringe patterns, *Opt. Comm.* **162**, 205-210 (1999).
  36. P. Owner-Petersen, Decorrelation and fringe visibility: on the limiting behaviour of various electronic speckle-pattern correlation interferometers, *J. Opt. Soc. Am. A* **8**, 1082-1089 (1991).
  37. M. Lehmann, Decorrelation-induced phase errors in phase shifting speckle interferometry, *Appl. Opt.*, **36**, 3657-3667 (1997).
  38. M. Lehmann, Phase-shifting speckle interferometry with unresolved speckles: A theoretical investigation, *Opt. Comm.* **128**, 325-340 (1996).
  39. M. Lehmann, Optimization of wave-field intensities in phase-shifting speckle interferometry, *Opt. Comm.* **118**, 199-206 (1995).
  40. D. Middleton, *Introduction to Statistical Communication Theory* (Mc Graw Hill New York, 1960).
  41. W.B. Davenport, W.L. Root, *Random Signals and Noise* (Mc Graw Hill New York, 1958).
  42. P. Picart, R. Mercier, M. Lamare, J.-M. Breteau, A simple method for measuring the random variation of an interferometer, *Meas. Sci. Technol.* **12**, 1311-1317 (2001).
  43. J. Mundt, Th. Kreis, Digital holographic recording and reconstruction of large scale objects for metrology and display, *Opt. Eng.* **49**, 125801-1-6 (2010).



## **Chapitre 3**

# **Application de l'holographie numérique au contrôle non destructif des composites stratifiés**



### 3.1. Introduction

Dans les dernières décennies, les matériaux composites ont trouvé une utilisation croissante dans les applications structurales en raison de leur spécificité à la traction élevée, et de leurs bonnes propriétés de résistance à la fatigue et à la corrosion [1]. Cependant, la fiabilité des structures composites peut être grandement affectée par la présence de modes de défaillance tels que le délaminage, les fissures de la matrice et la rupture des fibres, qui sont typiques des matériaux composites stratifiés [2]. Parce que le contrôle de l'état de santé de ces matériaux lors de leur utilisation est une nécessité, diverses techniques non destructives sont utilisées pour mesurer des déformations de la surface, la propagation de fissures internes ou plus globalement pour détecter la présence de défauts [3].

L'émission acoustique (EA) est une des méthodes majeures de contrôle non destructif (CND) [4]. L'onde élastique transitoire est générée suite à une déformation brusque au sein des matériaux ou des structures. Un capteur, habituellement de type piézo-électrique, en contact avec le matériau surveillé, détecte l'onde mécanique élastique et convertit le très faible déplacement (la fréquence de l'onde mécanique est élevée) en un signal électronique qui est amplifié puis traité. Habituellement, le capteur d'EA est fixé à la surface de l'échantillon. Dans les dernières évolutions, les capteurs piézo-électriques d'EA sont intégrés dans la structure dans le but de diagnostiquer le vieillissement pour optimiser *in fine* les opérations de maintenance [5,6]. En revanche, l'insertion d'un élément étranger dans un matériau provoque une modification locale du comportement mécanique de la structure. Il est donc primordial d'étudier l'impact de l'insertion de ce capteur sur les propriétés mécaniques de la structure.

Les méthodes optiques interférométriques ont une sensibilité élevée et elles permettent l'analyse complète du champ de la zone inspectée sans nécessiter de contact physique avec la surface. Elles peuvent parfois fournir des informations là où les autres techniques ont échoué ou ne peuvent pas être appliquées [7,8]. Parmi les techniques optiques, des méthodes d'inspection non-conventionnelle basées sur l'holographie ont démontré un grand potentiel dans les essais non destructifs et la caractérisation des matériaux composites stratifiés [9].

Le contrôle non destructif par holographie numérique est basé sur l'application de la technique d'interférométrie holographique et permet la détection de défauts locaux. Diverses méthodes sont utilisées pour appliquer une charge légère sur le matériau telles que : un chargement mécanique, un chargement thermique, l'application d'une pression, ou une



sollicitation acoustique [10-13]. Les procédés interférométriques permettent de visualiser et de mesurer des déformations infimes à la surface d'une pièce. L'utilisation de ces méthodes pour le CND est effectuée en sollicitant la pièce. Un défaut interne est détecté par une déformation superficielle. Plusieurs modes de sollicitation permettent d'adapter la méthode choisie en fonction du type de défaut à détecter et des matériaux à contrôler. Ce peut être soit une sollicitation quasi-statique, soit une sollicitation dynamique. Lors de cette sollicitation, le procédé utilisé permet de faire apparaître un réseau de franges qui met les défauts en évidence [9].

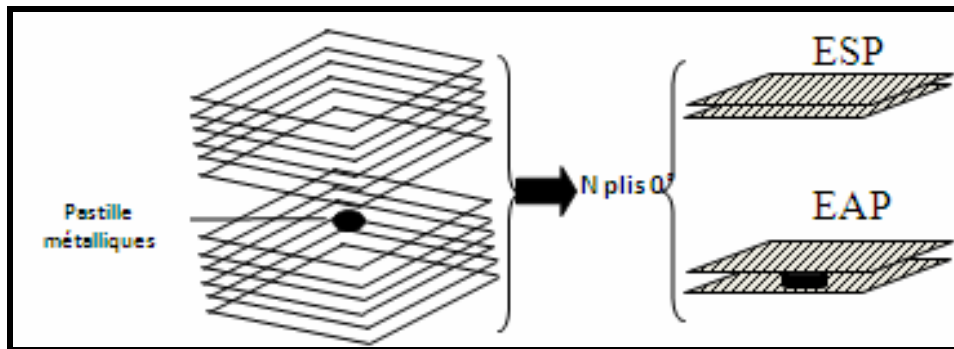
Dans ce Chapitre, nous proposons d'appliquer deux techniques d'holographie numérique de Fresnel à l'analyse de structures composites : la première est la méthode du temps moyenné appliquée à un essai de sollicitation dynamique pour une analyse vibratoire; la seconde est une méthode trichromatique appliquée à un essai de sollicitation statique en flexion 3 points. Les matériaux composites étudiés sont des poutres stratifiées. Ce travail a pour objectif d'apporter des analyses qualitatives, beaucoup plus que d'obtenir des résultats quantitatifs précis sur les matériaux.

### **3.2. Mise en œuvre des matériaux**

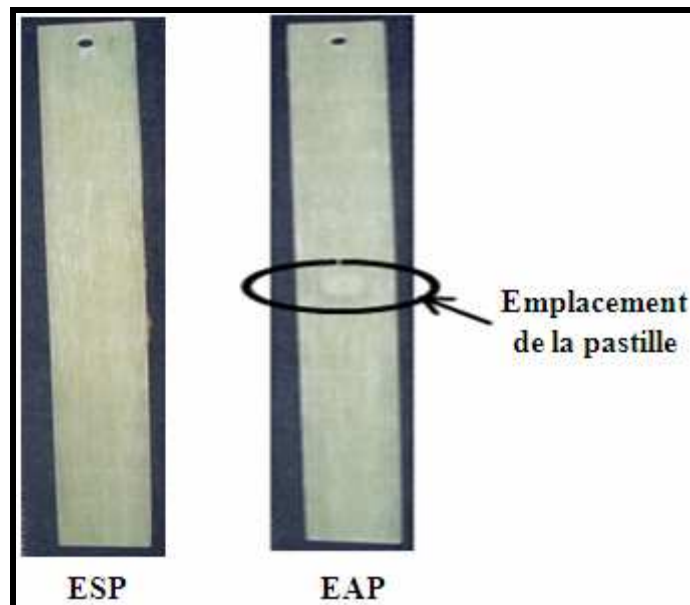
Nous utilisons dans ce travail des stratifiés unidirectionnels fibres de verre / résine époxyde élaborés au laboratoire. Le renfort se compose de nappes de fibres de verre fournies sous forme de rouleaux. La matrice utilisée est un mélange d'une résine époxyde (SR1500) et d'un durcisseur (SD2505) fournie par la société SICOMIN. Les plaques sont élaborées avec le dosage massique suivant : 50% de fibres, 37,5% de résine époxyde et 12,5% de durcisseur. La mise en œuvre des stratifiés est réalisée par moulage sous vide, par la technique dite du « sac » [14]. Les différentes couches sont stratifiées et imprégnées à température ambiante, puis moulées sous vide entre un moule et un contre moule après interposition de divers tissus de démoulage. Le « Peeltex » est un tissu de délaminage dont la fonction principale est de préparer les surfaces du stratifié pour assurer, après délaminage du tissu, une bonne interface pour toute opération de collage ou de finition. Le tissu Peeltex est ensuite recouvert d'un film plastique perforé, le « Perforex ». Ce film permet d'assurer l'homogénéité de la résorption de la résine. Enfin un composant final, le « Pleadex » est déroulé sur le Perforex, de manière à assurer un vide uniformément réparti. Cet ensemble est mis dans une poche dans laquelle on fait un vide (dépression de 30 kPa) pendant 10 heures à température ambiante. L'interposition d'un moule et d'un contre moule permet de contrôler l'épaisseur des plaques réalisées. Le taux

de fibres est estimé à 25%, et il est obtenu avec la connaissance des densités et la mesure de masse et de volume.

La découpe des plaques sous forme d'éprouvettes est réalisée ensuite à l'aide d'une tronçonneuse à disque diamanté. Les éprouvettes que nous avons utilisées pour nos essais comportent 12 plis à  $0^\circ$ . Elles ont pour dimensions 300 mm de longueur, 30 mm de largeur et de 4 mm d'épaisseur. Des pastilles métalliques circulaires ont été intégrées au sein de certaines éprouvettes (figures 3.1 et 3.2). Elles simulent la présence d'une pastille piézo-électrique pour l'application de la méthode d'EA. On obtient deux types d'éprouvettes : ESP (ESP acronyme de « éprouvettes sans pastilles ») et EAP (acronyme de « éprouvettes avec pastilles »). Le tableau 3.1 montre les différentes dimensions des pastilles utilisées. La pastille est située au centre de l'éprouvette.



*Figure 3.1 : Structure des deux types d'éprouvette*



*Figure 3.2 : Image des deux types d'éprouvettes stratifiées*

Pastille métallique	P <sub>1</sub>	P <sub>2</sub>	P <sub>3</sub>	P <sub>4</sub>
Diamètre (mm)	14	14	7,5	7,5
Epaisseur (mm)	0,5	1	0,5	1

*Tableau 3.1 : Dimensions des pastilles métalliques intégrées au sein du matériau*

### 3.3 Analyse vibratoire par holographie numérique en temps moyenné

#### 3.3.1 Introduction et principe de la méthode de temps moyenné

L'étude des vibrations des structures présente un intérêt majeur dans un nombre important de secteurs industriels. L'un des aspects particulièrement intéressant actuellement concerne la réduction des vibrations. L'identification des propriétés dynamiques des matériaux, le contrôle non destructif et l'étude du comportement vibratoire des structures nécessitent une riche base de données expérimentales [15-18].

Les techniques de mesure sans contact sont d'un intérêt évident dans la mesure des vibrations. Contrairement aux méthodes traditionnelles basées sur les capteurs discrets, ces techniques sont caractérisées par l'absence de masses ajoutées à la structure vibrante. Leur utilisation n'en modifie donc pas les propriétés. Dans la plupart des applications industrielles, l'échelle des amplitudes de vibration est de nature à favoriser l'utilisation des techniques interférométriques. D. Borza est l'un des chercheurs qui s'est intéressé à l'étude vibratoire par les techniques d'interférométrie speckle [19,23]. Il présente une méthode de temps moyenné avec une haute résolution et un contraste élevé entre les franges sombres et les franges brillantes. Il propose également un algorithme de traitement, permettant l'utilisation du specklegramme en temps moyenné pour calculer une carte de phase déroulée liées aux vibrations. La méthode est basée sur la technique du décalage de phase [24].

Dans ce Chapitre, nous proposons d'étudier la technique du temps moyenné en holographie numérique de Fresnel. Le principe du temps moyenné fut tout d'abord établi par Powell et Stetson en 1965 [25]. On dit aussi interférométrie holographique par «intégration temporelle». Cette méthode est souvent utilisée pour l'analyse vibratoire. Elle permet en effet de visualiser non seulement la carte des déplacements de l'objet en vibration périodique mais également les lignes nodales. Son principe est simple [26,27] : dans un montage holographique classique, on enregistre l'hologramme de l'objet en vibration avec un temps de pose long devant la période de vibration. Classiquement, on repère les fréquences propres par

interférométrie holographique en temps réel [9], puis on enregistre les hologrammes par intégration temporelle à ces fréquences propres avec le même montage. Cette méthode d'enregistrement a fait l'objet d'un très grand nombre d'applications de l'holographie « analogique » au cours des trois dernières décennies, comme l'étude de comportements vibratoires de structures ou le contrôle non destructif pour l'identification de défauts dans les assemblages composites [9].

Par ailleurs, sous excitation contrôlée de faible amplitude, les vibrations multi-harmoniques peuvent être analysées en ajustant la fréquence de la modulation sinusoïdale appliquée à l'onde de référence, à celle de chaque harmonique. Dans ce contexte, il est aussi possible de démoduler les franges en utilisant des algorithmes de décalage de phase [28]. Ces méthodes sont également applicables en shearographie, où le front d'onde enregistré est une version cisailée du front réel [29]. En holographie et en interférométrie de speckle, les lignes les plus brillantes localisent les nœuds de vibration. Ainsi, en raison de la faible visibilité des franges, les specklegrammes en temps moyenné doivent être rehaussés pour être exploités. A cette fin, des méthodes basées sur le décalage de phase [21], la soustraction [30] ou la fluctuation d'amplitude [31] ont été proposées par le passé.

Ces approches augmentent le rapport signal/bruit de l'image, mais d'une manière générale, le contraste des franges reste relativement bas ; par ailleurs, elles exigent au moins deux images pour être applicables. Considérant ces remarques, considérant également que l'holographie en temps moyenné sur plaque est un moyen extrêmement puissant pour étudier les vibrations d'une structure à partir d'une seule image, mais nécessitant un procédé chimique lourd, nous avons souhaité étudier les possibilités que pouvaient offrir la méthode du temps moyenné en l'holographie numérique de Fresnel, appliquée à l'étude de matériaux composites stratifiés.

Dans ce sens un schéma de dispositif expérimental de la technique temps moyenné proposé sera présenté après une explication détaillée du principe de cette technique. On finira par les résultats expérimentaux obtenus pour les éprouvettes sans pastille et les éprouvettes avec pastille, en étudiant l'influence de cette pastille incorporée au sein du composite stratifié.

### 3.3.2 Notion de vecteur sensibilité

Les mesures sans contact à base de méthodes holographiques reposent sur la variation de phase optique de l'objet reconstruit lorsqu'il est soumis à une sollicitation. Cette sollicitation peut être de différente nature : pneumatique, thermique, acoustique ou mécanique [9]. L'objet soumis à contrainte se déforme, ainsi le chemin optique suivi par la lumière pour parcourir le trajet source-objet-hologramme varie. Imaginons un point A au niveau de la source de lumière et un point B attaché à l'objet. Lorsque l'objet est déformé légèrement par une sollicitation, le point B attaché à l'objet varie suivant un accroissement tridimensionnel, le vecteur déplacement,  $\mathbf{U}(u_x, u_y, u_z)$  qui engendre des variations de chemin optique de A vers B et de B vers C (figure 3.3). Ces variations sont très inférieures aux valeurs absolues de ces chemins et ont des modules de l'ordre de quelques dizaines ou centaines de longueur d'onde de la lumière d'éclairage. Notons  $\mathbf{K}_e$  le vecteur « éclairage » de l'objet,  $\mathbf{K}_o$  le vecteur « observation » de l'objet et  $n$  l'indice au niveau de l'objet. La variation de chemin optique est [32] :

$$\delta_{opt}(ABC) = n\mathbf{K}_e \cdot \mathbf{U} - n\mathbf{K}_o \cdot \mathbf{U} = n\mathbf{U} \cdot (\mathbf{K}_e - \mathbf{K}_o) \quad (3.1)$$

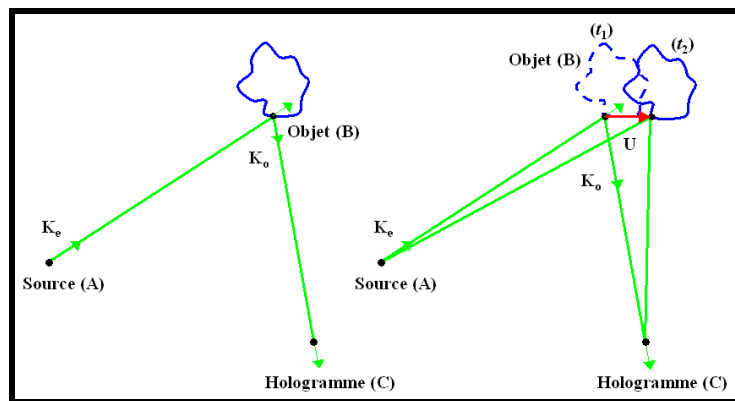


Figure 3.3 : Vecteurs éclairage  $\mathbf{K}_e$  observation  $\mathbf{K}_o$  et déplacement  $\mathbf{U}$

La figure 3.3 illustre les deux vecteurs pris en considération pour l'évaluation du vecteur sensibilité. Le vecteur d'observation est lié à la direction d'observation depuis l'objet vers le support d'enregistrement. Le vecteur éclairage est représentatif de la direction d'illumination de l'objet. Lorsque l'objet se déplace, cela se traduit par une variation de phase due à une variation de chemin optique. Cette variation de phase permet de quantifier le déplacement de l'objet entre deux états. La variation de chemin optique vue par le système d'acquisition correspond à la variation de position de l'objet projetée sur le vecteur sensibilité.

Pour s'en convaincre, il suffit de se représenter deux cas extrêmes : la source et le point d'observation sont superposés, alors tout mouvement de l'objet modifie le chemin optique d'un facteur 2 ; l'objet est placé entre la source et le point d'observation, alors les mouvements de l'objet ne modifient pas le chemin optique, les variations du chemin source/objet étant compensées par les variations du chemin objet/point d'observation.

La quantification du déplacement d'une surface objet entre deux instants est effectuée par soustraction des cartes de phase extraites des images virtuelles de l'objet respectivement à chacun des deux instants. Les amplitudes du front d'onde objet à l'état 1 et à l'état 2 sont notées respectivement :

$$A_1(x, y) = A_0(x, y) \exp[i(\psi_0(x, y))] \quad (3.2)$$

$$A_2(x, y) = A_0(x, y) \exp[i(\psi_0(x, y) + \Delta\varphi(x, y))] \quad (3.3)$$

où  $\Delta\varphi$  est la variation de phase engendrée par le déplacement de l'objet.

L'excitation appliquée à l'objet provoque un déplacement dans les trois directions de l'espace, suivant le vecteur  $\mathbf{U} = u_x\mathbf{i} + u_y\mathbf{j} + u_z\mathbf{k}$ . Le déplacement reste de l'ordre de quelques micromètres. Ce déplacement couvre l'ensemble de la surface de l'objet. Nous simplifions l'analyse en considérant que la variation de direction des vecteurs observations  $\mathbf{K}_o$  et éclairement  $\mathbf{K}_e$  est nulle sur l'ensemble de la surface et sur l'ensemble des déplacements de l'objet. La différence de phase en un point de l'objet est donnée par [32,33] :

$$\Delta\varphi = \frac{2\pi}{\lambda} \delta_{\text{opt}}(\text{ABC}) = \frac{2\pi n}{\lambda} \mathbf{U} \cdot (\mathbf{K}_e - \mathbf{K}_o) \quad (3.4)$$

Cette variation de phase provient du déplacement du point B entre les instants  $t_1$  et  $t_2$ . Dans le cadre de notre étude, on considère que l'indice de réfraction dans lequel se propage l'onde optique est égale à 1. Le vecteur sensibilité est donc défini par la différence entre les vecteurs unitaires d'observation et d'illumination :

$$\mathbf{S} = \mathbf{K}_e - \mathbf{K}_o \quad (3.5)$$

Ce vecteur représente la direction dans laquelle la sensibilité du système vis à vis du déplacement est optimale. La connaissance des coordonnées de ce vecteur est primordiale pour que l'on puisse analyser précisément les amplitudes des déplacements d'une structure.

Avant de déterminer le déplacement de la structure, la quantification de la variation de phase doit être effectuée. Le paragraphe suivant discute du champ restitué dans l'ordre +1 en régime de temps moyenné et établit la relation entre l'amplitude de vibration et la variation de phase optique.

### 3.3.3 Enregistrement et reconstruction en temps moyenné

Considérons d'abord la formation d'image des hologrammes numériques par temps moyenné avec une onde de référence plane (cf Chapitre 2). L'onde diffractée interfère sur le plan d'enregistrement avec une onde de référence. On s'intéresse à l'ordre +1. D'après le Chapitre 2, l'ordre +1 enregistré en temps moyenné est donné par [26,27,33] :

$$H_{+1}^T(x, y, d_0, t_1) = R^*(x, y) \int_{t_1}^{t_1+T} O(x, y, d_0, t) dt \quad (3.6)$$

avec

$$\begin{aligned} \int_{t_1}^{t_1+T} O(x, y, d_0, t) dt &= \frac{i \exp(2i\pi d_0 / \lambda)}{\lambda d_0} \exp\left[\frac{i\pi}{\lambda d_0} (x^2 + y^2)\right] \\ &\times \int_{-\infty}^{+\infty} \int_{-\infty}^{+\infty} \left[ \int_{t_1}^{t_1+T} A(x, y, t) dt \right] \exp\left[\frac{i\pi}{\lambda d_0} (x^2 + y^2)\right] \exp\left[-\frac{2i\pi}{\lambda d_0} (xx' + yy')\right] dx dy \end{aligned} \quad (3.7)$$

Dans le cas du temps moyenné, l'objet est soumis à une excitation sinusoïdale. Il agit comme un modulateur spatio-temporel de phase optique, de sorte que la variation de phase optique instantanée devient  $\psi_0 + \Delta\varphi(t)$ ,  $\psi_0$  étant la phase au repos (cf Chapitre 2) avec :

$$\Delta\varphi(t) = \Delta\phi_0 + \Delta\phi_m \sin(\omega_0 t + \phi_0) \quad (3.8)$$

Où  $\Delta\phi_0$  est un terme d'offset de phase,  $\Delta\phi_m$  est l'amplitude maximale de vibration à une pulsation  $\omega_0$ , et  $\phi_0$  est la phase de vibration. Ces paramètres ont une dépendance spatiale qui est sous entendue.

L'intégration temporelle du champ objet sur une durée  $T$  est notée  $A_{mod}(x, y)$ , on montre que sa formulation est la suivante [26,27] :

$$A_{\text{mod}}(x, y) = A_0(x, y) \exp(i\psi_0(x, y) + i\Delta\phi_0(x, y)) \times T \sum_k J_k(\Delta\phi_m(x, y)) \text{sinc}\left(k\omega_0 \frac{T}{2}\right) \exp\left[ik\omega_0 \frac{T}{2}\right] \exp[ik(\omega_0 t_1 + \phi_0(x, y))] \quad (3.9)$$

L'équation (3.9) indique que l'objet reconstruit est modulé en amplitude et en phase par une fonction complexe dépendant d'une sommation de fonctions de Bessel  $J_k$ . Ces équations contiennent toujours la phase initiale de l'objet et le terme d'offset de phase de l'excitation sinusoidale. Considérons la condition imposant un temps de pose  $T$  tel que  $T \gg 2\pi/\omega_0$  [25]. Cette condition conduit à une reformulation de l'équation (3.10) en termes de limite :

$$\lim_{\omega_0 T \gg 1} A_{\text{mod}} = A_r = T A_0 \exp(i\psi_0 + i\Delta\phi_0) J_0(\Delta\phi_m) \exp(i\phi_J) \quad (3.10)$$

avec l'apparition d'un terme de phase supplémentaire :

$$\phi_J = \begin{cases} 0 & \text{si } J_0(\Delta\phi_m) > 0 \\ \pm\pi & \text{si } J_0(\Delta\phi_m) < 0 \end{cases} \quad (3.11)$$

La phase  $\phi_J$  est une variable binaire prenant les valeurs 0 ou  $\pm\pi$ . Ses transitions entre ces deux valeurs localisent le saut de phase lorsque la fonction de Bessel  $J_0$  passe par 0. La phase  $\phi_J$  correspond donc à la phase de passage par 0 de la fonction  $J_0$ .

L'équation (3.10) montre que l'objet reconstruit est modulé en amplitude par la fonction de Bessel  $J_0$ . La modulation ne dépend que de l'amplitude de vibration exprimée en radians, et projetée sur le vecteur sensibilité de l'interféromètre holographique. La phase mécanique de la vibration,  $\phi_0$ , a disparu et ne peut donc être déterminée par la technique du temps moyenné. On observe donc l'objet reconstruit sur lequel des franges sombres et brillantes alternent, dépendant de l'amplitude de la vibration. Les franges sombres correspondent aux zéros de la fonction de Bessel  $J_0$ . La figure 3.4 montre l'évolution de la modulation en fonction de l'amplitude de la vibration, exprimée en radians. Les franges sombres ne sont pas équidistantes et les zéros de  $J_0$  peuvent être tabulés. Le tableau 3.2 donne les valeurs des 12 premiers zéros de la fonction de Bessel,  $\omega_n$ , en fonction de l'ordre  $n$  du zéro.



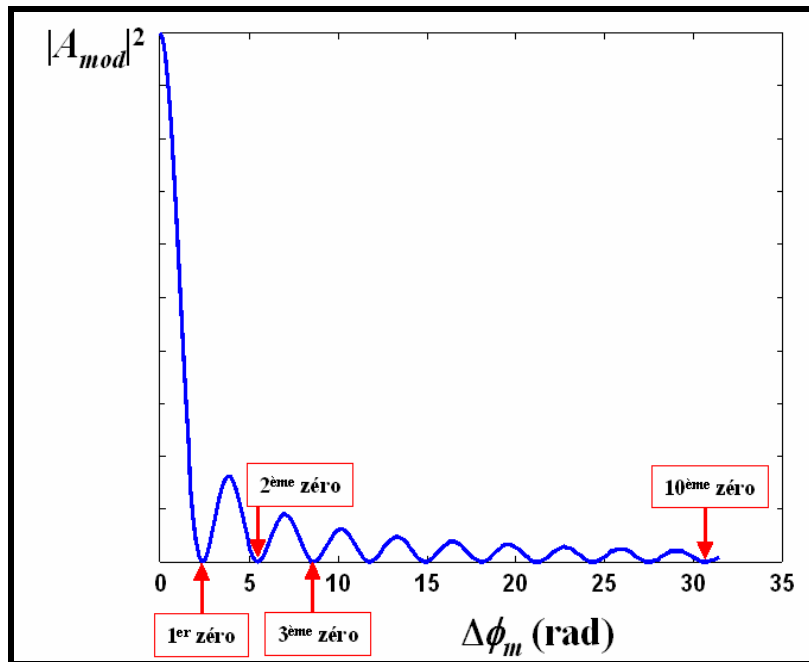


Figure 3.4 : Modulation d'amplitude en temps moyenné

Les lignes nodales de l'objet (zones immobiles) correspondent à des franges brillantes.

$n$	$\omega_n$ (rad)
1	2,40
2	5,52
3	8,65
4	11,79
5	14,93
6	18,07
7	21,21
8	24,35
9	27,49
10	30,63
11	33,77
12	36,91

Tableau 3.2 : Tabulation des zéros de la fonction de Bessel

Examinons la phase de l'équation (3.10), nous avons :

$$\arg(A_r) = \psi_{av} = \psi_0 + \Delta\phi_0 + \phi_j \quad (3.12)$$

La carte de phase des passages par 0 de  $J_0$  est la différence de phase entre objet à l'état statique  $\psi_0$  et en temps moyenné. La phase  $\phi_j$  (modulo  $2\pi$ ) est caractérisée par des zones de phase constante et des sauts de phase. La soustraction des cartes de phase en temps moyenné

obtenue en différents instants permet de suivre l'évolution de l'offset de phase en fonction du temps. Ce procédé offre donc la possibilité d'analyser la variation de position en fonction du temps d'un système mécanique sous excitation sinusoïdale. Cet aspect ne sera pas développé dans ce Chapitre.

### 3.3.4 Dispositif expérimental

Le dispositif d'enregistrement dans le cas de notre étude est un interféromètre de Mach-Zehnder. La source laser utilisée est un laser DPSS (vert) de longueur d'onde 532 nm. Le détecteur matriciel CCD de  $1360 \times 1024$  pixels de taille  $p_x \times p_y = 4,65 \mu\text{m} \times 4,65 \mu\text{m}$ . Compte tenu des conditions d'optimisation spatial, l'objet de taille  $\Delta A_x \times \Delta A_y = 100 \times 30 \text{mm}^2$  est placé à  $d_0 = 1085 \text{mm}$  du capteur. Le centre de l'objet est positionné à une hauteur de 17,5 cm imposée par la hauteur du faisceau émergent du laser. Le temps d'exposition du capteur est  $T = 1 \text{s}$ . La reconstruction est calculée sur  $K = L = 2048$  points par zéro-padding. L'angle d'éclairage de l'objet est  $\theta = 28,55^\circ$ . La figure 3.5 montre le schéma de l'interféromètre holographique numérique.

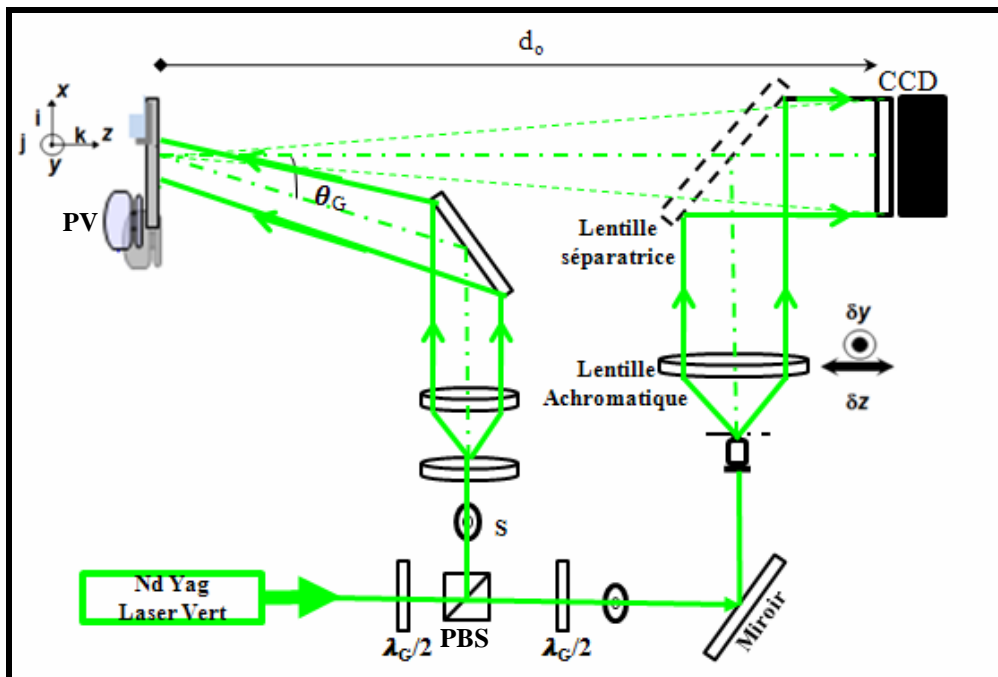


Figure 3.5 : Schéma du dispositif expérimental (PV : Pot vibrant ; PBS : Cube polarisant)

On dispose de lames demi-ondes et d'un cube polarisant. Le laser est séparé en deux faisceaux par le cube polarisant. Nous obtenons ainsi un faisceau objet et un faisceau référence issus de la même source monochromatique. Le niveau de puissance sur chaque bras

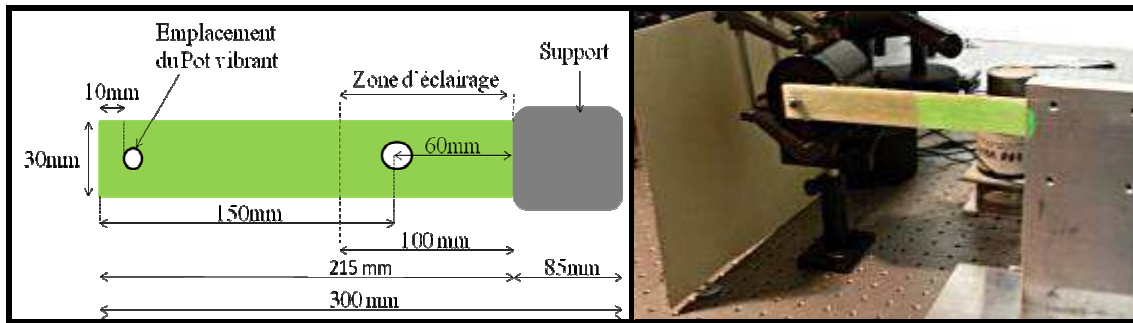
est ajusté par la première lame demi-onde placée en sortie du laser. Le faisceau objet est étendu spatialement par un afocal afin de pouvoir illuminer la totalité de l'objet. L'angle d'éclairage de l'objet est réglé via la rotation d'un miroir de renvoi selon deux degrés de liberté. Ensuite l'objet diffracte une onde sur le capteur CCD après la traversée d'une lame séparatrice 50%.

Le faisceau référence est traité par un système de filtrage spatial : le faisceau est focalisé par un objectif de microscope sur un trou microscopique (sténopé), les fréquences angulaires indésirables dues aux défauts de directivité et de distribution énergétique du faisceau sont ainsi supprimées. Nous obtenons en sortie du sténopé une source considérée comme ponctuelle générant une onde sphérique. La source ponctuelle se situe à la distance focale de la lentille convergente, ainsi, après la traversée de la lentille, le faisceau référence se trouve spatialement étendu et collimaté. Le système composé du filtre spatial et de la lentille convergente constitue le système afocal permettant de générer l'onde plane de référence. L'onde de référence est en partie réfléchiée vers le capteur CCD par la lame séparatrice 50%. L'onde de référence et l'onde objet se combinent et interfèrent sur le support CCD. L'hologramme ainsi généré est discrétisé spatialement par la caméra CCD puis numérisé sur 8 bits et enregistré en image au format tif.

### **3.3.5 Résultats expérimentaux**

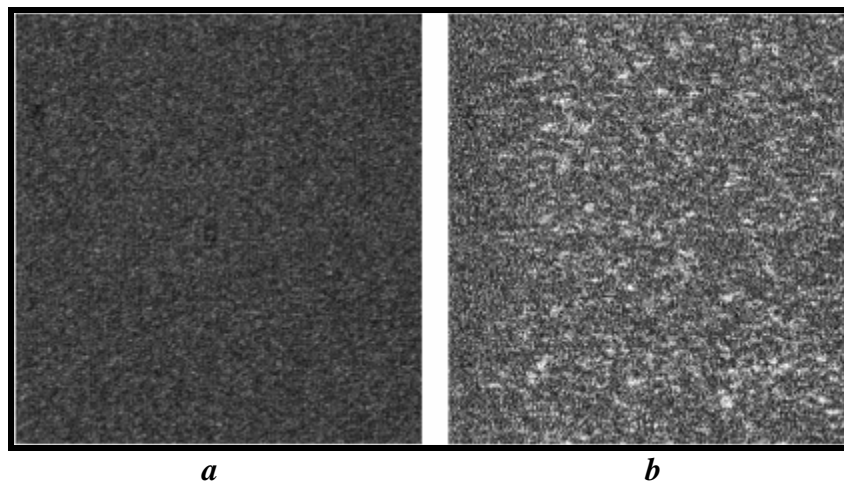
#### **Méthodologie**

La poutre de composite est encastrée sur un tiers de sa longueur (figure 3.6). Un pot vibrant est fixé à son extrémité libre, une bague en caoutchouc permet de se rapprocher d'un appui simple. Un générateur à basses fréquences (GBF) permet de régler l'amplitude et la fréquence de l'excitation du pot vibrant. La vibration engendrée sur la poutre est une excitation forcée permettant d'observer des modes de poutre. La zone objet inspectée correspond au second tiers de la poutre. La pastille simulant le composant piézo-électrique est donc située environ aux deux tiers de la zone inspectée.



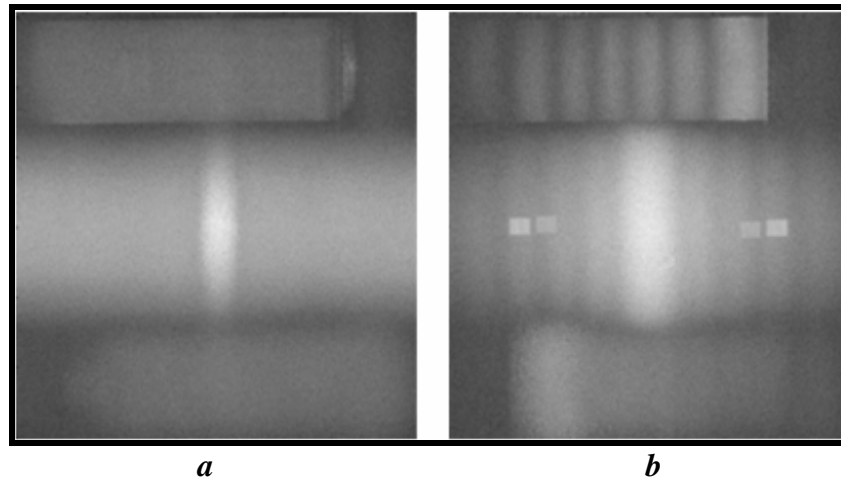
**Figure 3.6 : Montage de la poutre en analyse vibratoire, côtes et photographie**

La détermination des fréquences modales a été effectuée par un balayage en fréquence. Nous avons fait varier la fréquence de 0 Hz à 1360 Hz par pas de 40 Hz. Après enregistrement par la camera CCD, on obtient le champ holographique numérique (figure 3.7). En comparant l'hologramme à l'état statique et à l'état vibratoire on remarque qu'à l'état vibratoire, l'hologramme est un peu plus saturé.



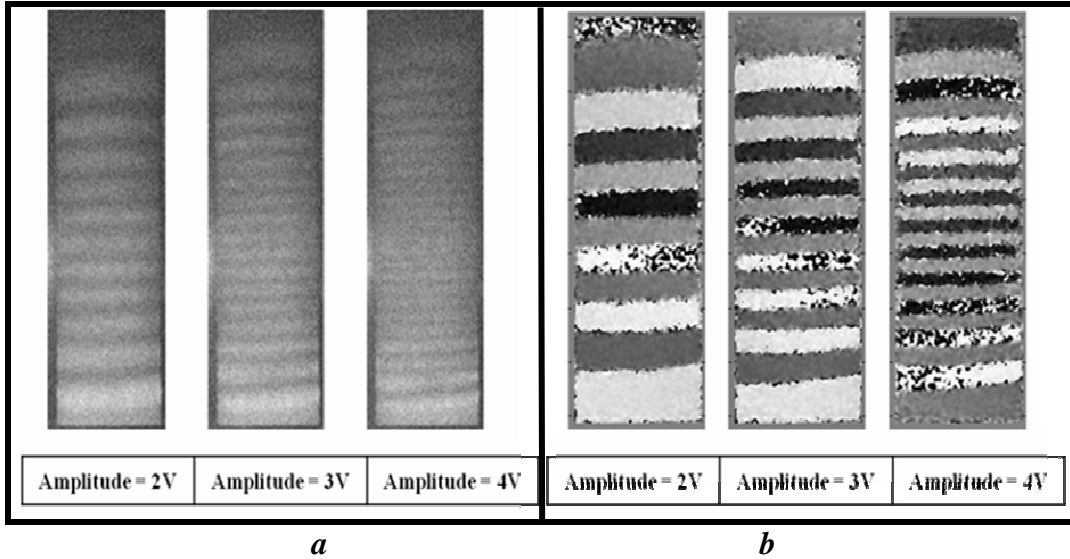
**Figure 3.7 : Hologramme numérique, a) état de repos, b) état vibratoire**

On calcule ensuite la transformée de Fresnel et on obtient les hologrammes présentés par la figure 3.8. Le champ reconstruit montre des franges de Bessel qui permettent d'identifier les fréquences de résonance. L'ordre +1 est situé sur la partie supérieure des images. On remarque sur la figure 3.7b que l'ordre 0 peut se superposer à l'ordre +1 et perturber l'analyse.



**Figure 3.8 : Champ reconstruit, a) poutre non excitée , b) poutre en vibration**

L'excitation sinusoïdale des poutres stratifiées peut être également analysée via le changement de phase. Le premier hologramme est enregistré quand la poutre est au repos, c'est un état de référence, puis le deuxième enregistrement se produit quand la poutre est excitée. Après la reconstruction numérique, on calcule la différence des phases. Les figures suivantes présentent les franges d'interférences et les variations de phase reconstruites avec temps moyenné. La figure 3.9a représente l'ordre +1 obtenu pour trois amplitudes d'excitation sinusoïdales différentes : 2 V, 3 V et 4 V à une fréquence identique. Les phases calculées modulo  $2\pi$  sont représentées figure 3.9b. On observe les sauts de phase binaires dus à la phase de passage par 0 de la fonction  $J_0$ . Les franges ont une forte densité en ce qui concerne le niveau d'amplitude 4 V et il devient difficile de les distinguer dans certaines régions. En revanche, la mesure de la phase de passage par 0 de  $J_0$  permet de redonner du contraste aux franges puisque la phase est binaire. On peut ainsi mieux visualiser les franges sombres, matérialisées par les sauts de phase. Comme on peut le constater sur la figure 3.9a avec 4 V, les franges sont peu contrastées et il est même difficile de les compter. Avec la figure 3.9b et 4 V, on peut aisément compter 22 sauts de phase depuis le bas de l'image qui correspond à l'encastrement (zone brillante, immobile).



**Figure 3.9 : Temps moyenné à  $f = 360$  Hz pour 3 amplitudes vibratoires, a) amplitudes, b) différences de phase**

De part l'encastrement qui contraint le déplacement de la poutre, la variation de phase optique est liée au déplacement suivant  $z$  de la poutre selon la relation :

$$\Delta\varphi = \frac{2\pi}{\lambda} (1 + \cos(\theta_G)) u_z \quad (3.13)$$

En tout point de l'image localisé sur une frange sombre, on peut déterminer l'amplitude de vibration par cette relation :

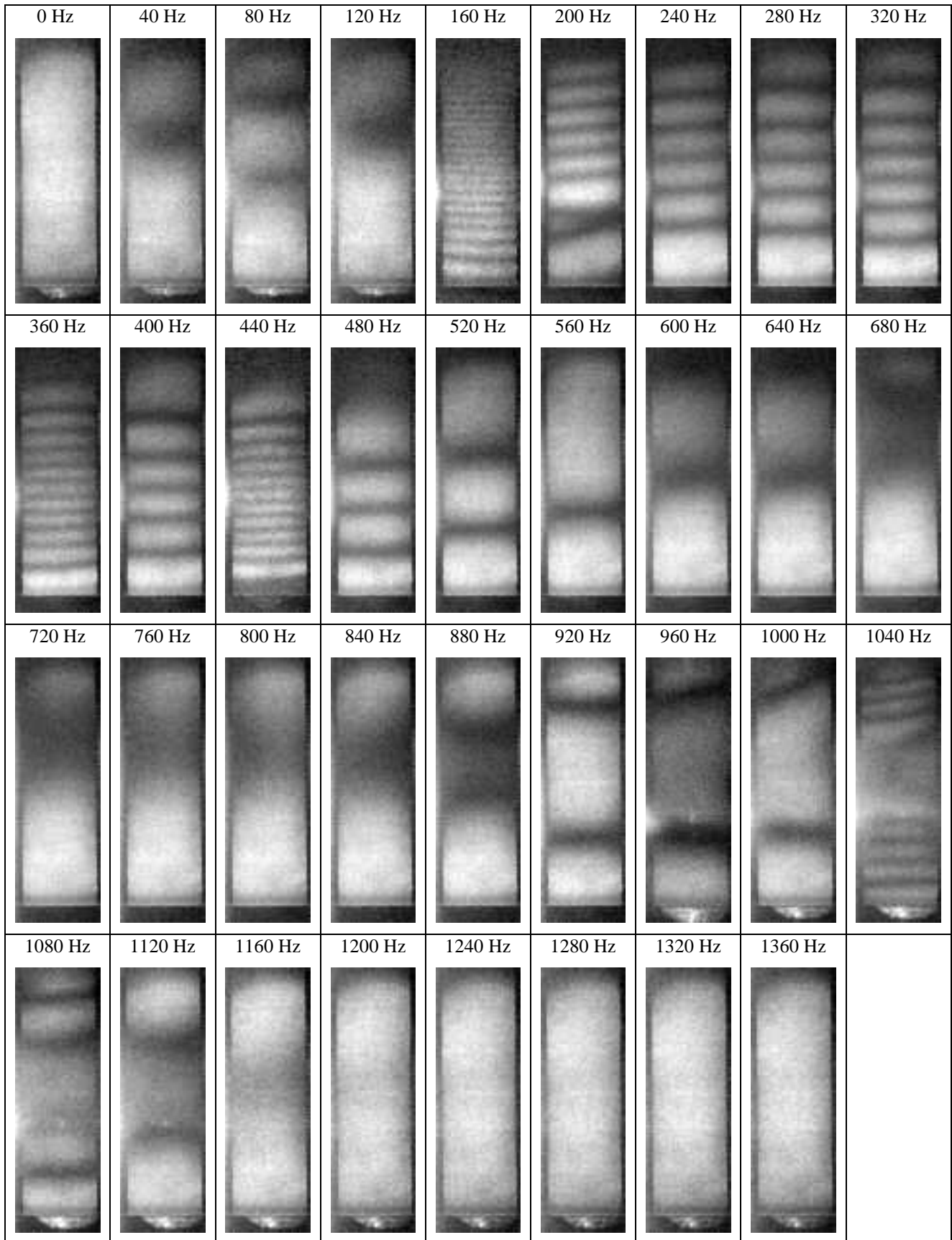
$$u_z = \frac{\lambda}{2\pi} \times \frac{1}{1 + \cos(\theta_G)} \omega_n \quad (3.14)$$

Ainsi, pour 4 V, on peut estimer que  $\omega_{22} = 68,33$  rad, donnant une amplitude de la vibration au bord supérieur de l'image égale à  $u_z \approx 3,1 \mu\text{m}$ .

### Résultats pour les éprouvettes sans pastille (ESP)

La figure 3.10 montre le comportement expérimental de l'éprouvette sans pastille pour une amplitude d'excitation constante (4 V). On peut considérer les franges comme des courbes de niveau représentant l'altitude  $u_z$ . Les franges horizontales caractérisent une flexion depuis la base de la poutre (extrémité encastree) vers son extrémité supérieure (extrémité excitée). Les franges aux fréquences 160 Hz, 360 Hz, 440 Hz et 1040 Hz caractérisent des modes de résonance en flexion. L'orientation des franges à 1040 Hz montre que l'éprouvette n'est pas sous sollicitation de flexion simple. Une légère torsion perturbe le parallélisme des

franges. Il est donc difficile d'affirmer, à la vue des cartes de franges en excitation forcée, que l'on ne rencontre que des modes de flexion. Par ailleurs, l'intervalle entre chaque enregistrement est de 40 Hz, il est donc possible que nous ayons loupé des modes de résonance.

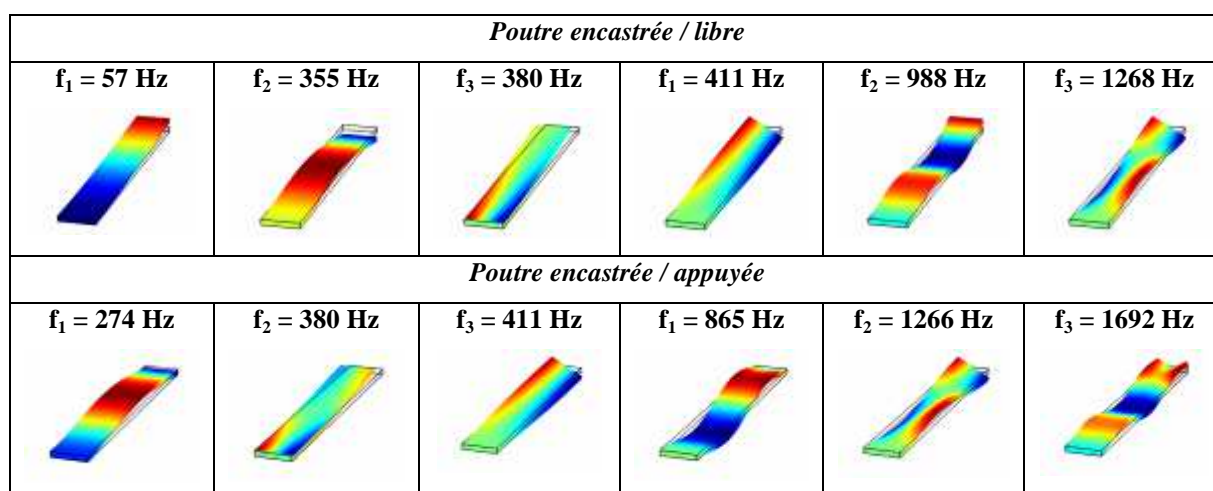


*Figure 3.10 : Comportement dynamique par temps moyenné (ESP)*



Pour éclaircir ce point, les mesures expérimentales peuvent être complétées par une simulation des fréquences propres par la méthode des éléments-finis (MEF). Les avantages de cette approche sur une étude analytique – les formulations analytiques des modes de poutre étant résolues [34]) – sont doubles. Il est d’une part aisé de paramétrer une pastille dans un modèle numérique et d’en observer l’influence. Il est possible d’autre part d’ajuster les conditions aux limites pour améliorer l’adéquation expérience / théorie.

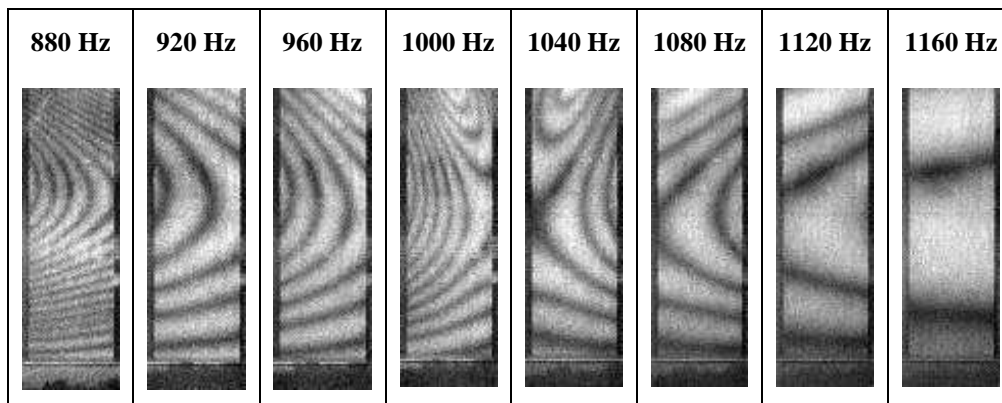
La figure 3.11 montre les six premiers modes d’une éprouvette ESP pour deux cas de fixation. Le recalage est effectué en deux étapes. La fréquence fondamentale a été tout d’abord expérimentalement mesurée à 57,5 Hz sur une poutre ESP encastéré / libre. Les paramètres matériau ont ensuite été ajustés pour recalculer correctement la simulation sur l’expérience. Le modèle est loin de la réalité expérimentale à cause de la difficulté à modéliser exactement la liaison pot vibrant / poutre. Dans la gamme de fréquences qui nous intéresse, on trouve des modes de flexion hors plan, de torsion, et de flexion dans le plan. Les franges expérimentales obtenues pour les fréquences 160 Hz, 360/440 Hz et 1040 Hz sont conformes aux trois premiers modes de flexion hors plan (comparer les figures 3.9 et 3.10). Les fréquences 360 Hz et 440 Hz sont semblables. Ceci révèle sans doute une dégénérescence modale. L’éprouvette sans pastille est donc principalement sollicitée en flexion. Ceci provient de l’excitation qui impose un déplacement en  $z$  sur l’axe de la poutre, déplacement qui est incompatible avec les modes de torsion et de flexion dans le plan.



**Figure 3.11 : Six premiers modes d’une poutre unidirectionnelle, modèle MEF (ESP)**

### Résultats pour les éprouvettes avec pastille (EAP)

La même méthode de travail a été appliquée aux éprouvettes EAP (figure 3.12). On ne note pas de différence significative entre les cartes de franges d'EAP3 et EAP4. La carte d'EAP2 montre un léger décalage en fréquence. La simulation permet de voir que la pastille diminue en effet les fréquences de résonance. Le facteur essentiel est la masse des pastilles. Le décalage fréquentiel est donc plus sensible au diamètre de la pastille qu'à son épaisseur (-4 Hz pour EAP3, -9 Hz pour EAP4, -14 Hz pour EAP1 et -29 Hz pour EAP4, par rapport à ESP pour le troisième mode de flexion). Toutes les cartes de franges sont similaires à celles de ESP jusqu'à 500 Hz. Au-delà, on note une perturbation des franges liée à la présence de modes d'une torsion. La séquence 880 Hz à 1160 Hz, reproduite sur la figure 3.12, en montre par exemple l'effet sur EAP2 (comparer avec la figure 3.10). Ces modes de torsion sont encouragés par le décalage des pastilles par rapport à l'axe des poutres plutôt que par leur présence.



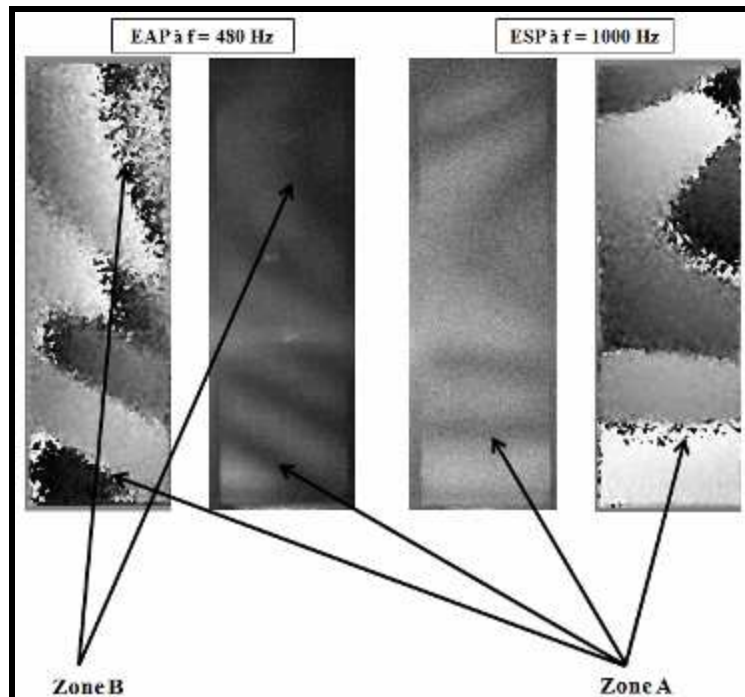
*Figure 3.12 : Déviation des franges sous l'effet d'une torsion (EAP2)*

### Quelques pièges à éviter

Une analyse trop rapide des cartes de franges peut amener des conclusions erronées. La figure 3.13 montre par exemple deux cartes présentant des similitudes entre une éprouvette vierge et une éprouvette avec pastille. Mais le phénomène observé est différent :

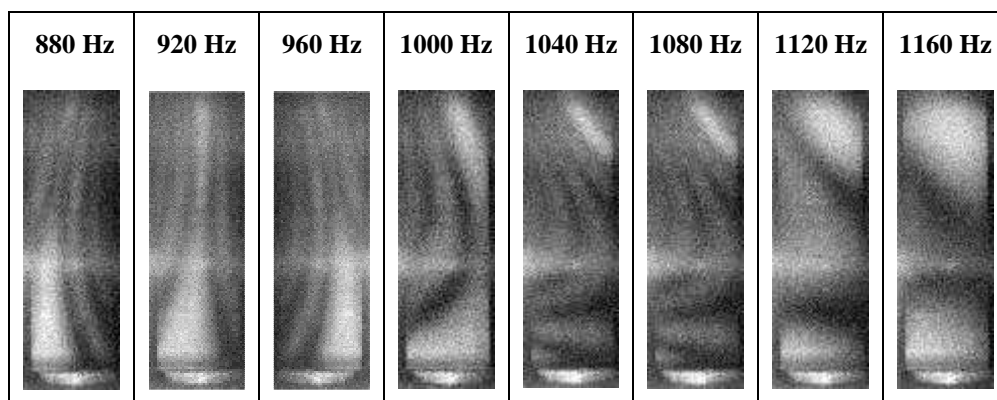
- la zone A présente des franges inclinées sur EAP et horizontales sur ESP,
- la zone B présente une discontinuité marquée sur EAP due au recouvrement de l'ordre 1 par l'ordre 0 sur les hologrammes initiaux (voir figure 3.7b).

Des cartes de franges similaires ne traduisent donc pas nécessairement le même état vibratoire. Concernant la figure 3.13, pour EAP, il s'agit d'un état de flexion juste après le second mode de flexion, probablement perturbé par la présence d'un mode de torsion ; pour ESP, il s'agit d'un état vibratoire qui précède le troisième mode de flexion légèrement perturbé par une architecture imparfaite de la poutre.



**Figure 3.13 : Similitude entre une EAP et une ESP pour deux vibrations différentes**

On montre sur la figure 3.14 qu'un mode de torsion est obtenu sur EAP1 vers 910 Hz. Cette observation est inattendue compte tenu de la sollicitation imposée. L'analyse de l'ensemble du jeu de franges montre que l'éprouvette était mal encadrée.



**Figure 3.14 : Mode de torsion pure sur une éprouvette mal fixée (EAP1)**

## **Bilan**

L'objet du Chapitre n'était pas de proposer une analyse vibratoire complète mais plutôt d'expertiser une technique holographique numérique. La technique est opérationnelle. Ajoutons que la détection sans contact des résonances, au vibromètre laser par exemple, pourrait constituer une stratégie complémentaire intéressante pour cibler l'analyse sur les modes de résonance. Nous avons montré en effet que l'intervalle de fréquence de 40 Hz adopté expérimentalement ne permet pas de détecter tous les modes de résonance. Cependant, un pas de 1 Hz, par exemple, rendrait prohibitif le temps de traitement des hologrammes et la quantité de données à stocker. L'analyse des hologrammes peut alors apporter un plus quant à la détermination des modes en présence. La présence de singularités affecte en effet l'allure des modes de résonance.

### **3.4 Mesure plein champ 3D par holographie trichromatique**

Nous avons évoqué, dans le paragraphe précédent, le fait que la méthode de temps moyenné ne donne pas directement d'information sur le déplacement de la structure en tout point. Bien que l'étude des franges de Bessel soit extrêmement intéressante pour le contrôle non destructif, on s'intéresse dans ce chapitre à étudier le comportement du même matériau en calculant les déplacements tridimensionnels et en appliquant une technique plein champ basée sur l'holographie numérique trichromatique.

Ces dernières années, les mesures tridimensionnelles basées sur l'holographie numérique tri-couleur sont devenues un outil incontournable pour une large communauté de chercheurs. Yamaguchi est l'un des premiers spécialistes à montrer la faisabilité de l'holographie numérique à la reconstruction des objets en couleur [35]. Depuis quelques années les chercheurs s'intéressent à la reconnaissance et à la reconstruction des objets dans leur vraie couleur [36-40]. Il a été montré récemment que l'utilisation de trois couleurs primaires (rouge, vert et bleu par exemple) en holographie numérique conduisait à la mesure absolue du champ de déplacement ou de variation d'indice, ce qui n'est pas le cas en holographie monochrome [41,42].

De nombreuses applications ont été développées en métrologie tridimensionnelle [43-47]. Cependant ces applications utilisent l'enregistrement séquentiel des hologrammes couleurs ou la technique du multiplexage spatio-chromatique sur capteur monochrome avec

comme inconvenient la réduction de la résolution spatiale et la complexité du dispositif optique.

La reconstruction des hologrammes couleurs peut être menée de façon indépendante pour chaque longueur d'onde par transformée de Fresnel ou par convolution, à condition que la taille des hologrammes monochromes reste identique pour une parfaite superposition au pixel près. La méthode de reconstruction par transformée de Fresnel n'est *a priori* pas adaptée à l'holographie couleur, puisque la taille des hologrammes dépend de la longueur d'onde [37]. Par ailleurs, la méthode de convolution bien que conduisant à des hologrammes de même taille n'est pas adaptée à la reconstruction des objets de grande dimension. L'adaptabilité de ces deux approches à la reconstruction des hologrammes couleurs a été étudiée par P. Tankam dans ses travaux de thèse [48].

Dans cette partie, nous étudions l'application de l'holographie numérique trichromatique en mécanique du solide sur une poutre de stratifié en flexion trois points. On applique l'algorithme de convolution qui permet aux trois images monochromes d'être superposées pour fournir simultanément une information plein champ tridimensionnelle.

### 3.4.1 Reconstruction des hologrammes numériques couleurs

La reconstruction des hologrammes numériques peut être réalisée par de nombreuses stratégies. La première méthode utilise la reconstruction par transformation de Fresnel. Cependant, cette méthode n'est pas adaptée à l'holographie numérique couleur puisque le pas d'échantillonnage dépend de la longueur d'onde dans le plan de reconstruction. La deuxième méthode utilise une approche de convolution.

D'après le Chapitre 2, le champ objet est simplement obtenu par une convolution entre l'hologramme  $H$ , multiplié par une onde sphérique numérique, et la réponse impulsionnelle de la propagation en espace libre  $h$ . Pratiquement cette convolution est implémentée par l'équation suivante :

$$A_r = FT^{-1}[FT[w \times H] \times FT[h]] \quad (3.15)$$

On peut également utiliser la fonction de transfert du spectre angulaire  $G$ , nécessitant seulement deux transformées de Fourier rapides :

$$A_r = FT^{-1}[FT[w \times H] \times G] \quad (3.16)$$

Cette stratégie est bien adaptée puisque l'échantillonnage ne dépend pas de la longueur d'onde. Nous appliquerons donc la stratégie basée sur la convolution à grandissement variable [49]. Nous allons montrer qu'il est possible de reconstruire des hologrammes avec des tailles indépendantes de la longueur d'onde de la source. Cette caractéristique est indispensable pour la reconstruction des hologrammes couleurs ou pour l'analyse multidimensionnelle.

### 3.4.3 Dispositif expérimental

#### Banc optique

Pour une mesure du champ des déplacements du matériau dans ses trois dimensions, on a utilisé trois lasers : un laser DPSS bleu à 457nm, un laser NdYAG vert à 532 nm et un laser DPSS rouge à 671 nm (figure 3.15). Le banc d'essai mécanique est placé à une distance  $d_0 = 830$  mm du capteur couleur de  $N \times M = 1420 \times 1064$  pixels de pas  $p_x = p_y = 5$   $\mu\text{m}$ .

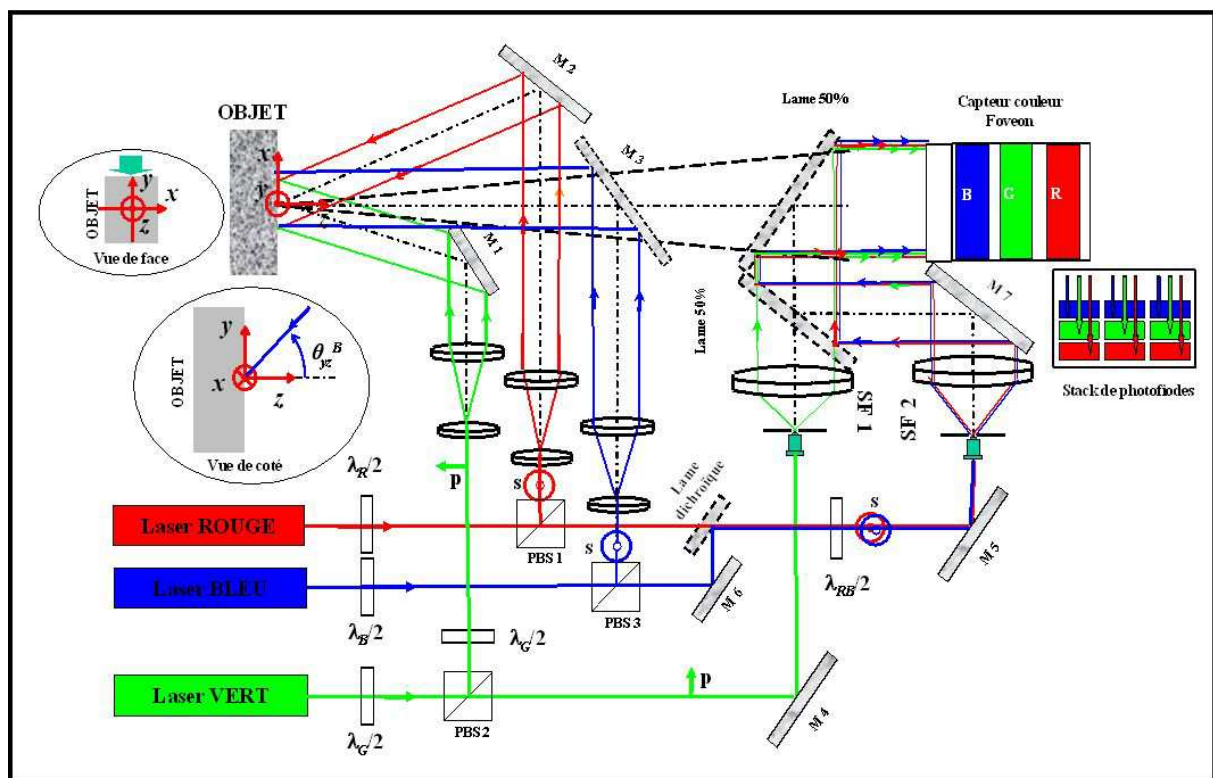


Figure 3.15 : Dispositif d'interférométrie holographique trichromatique

Les trois faisceaux sont séparés en faisceaux de référence et objet par les cubes à séparation de polarisation PBS1, PBS2 et PBS3. Pour s'affranchir des problèmes de sélectivité, les deux faisceaux de référence rouge et bleu sont combinés en un faisceau de référence unique en utilisant une lame dichroïque qui transmet le rouge et réfléchit le bleu. Le

faisceau de référence vert a été réglé indépendamment des deux autres faisceaux. L'angle d'incidence sur le capteur du bi-faisceau de référence rouge/bleu est réglé de sorte que les fréquences spatiales porteuses sont  $(u_0^R; v_0^R) = (-28,54; -51,34) \text{ mm}^{-1}$  pour l'hologramme rouge et  $(u_0^B; v_0^B) = (-41,91; -75,39) \text{ mm}^{-1}$  pour l'hologramme bleu. Le faisceau de référence vert est réglé avec une incidence telle que les fréquences spatiales sont  $(u_0^G; v_0^G) = (45,82; -30,73) \text{ mm}^{-1}$  pour l'hologramme vert.

Les trois faisceaux objet éclairent l'objet dans trois directions différentes et sous 3 angles différents. Les faisceaux d'éclairage rouge et vert sont contenus dans le plan  $(x,z)$ . Leurs angles d'incidence sont  $\theta_{xz}^R = +30,17^\circ$ ,  $\theta_{xz}^G = -11,80^\circ$ ,  $\theta_{yz}^R = \theta_{yz}^G = 0^\circ$ , tandis que le faisceau bleu éclaire l'objet par le haut et avec des angles  $\theta_{yz}^B = +46,27^\circ$  et  $\theta_{xz}^B \cong 0^\circ$ . La figure 3.16 présente des vecteurs d'éclairage et d'observation dans le repère cartésien  $(x,y,z)$ .

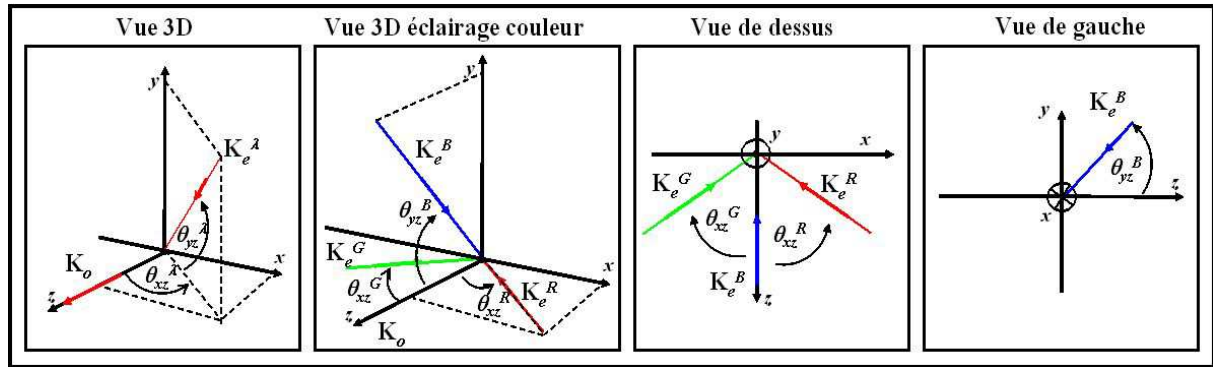


Figure 3.16 : Vecteurs éclairage et observation

Dans une géométrie 3D, en utilisant trois faisceaux lumineux avec trois longueurs d'onde différentes, chaque vecteur éclairage peut être exprimé dans le repère d'axe selon (les angles ont orientés) :

$$\mathbf{K}_e^\lambda = -\cos \theta_{yz}^\lambda \sin \theta_{xz}^\lambda \mathbf{i} - \sin \theta_{yz}^\lambda \mathbf{j} - \cos \theta_{yz}^\lambda \cos \theta_{xz}^\lambda \mathbf{k} \quad (3.22)$$

Le vecteur d'observation est perpendiculaire à la surface de l'objet :

$$\mathbf{K}_o = \mathbf{k} \quad (3.23)$$

Nous obtenons un vecteur sensibilité donné par cette équation :

$$\mathbf{S}_\lambda = \mathbf{K}_e^\lambda - \mathbf{K}_o = -\cos \theta_{yz}^\lambda \sin \theta_{xz}^\lambda \mathbf{i} - \sin \theta_{yz}^\lambda \mathbf{j} - (1 + \cos \theta_{yz}^\lambda \cos \theta_{xz}^\lambda) \mathbf{k} \quad (3.24)$$

La différence de phase pour chaque longueur d'onde est  $\Delta\phi_\lambda = 2\pi\mathbf{U} \cdot (\mathbf{K}_e^\lambda - \mathbf{K}_0) / \lambda$ . En utilisant les trois longueurs d'onde avec les trois différentes directions d'éclairage, on obtient une relation matricielle entre les changements de phases monochromes mesurés à partir des hologrammes et chaque composante du champ des déplacements 3D :

$$\begin{pmatrix} \lambda_1 \Delta\phi_{\lambda_1} \\ \lambda_2 \Delta\phi_{\lambda_2} \\ \lambda_3 \Delta\phi_{\lambda_3} \end{pmatrix} = 2\pi \mathbf{A} \begin{pmatrix} u_x \\ u_y \\ u_z \end{pmatrix} \quad (3.25)$$

L'inversion de la matrice conduit à la détermination des trois composantes du vecteur déplacement :

$$\begin{pmatrix} u_x \\ u_y \\ u_z \end{pmatrix} = \frac{1}{2\pi} \mathbf{A}^{-1} \begin{pmatrix} \lambda_1 \Delta\phi_{\lambda_1} \\ \lambda_2 \Delta\phi_{\lambda_2} \\ \lambda_3 \Delta\phi_{\lambda_3} \end{pmatrix} \quad (3.27)$$

Pour alléger les notations, on note :  $\theta_R = \theta_{xz}^R$ ,  $\theta_G = \theta_{xz}^G$  et  $\theta_B = \theta_{yz}^B$ . D'après l'équation (3.27) le calcul des trois composantes du champ des déplacements est donné par la relation suivante :

$$\begin{pmatrix} u_x \\ u_y \\ u_z \end{pmatrix} = \frac{1}{2\pi\alpha} \begin{pmatrix} 1 + \cos(\theta_G) & -1 - \cos(\theta_G) & 0 \\ \sin(\theta_G)(1 + \cos(\theta_B)) / \sin(\theta_B) & \sin(\theta_R)(1 + \cos(\theta_B)) / \sin(\theta_B) & -\alpha / \sin(\theta_R) \\ -\sin(\theta_G) & -\sin(\theta_R) & 0 \end{pmatrix} \times \begin{bmatrix} \lambda_R \Delta\phi_R \\ \lambda_G \Delta\phi_G \\ \lambda_B \Delta\phi_B \end{bmatrix} \quad (3.28)$$

où  $\alpha = \sin(\theta_R)(1 + \cos(\theta_G)) + \sin(\theta_G)(1 + \cos(\theta_R))$  et  $\Delta\phi_R$ ,  $\Delta\phi_G$ , et  $\Delta\phi_B$  sont les différences de phases dans chaque longueur d'onde.

La figure 3.17 présente quelques photographies du dispositif holographique. L'image du coin supérieur gauche présente les trois sources lasers, tandis que celle du coin inférieur droit présente les deux ondes de références (vert et rouge-bleu) et le capteur.



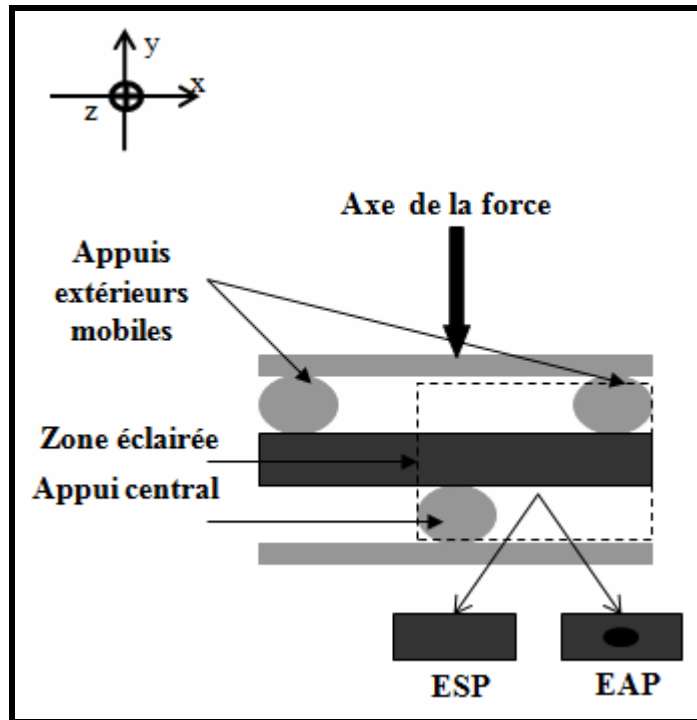


*Figure 3.17 : Photographies du banc d'holographie trichromatique*

### Configuration mécanique

Le dispositif est utilisé pour étudier le comportement du même matériau stratifié (ESP, EAP) avec une sollicitation de type « flexion 3 points ». L'éprouvette est mise sous contrainte de flexion comme le montre la figurette en haut à droite de la figure 3.17. Les éprouvettes utilisées ont pour dimension  $95 \times 30 \times 4 \text{ mm}^3$ . Elle proviennent des mêmes plaques que les éprouvettes testées en vibration. Une pastille est intégrée à certaines éprouvettes. Le rayon du poinçon est de 9 mm. La figure 3.18 schématise la configuration mécanique de l'essai de flexion 3 points. Lors de l'essai, les appuis extérieurs sont mobiles et l'appui central est fixe. Seule la partie droite, en pointillé sur la figure 3.18, est observée. L'essai se déroule de la façon suivante : on acquiert un premier hologramme de l'objet après son positionnement dans le banc d'essai, puis on incrémente le déplacement afin de faire apparaître des franges numériques (modulo  $2\pi$ ) sur l'éprouvette lors de la reconstruction numérique et calcul de la différence de phase. On se limite à un faible nombre de franges afin de rester compatible avec la résolution spatiale sur l'image de la poutre  $(\rho_x^R ; \rho_y^R) = (78,44 ; 104,68) \mu\text{m}$ ,  $(\rho_x^G ; \rho_x^G) = (62,19 ; 83) \mu\text{m}$  et  $(\rho_x^B ; \rho_x^B) = (53,42 ; 71,29) \mu\text{m}$ .

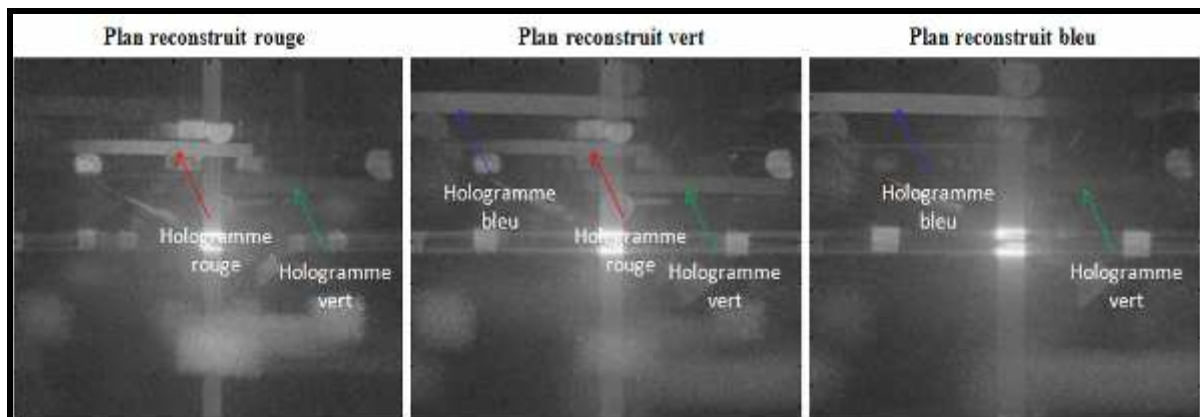
À chaque incrément, on enregistre l'hologramme de l'état courant et chaque hologramme sert de référence pour l'état suivant. Le test est effectué à déplacement imposé. La force de flexion n'est pas mesurée. L'incrément de rotation de la manette de chargement mécanique du dispositif est de  $\pi/8$  entre deux états de chargement.



*Figure 3.18 : Configuration mécanique en flexion 3 points*

### 3.4.4 Résultats expérimentaux

Les hologrammes de l'objet éclairé par les trois longueurs d'onde sont enregistrés simultanément. La figure 3.19 présente les champs reconstruits par transformée de Fresnel dans chaque plan rouge, vert, bleu.

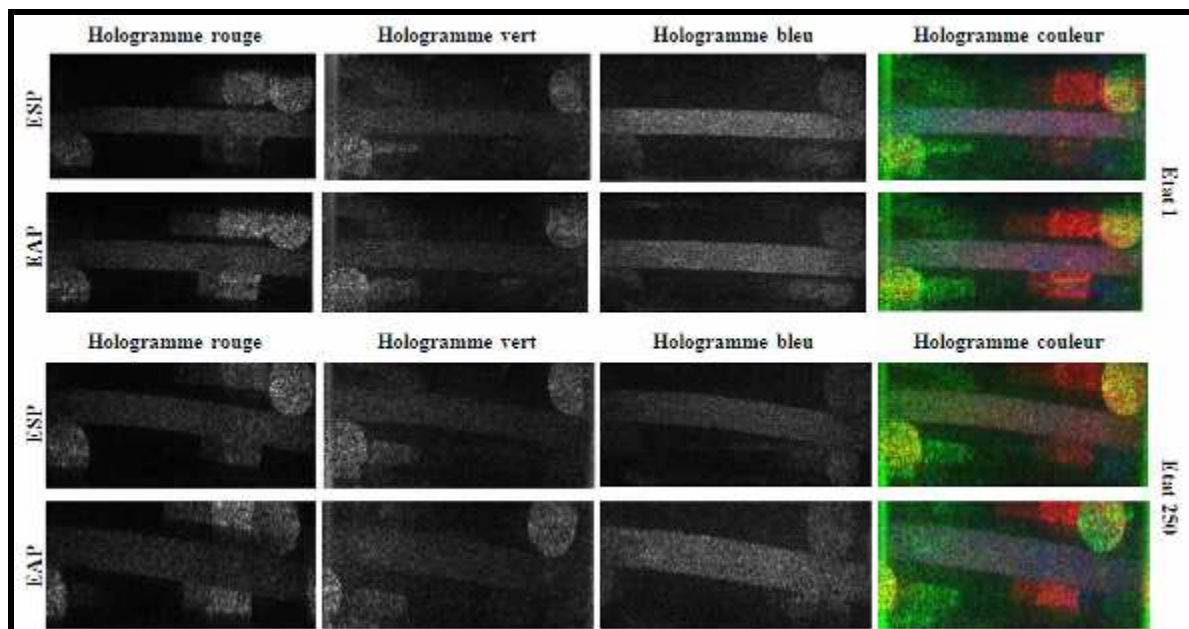


*Figure 3.19 : Champs rouge, vert et bleu reconstruits par transformée de Fresnel*

Nous remarquons que chacun des hologrammes est isolé dans son plan reconstruit. La reconstruction est alors possible sans risque de parasitage. Cependant, la taille de l'objet dépend de la longueur d'onde, ce qui complique la superposition des trois couleurs point par

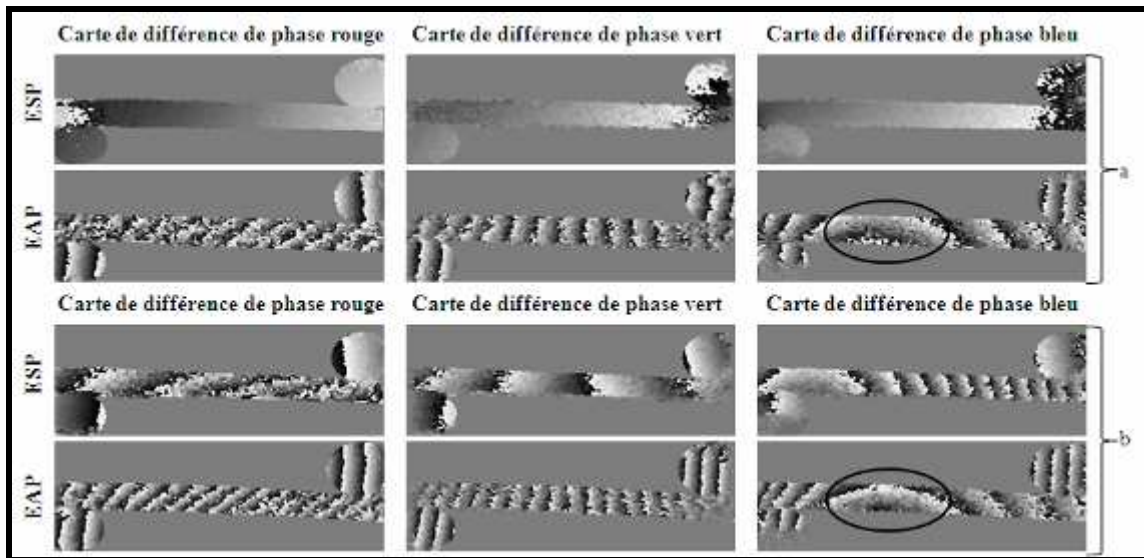
point. Pour obtenir une taille d'objet invariante avec la longueur d'onde, le calcul des hologrammes est mené par la méthode de convolution à grandissement variable avec onde de reconstruction sphérique numérique (cf Chapitre 2). L'horizon reconstruit est choisi égal à  $K \times L = 1024 \times 1024$  points, ce qui conduit à  $\gamma = 0,16$ . Le rayon de courbure de l'onde de reconstruction et de la distance de reconstruction sont donnés par  $R_c = \gamma d_0 / (\gamma - 1) = 157,34$  mm et  $d_r = -\gamma d_0 = -132,27$  mm. La fonction de transfert associée au noyau de convolution est celle du spectre angulaire.

La figure 3.20 présente les hologrammes rouge, vert et bleu reconstruits par convolution, ainsi que l'hologramme couleur obtenu par superposition pour ESP et EAP pour deux états de contraintes.



**Figure 3.20 : Images obtenues par convolution à grandissement variable**

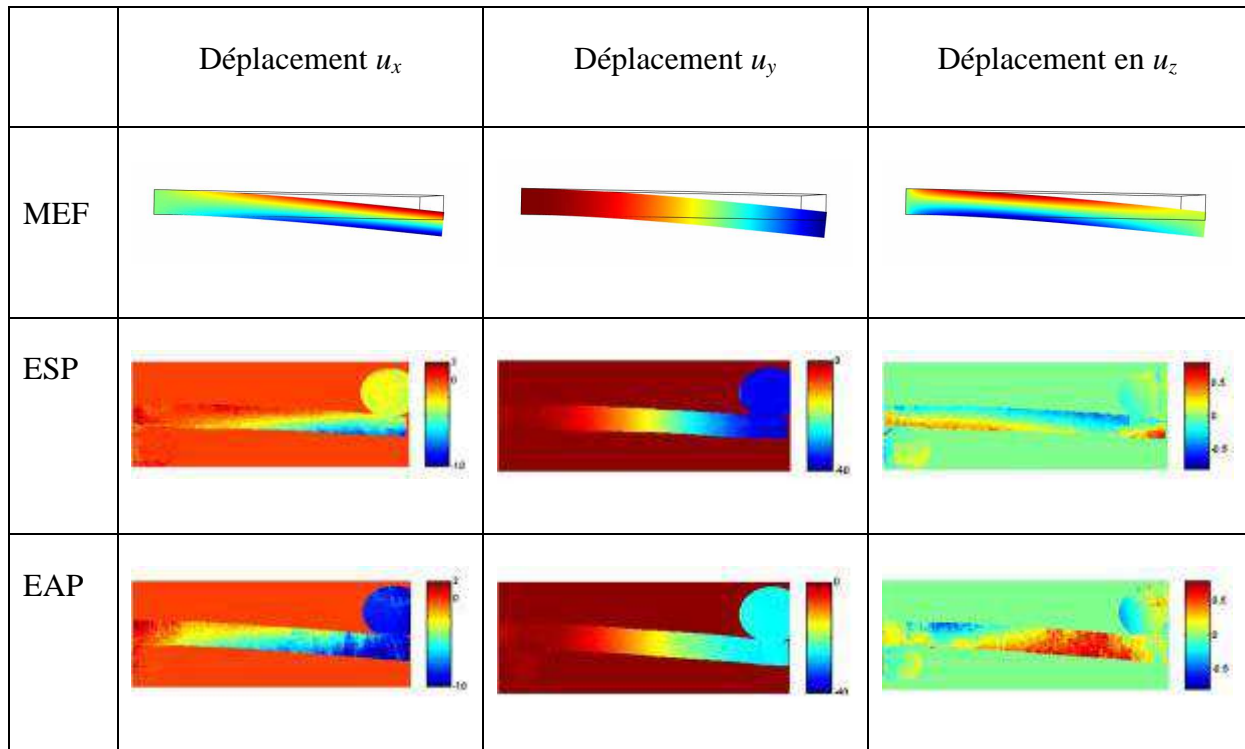
Durant l'essai, nous avons enregistré 250 hologrammes pour chaque éprouvette. Les différences de phases sont calculées entre deux états de contraintes successifs. La figure 3.21 présente deux séries de cartes de différences de phases sur les voies rouge, vert et bleu. La figure 3.21a correspond à la différence de phase entre l'hologramme n°1 et l'hologramme initial de référence, numéroté n°0. La figure 3.21b correspond à la différence de phase entre le n°99 et le n°98.



**Figure 3.21 : Différences de phases entre deux états de contrainte**  
**(a : 1-0; b : 99-98 ; ○ emplacement de la pastille)**

Nous pouvons noter d’abord pour la série (a) l’absence des franges pour ESP puisque la contrainte est faible au début de l’essai. Les franges dans EAP sont liées à un déplacement de corps rigide. C’est un premier écueil à éviter, la présence de franges sur les appuis est utile pour détecter ce problème. Pour la série (b), on observe plus de franges pour les deux éprouvettes. Cela signifie que l’incrément de déformation est plus élevée pour la série (b) que pour la série (a). Pour les deux séries, on remarque la présence de bruit entre les franges pour EAP, les conditions expérimentales sont moins bonnes que pour l’éprouvette ESP. Un filtrage des franges est donc nécessaire.

Pour observer l’influence de la pastille, on a divisé l’ensemble des cartes de phase en 5 séries puis on a déroulé ces cartes. La figure 3.22 illustre le résultat obtenu avec EAP et ESP pour la série n°3. Les cartes de déplacement sont recalées pour compenser les mouvements de corps rigide de l’échantillon, inévitables à cette échelle de mesure. La couleur de fond correspond à un déplacement nul. Les cartes de déplacement calculées pour ESP sont validées qualitativement par une simulation MEF d’une poutre encastree avec un déplacement imposé à 40  $\mu\text{m}$ .



**Figure 3.22 : Mesure du champ des déplacements 3D (série n°3)**

L'analyse fine des composantes  $u_x$  et  $u_y$  du champ des déplacements révèle une différence de rigidité : la pastille rigidifie localement l'échantillon. La composante  $u_z$  révèle, en outre, un effet Poisson au quart de l'éprouvette qui est dû à la présence de la pastille piézoélectrique.

Ce résultat démontre que l'éprouvette, pour le chargement analysé ici, n'a pas encore subit de dédommagement de type délaminage interlaminaire. Ce phénomène aura lieu plus tard dans l'essai et sera visible sur l'échantillon post-mortem.

### 3.5 Conclusion

Au cours de ce premier Chapitre d'application, nous avons démontré en premier temps, la possibilité d'analyser par holographie numérique de Fresnel en temps moyenné le comportement vibratoire des poutres composites excitées harmoniquement. Cette méthode offre des possibilités intéressantes pour l'analyse des modes de vibration à partir de l'enregistrement d'un unique hologramme. Elle est *a priori* applicable à une structure, pourvu que les modes soient détectés par ailleurs. Dans un second temps, on a montré que les pastilles utilisées influencent le comportement mécanique des matériaux en régime statique.

Les champs de déplacement calculés sont conformes à la simulation numérique par la méthode éléments-finis.

Bien que la méthode d'holographie en temps moyenné soit captivante pour le contrôle non destructif, elle ne permet pas de mesurer le déplacement de la structure en tout point. En revanche, la méthode d'holographie numérique trichromatique admet des mesures tridimensionnelles des champs de déplacement. Les études initiales présentées dans ce Chapitre ont mis en évidence les points à améliorer dans notre manipulation tel que les caractéristiques de la caméra utilisée et les optimisations optiques. Il faut également optimiser la configuration mécanique selon la norme en vigueur afin que la méthode adoptée soit plus efficace pour la détermination des champs des déplacements et de déformations sur des éprouvettes de taille réduite soumises à des chargements plus faibles.

Le Chapitre suivant présente un dispositif expérimental amélioré qui sera appliqué sur d'autres types de composites à renfort naturel, tel que les fibres de lin.



### 3.6 Bibliographie

1. W.J. Cantwell, J. Morton, The impact resistance of composite materials - a review, *Comp.* **22**, 347–362 (1991).
2. K. L. Reifsnider, *Damage in composite materials*, American Society for Testing and Materials (1982).
3. B. B. Djordjevic, Nondestructive test technology for the composites, The 10th International Conference of the Slovenian Society for Non-Destructive Testing, Application of Contemporary Non-Destructive Testing in Engineering, 259-265 (2009).
4. W. H. Prosser, K. E. Jackson, S. Kellas, B. T. Smith, J. McKeon, A. Friedman, Advanced, Waveform Based Acoustic Emission Detection of Matrix Cracking in Composites, *Mat. Eval.* **53**, 1052-1058 (1995).
5. J.M. Park J.W. Kong, D.S. Kim, D.J. Yoon, Nondestructive damage detection and interfacial evaluation of single-fibers/epoxy composites using PZT, PVDF and P(VDF-TrFE) copolymer sensors, *Compo. Sci. Tech.* **65**, 241-256 (2005).
6. M. Johnson, P. Gudmundson, Broad-band transient recording and characterization of acoustic emission events in composite laminates, *Compo. Sci. Tech.* **60**, 2803-2818 (2000).
7. P. Picart, J. Leval, F. Piquet, J.-P. Boileau, Th. Guimezanes, J.-P. Dalmont, Tracking high amplitude auto-oscillations with digital Fresnel holograms, *Opt. Expr.* **15**, 8263-8274 (2007).
8. D. Aguayo, F.M. Mendoza Santoyo, M.H.. De la Torre-Ibarra, M.D. Salas-Araiza, C. Caloca-Mendez, D.A. Gutierrez Hernandez, Insect wing deformation measurements using high speed digital holographic interferometry, *Opt. Expr.* **18**, 5661-5667 (2010).
9. P. Smigielski, *Holographie industrielle* (Editions Teknéa, Toulouse, 1994).
10. A. K. Bledzki, A. Kessler, R. Rikards, A. Chate, Determination of elastic constants of glass/epoxy unidirectional laminates by the vibration testing of plates, *Compo. Sci. Tech.* **59**, 2015-2024 (1999).
11. C. Kyriazoglou, B. H. Le Page, F. J. Guild, Vibration damping for crack detection in composite laminates, *Composites Part A: Appl. Sci. Manuf.* **35**, 945-953 (2004).
12. T.Y. Kam, C.M. Chen, S.H. Yang, Material characterization of laminated composite materials using a three-point-bending technique, *Compo. Struc.* **88**, 624-628 (2009).
13. N. Carbajal, F. Mujika, Determination of compressive strength of unidirectional composites by three-point bending tests, *Poly. Test.* **28**, 150-156 (2009).
14. L.G. Stringer, Optimization of the wet lay-up/vacuum bag process for the fabrication of carbon fibre epoxy composites with high fibre fraction and low void content, *Composites* **20**, 441-452 (1989).
15. A. K. Bledzki, A. Kessler, R. Rikards, A. Chate, Determination of elastic constants of glass/epoxy unidirectional laminates by the vibration testing of plates composites, *Sci. Tech.* **59**, 2015-2024 (1999).
16. L. H. Tenek, E. G. Henneke II, M. D. Gunzburger, Vibration of delaminated composite plates and some applications to non-destructive testing, *Compo. Struc.* **23**, 253-262 (1993).
17. C. Kyriazoglou, B. H. Le Page, F. J. Guild, Vibration damping for crack detection in composite laminates, Part A: *Appl. Sci. Manuf.* **35**, 945-953 (2004).
18. Y. Zou, L. Tong, G.P. Steven, Vibration-based model-dependent damage (delamination) identification and health monitoring for composite structures, *Journal of Sound and Vibration*, **230**, 357-378 (2000).
19. D.N. Borza, Stepped-amplitude modulation interferometry a new real-time mechanical vibrations measurement technique, in *Proceedings of Conference on Interferometry in Speckle Light: Theory and Applications*, Lausanne, Switzerland, September 25-28, 305-310 (2000).

20. D.N. Borza, Full-field vibration amplitude recovery from high-resolution time-averaged speckle interferograms and digital holograms by regional inverting of the Bessel function, *Opt. & Las. Eng.* **44**, N°8, 747-770 (2006).
21. D.N. Borza, High-resolution time-average electronic holography for vibration measurement, *Opt. & Las. Eng.* **41**, N°3, 515-527 (2004).
22. D.N. Borza, Vibration amplitude field estimation based on high-resolution time-averaged interferograms, *Proc. SPIE* **6341**, U364-U369 (2006).
23. D.N. Borza, A. Makloufi, A. El Hami, Holographic vibration measurement and numerical modelling of immersed structures, *Proc. SPIE* **6341**, U463-U468 (2006).
24. K. Creath, Phase-measurement interferometry techniques, in *Progress in Optics*, E. Wolf, ed. (Elsevier, Amsterdam) **26**, pp. 349-393 (1988).
25. R.L. Powell, K.A. Stetson, Interferometric analysis by wavefront reconstruction, *J. Opt. Soc. Am. A* **55**, 1593-1598 (1965).
26. P. Picart, J. Leval, D. Mounier, S. Gougeon, Time-averaged digital holography, *Opt. Lett.* **28**, 1900-1902 (2003).
27. P. Picart, J. Leval, D. Mounier, S. Gougeon, Some opportunities for vibration analysis with time-averaging in digital Fresnel holography, *App. Opt.* **44**, 337-343 (2005).
28. K. A. Stetson, W. R. Brohinsky, Fringe-shifting technique for numerical analysis of time-average holograms of vibrating objects, *J. Opt. Soc. Am. A* **5**, 1472-1476 (1988).
29. J. D. R. Valera, J. D. C. Jones, Vibration analysis by modulated time-averaged speckle shearing interferometry, *Meas. Sci. Tech.* **6**, 965-970 (1995).
30. B. Lu, X. Yang, H. Abendroth, H. Eggers, Time-averaged subtraction method in electronic speckle pattern interferometry methods, *Appl. Opt.* **35**, 4502-4509 (1996).
31. W.C. Wang, C.H. Hwang, S.Y. Lin, Vibration measurement by the time-averaged electronic speckle pattern interferometry methods, *Appl. Opt.* **35**, 4502-4509 (1996).
32. Th. Kreis, *Holographic Interferometry – Principles and Methods* (Akademie Verlag Series in Optical Metrology 1, Akademie Verlag GmbH, Berlin, 1996).
33. P. Picart, J.C. Li, *Digital Holography* (ISTE Wiley, London, 2012).
34. J.M. Berthelot, *Matériaux Composites – Comportement Mécanique et Analyse des Structures* (Edition Lavoisier, 4<sup>ème</sup> édition, 2005).
35. I. Yamaguchi, T. Matsumura, J. Kato, Phase shifting color digital holography, *Opt. Lett.* **27**, 1108-1110 (2002).
36. J. Kato, I. Yamaguchi, T. Matsumura, Multicolor digital holography with an achromatic phase shifter, *Opt. Lett.* **27**, 1403-1405 (2002).
37. P. Ferraro, S. De Nicola, G. Coppola, A. Finizio, D. Alfieri, G. Pierattini, Controlling image size as a function of distance and wavelength in Fresnel-transform reconstruction of digital holograms, *Opt. Lett.* **29**, 854-856 (2004).
38. B. Javidi, P. Ferraro, S. Hong, S. De Nicola, A. Finizio, D. Alfieri, G. Pierattini, Three dimensional image fusion by use of multiwavelength digital holography, *Opt. Lett.* **30**, 144-146 (2005).
39. J. Zhao, H. Jiang, J. Di, Recording and reconstruction of a color holographic image by using digital lensless Fourier transform holography, *Opt. Exp.* **16**, 2514-2519 (2008).
40. P. Picart, P. Tankam, D. Mounier, Z. J. Peng, J. C. Li, Spatial bandwidth extended reconstruction for digital color Fresnel holograms, *Opt. Exp.* **17**, 9145-9156 (2009).
41. N. Demoli, D. Vukicevic, M. Torzynski, Dynamic digital holographic interferometry with three wavelengths, *Opt. Exp.* **11**, 767-774 (2003).
42. J. M. Desse, P. Picart, P. Tankam, Digital three-color holographic interferometry for flow analysis, *Opt. Exp.* **16**, 5471-5480 (2008).
43. L. Yu, M. K. Kim, Wavelength-scanning digital interference holography for tomographic three-dimensional imaging by use of the angular spectrum method, *Opt. Lett.* **30**, 2092-



- 2094 (2005).
44. M. De la Torre-Ibarra, F. M. Santoyo, C. P. López, and T. Saucedo, Detection of surface strain by three-dimensional digital holography, *Appl. Opt.* **44**, 27-31 (2005).
  45. A. T. Saucedo, F. M. Santoyo, M. De la Torre-Ibarra, Endoscopic pulsed digital holography for 3D measurements, *Opt. Exp.* **14**, 1468-1475 (2006).
  46. L. Yu, G. Pedrini, W. Osten, M. K. Kim, Three-dimensional angle measurement based on propagation vector analysis of digital holography, *Appl. Opt.* **46**, 3539- 3545 (2007).
  47. P. Tankam, P. Picart, Use of digital color holography for crack investigation in electronic components, *Opt. & Las. Eng.* **49**, N°11, 1335-1342 (2011).
  48. P. Tankam, *Méthodes d'holographie numérique couleur pour la métrologie sans contact en acoustique et mécanique* (Thèse de Doctorat, Spécialité Acoustique, Université du Maine, 2010).
  49. J.C. Li, P. Tankam, Z. Peng, P. Picart, Digital holographic reconstruction of large objects using a convolution approach and adjustable magnification, *Opt. Lett.* **34**, 572-574 (2009).

## **Chapitre 4**

### **Application à l'essai de cisaillement en flexion trois points rapprochés (F3PR)**



## 4.1 Introduction

Depuis les années 90, de nouveaux matériaux composites ont émergé dans le paysage industriel. Les contraintes environnementales et les nouvelles réglementations ont poussé les industriels à développer des matériaux issus de ressources renouvelables. L'introduction de fibres naturelles dans des matrices polymères (biodégradables ou non) peut apporter des avantages notoires par rapport aux fibres traditionnellement utilisées dans les composites (comme les fibres de verre) : faibles densités, faibles coûts (selon leur degré d'affinage), dégradabilité aisée, empreinte énergétique faible [1-4].

Les fibres végétales sont essentiellement constituées de celluloses, d'hémicelluloses, de lignines et de pectines. La notion de variabilité est importante et doit être prise en compte dans le cas des fibres d'origine végétale. L'origine botanique, le degré de maturité et le mode d'extraction génèrent des variations de propriétés dimensionnelles et structurales (densité, diamètre, longueur, taux de cellulose, angle microfibrillaire ...). Ces caractéristiques vont elles-mêmes influencer les propriétés mécaniques et thermiques des fibres. Par exemple, les fortes propriétés mécaniques du lin sont attribuées à son taux de cellulose élevé. De même, la résistance et la dureté de la fibre sont inversement proportionnelles à l'angle microfibrillaire (estimé à 10° pour le lin). La dégradabilité thermique des fibres (qui est un inconvénient pour leurs applications de charge ou de renfort, mais qui est un atout pour la fin de vie) est proportionnelle au taux d'hémicellulose.

Les matériaux composites à base de fibre végétale (lin, chanvre, jute...) sont à l'étude depuis de nombreuses années. J. Gassan et A. K. Bledzki sont parmi les premiers chercheurs qui ont travaillé à améliorer les caractéristiques et les propriétés mécaniques des composites jute/polypropylène [5] et jute/époxy [6]. On parle ici de composites architecturés car les fibres sont orientées selon les souhaits de l'élaborateur. C. Baley s'est intéressé particulièrement à l'analyse des fibres de lin. Il a montré que la connaissance de la structure et du comportement des fibres individuelles est d'une importance cruciale pour leur utilisation en tant que renfort pour matériaux composites [7-9].

Dans ce contexte, on a choisi d'appliquer nos moyens d'investigation par holographie 3D sur des composites lin/époxy en collaboration avec la société Lineo NV. Cette dernière produit industriellement des tissus de lin pré-imprégnés d'une résine d'époxyde. La problématique consiste à tester les propriétés de cisaillement interlaminaire des matériaux

composites par l'essai de flexion trois points sous appuis rapprochés, F3PR [10-13]. Cet essai tient une place importante dans le contrôle qualité. Il est simple à mettre en œuvre et permet de tester des échantillons prélevés directement sur les structures réelles [14, 15]. Diverses méthodes de contrôle sont déjà à l'œuvre pour mesurer la propagation de fissures. Nous adaptons ici l'holographie numérique trichromatique pour étudier finement le comportement en cisaillement de composites stratifiés unidirectionnels. Le savoir faire tiré des études précédentes est mis à profit sur un essai aux dimensions parfaitement adaptées à l'holographie numérique couleur. La méthode d'holographie donne accès à une mesure tridimensionnelle du déplacement par illumination de l'échantillon selon trois directions et trois longueurs d'onde. L'objectif principal consiste à détecter le cas échéant le début du cisaillement interlaminaire. Les analyses *post mortem* ne permettent en effet pas toujours de valider ce dernier, notamment sur des échantillons lin/époxy. Le second objectif consiste à mesurer le cisaillement interlaminaire  $G_{13}$ .

Nous commençons ce Chapitre par une présentation de l'élaboration des échantillons utilisés. Nous présentons le dispositif optique et les méthodes de mesures utilisées, puis nous validons ces dernières sur un échantillon verre/époxy. Enfin, nous présentons les résultats obtenus pour des applications à des échantillons lin/époxy et lin/carbone/époxy.

## 4.2 Les échantillons

On cherche à comparer le comportement au cisaillement interlaminaire d'un stratifié verre/époxy (20 plis de fibres de verre unidirectionnelles), d'un stratifié lin/époxy (12 plis de fibres de lin sous forme de tissus pré-impregnés quasi-unidirectionnel) et d'un stratifié lin/carbone/époxy (5 plis quasi-unidirectionnel de fibres de lin + 2 plis unidirectionnels de fibres de carbone + 5 plis quasi-unidirectionnel de fibres de lin). La matrice utilisée est une résine époxyde pour pré-impregnés. Les échantillons ont été élaborés au laboratoire dans le cadre d'applications industrielles (protocole d'élaboration des plaques stratifiées présenté dans la référence [16]). Les éprouvettes, d'épaisseur proche de 2 mm, sont découpées à la dimension 10 mm × 20 mm à l'aide d'une mini scie ou d'une mini meule selon le matériau.

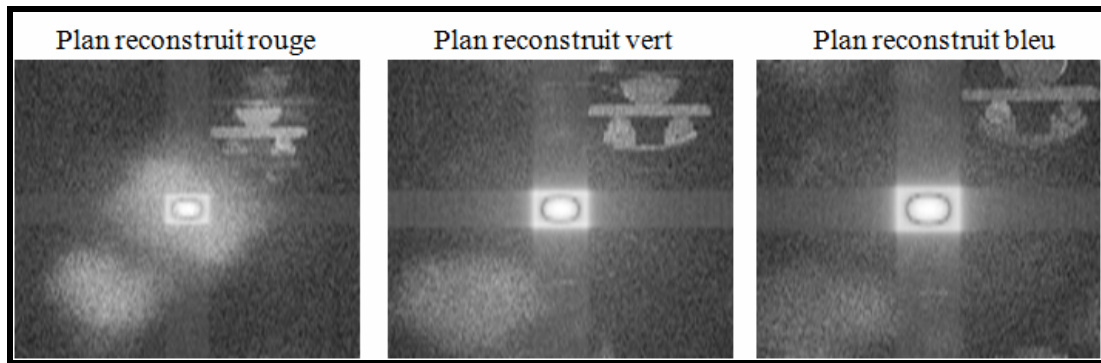
Les données expérimentales utiles seront données dans le tableau 4.3. Pour le verre/époxy et le lin/époxy, le taux de fibres est proche de 50 %. Il est mesuré sur des plaques de 200 mm × 110 mm via la connaissance des densités des fibres et de la résine et via la mesure des dimensions et de la masse. Les coefficients de rigidité des pré-impregnés utilisés

sont connus. Le stratifié lin/carbone/époxy est un prototype élaboré pour tester la compatibilité entre les matériaux, notamment du point de vue du cisaillement interlaminaire.

### 4.3 Dispositif expérimental

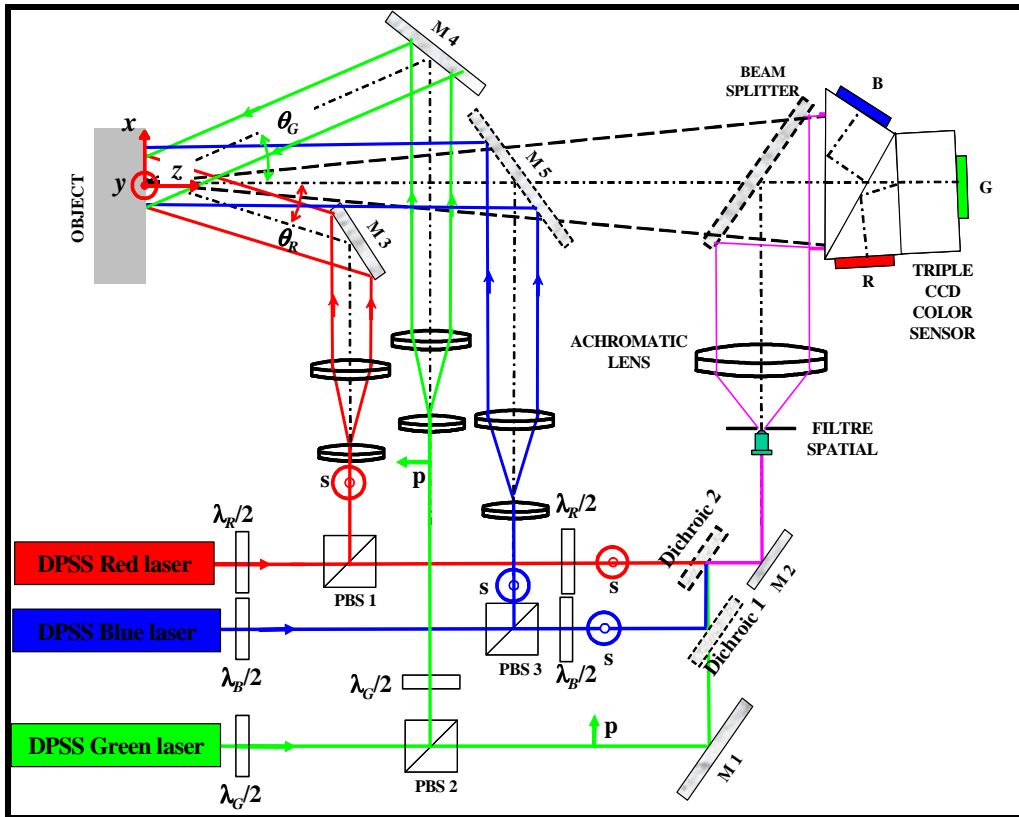
#### 4.3.1 Banc optique

Le détecteur matriciel utilisé dans le dispositif holographique trichromatique est un capteur couleur 3CCD de la société Hamamatsu avec  $N \times M = 1344 \times 1024$  pixels de pas  $p_x = p_y = 6,45 \mu\text{m}$ . On a utilisé trois sources laser : un laser DPSS bleu à 457 nm, un laser doublé NdYAG vert à 532 nm, et un laser DPSS rouge à 671 nm. La reconstruction des plans rouge, vert et bleu par transformée de Fresnel ne fait apparaître aucune diffusion des couleurs comme le montre la figure 4.1. Chacun des hologrammes est isolé dans son plan reconstruit.



*Figure 4.1 : Champs reconstruits par transformée de Fresnel*

Le dispositif mis au point est un montage à faisceau de référence unique (schématisé sur la figure 4.2). L'échantillon est placé à  $d_0 = 650 \text{ mm}$  du capteur 3CCD.



**Figure 4.2 : Montage trichromatique à faisceau de référence unique (M : miroir, PBS : cube séparateur polarisant, BS : cube séparateur, SF : filtre spatial)**

Chaque faisceau est séparé en un faisceau de référence et un faisceau objet par les cubes PBS1, PBS2 et PBS3. Les trois faisceaux de référence sont combinés en un faisceau de référence unique en utilisant deux lames dichroïques (Dichroic 1 et Dichroic 2). Ainsi, les trois faisceaux de référence impactent le capteur avec les mêmes angles d'incidence, donnant un enregistrement holographique hors-axe. Les fréquences spatiales sont corrélées, ceci est très utile pour superposer les trois objets reconstruits. La reconstruction de trois images spectrales est effectuée par transformé de Fresnel discrète avec *zero-padding*. Ce point sera discuté dans le paragraphe suivant. Les faisceaux objets éclairent l'échantillon dans trois directions différentes. Les faisceaux d'éclairage bleu et vert sont contenus dans le plan  $(x,z)$  sous un angle  $\theta_{xz}^B = 35,67^\circ$  et  $\theta_{xz}^G = -42,70^\circ$ . Le faisceau rouge éclaire l'objet par le bas et avec un angle  $\theta_{yz}^R = -19,33^\circ$  dans le plan  $(y,z)$  et  $\theta_{xz}^R = 17,24^\circ$  dans le plan  $(x,z)$  (figure 4.3). L'éclairage simultané par trois faisceaux rouge, vert et bleu génère une illumination blanche de l'échantillon (voir figure 4.4).

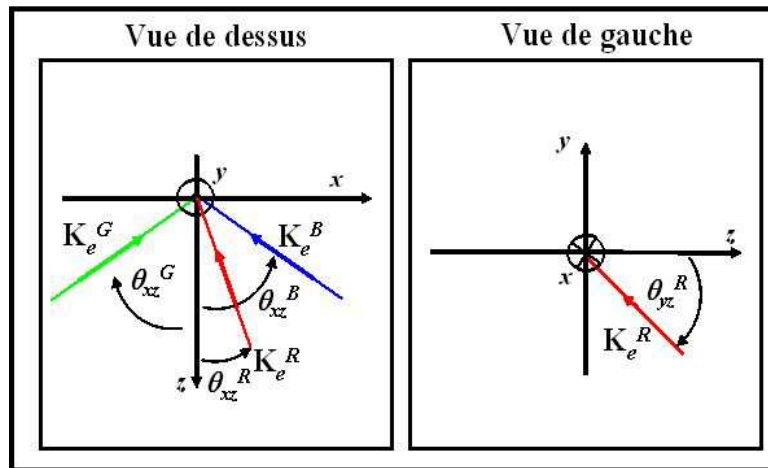


Figure 4.3 : Projection des faisceaux d'éclairage de l'objet

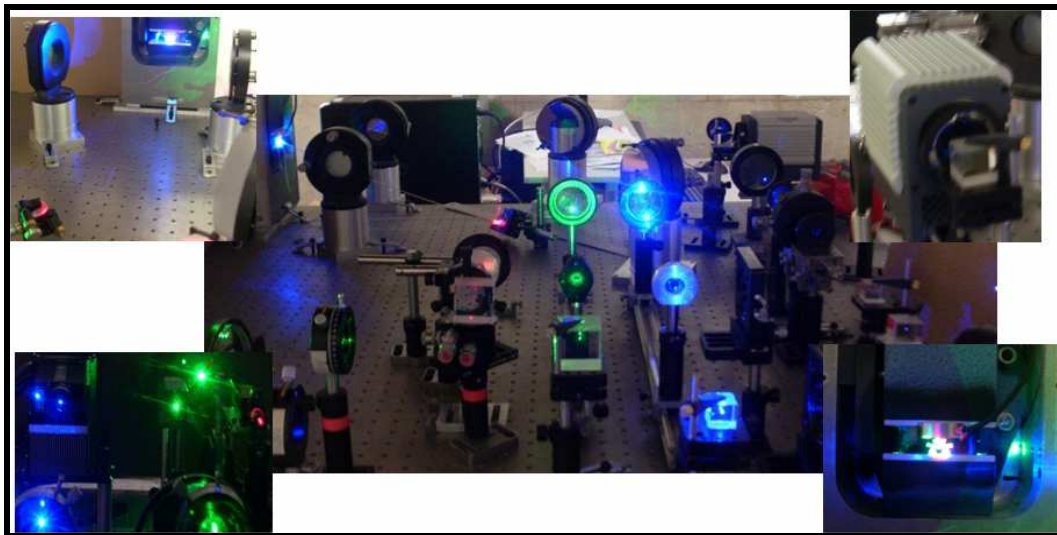
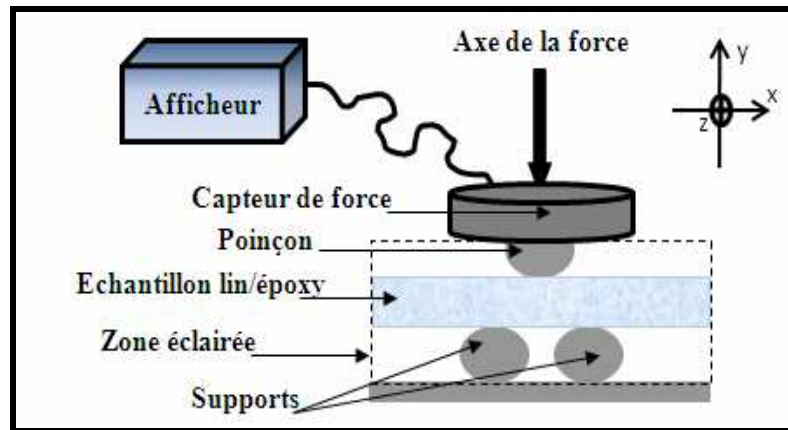


Figure 4.4 : Photographies du montage optique

### 4.3.2 Configuration mécanique

La norme ISO F.DIS 14130 décrit l'essai de cisaillement en flexion trois points sous appuis rapprochés [17]. L'éprouvette est mise en flexion sous des paliers de chargements croissants (figure 4.5). L'intervalle de temps entre deux incréments successifs est de l'ordre d'une dizaine de secondes, le chargement est manuel. L'échantillon est ajusté entre trois appuis : le poinçon supérieur et les deux supports inférieurs. Le rayon du poinçon est de 5 mm alors que le rayon des supports est de 2 mm. La portée, distance entre les supports, est de 10 mm. Un capteur de force de type bouton permet de mesurer l'effort exercé sur l'éprouvette.





*Figure 4.5 : Configuration mécanique*

L'essai se déroule en deux temps. Dans un premier temps, on acquiert un hologramme de l'objet après son positionnement. Puis on incrémente le déplacement du poinçon. On enregistre l'hologramme de l'état courant et l'effort exercé. On incrémente de nouveau le déplacement du poinçon et on réitère les enregistrements. Ces opérations sont reproduites jusqu'à la fin de l'essai, chaque hologramme servant de référence pour l'état suivant. Le choix de l'incrément de déplacement est empirique. Il convient d'obtenir un réseau de franges numériques spatialement résolues quel que soit le couple d'hologrammes.

Dans un second temps, les différences de phase (modulo  $2\pi$ ) entre deux états de contraintes successifs sont calculées. Les cartes de phase sont dépliées. Puis, connaissant les directions d'éclairage de l'échantillon (figure 4.3) et suivant l'équation (3.22) du Chapitre 3, on peut déterminer les trois vecteurs sensibilité puis calculer les trois composantes de déplacement  $u_x$ ,  $u_y$  et  $u_z$  [18]. Les déformations  $\varepsilon_x$ ,  $\varepsilon_y$  et  $\varepsilon_{xy}$  sont ensuite calculées par dérivation des champs de déplacements. Les détails du traitement numérique sont expliqués dans le paragraphe suivant.

## 4.4 Traitement numérique

### 4.4.1 Reconstruction des hologrammes

La reconstruction des hologrammes couleur peut être menée de manière indépendante pour chaque longueur d'onde par transformée de Fresnel ou par convolution. La taille des trois hologrammes monochromes doit cependant être identique pour une superposition au pixel près. Nous avons utilisé au chapitre précédent la méthode de reconstruction par

convolution à grandissement variable. Dans ce chapitre nous appliquons la méthode de reconstruction de Fresnel avec *zero-padding* dépendant de la longueur d'onde.

Pour reconstruire les hologrammes couleur par transformée de Fresnel, le processus de reconstruction doit respecter les deux conditions suivantes :

$$\begin{cases} \Delta\eta^\lambda = \frac{\lambda d_r^\lambda}{K_\lambda p_x} = cte \\ \Delta\xi^\lambda = \frac{\lambda d_r^\lambda}{L_\lambda p_y} = cte \end{cases} \quad (4.1)$$

C'est-à-dire que l'on doit imposer, pour chaque longueur d'onde, les paramètres  $d_r$ ,  $K$ ,  $L$  tels que les pas d'échantillonnage donnés par la transformée de Fresnel soient indépendants de la longueur d'onde.

Pour trois longueurs d'onde  $\lambda_R$ ,  $\lambda_G$  et  $\lambda_B$ , ces conditions deviennent :

$$\begin{cases} \frac{\lambda_R d_r^R}{K_R p_x} = \frac{\lambda_G d_r^G}{K_G p_x} = \frac{\lambda_B d_r^B}{K_B p_x} \\ \frac{\lambda_R d_r^R}{L_R p_y} = \frac{\lambda_G d_r^G}{L_G p_y} = \frac{\lambda_B d_r^B}{L_B p_y} \end{cases} \quad (4.2)$$

Pour satisfaire cette exigence sur le pas d'échantillonnage, on peut agir sur les paramètres  $d_r$ ,  $L$  et  $K$ . L'onde de référence est plane, donc  $d_r = -d_0$ , et la taille de l'horizon ( $K$ ,  $L$ ) doit être un nombre entier pair. En effet, considérons un rectangle de longueur  $L$  représentant l'horizon reconstruit et un rectangle de longueur  $N$  représentant la matrice du capteur (figure 4.6).

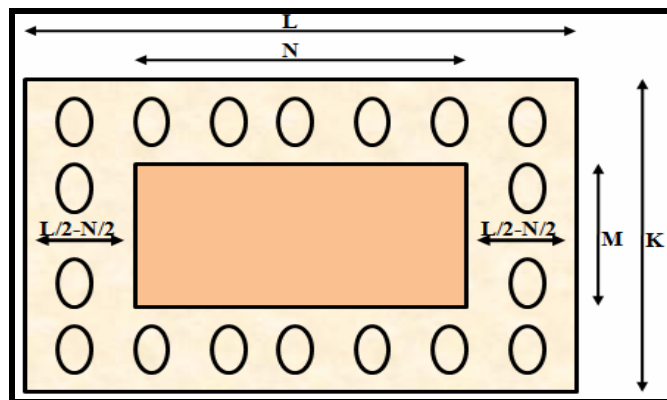
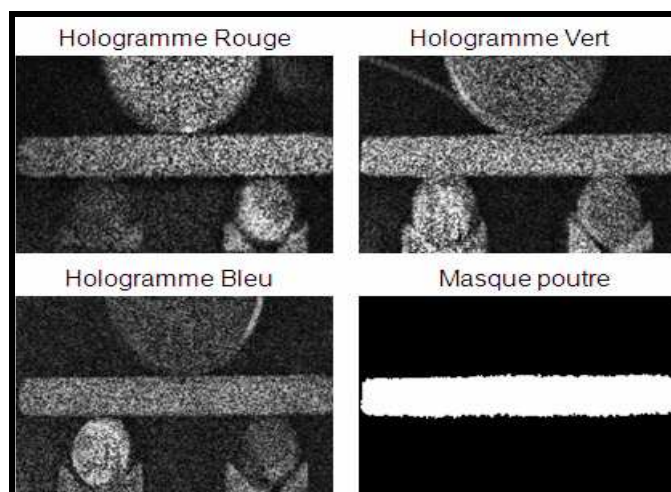


Figure 4.6 : Processus de zero-padding

Le processus de reconstruction nécessite d'ajouter des zéros autour de la matrice du capteur (*zero-padding*) afin que sa taille soit égale à celle de l'horizon reconstruit, sans modifier la localisation spatiale de l'image. Ainsi, il faudrait ajouter  $(L-N)/2$  zéros dans la direction  $x$  de part et d'autre de la matrice. De ce fait, le rapport  $L/N$  doit être entier.  $N$  étant pair pour toutes les caméras du commerce,  $L$  doit être pair. Le *zero-padding* a pour effet de modifier la définition de l'image sans changer sa résolution intrinsèque fixée par le capteur.

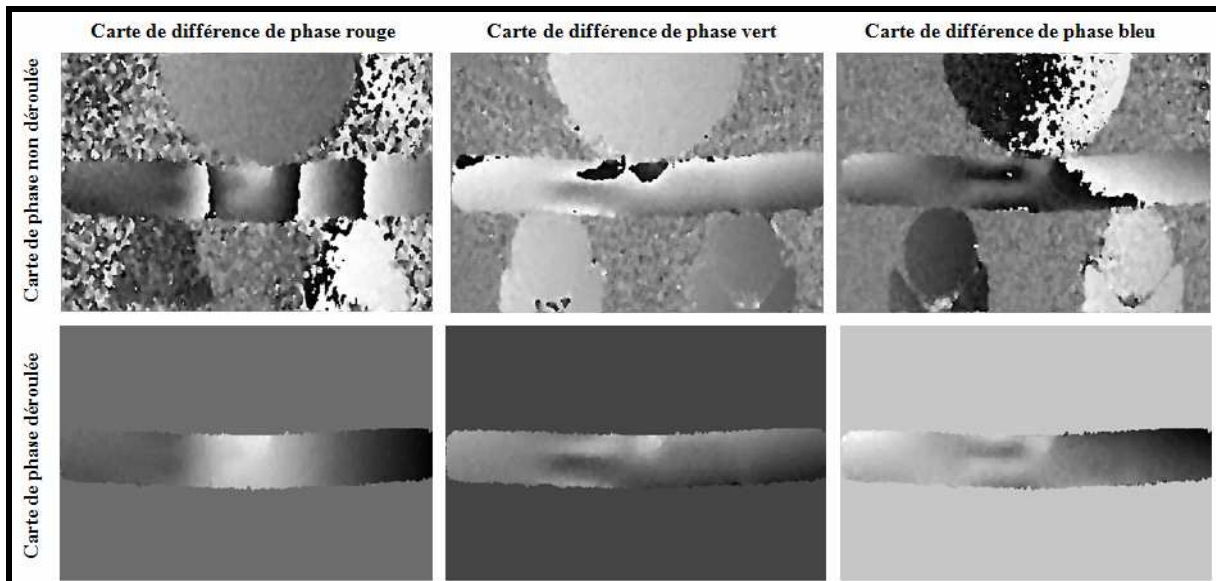
Notre capteur possède une résolution de  $N \times M = 1344 \times 1024$  pixels de pas  $p_x = p_y = 6,45 \mu\text{m}$ . Pour satisfaire la condition précédente 4.2, on agit sur les paramètres  $K_R$ ,  $K_G$  et  $K_B$  qui sont égaux respectivement à 2048, 1649 et 1415. On en tire le pas d'échantillonnage  $\Delta\eta^R = \Delta\eta^G = \Delta\eta^B = 33$ . Et lorsque  $p_x = p_y$  alors  $\Delta\xi^R = \Delta\eta^R$ ,  $\Delta\xi^G = \Delta\eta^G$  et  $\Delta\xi^B = \Delta\eta^B$ .

La figure 4.8 montre les hologrammes de même taille obtenus pour R, G et B. Un masque spécifique est alors calculé pour chaque triplet d'hologrammes qui permet de sélectionner la zone utile de la poutre (figure 4.8). Il sera utilisé dans l'étape suivante.



**Figure 4.7 : Triplet d'hologrammes reconstruit par transformée de Fresnel à zero-padding et masque spécifique à ce triplet**

À partir de l'amplitude complexe du champ objet, nous pouvons restituer la phase. La figure 4.8 présente les cartes de différence de phase obtenues entre deux états de contrainte, non déroulées et non filtrées en haut ; déroulées, après application du masque, en bas.



*Figure 4.8 : Cartes de différence de phase rouge, vert et bleu déroulées et non déroulées*

#### 4.4.2 Déroulement des différences de phases

Le déroulement de la phase est une étape essentielle et délicate dans le traitement interférométrique. Son principe consiste à trouver une estimation de la phase absolue pour chaque cible (pixel) à partir de la phase mesurée. Le déroulement de la phase est effectué sur les cartes de phases auxquelles on a appliqué le masque.

Il existe différentes méthodes permettant d'estimer la phase déroulée [19-23]. Les approches locales sont basées sur un déroulement de la phase de proche en proche selon un parcours d'intégration [21]. L'idée est d'éviter la propagation des erreurs. On s'appuie soit sur la création de coupures pour stopper la propagation, soit sur la détection des contours des franges. La méthode développée au laboratoire consiste à dérouler la phase par propagation à partir du centre du masque en traitant quadrant par quadrant dans le sens des aiguilles d'une montre. Un pavé initial de taille  $K \times K$  (avec  $K$  impair) a été préalablement déroulé. Le filtrage utilisé est le même que celui appliqué à la phase non déroulée.

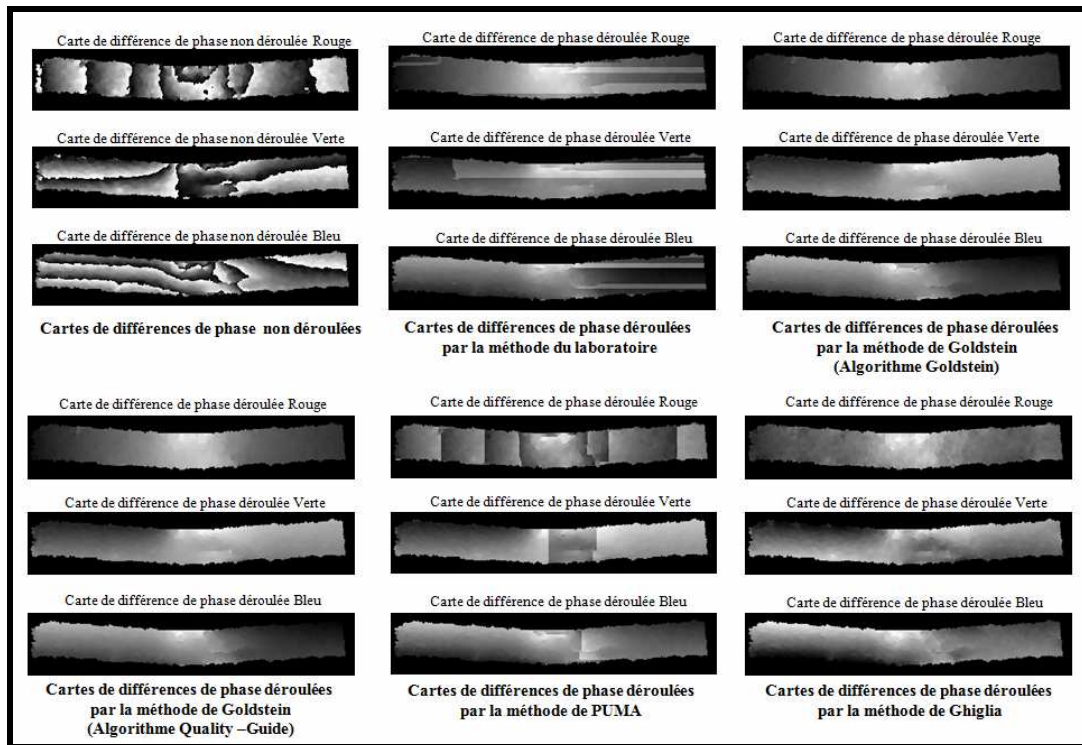
Une amélioration des méthodes de déroulement local à l'aide de branche de coupure a été proposée par Goldstein [19]. Il définit des droites reliant les résidus proches de signes opposés. Les parcours d'intégration ne doivent pas traverser ces droites. L'algorithme de Goldstein est très rapide, nécessite peu de mémoire, et déroule généralement la phase correctement. Son inconvénient est qu'il n'utilise pas les informations contenues dans la phase de manière optimale. En particulier, il n'utilise pas de critère de qualité. Pour cela, il a été développé un algorithme qui permet d'adopter une mesure de qualité pour guider le

déroulement des phases [19]. Cet algorithme, dénommé Quality-guide, suggère une approche du déroulement dans laquelle le chemin d'intégration suit les pixels de haute qualité et évite les pixels de faible qualité. L'algorithme ne peut pas être utilisé si une carte de bonne qualité n'est pas disponible. Toutefois, une carte de qualité peut être construite à partir des données de phase seule.

J.M.B. Dias a développé une méthode de déroulement basée sur la minimisation d'une énergie d'interaction dans un voisinage approprié [22]. Cette méthode est itérative et fait appel à des algorithmes d'optimisation déterministes qui sont résolues par les techniques de graphe de coupures. L'algorithme est nommé PUMA. Il déroule la phase par la recherche d'une solution (phase déroulée) en optimisant une fonction d'énergie locale (obéissant à l'hypothèse markovienne) modélisant la variabilité contextuelle de phase à dérouler.

Ghiglia et Remero ont conçu une méthode différente et *a priori* robuste pour dérouler une phase à 2D dans un sens des moindres carrés [23]. En appliquant une forme spécifique d'une expansion de cosinus qui conduit à des transformées discrètes rapides en cosinus (DCT). Si les valeurs de phase en 2D sont associées à une pondération en 2D, les transformées rapides peuvent encore être utilisés dans les méthodes itératives pour résoudre le problème de déroulement pondéré. Le déroulement pondéré peut être utilisé pour isoler les régions incompatibles.

On a appliqué les cinq méthodes de déroulement présentées : la méthode du laboratoire, les deux algorithmes de Goldstein, l'algorithme de PUMA et la méthode de Ghiglia. Un résultat représentatif est présenté par la figure 4.9. Le test porte sur des cartes de phases non triviales (présence de fissures).



**Figure 4.9 : Cartes de phases déroulées avec les cinq méthodes**

Les méthodes laboratoire et PUMA ne déroulent visiblement pas correctement les cartes de différence de phases. Ces résultats nécessitent de nombreuses retouches locales. Les trois autres méthodes donnent des cartes de phases en apparence bien déroulées. Un profil central des cartes de phases déroulées par chaque méthode est présenté sur la figure 4.9. On retrouve le même profil pour l'ensemble des algorithmes sauf pour la méthode de Ghiglia. La phase est manifestement mal déroulée. L'algorithme de Quality-Guide est finalement retenu, il est plus lent mais plus efficace que les autres. Le nombre de retouches manuelles, principalement dues à des fissures, s'avérera finalement assez faible.



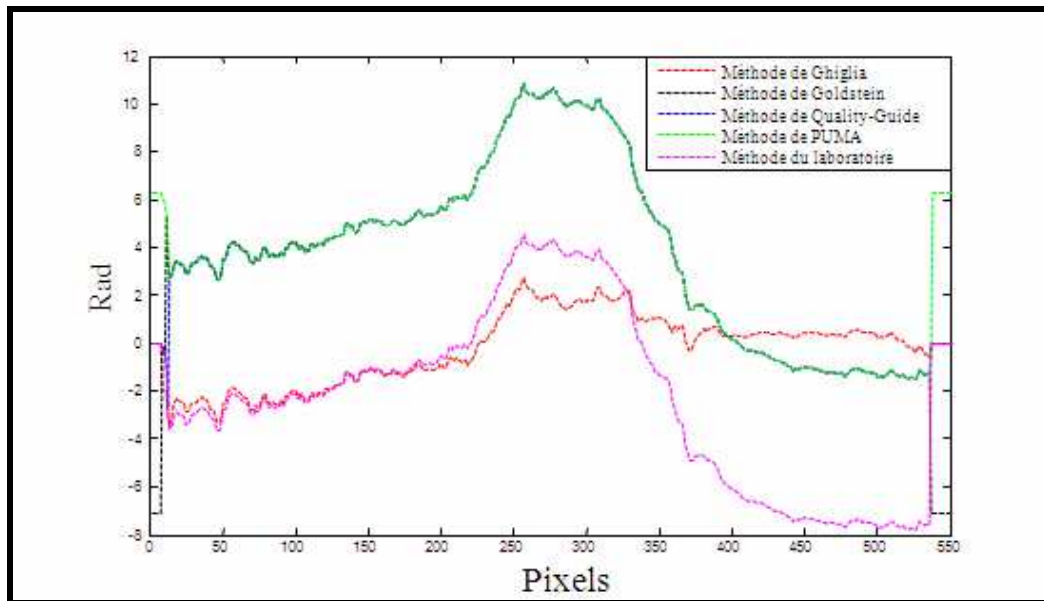


Figure 4.10 : Comparaison de cinq algorithmes de déroulement de la phase

#### 4.4.3 Calcul du déplacement

Les cartes de déplacement sont calculées de proche en proche par la résolution de la relation matricielle 3.27. On obtient les déplacements « instantanés » (figure 4.11). Le résultat est, conformément aux cartes de phases déroulées, assez bruité.

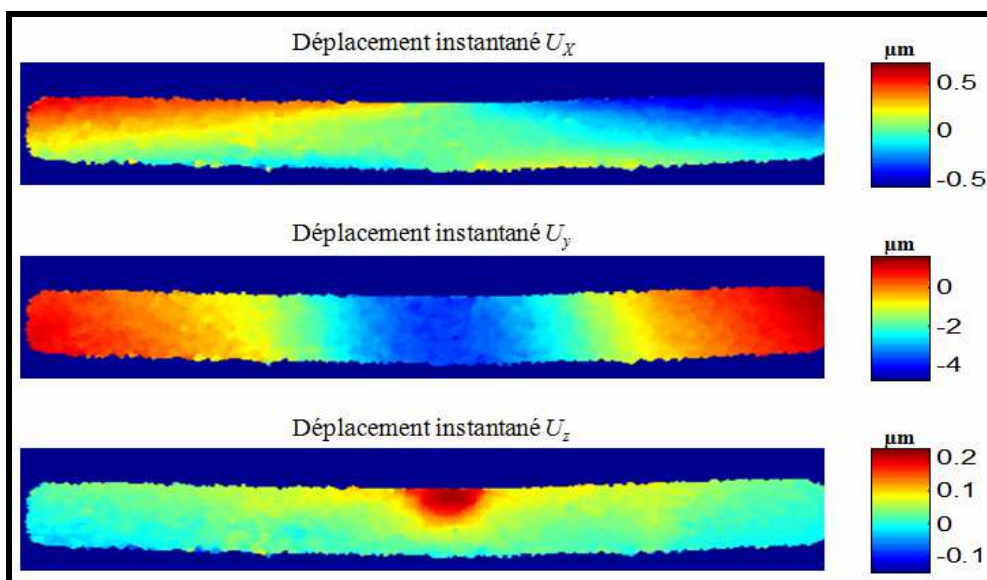


Figure 4.11 : Déplacements instantanés suivant  $x$ ,  $y$  et  $z$

Il est utile par ailleurs de calculer les déplacements « cumulés » entre deux états de chargement choisis (souvent entre le premier et le  $n$ ème). On choisit un masque de référence : le masque initial pour représenter les déplacements sur l'état naturel (c'est ce qui

est fait ici) ; le  $i$ ème masque pour représenter les déplacements sur l'état déformé. Il est important pour cela de prendre en compte le glissement des zones objets avec la déformation globale de l'échantillon. Un pixel image ne correspond en effet pas à la même zone de l'objet tout au long de l'essai. Notre stratégie consiste à introduire pour chaque pixel un critère de fuite : lorsque le déplacement calculé pour un pixel image vient à dépasser la taille du pixel image, on cumule le déplacement avec celui du pixel voisin, et ainsi de suite... Les équations suivantes expriment le cumul du déplacement sans et avec ce critère :

- sans critère :

$$u_k^{cum}(m, n) = u_{k-1}^{cum}(m, n) + u_k^{inst}(m, n) \quad (4.3)$$

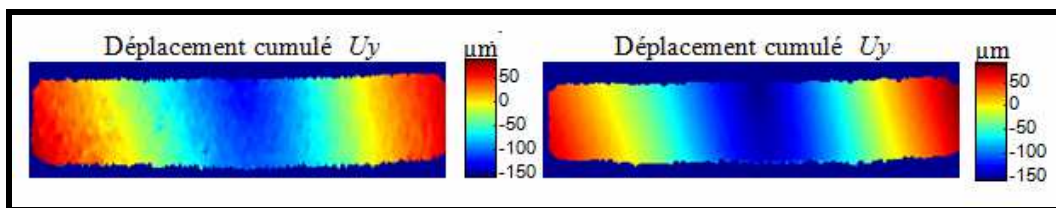
où  $k$  est l'incrément de déplacement,  $inst$  signifie instantané,  $cum$  signifie cumulé,  $m$  et  $n$  sont les coordonnées du pixel image considéré.

- avec critère :

$$u_k^{cum}(m, n) = u_{k-1}^{cum}(m, n) + u_k^{inst}(m - m_{pix}, n - n_{pix}) \quad (4.4)$$

où  $m_{pix} = \text{arrondi}\left(\frac{u_{i-1}^{inst}(m, n)}{\Delta\eta}\right)$  suivant  $x$  (même chose pour  $n_{pix}$  suivant  $y$ ) et  $\Delta\eta = \lambda d_0 / Np_x$ .

La figure 4.12 permet de comparer les résultats avec masque initial appliqué. À gauche, le critère de fuite n'est pas appliqué, le lissage que l'on peut attendre du cumul des cartes de déplacement n'apparaît pas ! À droite le critère de fuite est appliqué.



**Figure 4.12 : Champs de déplacement « cumulés » sans critère de fuite (à gauche), avec critère de fuite (à droite)**

#### 4.4.4 Calcul des déformations

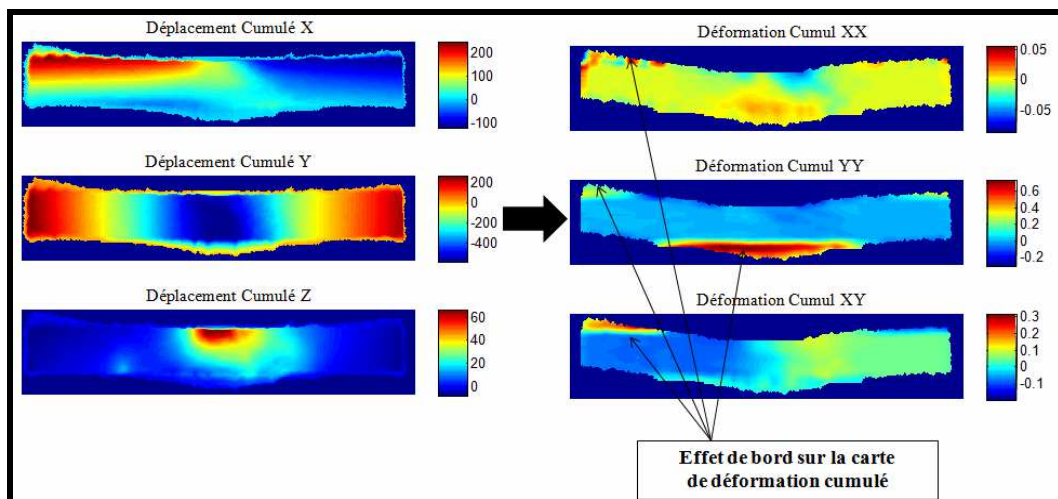
À partir des cartes de déplacements suivant les trois directions, on peut calculer les déformations dans le plan par dérivation :



$$\varepsilon_{xx} = \frac{\partial u_x}{\partial x} \quad (4.5)$$

$$\varepsilon_{yy} = \frac{\partial u_y}{\partial y} \quad (4.6)$$

$$\varepsilon_{xy} = \frac{1}{2} \left\{ \frac{\partial u_x}{\partial y} + \frac{\partial u_y}{\partial x} \right\} \quad (4.7)$$



**Figure 4.13 : Déplacement cumulé (à gauche) et déformation cumulée (à droite)**

On peut obtenir les cartes de déformation instantanée et cumulée. Pour insensibiliser le calcul au bruit, on estime la pente moyenne locale du déplacement par une fenêtre glissante rectangulaire de taille ajustable (non pondérée dans un premier temps). Le contour de l'échantillon sera donc réduit de quelques pixels. La figure 4.13 montre les champs de déplacement cumulé et de déformation cumulée sur un essai complet. Pour cet exemple, nos opérateurs de dérivation sont appliqués sur les cartes de déplacement non masquées. On met en évidence des effets de bord, notamment sur les cartes de déformations. Ces effets de bord peuvent provenir de l'opérateur de dérivation, mais aussi des cartes de déplacement cumulé, et l'on doit chercher la stratégie qui les minimise.

Considérons pour cela l'image de l'échantillon sur le capteur CCD au chargement 1 et à un chargement quelconque  $Q$  (figure 4.14). On repère deux pixels  $A$  et  $C$  dans l'état 1 et deux pixels  $B$  et  $D$  dans l'état  $Q$ . Lorsque l'échantillon passe de 1 à  $Q$ ,  $A$  se déplace vers  $B$  et  $C$  se déplace vers  $D$ . Le déplacement de tous les pixels image est calculé, en particulier celui des pixels  $A$ ,  $B$ ,  $C$  et  $D$  donnés dans le tableau 4.1.

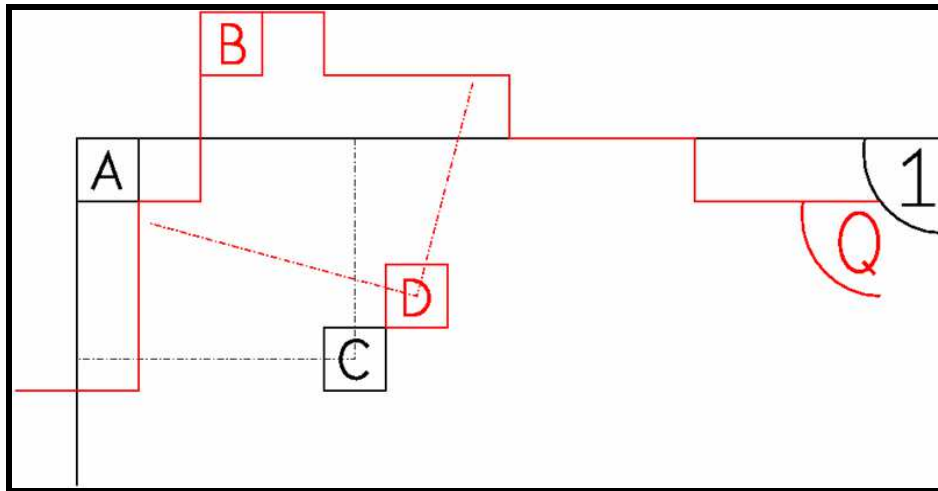


Figure 4.14 : Schéma simplifié du déplacement d'un échantillon pour deux états 1 et Q

incrément	$u^{inst}(A)$	$u^{inst}(B)$	$u^{inst}(C)$	$u^{inst}(D)$
1	$u^1_A$	0	$u^1_C$	$u^1_D$
2	0	$u^2_B$	$u^2_C$	$u^2_D$
Q	0	$u^Q_B$	$u^Q_C$	$u^Q_D$

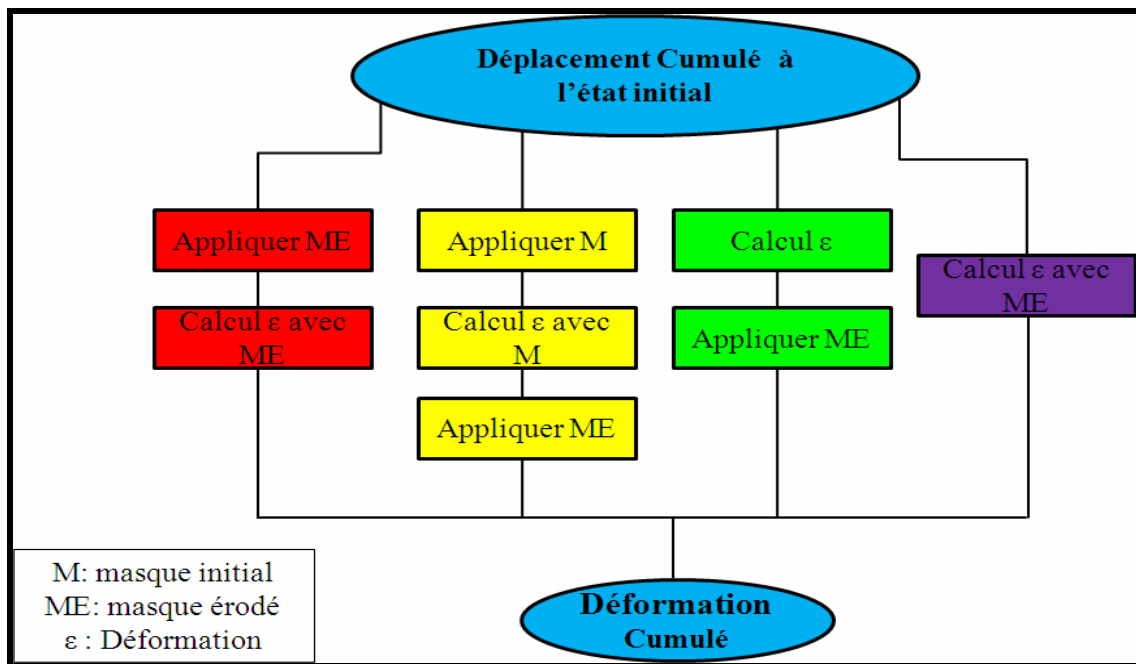
Tableau 4.1 : Déplacements instantanés, illustration

Les déplacements cumulés des points A, B, et C déduits de l'équation 4.4 sont donnés dans le tableau 4.2. On comprend que les déplacements cumulés de A et de B seront faux. C'est le cas pour tous les pixels qui sont calculés hors du masque de référence (le point B par exemple), cela se traduit par de grandes zones de pixels traités inutilement au niveau du masques (comparer les figures 4.13 à droite et 4.14 au milieu à gauche). C'est le cas aussi pour tous les pixels en bordure du masque de référence dont les déplacements instantanés sont calculés ou non selon leur coupure par les masques successifs (le point A par exemple), cela se traduit par un petit liseré clair en bordure de l'échantillon (visible figure 4.15 dans les zones sans effet de fuite).

séquence	$u^{cum}(A)$	$u^{cum}(B)$	$u^{cum}(C)$
2/1	$u^1_A+0$	$0+u^1_B$	$u^1_C+u^1_D$
Q/1	$u^{cum}_A+0$	$u^{cum}_B+u^Q_B$	$u^{cum}_C+u^Q_C$

**Tableau 4.2 : Déplacements cumulés, illustration**

On déduit de cette analyse que pour limiter les effets de bord il faut appliquer, avant de calculer la déformation, soit le masque référence soit ce même masque érodé. En vue d’optimiser le calcul des déformations, on a testé quatre méthodes schématisées par le synoptique de la figure 4.16.



**Figure 4.15 : Synoptique des méthodes de calcul de la déformation cumulée**

- ✓ 1<sup>ère</sup> méthode : on applique un masque initial érodé sur le déplacement cumulé, on calcule la déformation avec ce même masque érodé.
- ✓ 2<sup>ème</sup> méthode : on applique le masque initial sur le déplacement cumulé puis on calcule la déformation avec le même masque initial puis on applique le masque érodé.
- ✓ 3<sup>ème</sup> méthode : on applique un masque érodé après le calcul de la déformation mais sans appliquer le masque initial sur le déplacement cumulé.

✓ 4<sup>ème</sup> méthode : on calcule directement la déformation en utilisant le masque érodé pendant le calcul.

Les résultats de ces quatre méthodes sont présentés par la figure 4.16. Notez les effets de bords visibles même sur les déformations masquées. La quatrième méthode donne le plus de satisfaction pour éviter les effets de bord. Elle est retenue.

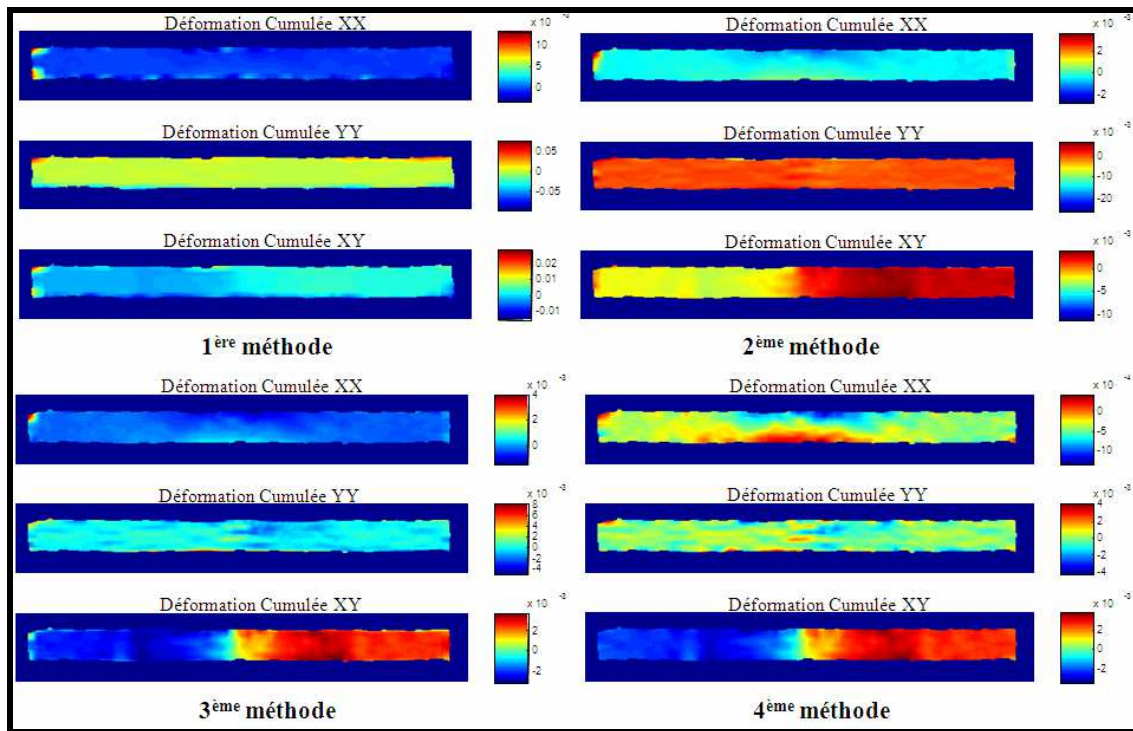
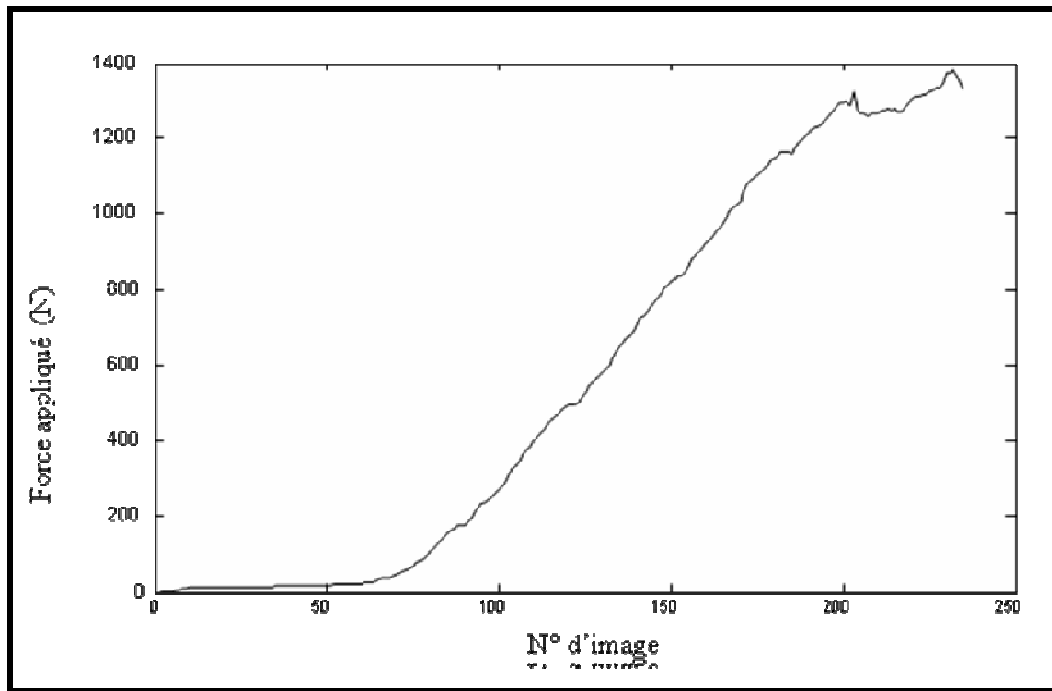


Figure 4.16 : Comparaison de quatre stratégies de calcul des déformations cumulées

#### 4.5 Validation sur échantillon de verre/époxy

L'échantillon verre/époxy est intéressant pour valider la méthode de mesure par holographie numérique tri-couleur. L'objectif principal de l'étude est de détecter les fissures or elles sont visibles sur les éprouvettes *post mortem*. L'échantillon est soumis à un essai de cisaillement en F3PR suivant les étapes décrites au paragraphe 4.3.2. La figure 4.17 présente une courbe d'évolution de la force appliquée en fonction des 237 hologrammes enregistrés.



*Figure 4.17 : Évolution de la force appliquée au cours de l'essai, verre/époxy*

Les différences de phase calculées dès l'apparition de la 1<sup>ère</sup> fissure ont été données sur la figure 4.8. La fissure est détectable sur les phases déroulées ou non. Le vert et le bleu sont les plus sensibles. Rappelons que les faisceaux vert et bleu sont dans le plan  $(x,z)$  et que leurs orientations sont symétriques par rapport à la normale à l'échantillon. Le faisceau rouge est en incidence par le bas. C'est donc le déplacement en  $x$  qui est le plus sensible à la fissuration en F3PR. Ceci est confirmé par les champs instantanés de déplacement et de déformation (figure 4.18). On peut noter la sensibilité de la méthode sur l'effet Poisson visible sur  $u_z$  au niveau du poinçon. La fissure est par ailleurs visible sur les cartes de déplacement cumulé et de déformation cumulée (figure 4.19), ce qui peut aider à la détecter. La localisation la plus fine est obtenue sur les déplacements cumulés.

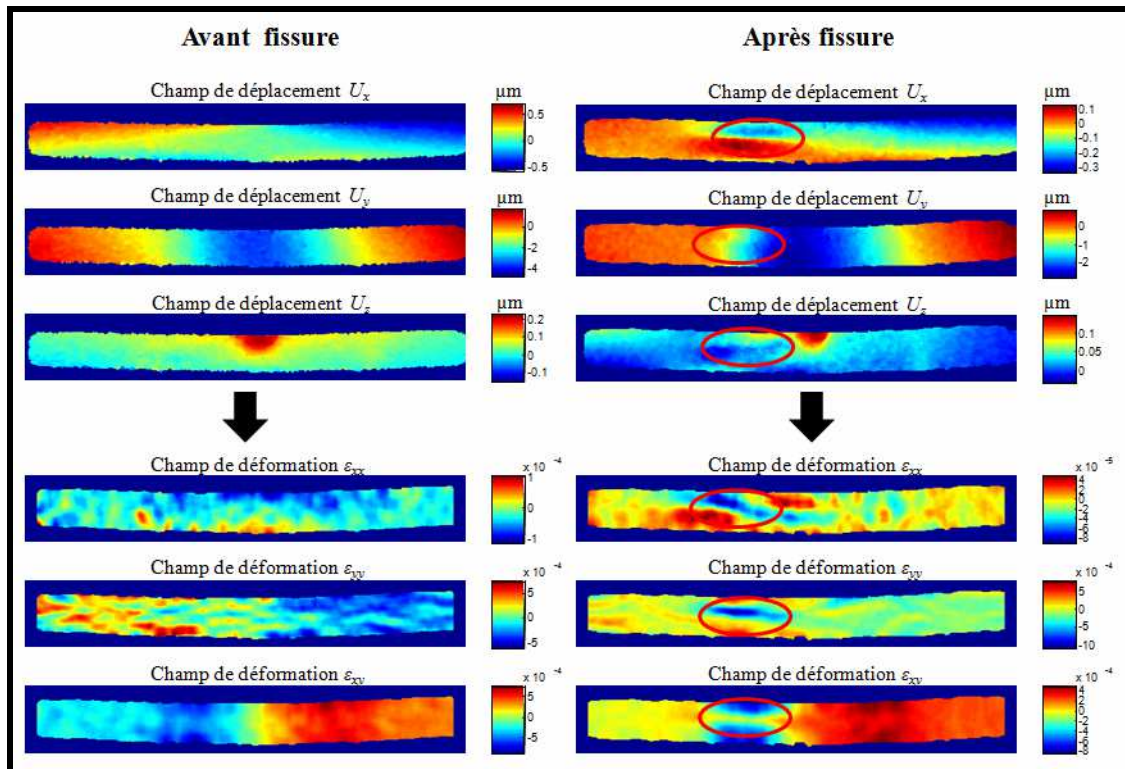


Figure 4.18 : Déplacement et déformation instantanés avant et après la fissure, verre/époxy

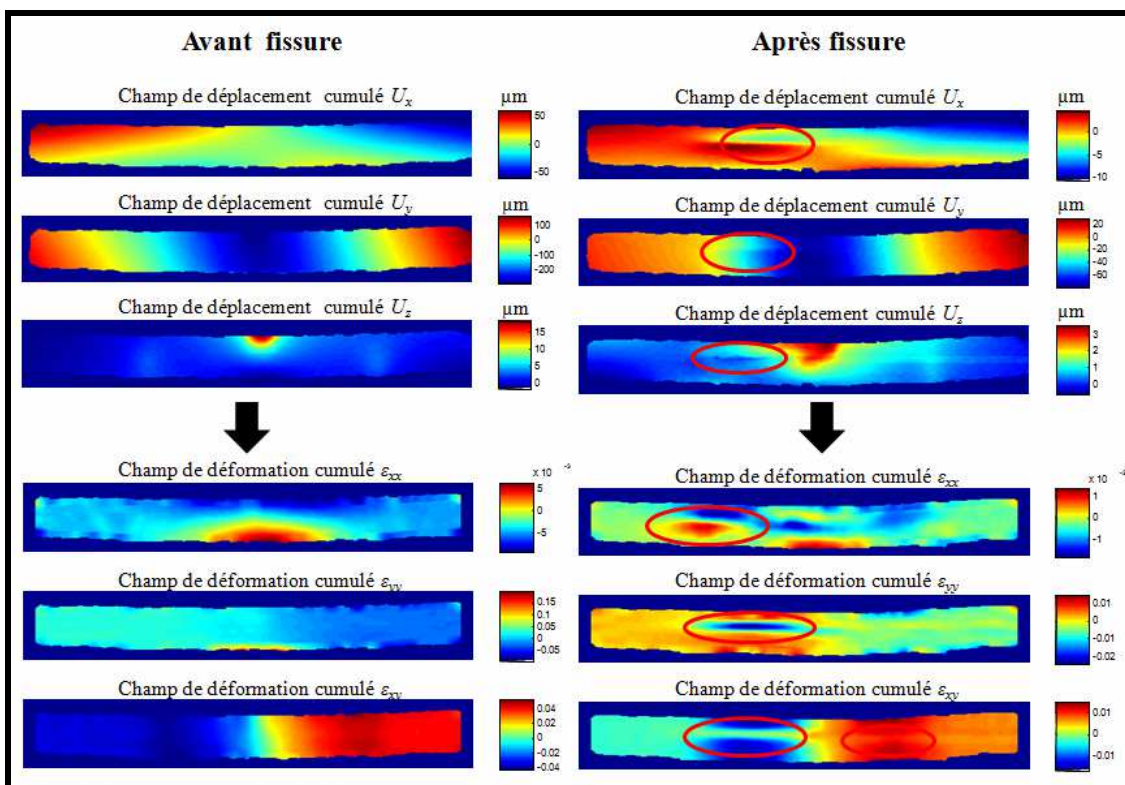


Figure 4.19 : Déplacement et déformation cumulés avant et après la fissure, verre/époxy

L'un des intérêts que nous voyons au calcul de la déformation cumulée est de tracer la courbe d'évolution de la contrainte tangentielle en fonction de la déformation tangentielle



(figure 4.20). La pente à l'origine de cette courbe correspond au module de cisaillement  $G_{13}$ , ici  $G_{xy}$ , réputé impossible à obtenir avec l'essai de F3PR. La norme indique que l'essai permet de valider seulement la résistance au cisaillement interlaminaire (c.à.d la contrainte tangentielle à rupture) [17]. Encore faut-il que la rupture soit validée. On peut en effet rencontrer des modes de rupture plastique, de rupture par traction des fibres tendues, de rupture par compression transversale sous les appuis.

Le profil de la contrainte tangentielle est parabolique suivant l'épaisseur de l'éprouvette. Elle est maximale dans le plan neutre de l'éprouvette où elle vaut :

$$\tau_{xy}^{MAX} = 3F/4bh \quad (4.8)$$

où  $F$  est la force appliquée,  $b$  est la largeur de la poutre,  $h$  est son épaisseur). Il convient donc de calculer la déformation dans ce plan neutre, loin des appuis. La carte de déformation cumulée est alors précieuse pour déterminer les régions d'intérêt pertinentes. On trouve ici  $G_{xy} = 1,16$  GPa, ce qui est très faible pour un échantillon de verre/époxy et révèle sans doute un problème d'élaboration. À titre de comparaison, le module  $G_{12}$  mesuré en traction simple sur ce matériau est de 3,3 GPa. On considère en première approche que pour un stratifié unidirectionnel  $G_{12} = G_{13}$  et ce dernier est rarement mesuré. Ce serait le cas sans les problèmes déjà évoqués de cisaillement interlaminaire.

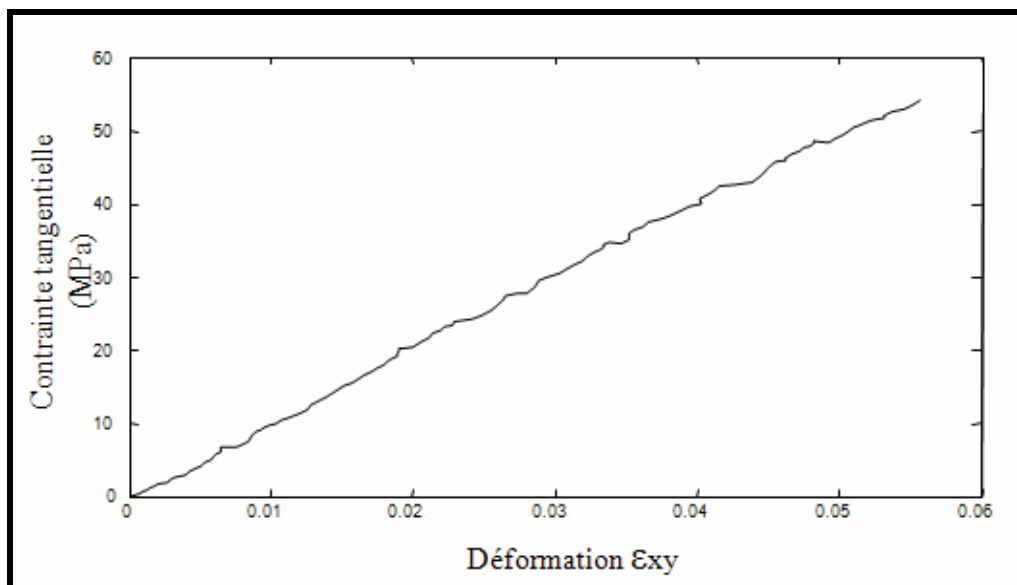
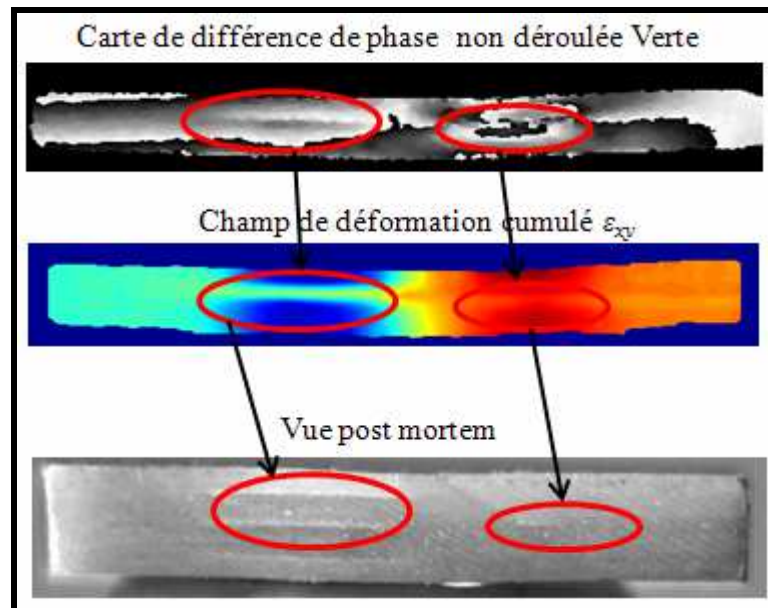


Figure 4.20 : Evolution de la contrainte tangentielle  $\tau_{xy}$  en fonction de la déformation tangentielle  $\epsilon_{xy}$

La localisation de la fissuration est par ailleurs confirmée par une analyse *post mortem* des échantillons au microscope montrant plusieurs fissures interlaminaires (figure 4.21, photo du bas). On peut remarquer l'apparition d'une deuxième fissure qui est bien validée sur les différences de phase et sur la déformation  $\varepsilon_{xy}$  (figure 4.21). Ce type d'analyse *post mortem* est impossible à effectuer sur des composites lin/époxy en raison de l'arrangement enchevêtré des fibres de lin (voir figure 4.27).



**Figure 4.21 : Apparition de la fissure : sur les différences de phase (en haut), sur la déformation  $\varepsilon_{xy}$  (au milieu), et sur l'observation *post mortem* (en bas)**

En flexion trois points sous appuis rapprochés, les contraintes de cisaillement interlaminaire (contrainte tangentielle) dues aux efforts tangentiels ne sont pas négligeables comparées aux contraintes normales dues à la flexion de l'échantillon. Les contraintes normales ainsi que la compression du poinçon peuvent néanmoins engendrer une rupture prématurée de l'échantillon. L'échantillon peut même subir une déformation plastique macroscopique sans rupture visible. La grande sensibilité de l'holographie numérique trichromatique permet de valider l'essai mécanique *in situ*. Le début de la fissuration est détecté précisément sur les cartes de phase, les champs des déplacements et de déformations. C'est sur ce point que l'essai sur échantillon lin/époxy est prometteur.



#### 4.6 Application à des échantillons lin/époxy et lin/carbone/époxy

La procédure validée sur verre/époxy a été appliquée sur un échantillon lin/époxy et sur un échantillon lin/carbone/époxy. Les résultats expérimentaux sont reportés dans le tableau 4.3.

Échantillons					Hogrammes				1 <sup>ère</sup> fissure		Résultats		
type	$V_f$ (%)	Nb plis	$h$ (mm)	$b$ (mm)	Nb inc.	Inc. traités	filtre	pix	Inc. détectés	$F^R$ (N)	$\tau_{13}^R$ (MPa)	$\epsilon_{13}^R$ (s.u)	$G_{13}$ (GPa)
Verre/époxy	46	20	1,87	9,44	237	50 à 200	9×9	33	182-181	1186	50,4	$48.10^{-3}$	1,16
Lin/époxy	50	12	2,25	9,94	274	1 à 200	9×9	37	122-121	922	30,9	$44.10^{-3}$	1,78
Lin/carbone/époxy	-	5/2/5	2,23	9,83	150	15 à 150	9×9	33	135-134	860	29,4	$52.10^{-3}$	-

**Tableau 4.3 : Essais de F3PR, données expérimentales**

L'échantillon lin/époxy présente deux fissures par cisaillement (ou une fissure étendue) mais aussi des franges fortement perturbées au niveau du poinçon (figure 4.22 à gauche). Les cartes de déplacement cumulé entre le début du chargement et la fissuration de l'éprouvette montrent que ce matériau est moins rigide en compression transversale que l'échantillon verre/époxy. L'effet Poisson est en effet visible sur  $u_z$  non seulement sous le poinçon mais aussi sous les supports (comparer  $u_z$  figure 4.23 et  $u_z$  figure 4.19 pour un effort plus élevé). Il est donc possible que la rupture par compression ait lieu avant la rupture par cisaillement interlaminaire. L'estimation de  $\tau_{13}^R$ , ici  $\tau_{xy}^R$ , est toutefois possible car on peut déterminer précisément le départ de fissure sur les champs instantanés (figure 4.24). On estime les résistances interlaminaires  $\tau_{13}^R$  respectivement à 50,4 MPa pour le verre/époxy, 30,9 MPa pour le lin/époxy et 29,4 MPa pour le lin/carbone/époxy. Pour ce dernier matériau, on verra qu'il s'agit d'un cisaillement prématuré des plis de carbone surchargés à cause de la différence de propriété entre le carbone/époxy et le lin/époxy.

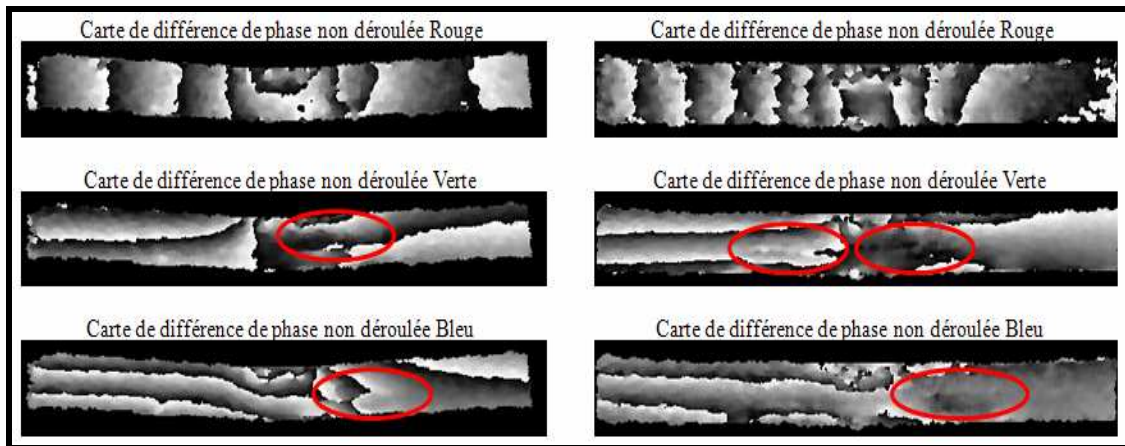


Figure 4.22 : Différence de phase : lin/carbone/époxy (à gauche), lin /époxy (à droite)

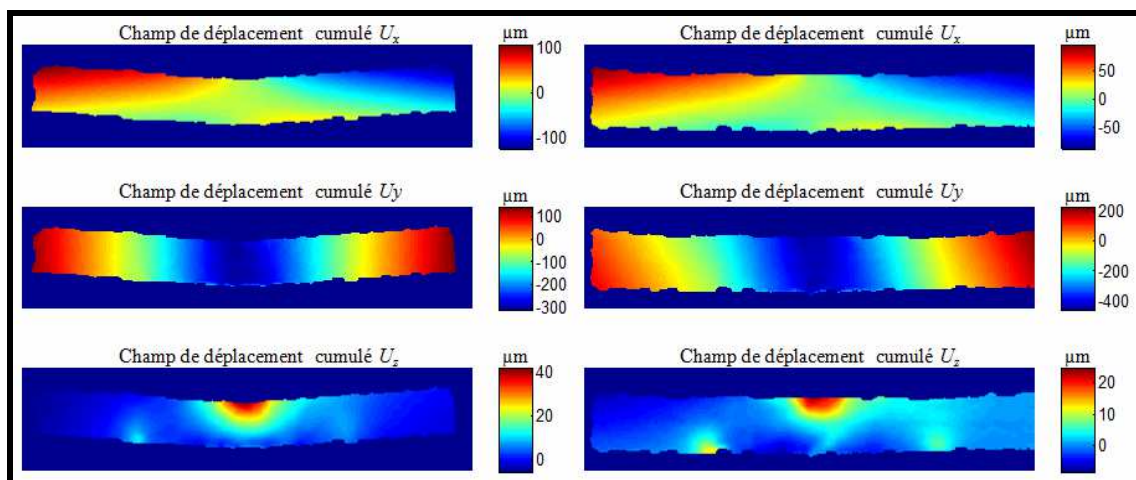


Figure 4.23 : Déplacement cumulé entre le début du chargement et la fissuration : lin/carbone /époxy (à gauche), lin /époxy (à droite)

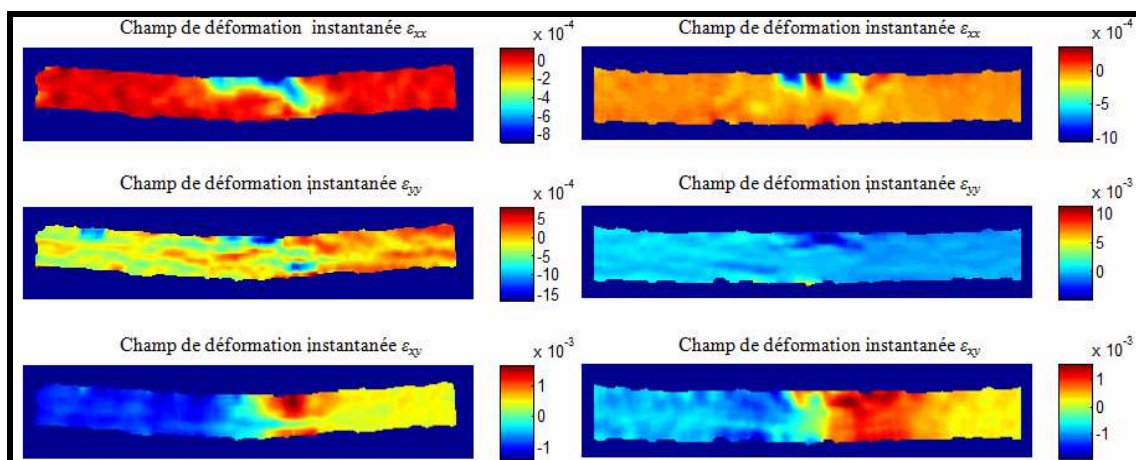


Figure 4.24 : Déformation instantané au moment de la fissuration : lin/carbone /époxy (à gauche), lin /époxy (à droite)

Des observations macroscopiques sont intéressantes à faire dans ce comparatif. On trace sur la figure 4.25, pour les trois matériaux, les courbes d'évolution de la force au cours de l'essai. La première fissure n'est pas toujours identifiable sur ces courbes, ni d'ailleurs sur les courbes contrainte/déformation (figure 4.26). Or l'identification de la première fissure est déterminante pour estimer la résistance au cisaillement interlaminaire. L'échantillon verre/époxy présente une déformation purement élastique (courbe linéaire) et un léger décrochage lors de la rupture interlaminaire. L'essai sera conduit jusqu'à 1300 N, au moment de l'apparition d'une seconde fissure, l'éprouvette est alors encore rigide. Le lin/époxy présente en F3PR une déformation élastique puis élasto-plastique. Ce comportement a été obtenu en traction [24] et provient du comportement longitudinal du renfort lin. Le cisaillement interlaminaire est de ce fait indétectable sans mesure de champ (d'autres techniques comme l'émission acoustique pourraient toutefois être testées). Enfin, l'échantillon lin/carbone/époxy présente un comportement intermédiaire, élastique puis légèrement élasto-plastique jusqu'à la rupture interlaminaire ; rupture après laquelle la rigidité de l'éprouvette s'effondre, les plis de carbone sont cisailés. L'éprouvette subit alors une déformation irréversible très importante clairement visible sur les analyses *post mortem* (figure 4.27).

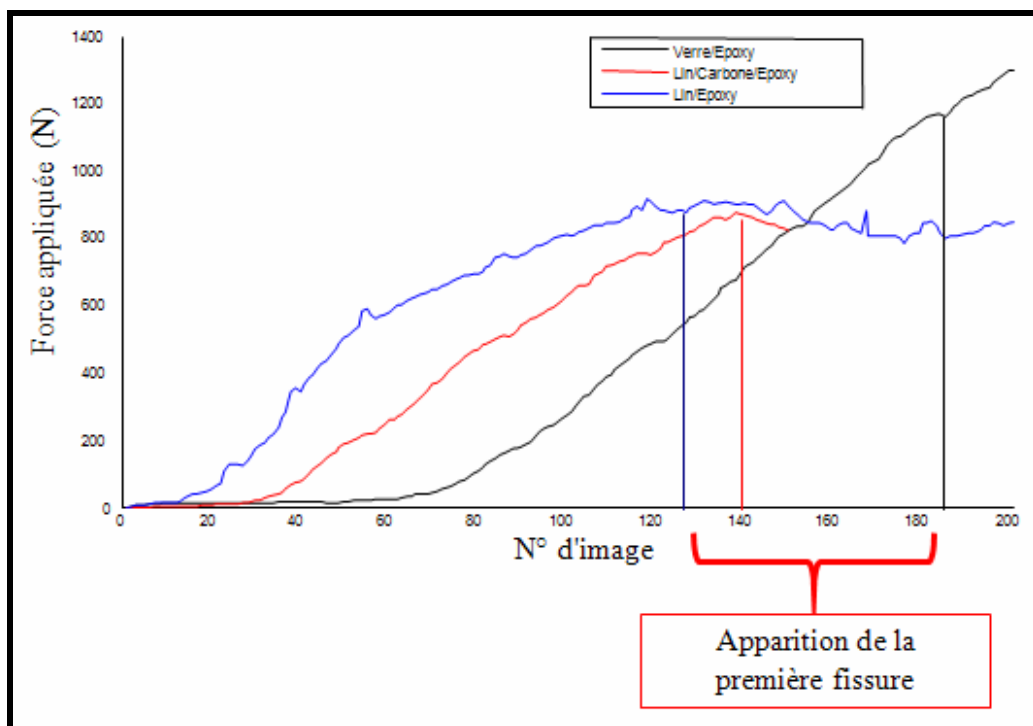


Figure 4.25 : Évolution de la force appliquée durant l'essai pour les trois échantillons

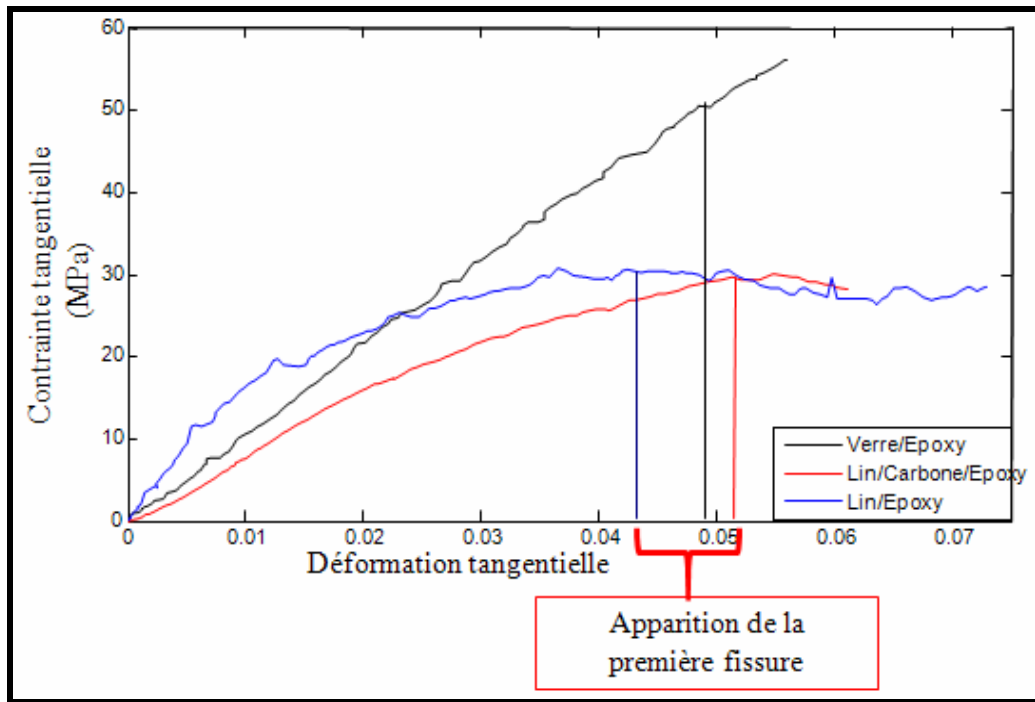


Figure 4.26 : Contrainte tangentielle  $\tau_{xy}$  en fonction de la déformation tangentielle  $\epsilon_{xy}$

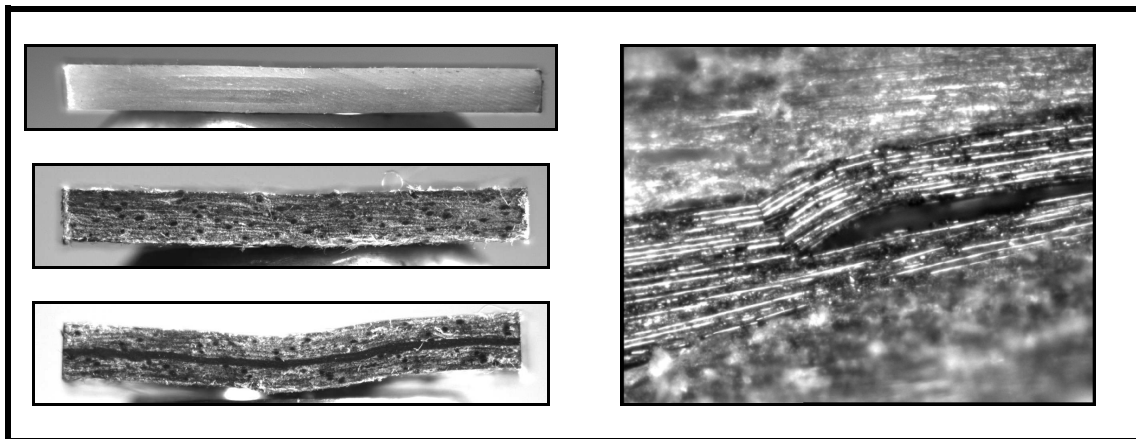
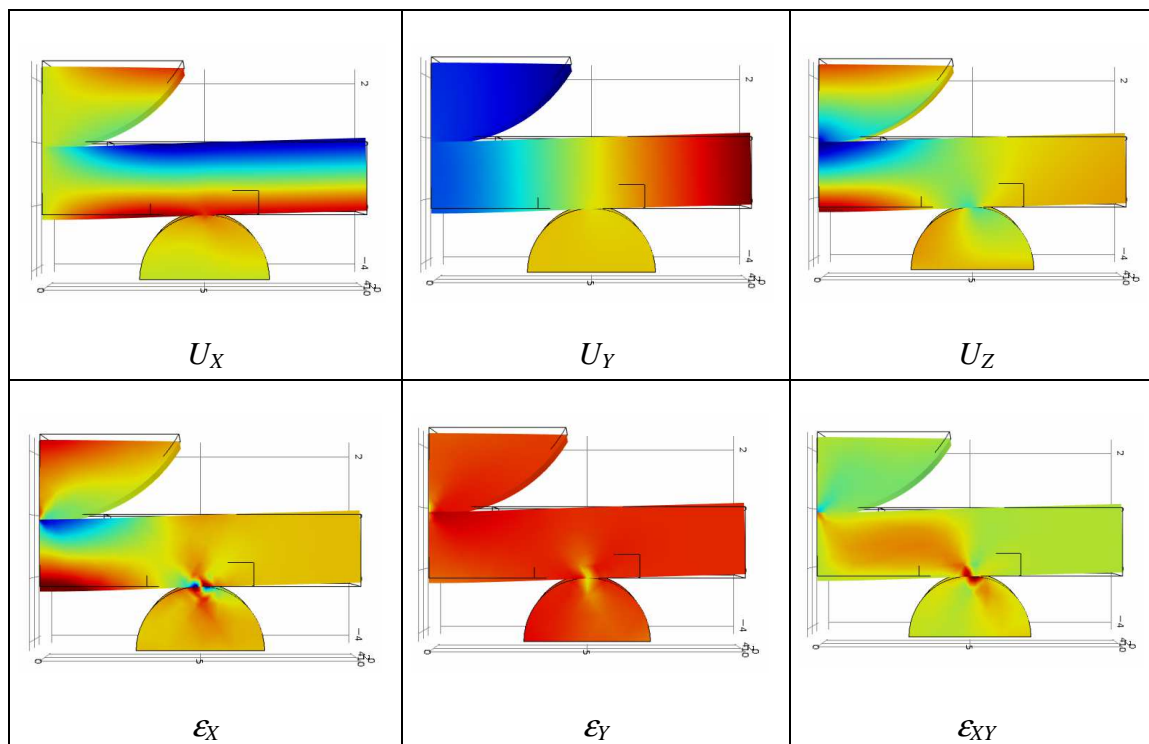


Figure 4.27 : Observations post mortem : verre/époxy (en haut), lin/époxy (au milieu), lin/carbone/époxy (en bas et zoom à droite)

Le temps nous a manqué pour effectuer une identification acceptable des modules via un dialogue expérience/simulation. On peut en effet identifier le module de cisaillement  $G_{13}$  et le module d'Young  $E_I$  de cette manière pour peu que le modèle soit fidèle à l'expérience. Les cartes de déformation et de déplacement ont toutefois été simulées en volumique pour le lin/époxy sous COMSOL en prenant en compte la forme du poinçon et des supports. Le contact est pris en compte mais une modélisation plus aboutie nécessite de connaître les propriétés élastiques du stratifié en compression et d'intégrer les paramètres de frottement

entre l'échantillon et les appuis. Les coefficients de rigidité utilisés ont été déterminés lors de la thèse de Z. E. Cherif [25] ( $E_X = 25,2$  GPa,  $E_Y = 5,6$  GPa,  $E_Z = 4$  GPa,  $\nu_{XY} = 0,33$ ,  $\nu_{YZ} = 0,44$ ,  $\nu_{XZ} = 0,33$ ,  $G_{XY} = 1,91$  GPa,  $G_{YZ} = 1,77$  GPa,  $G_{XZ} = 1,79$  GPa).



**Figure 4.28 : Simulation MEF : déplacements (en haut), déformations (en bas)**

Le modèle tient compte des symétries et représente  $\frac{1}{4}$  de l'échantillon. Les champs de déplacement expérimentaux (figure 4.23) comparés aux champs numériques (figure 4.28) révèlent un décalage vers le bas du plan neutre. Ceci peut s'expliquer par une différence entre le module de traction et le module de compression et/ou par un frottement important de l'échantillon sur ses supports. Ce résultat montre la difficulté que l'on peut rencontrer pour mesurer expérimentalement le module de flexion avec l'essai de F3PR. Le décalage du plan neutre rend délicate l'estimation de la contrainte normale  $\sigma_I$  dans la partie tendue, zone opposée au poinçon dans laquelle la mesure de la déformation  $\varepsilon_I$  est également difficile à cause des effets de bords !

*A contrario*, la mesure de  $G_{13}$  ne pose pas de difficulté particulière. La zone entre le poinçon et le support dans laquelle la déformation tangentielle est constante présente une étendue suffisante pour mesurer correctement la déformation  $\varepsilon_{13}$  (voir figure 4.28). La distribution spatiale de la contrainte tangentielle suit d'ailleurs la même évolution et n'est *a priori* pas perturbée par le décalage du plan neutre. Le module de cisaillement mesuré pour le lin/époxy via la courbe contrainte/déformation vaut  $G_{13} = 1,78$  GPa. Cette valeur est

cohérente avec des mesures de  $G_{12}$  effectuées en traction (1,79 GPa et 1,87 GPa mesurés sur deux campagnes d'essais différentes [25]). Rappelons que  $G_{12}$  et  $G_{13}$  sont identiques pour un stratifié unidirectionnel et que le matériau testé est quasiment unidirectionnel.

## 4.7 Conclusion

L'expérience issue du travail présenté au chapitre 3 a pu être mise à profit pour expertiser le cisaillement interlaminaire en flexion 3 points rapprochés (F3PR). Pour effectuer une cartographie 3D de la face avant de l'échantillon, les faisceaux bleu et vert sont situés dans le plan neutre de l'échantillon et réglés symétriquement par rapport à la normale, le faisceau rouge éclaire l'échantillon par le bas.

On montre que les fissures interlaminaires sont visibles sur les cartes de phase vertes et bleues. Pour le verre/époxy et le lin/époxy, le cisaillement interlaminaire a été détecté. La localisation des fissures est confirmée par des mesures *post mortem* sur l'éprouvette de verre/époxy. L'enregistrement de la charge au cours de l'essai permet de déterminer la résistance au cisaillement interlaminaire. Pour le lin/carbone/époxy, les plis de carbone supportent une bonne partie de la charge et sont cisailés intégralement.

La résolution avec laquelle est calculée la déformation  $\varepsilon_{13}$  est suffisante pour estimer correctement le module de cisaillement  $G_{13}$ . Concernant le lin/époxy, nous obtenons une valeur identique entre le module  $G_{13}$  mesuré par F3PR/holographie 3D et le module  $G_{12}$  mesuré par traction.

L'ensemble des résultats obtenus montre que l'application de l'holographie numérique 3D apporte un plus à l'essai de cisaillement interlaminaire en flexion 3 points rapprochés et permet d'entrevoir celui-ci comme un moyen de mesure quantitatif en laboratoire de recherche, par exemple pour étudier l'exactitude d'une simulation numérique, plutôt que comme un simple outil dédié au contrôle qualité en entreprise.

## 4.8 Bibliographie

1. B. F. Abu-Sharkh, H. Hamid, Degradation study of date palm fibre/polypropylene composites in natural and artificial weathering: mechanical and thermal analysis, *Poly. Deg. Stab.* **85**, 967-973 (2004).
2. W. Wang, M. Sain, P. A. Cooper, Study of moisture absorption in natural fiber composites, *Comp. Sci. Tech.* **66**, 379-386 (2006).
3. A. K. Bledzki, J. Gassan, Composite reinforced with cellulose based fibres, *Prog. Poly. Sci.* **24**, 221-274 (1999).
4. L. A. Pothan, Z. Oommen, S. Thomas, Dynamic mechanical analysis of bananas fiber reinforced polyester composites, *Comp. Sci. Tech.* **63**, 283-293 (2003).
5. J. Gassan, A. K. Bledzki, The influence of fiber-surface treatment on the mechanical properties of jute-polypropylene composites, *Composites Part A* **28**, 1001-1005 (1997).
6. J. Gassan, A. K. Bledzki, Possibilities for improving the mechanical properties of jute/epoxy composites by alkali treatment of fibres, *Comp. Sci. Tech.* **59**, 1303-1309 (1999).
7. C. Baley, Analysis of the flax fibres tensile behaviour and analysis of the tensile stiffness increase, *Composites Part A* **33**, 939-948 (2002).
8. C. Baley, F. Busnel, Y. Grohens, O. Sire, Influence of chemical treatments on surface properties and adhesion of flax fibre–polyester resin, *Composites Part A* **37**, 1626-1637 (2006).
9. C. Baley, A. Le Duigou, A. Bourmaud, P. Davies, Influence of drying on the mechanical behaviour of flax fibres and their unidirectional composites, *Composites Part A* **43**, 1226-1233 (2012).
10. E. Sideridis, G. A. Papadopoulos, Short-beam and three-point-bending tests for the study of shear and flexural properties in unidirectional-fiber-reinforced epoxy composites, *Jour. App. Poly. Sci.* **93**, 63-74 (2004).
11. J. M. Whitney, C.E. Browning, On Short-Beam Shear Tests for Composite Materials, *Exp. Mech.* **25**, 294-300 (1985).
12. H. Bouafif, Effets des caractéristiques intrinsèques des fibres de bois et des procédés de mise en forme sur la performance des matériaux composites bois/thermoplastique, Thèse de Doctorat l'Institut des Sciences et Industries du Vivant et de l'Environnement, Agro Paris Tech, (2009).
13. C. A. Berg, J. Tirosh, M. Israeli, Analysis of Short Beam Bending of Fiber Reinforced Composites, *Composite Materials, Testing and Design (2<sup>nd</sup> Conj)*, *ASTM STP*, **497**, 206-218 (1972).
14. Y. Perrot, D. Choqueuse, N. Baral, P. Davies, Contrôle qualité des matériaux composites marins. Influence de plis orientés sur la contrainte de cisaillement interlaminaire mesurée par essai de flexion, *JNC16*, Toulouse (2009).
15. Z. Fan, M. H. Santare, S. G. Advani, Interlaminar shear strength of glass fiber reinforced epoxy composites enhanced with multi-walled carbon nanotubes, *Composites Part A* **39**, 540-554 (2008).
16. Z. E. Chérif, C. Poilâne, L. Momayez, J. Chen, Pré-imprégnés lin/époxy : influence des paramètres d'élaboration sur les propriétés mécaniques, *Matériaux & Techniques* **100**, 459-466 (2012).
17. Composites plastiques renforcés de fibres. Détermination de la résistance au cisaillement interlaminaire apparent par essai de flexion sur appuis rapprochés. ISO 14130 : 1997(F). International Standards Organization (1997).
18. P. Tankam, Q. Song, M. Karray, J. C. Li, J. M. Desse, P. Picart, Real-time three-sensitivity measurements based on three-color digital Fresnel holographic interferometry,

- Opt. Lett. **35**, 2055-2057 (2010).
19. D. C. Ghiglia, M. D. Pritt, Two-dimensional phase unwrapping phase: Theory, algorithm and software, Wiley, New York (1998).
  20. M. Desvignes, S. Langlois, J. M. Constans, M. Revenu, Déroulement de phase: application à la correction de distorsions géométriques en IRM, *Trait. Signal.* **17**, 313-324 (2000).
  21. F. Hocine, A. Haddoud, M. B. Aissa, M. Fekir, A. B. Aissa, Méthodes de déroulement de phase interférométrique étude comparative et application, *JAS09*, (2009).
  22. J. M. B. Dias, G. Valadao, Phase Unwrapping via Graph Cuts, *IEEE Trans. Imag. Proc.* **16**, 698-709 (2007).
  23. D. C. Ghiglia, L. A. Romero, Robust two-dimensional weighted and unweighted phase unwrapping that uses fast transforms and iterative methods, *JOSA.* **11**, 107-117 (1994).
  24. Z. E. Chérif, C. Poilâne, L. Momayez, J. Chen, Optimisation d'un pré-imprégné lin/époxy industriel, *RCMA* **21**, 119-128 (2011).
  25. Z. E. Chérif, Caractérisation et optimisation d'un pré-imprégné industriel fibre de lin/résine époxy pour les matériaux composites, Thèse de l'Université de Caen Basse-Normandie, (2013).





## **Chapitre 5**

**Comportement diélectrique des composites à renforts naturels**



## 5.1 Introduction

Le comportement mécanique et électrique des matériaux composites est conditionné par la microstructure et la mise en œuvre de ces matériaux. Ainsi leurs performances dépendent aussi bien des caractéristiques du renfort (nature, géométrie, orientation et fraction volumique) que de celles de la matrice et de l'interface fibre/matrice. Le renfort garantit la tenue mécanique (résistance à la traction et rigidité). La matrice lie les fibres et subit une partie de la charge (résistance à la compression ou à la flexion). L'interface assure le transfert de charge.

A partir d'une étude mécanique et d'une connaissance des caractéristiques de ces deux constituants de base (renforts et matrice), on peut déterminer les propriétés mécaniques du composite. Par ailleurs, une étude analytique des propriétés diélectriques du composite permet de sonder l'interface renfort/matrice dont dépendent les propriétés mécaniques du composite.

Pour les matériaux composites à renforts naturels, les charges cellulosiques et la matrice polymère présentent un caractère non compatible. En effet, les matrices polymériques sont hydrophobes tandis que les fibres naturelles sont hydrophiles ceci peut entraîner un mauvais contact et une faible adhésion fibre/matrice et par suite affecter les propriétés mécaniques de ces composites. Divers travaux de recherche ont été développés afin d'analyser l'adhésion des fibres naturelles dans la matrice.

De nos jours, la technique de spectroscopie diélectrique est largement utilisée pour la caractérisation des isolants organiques ou inorganiques. Dans le cas des polymères, une large gamme de fréquences comprise entre  $10^{-3}$  Hz et  $10^7$  Hz peut être étudiée avec une excellente résolution. Les spectres de relaxation diélectrique (variation de la permittivité diélectrique relative complexe  $\epsilon$  en fonction de la pulsation  $\omega$ ) peuvent être représentés en une somme de réponses indépendantes suivant le principe de superposition [1]. Chacune de ces réponses, nommées « relaxation » ou « mode de relaxation », est associée à des mouvements de dipôles permanents dans le matériau [2]. Ces spectres de relaxation diélectrique peuvent être analysés en utilisant différents modèles semi-empiriques.

Dans ce chapitre, nous nous proposons d'analyser les propriétés diélectriques des composites renforcés par des fibres de lin étudiés dans le Chapitre précédent. On effectuera une analyse de la dynamique moléculaire de ces composites, ce qui nous renseignera par la suite sur l'interface fibres/matrice. Cette étude diélectrique sera corrélée à celle développée

dans le Chapitre précédent qui concernait des aspects mécaniques. Au cours de notre étude, nous utiliserons deux techniques expérimentales : la calorimétrie différentielle à balayage (DSC) et la spectroscopie de relaxation diélectrique (impédance-mètre de type "Novocontrol").

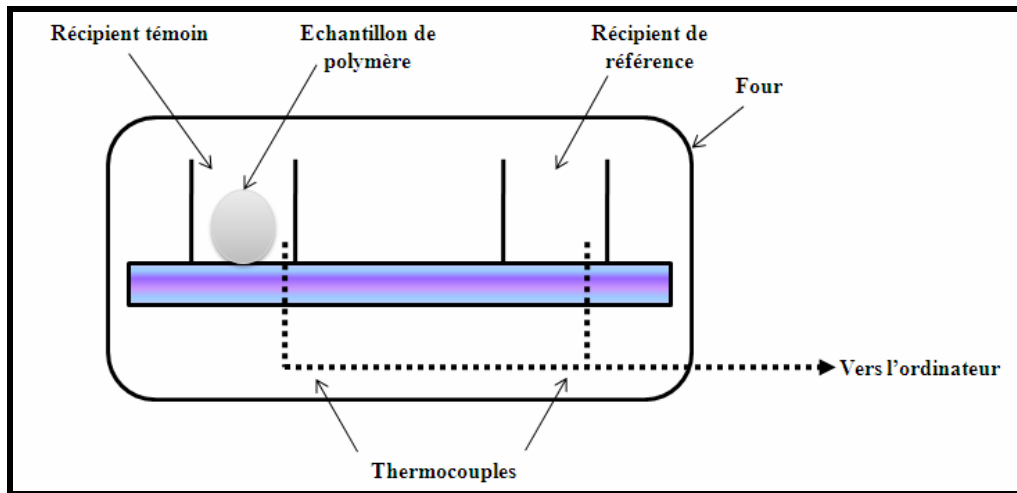
Nous présentons dans ce chapitre en premier temps, un aperçu sur les techniques expérimentales utilisées. Nous mettrons l'accent sur le principe de fonctionnement de chacune d'elles. Ensuite nous rappellerons les différents aspects concernant les polarisations diélectriques, les paramètres diélectriques et la théorie phénoménologique de la relaxation dipolaire. Nous finissons notre étude par l'analyse des résultats expérimentaux obtenus sur les composites étudiés.

## **5.2 Techniques expérimentales**

### **5.2.1 Calorimétrie différentielle à balayage (DSC)**

La calorimétrie différentielle à balayage est une technique utilisée pour étudier les transitions thermiques d'un polymère lorsqu'il est chauffé. Le principe de ce dispositif est de déterminer la quantité d'énergie apportée au matériau lors de ces transitions thermiques [3, 4]. Le système est constitué de deux récipients (voir Figure 5.1). Un récipient contient l'échantillon testé et l'autre est vide, jouant le rôle de référence. Les deux récipients se trouvent dans un four dont la vitesse de réchauffement linéaire est assurée par une boucle d'asservissement qui assure la même température dans les deux récipients. Les mesures donnent des informations qualitatives et quantitatives sur les modifications physiques et chimiques provoquées par des processus endothermiques, exothermiques ou par des changements de capacité calorifique.

L'appareil utilisé dans notre étude est un analyseur 'Perkin Elmer'. La gamme de température utilisée s'établit de  $-50^{\circ}\text{C}$  à  $200^{\circ}\text{C}$ , balayée à une vitesse de  $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$  sous une atmosphère inerte (azote). On place l'échantillon dans des capsules d'une masse comprise entre 10 et 15 mg. Elles sont par la suite placées dans la cellule de l'un des deux récipients de l'appareil.



**Figure 5.1 : Représentation synoptique du principe de la DSC**

La DSC permet de déterminer pendant la phase de chauffe d'un matériau les grandeurs suivantes :

- la température de transition vitreuse  $T_g$ ,
- les températures de cristallisation  $T_c$  anisotherme pour une vitesse de refroidissement ou de chauffage donnée,
- la température de fusion  $T_f$  et d'ébullition qui dépend de l'épaisseur des lamelles cristallines,
- le temps et le pourcentage de cristallisation,
- les enthalpies de fusion, de cristallisation et de réaction,
- la stabilité thermique,
- la sensibilité à l'oxydation,
- la réaction des traitements thermiques,
- la pureté.

Les trois étapes de transition vitreuse, fusion et cristallisation peuvent éventuellement être observées par cette méthode. Le pic de cristallisation et le creux de fusion sont observés seulement pour les polymères qui peuvent former des cristaux. Si les polymères sont absolument amorphes on ne peut observer ni cristallisation ni fusion alors que si les polymères sont semi-cristallins et amorphes ils présentent les trois étapes.

Une grande différence existe entre la transition vitreuse et les deux autres transformations. En effet, la transition vitreuse ne présente ni creux ni crête parce qu'il n'y a aucune chaleur latente libérée ou absorbée par le polymère. La seule chose observée à la

température de transition vitreuse est un changement de la capacité calorifique du polymère. Dans ce cas, la transition vitreuse est appelée transition du second ordre. Alors que les transitions de la fusion et la cristallisation, qui ont des chaleurs latentes, sont des transformations du premier ordre.

### 5.2.2 Spectrométrie diélectrique

C'est une technique qui permet de déterminer les propriétés diélectriques en fonction de la température mais aussi dans une large gamme de fréquences, et de comprendre les phénomènes physiques régissant le comportement diélectrique des matériaux [5, 6].

Le dispositif expérimental utilisé est de type Novocontrol. Il fonctionne dans un intervalle de température variant de  $-100^{\circ}\text{C}$  à  $300^{\circ}\text{C}$  et un domaine de fréquence de  $10^{-2}$  Hz à  $10^7$  Hz (voir Figure 5.2).



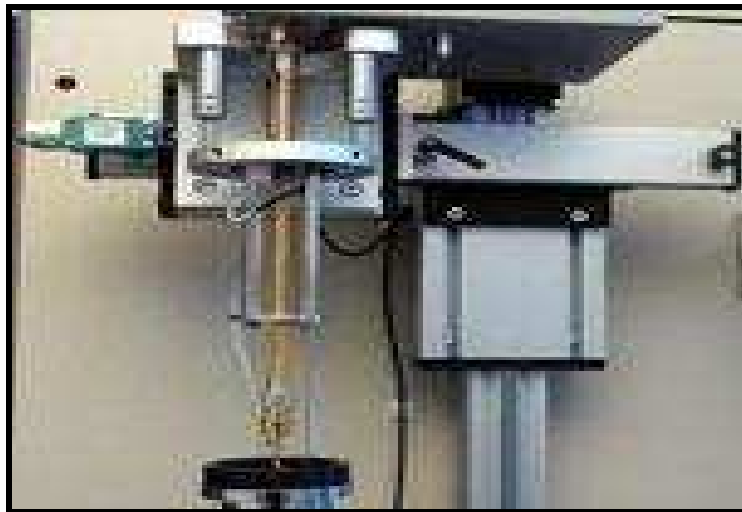
*Figure 5.2 : Dispositif expérimental de la spectrométrie diélectrique*

Ce dispositif est constitué de trois parties :

- un contrôleur de température qui permet de contrôler la température de l'échantillon, la température de l'azote gazeux et la pression de l'azote,
- un analyseur d'impédance (analyseur alpha) qui permet de travailler dans un domaine de fréquences allant de  $10^{-2}$  Hz à  $10^7$  Hz,

- une cellule de mesure constituée en général de deux électrodes métalliques et un anneau de garde relié à la terre (Figure 5.3).

L'anneau de garde a pour but de supprimer la conductivité superficielle et d'éliminer les effets de bord. Les manipulations s'effectuent alors dans un domaine de champ électrique homogène. Les électrodes sont électriquement isolées et situées à l'intérieur d'un tube en silice qui permet de réaliser les mesures sous vide ou sous atmosphère contrôlée.



*Figure 5.3 : Cellule de mesures diélectrique*

L'échantillon est placé entre deux électrodes en or et par la suite dans la cellule de mesure. L'application d'une tension sinusoïdale génère un champ électrique alternatif. L'échantillon se polarise.

La mesure diélectrique nous permet d'accéder aux valeurs de la permittivité complexe  $\epsilon^*$ , de la permittivité réelle  $\epsilon'$ , du facteur de perte  $\epsilon''$ , de la tangente de l'angle de perte diélectrique  $\tan\delta$  et permet de suivre leurs variations en fonction de la température et de la fréquence.

Afin d'identifier les paramètres diélectriques, deux logiciels sont utilisés : Win Data et Win Fit. Ils permettent l'acquisition et le traitement des résultats obtenus suite à la réalisation des spectres isochrones en fixant la fréquence et en variant la température ou par réalisation des spectres isothermes en fixant la température et en variant la fréquence.



La permittivité complexe  $\varepsilon^*(\omega)$  est définie par :

$$\varepsilon^*(\omega) = \varepsilon' - i\varepsilon'' = \frac{C^*(\omega)}{C_0} \quad (5.1)$$

où  $C_0$  est la capacité formée par un diélectrique de permittivité unitaire (vide),  $\omega$  est la pulsation angulaire.

La tangente de l'angle de perte diélectrique est écrite par l'équation suivante :

$$\tan\delta = \frac{\varepsilon''}{\varepsilon'} \quad (5.2)$$

Les variations de la permittivité peuvent être dues à plusieurs phénomènes tels que le phénomène de relaxation résultant du déplacement des porteurs de charges depuis leurs positions d'équilibre sous l'influence d'un champ électrique.

On peut distinguer les trois principales classes suivantes :

### **Polarisation de déformation**

La polarisation de déformation est une polarisation atomique, ou ionique, produite lors du déplacement des ions de leurs positions d'équilibre.

### **Polarisation d'orientation**

La polarisation d'orientation est une polarisation qui résulte du cas où le diélectrique est formé de molécules possédant un moment dipolaire permanent. Les dipôles antérieurement répartis au hasard tendent à s'orienter dans la direction du champ électrique.

### **Relaxation interfaciale**

Quand le matériau testé est hétérogène, une relaxation supplémentaire apparaît dans les mesures diélectriques. Cette relaxation est due aux charges présentes au cours de la fabrication, telles que les impuretés, qui sont immobilisées dans le matériau et peuvent migrer sous l'action du champ électrique si la température est suffisamment élevée pour assurer une certaine conductivité des milieux. Lorsque ces milieux possèdent des conductivités et des permittivités différentes, alors les porteurs de charge sont bloqués à l'interface de ces deux

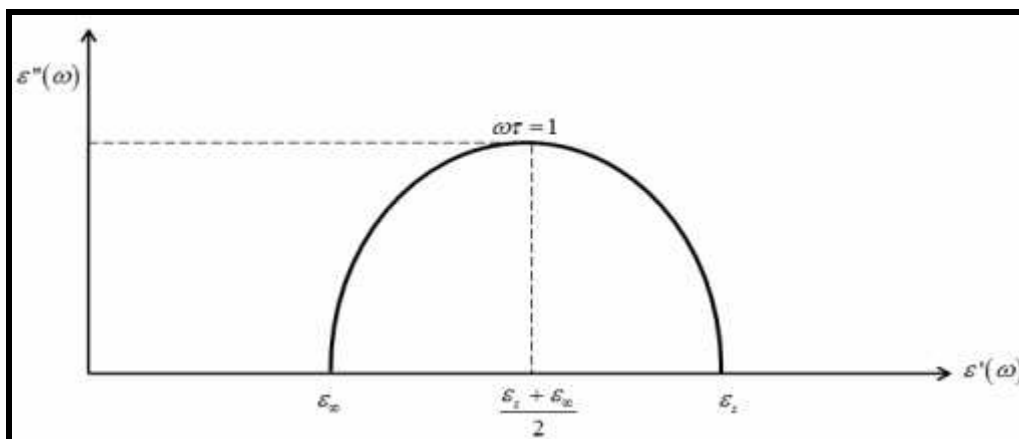
milieux. Cette relaxation interfaciale est connue aussi sous le nom de l'effet de Maxwell-Wagner-Sillars (MWS) [7-9]. La relaxation MWS apparaît à des fréquences spécifiques dépendantes des valeurs des conductivités et des permittivités des parties isolante et conductrice du composite, aussi de la forme et de la taille des renforts. La relaxation interfaciale est observée pour des structures multicouches, et lors de l'inclusion de conductivité supérieure à celle de la matrice. Ainsi cette relaxation est détectée vers les hautes températures et les basses fréquences ( $10^{-2}$  Hz -  $10^3$  Hz). Mais dans certains cas, il est difficile de différencier la relaxation MWS de la conduction ionique.

Ces relaxations diélectriques sont analysées à l'aide des fonctions issues de modèles habituels [10] tels que le modèle de Debye. Le processus considéré par ce modèle est purement visqueux, sans force de rappel élastique, et du premier ordre. L'équation de la permittivité de Debye est définie par :

$$\varepsilon^*(\omega) = \varepsilon_\infty + \frac{\varepsilon_s - \varepsilon_\infty}{1 + i\omega\tau} \quad (5.3)$$

Ce modèle décrit une relaxation avec un seul temps de relaxation  $\tau$ . Dans cette relaxation,  $\varepsilon_s$  est la permittivité statique à basse fréquence et  $\varepsilon_\infty$  est la permittivité à haute fréquence du processus de relaxation.

La représentation du modèle de Debye est décrite Figure 5.4.



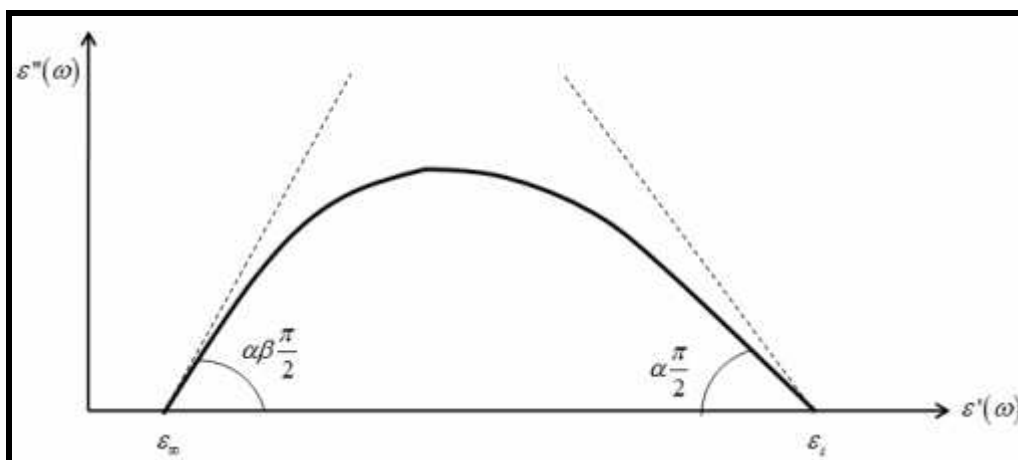
**Figure 5.4 : Modèle de Debye**

Considérons par la suite les cas où les pics de relaxation mesurés sont très larges et asymétriques, connus sous l'anglicisme « non Debye relaxation ». Pour ces cas, le modèle le

plus adapté dans les polymères est celui de Havriliak et Négami [11], développé à partir de l'équation suivante :

$$\varepsilon^*(\omega) = \varepsilon_\infty + \frac{\Delta\varepsilon}{(1 + (i\omega\tau)^\alpha)^\beta} \quad (5.4)$$

où  $\Delta\varepsilon = \varepsilon_s - \varepsilon_\infty$  représente l'intensité de relaxation.  $\alpha$  et  $\beta$  sont des paramètres dépendant de la forme du pic de relaxation. Quand  $\alpha = \beta = 1$ , on obtient la relation classique de Debye. La Figure 5.5 illustre le diagramme  $\varepsilon'' = g(\varepsilon')$  correspondant à cette relation.

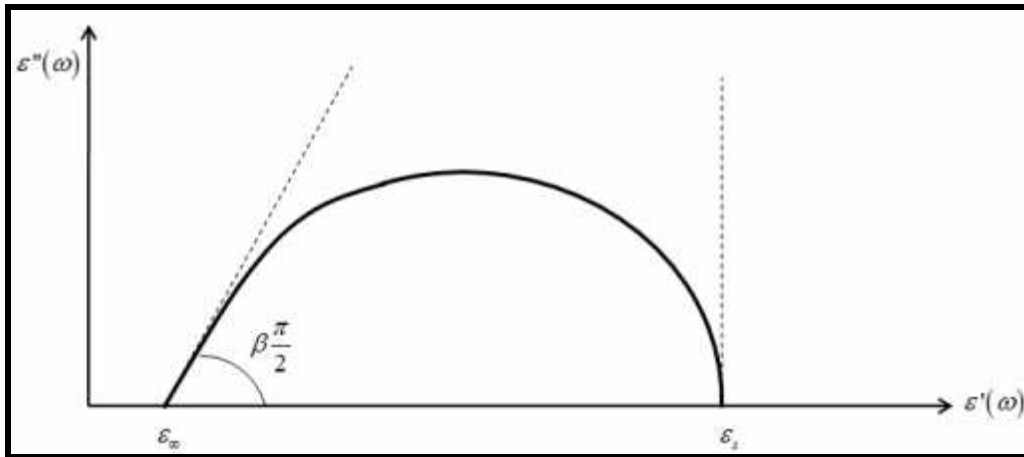


**Figure 5.5 : Représentation de l'équation de Havriliak et Négami**

Dans le cas où  $\alpha = 1$  et  $\beta \neq 1$ , on observe une autre relaxation obtenue par la relation de Cole-Davidson [12] :

$$\varepsilon^*(\omega) = \varepsilon_\infty + \frac{\Delta\varepsilon}{(1 + i\omega\tau)^\beta} \quad (5.5)$$

Le diagramme correspondant a la forme d'une demi-poire dont la partie basse fréquence ( $\varepsilon_s$ ) est perpendiculaire à l'axe  $\varepsilon'$  (Figure 5.6).

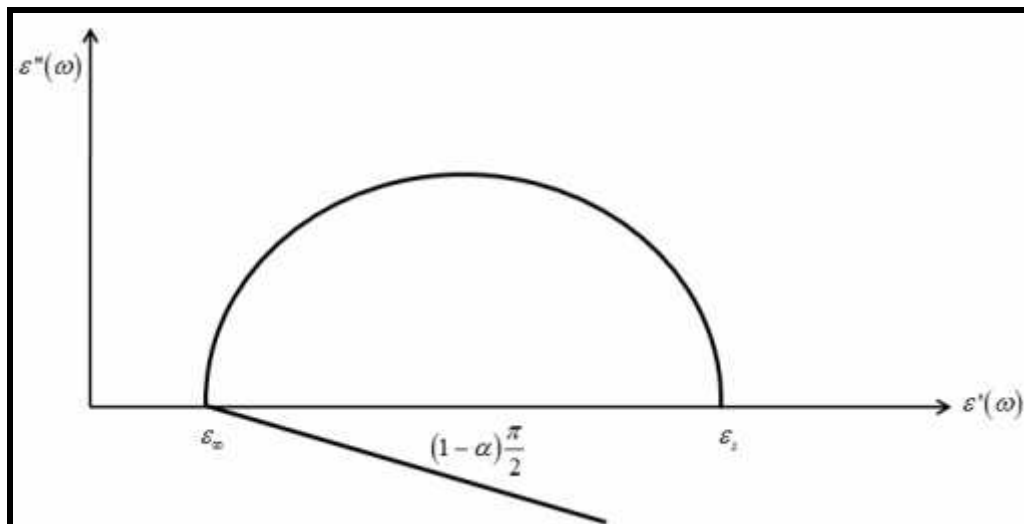


**Figure 5.6 : Représentation de l'équation de Cole-Davidson**

Dans le cas où  $\alpha \neq 1$  et  $\beta = 1$ , la relaxation observée est obtenue par la relation de Cole-Cole :

$$\varepsilon^*(\omega) = \varepsilon_\infty + \frac{\Delta\varepsilon}{1 + (i\omega\tau)^\alpha} \quad (5.6)$$

Le diagramme  $\varepsilon'' = g(\varepsilon')$  correspondant à cette relation, représenté sur la Figure 5.7, est un arc de cercle aplati par rapport au demi-cercle de Debye. Son centre est situé au dessous de l'axe des réels, sur une droite faisant avec cet axe l'angle  $(1 - \alpha)\frac{\pi}{2}$ .  $(1 - \alpha)$  est la mesure de la largeur de la distribution du temps de relaxation autour de  $\tau$ .



**Figure 5.7 : Représentation de l'équation de Cole-Cole**

### 5.3 Résultats expérimentaux

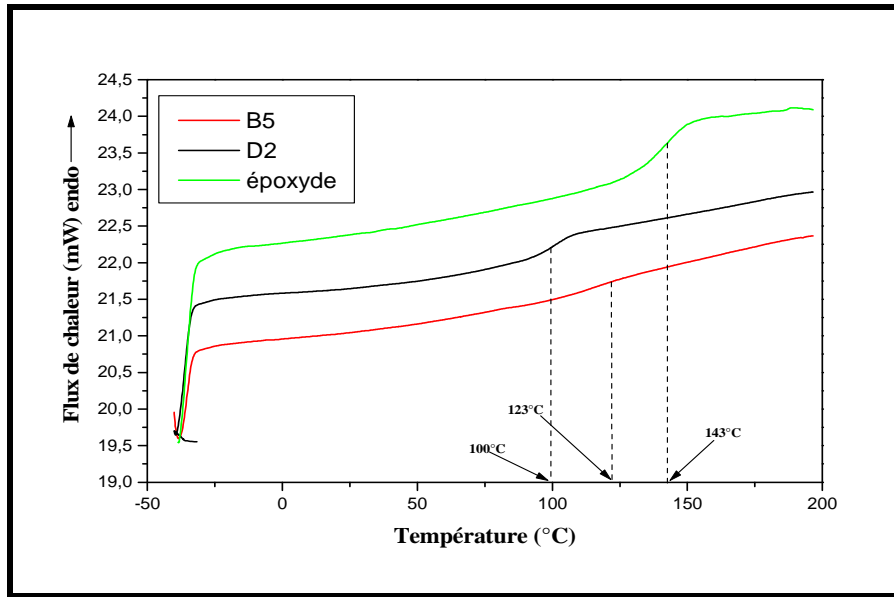
#### 5.3.1 Etude Calorimétrique (DSC)

La figure 5.8 représente les thermogrammes de la matrice époxyde (EP) et des composites (D2 et B5) lors du deuxième chauffage de chaque échantillon. Les températures de transition vitreuse de chaque échantillon ont été déterminées à partir du point d'inflexion, visible sur les courbes, en utilisant le logiciel Pyris. Les valeurs ainsi obtenues sont représentées dans le tableau 5.1 ci-dessous.

Matériaux	$T_g$ (°C)
Matrice d'époxyde	143
Composite D2	100
Composite B5	123

**Tableau 5.1 : Températures de transition vitreuse de la résine époxyde et des composites D2 et B5**

Ces résultats indiquent que la transition vitreuse du polymère, qui n'est autre que le passage d'un état vitreux fragile vers un état visqueux et caoutchouteux, diminue soit avec l'incorporation uniquement de fibres de lin dans cette matrice (composite D2) ou soit avec l'incorporation de fibres de lin et de fibres de carbone dans la matrice époxyde (composite B5). Cette diminution est plus importante dans le cas du composite lin/époxy. Le changement de la température de transition vitreuse  $T_g$  indique une modification dans la mobilité des chaînes moléculaires du polymère. En effet, la force d'interaction entre le renfort et la matrice fait que cette région pourrait avoir une mobilité inférieure à celle du polymère pur et ceci induit une baisse [13] dans la température de transition vitreuse  $T_g$  du polymère [14].



*Figure 5.8 : Thermogrammes de la matrice époxyde et des composites B5 et D2*

### 5.3.1 Etude Diélectriques des composites (D2 et B5)

Nous présentons par la suite les propriétés diélectriques des composites D2 et B5 qui permettront d'étudier la dynamique moléculaire de ces composites en faisant varier la température de l'échantillon et la fréquence du champ électrique appliqué.

Les variations isothermes de la partie réelle de la permittivité  $\epsilon'$  en fonction de la fréquence sont représentées sur la Figure 5.9, pour différentes températures (de 40°C à 200°C par incrément de 10°C).

Pour les basses fréquences, la permittivité  $\epsilon'$  augmente avec la température. Pour les basses températures ( $T < T_g$ ), cette augmentation peut être attribuée à la polarisation des dipôles d'eau liés aux fibres lignocellulosiques qui s'absorbent pour former une couche mono moléculaire enveloppant la surface externe des fibres [15]. Ces molécules d'eau sont liées aux groupes d'hydroxyle de la fibre de cellulose et ne pourraient pas être enlevées par un traitement thermique simple [16-26]. Ce type de relaxation de dipôle d'eau a été largement étudié dans plusieurs travaux [15, 26, 27].

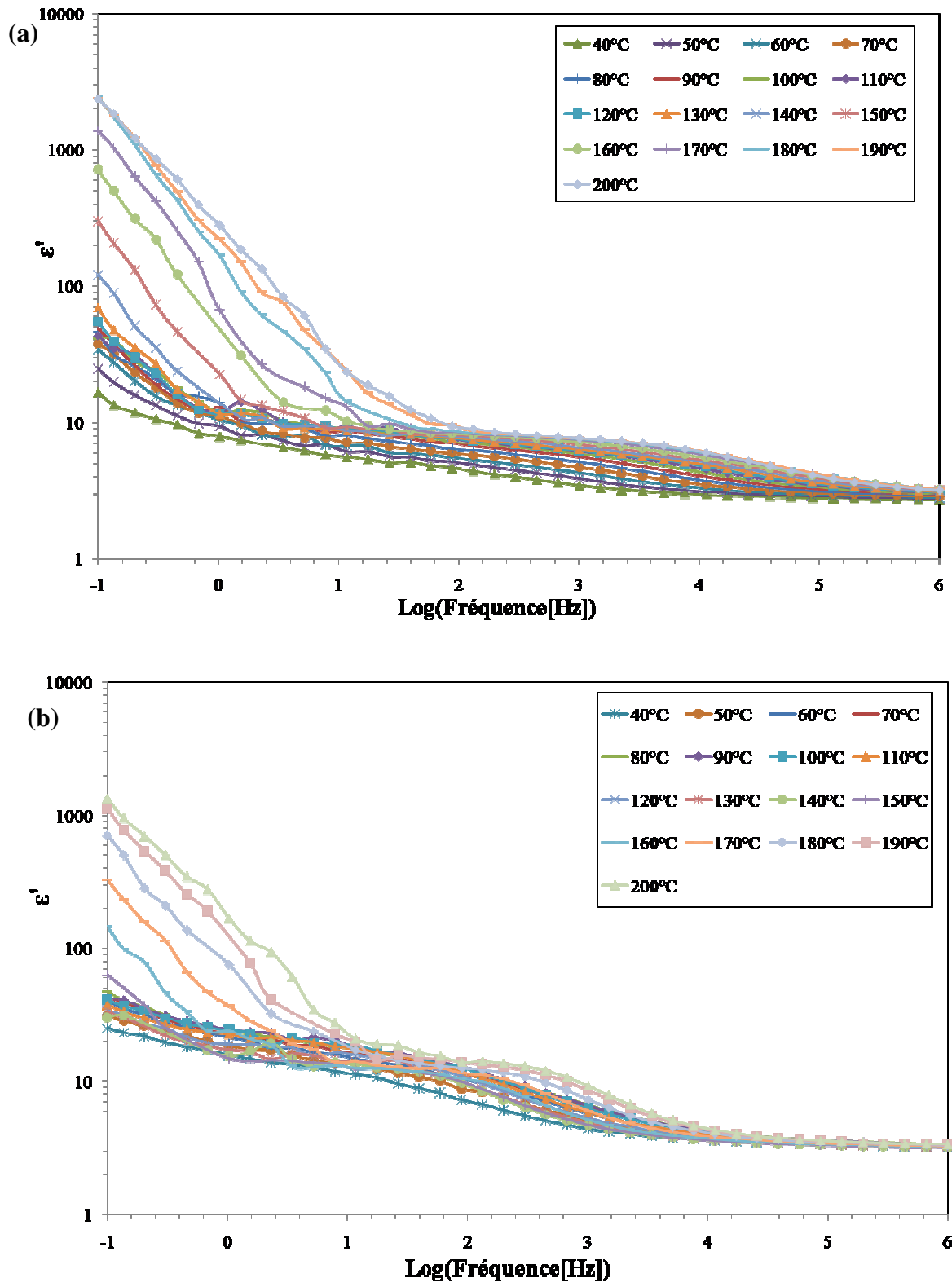


Figure 5.9 : Variations isothermes de la permittivité  $\epsilon'$  des composites D2 (a) et B5 (b)

Ces relaxations n'ont pas totalement disparues après un traitement chimique des fibres cellulosiques [28]. Une augmentation supplémentaire de la température induit une augmentation de la permittivité  $\epsilon'$ . Cette augmentation est associée à une augmentation de la conductivité des composites vers les hautes températures.

Ces résultats sont confirmés par les courbes du facteur de dissipation  $\tan\delta$  montrées sur la Figure 5.10. En effet, ces courbes révèlent la présence de relaxations diélectriques pour les basses températures que nous identifions aux polarisations des dipôles d'eau. L'intensité de ces relaxations est plus faible dans le cas du composite D2 en comparaison à celle du composite B5. Un comportement similaire a été observé dans le cas des composites époxyde à renforts de fibres d'Alfa traitées par le silane d'APS ou non traitées [29]. Un tel phénomène a été interprété par la réduction du caractère hydrophile des fibres cellulosiques par ce traitement chimique et par suite une augmentation du caractère hydrophobe de ces fibres [30, 31]. Ce traitement chimique permet une amélioration de l'adhésion de ces fibres cellulosiques dans la matrice [15]. Egalement, l'analyse des spectres de variations du facteur de dissipation en fonction de la fréquence montrent la présence de relaxations diélectriques pour les hautes températures ( $T > T_g$ ) et les basses fréquences. Ces relaxations sont caractéristiques de la conduction ionique dc. Ce phénomène de conduction est dû à la mobilité des charges électriques dans le polymère avec la température provoquant de ce fait une augmentation de la partie réelle de la fonction diélectrique [20] et du facteur de dissipation [32]. Ces charges libres se retrouvent par la suite bloquées à l'interface entre le renfort et la matrice qui ont des permittivités et des conductivités différentes [33]. Ceci donne naissance à la relaxation diélectrique interfaciale connue sous le nom de l'effet Maxwell-Wagner-Sillars (MWS) [23, 34, 35]. Cette relaxation est présente dans les spectres isothermes de facteur de dissipation  $\tan\delta$  des deux composites D2 et B5. Elle se décale vers les hautes fréquences en augmentant la température. En effet, l'augmentation de la mobilité des chaînes moléculaires sous l'effet de la température facilite l'orientation des dipôles suivant la direction du champ électrique. Ainsi le temps de relaxation diminue et, par suite, les pics de relaxation se déplacent vers les hautes fréquences. Un comportement similaire a été observé dans plusieurs types de composites époxyde et polyester insaturé renforcés par des fibres naturelles [15, 26, 32].

Sur la Figure 5.11, nous présentons la variation isotherme du facteur de perte des composites D2 et B5 respectivement. Dans le domaine des basses fréquences et des hautes températures, la pente de la courbe de facteur de pertes  $\varepsilon''$  est égale à -1. Cet effet est caractéristique d'un effet de conductivité en courant continu  $\sigma_{dc}$  en fonction de la fréquence. Ces résultats sont confirmés par l'évolution de la conductivité  $\sigma_{ac}$  en fonction de la fréquence (Figure 5.12).



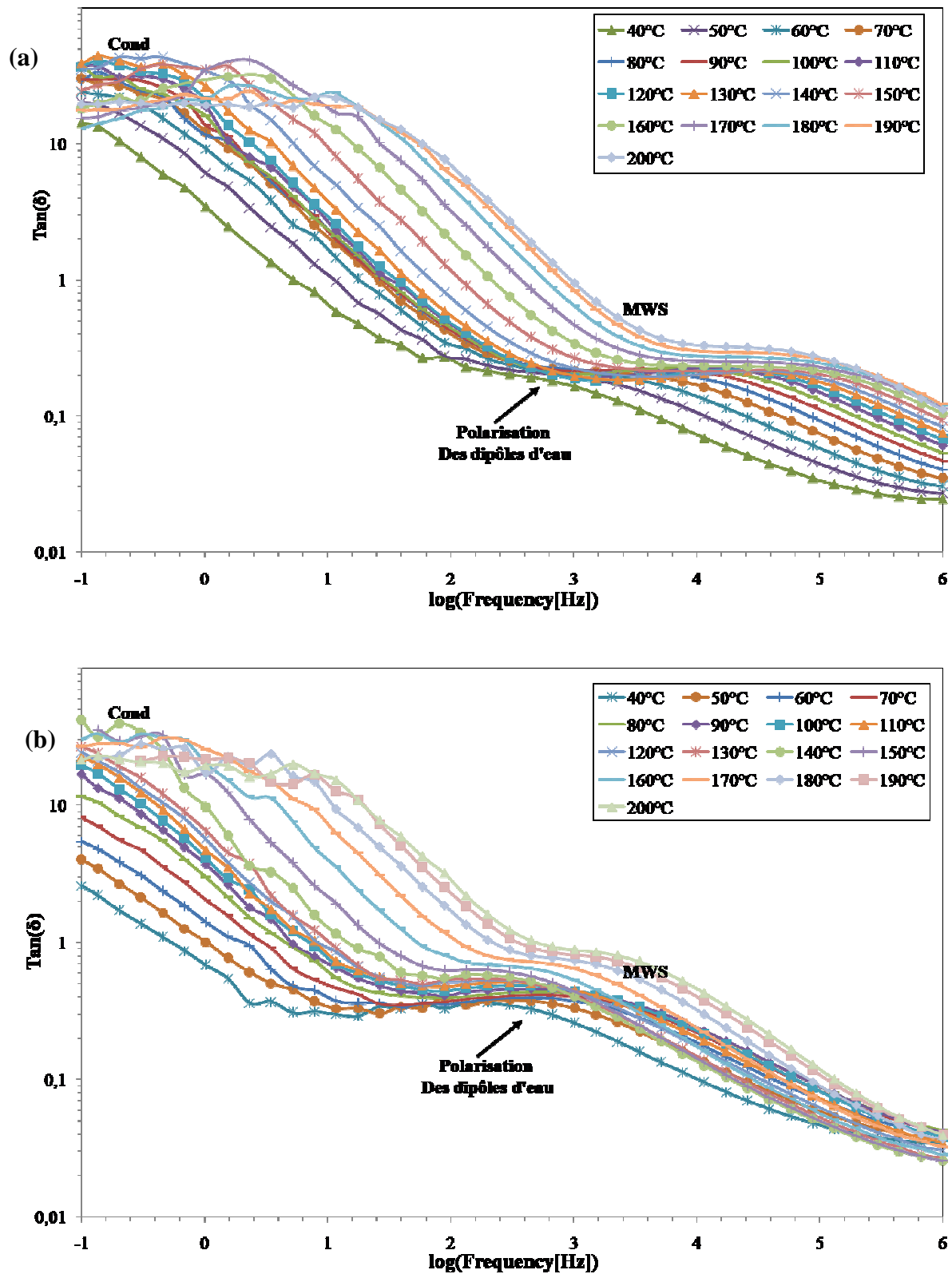


Figure 5.10 : Variations isothermes du facteur de dissipation  $\tan\delta$  en fonction de la fréquence des composites lin/époxy D2 (a) et lin/carbone/époxy B5 (b)

En effet, les courbes montrent un plateau à basses fréquences et hautes températures. Par contre, pour les basses fréquences et les basses températures le facteur de pertes  $\epsilon''$  montre

une décroissance avec la fréquence. Un comportement similaire a été observé pour les courbes isothermes de la partie réelle de la permittivité  $\epsilon'$  pour les mêmes gammes de températures et de fréquences. Ce phénomène présente une situation de dispersion basses fréquences caractéristiques des systèmes dominés par les porteurs d'après Jonsher [36]. Ce mécanisme de dispersion a été expliqué par Dissado et Hill [37] en se basant sur le modèle de cluster. Le cluster existant dans le matériau hétérogène peut être considéré comme un site contenant des porteurs de charge. Sous un champ appliqué, les charges dans les clusters peuvent se déplacer à l'intérieur (mouvement intracluster) ou sauter à l'extérieur (intercluster). Si la distance parcourue par les charges,  $L$ , est inférieure à la taille du cluster, ces charges restent dans le cluster et on a le mouvement intracluster. Dans ce cas là, on peut considérer les clusters comme des « dipôles liés » [38]. Si la distance parcourue par les charges,  $L$ , est supérieure à la taille du cluster, le déplacement des charges a lieu entre les clusters et on a le mouvement intercluster. Il existe dans ce cas des charges potentiellement mobiles qui contribuent à la conduction continue et à la dispersion basses fréquences. L'isolant contenant ces charges est capable de soutenir un courant continu même en présence d'un effet de blocage d'électrode à l'interface. Dans ces conditions-là, le mécanisme de conduction par saut est à l'origine de relaxation diélectrique pour les basses fréquences et les basses températures [39].

Pour conclure, ces charges peuvent d'une part se déplacer sur un niveau localisé dans la bande libre où elles contribuent à un processus de conduction dc c'est ce qu'on observe vers les hautes températures. D'autre part, ces charges localisées peuvent être aussi déplacées autour de leur position d'origine par le champ externe sans exciter les charges dans la bande libre et on obtient un courant quasi-continu. Cette analyse est confirmée par la présence des paliers quasi-constants observés sur les courbes de conductivité à basses fréquences et à basses températures (Figure 5.12).

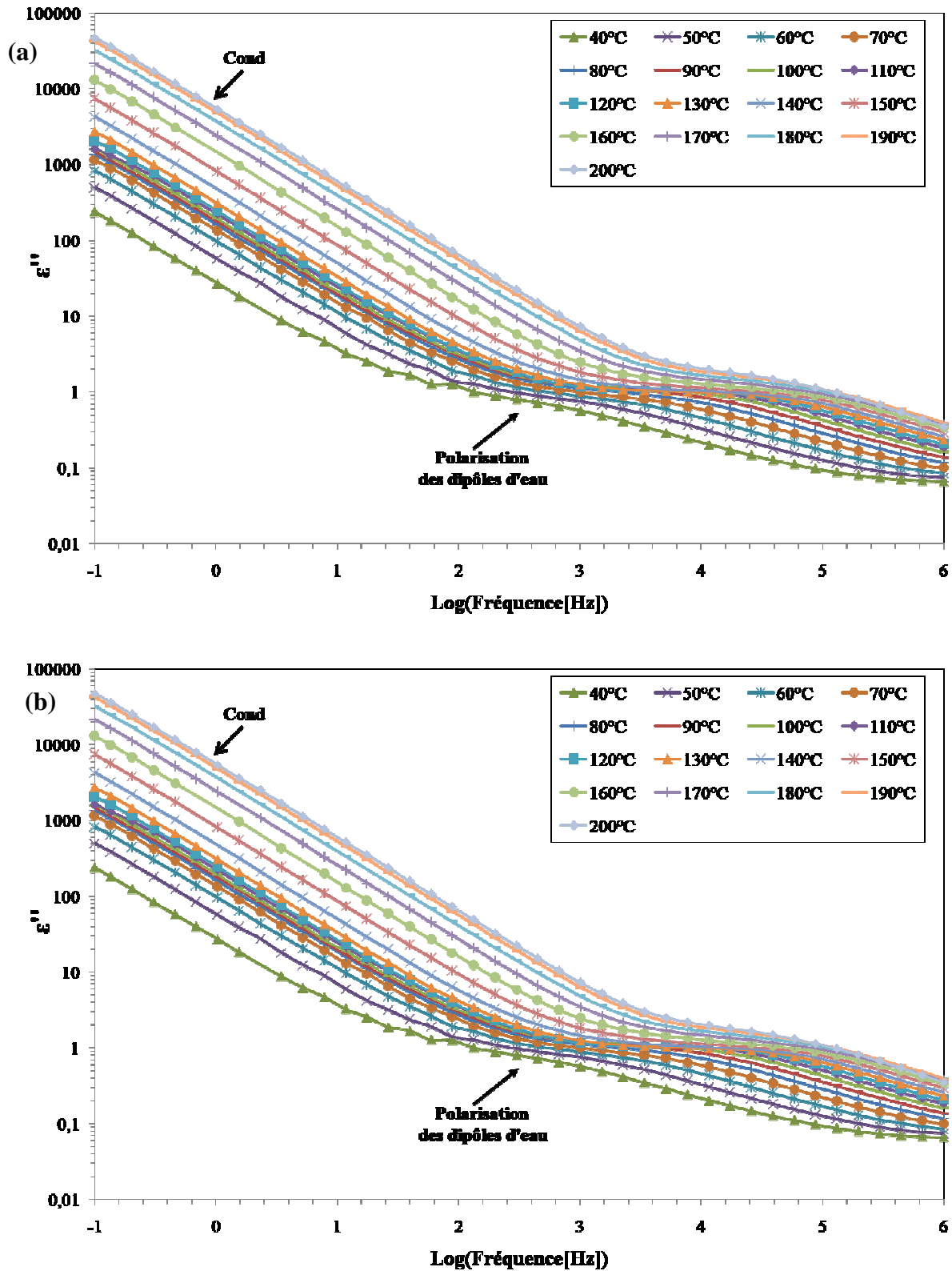


Figure 5.11 : Variations isothermes du facteur de pertes  $\epsilon''$  du composite lin/époxy D2 (a) et du composite lin/carbone/époxy B5 (b)

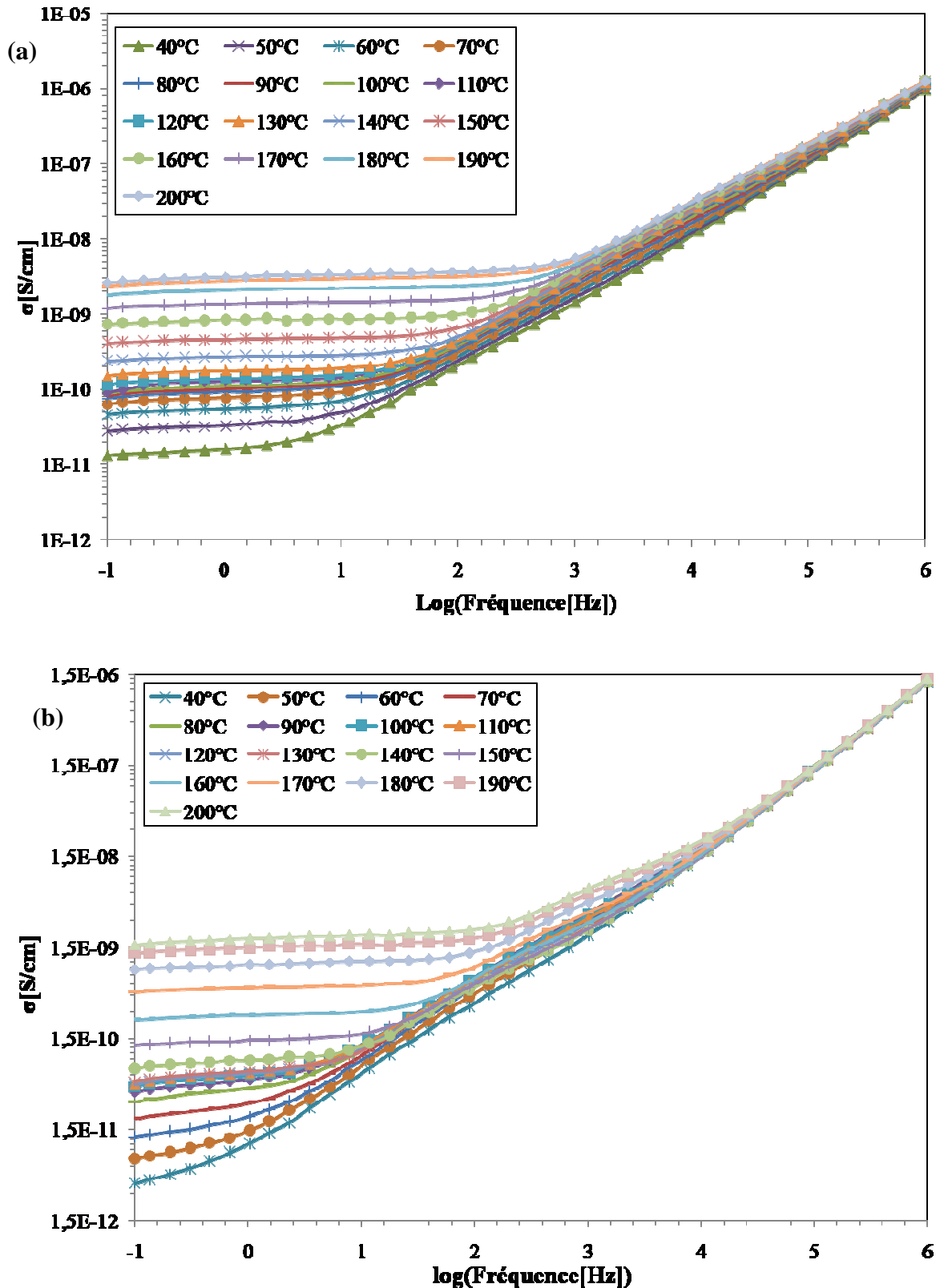


Figure 5.12 : Variations isothermes de la conductivité  $\sigma_{ac}$  du composite lin/époxy D2 (a) et du composite du composite lin/carbonate/époxy B5 (b)

Pour minimiser l'effet de conduction, nous avons utilisé le formalisme du « module électrique ». Ce module électrique a été récemment introduit pour étudier les processus

diélectriques se produisant dans les systèmes composites polymériques et également pour décrire les systèmes renfermant une conductivité ionique [40].

Le module électrique  $M^*$  est défini comme étant l'inverse de la permittivité complexe par l'équation suivante [41] :

$$M^* = \frac{1}{\varepsilon^*} = \frac{1}{\varepsilon' - j\varepsilon''} = \frac{\varepsilon'}{\varepsilon'^2 + \varepsilon''^2} + j \frac{\varepsilon''}{\varepsilon'^2 + \varepsilon''^2} = M' + jM'' \quad (5.7)$$

Où  $M'$  est la partie réelle et  $M''$  est la partie imaginaire du module électrique.

La variation isotherme de la partie réelle du module électrique est illustrée sur la figure 5.14.

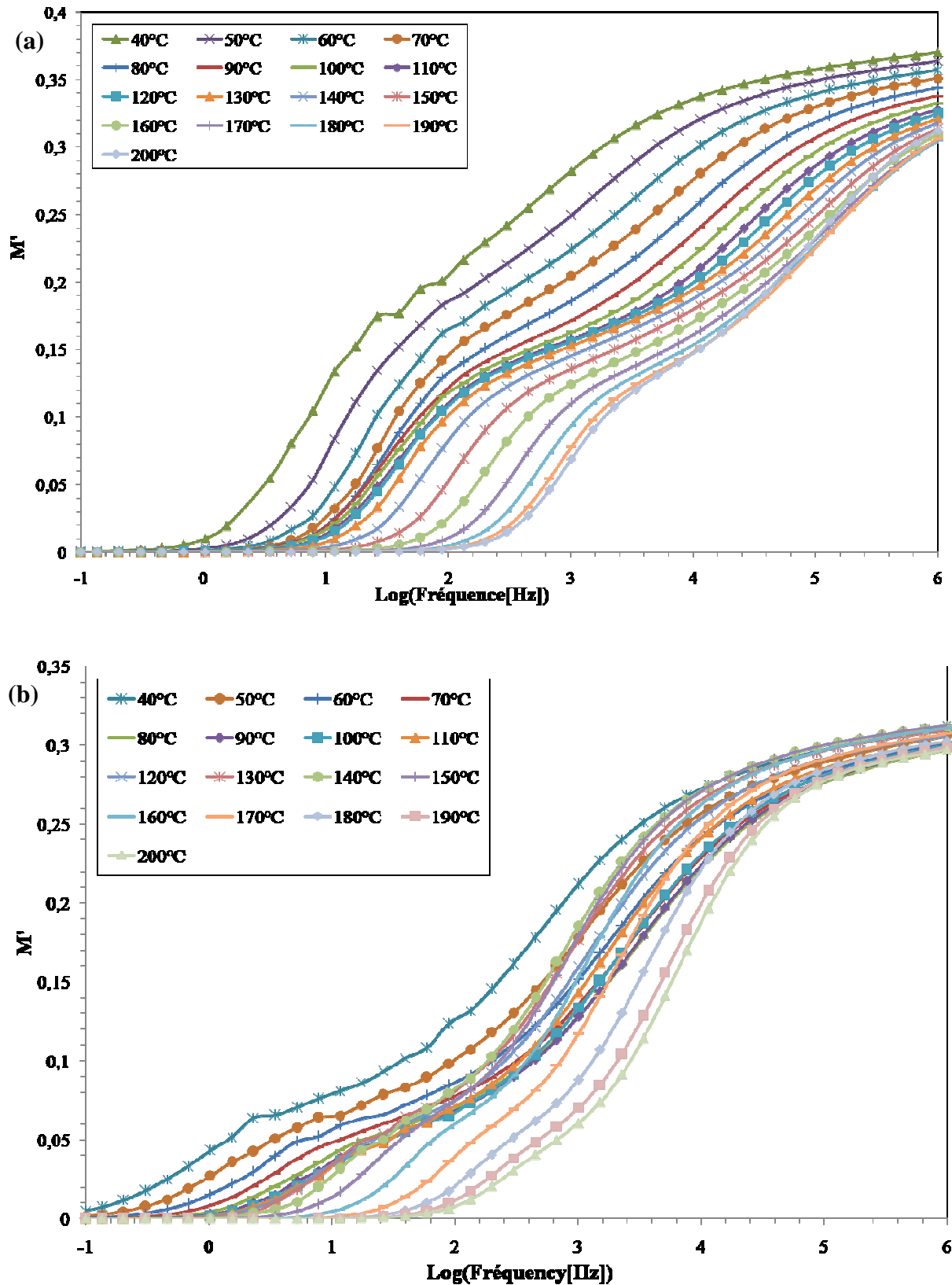


Figure 5.13 : Variations isothermes de la partie réelle  $M'$  du module électrique du composite lin/époxy D2 (a) et du composite lin/carbone/époxy B5 (b)

Nous remarquons une augmentation de  $M'$  avec la fréquence pour une température fixe indiquant ainsi un état de polarisation du matériau. A la fin du spectre,  $M'$  atteint une valeur constante due à une polarisation ineffective pour les hautes fréquences puisque les dipôles ne suivent plus le champ électrique appliqué pour les hautes températures. Pour les hautes températures et les basses fréquences, la valeur de  $M'$  est pratiquement nulle indiquant ainsi une contribution négligeable de la polarisation d'électrodes [42, 43].

La variation isotherme de la partie imaginaire du module électrique est représentée sur la Figure 5.14. L'allure de la partie imaginaire du module électrique  $M''$  en fonction de la fréquence met en évidence différents pics indiquant la présence d'autres relaxations diélectriques qui étaient masquées par l'effet de la conductivité dans les spectres de la permittivité  $\epsilon''$ . En effet pour les basses températures, nous remarquons la présence d'une relaxation diélectrique que nous associons à la conduction par saut en plus de celle attribuée à la polarisation des dipôles d'eau. L'amplitude de cette relaxation est plus importante dans le composite D2. Cette relaxation diélectrique apparaît dans la gamme de température 40-70°C tandis que celle de la polarisation d'eau apparaît dans la gamme de température 40-100°C. Pour des températures intermédiaires, nous notons l'apparition d'une nouvelle relaxation diélectrique qui se manifeste à partir de la température  $T_g$  de chaque composite et qu'est due à la transition vitreuse du polymère  $\alpha$ . Pour les hautes températures ( $T > T_g$ ), nous identifions une relaxation diélectrique attribuée à l'effet MWS.

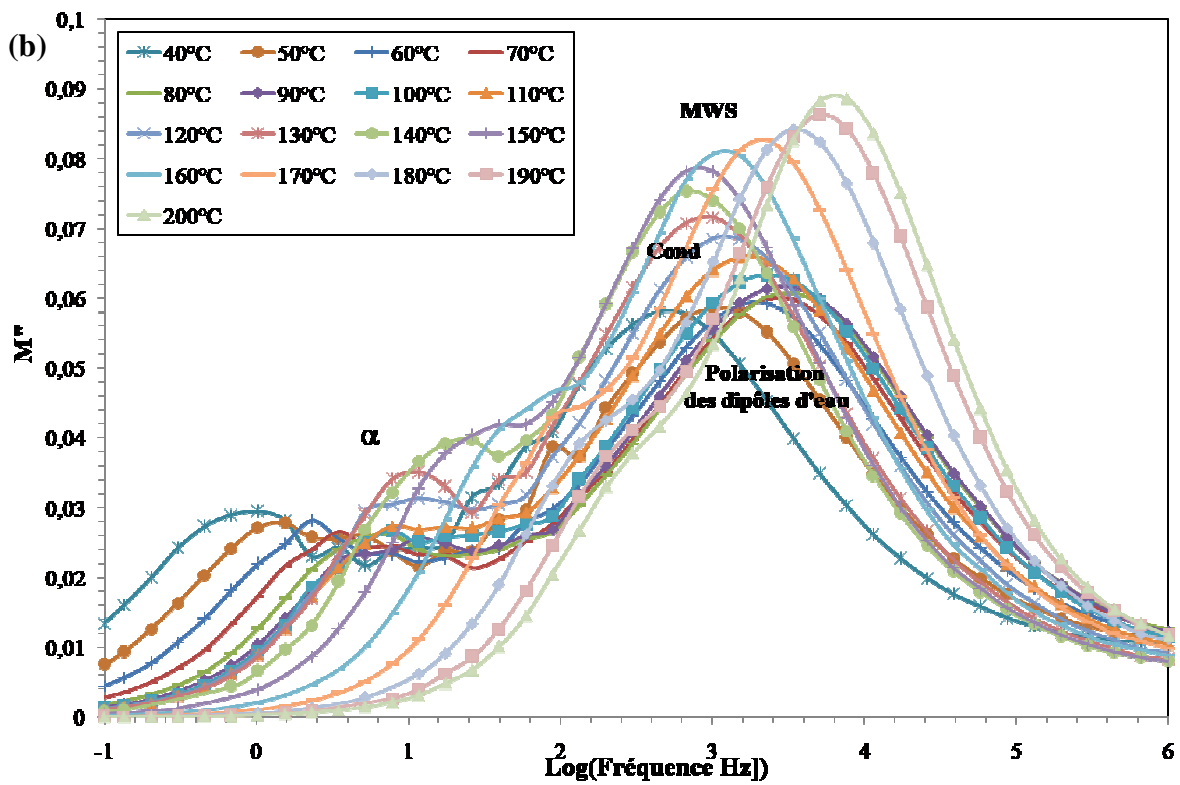
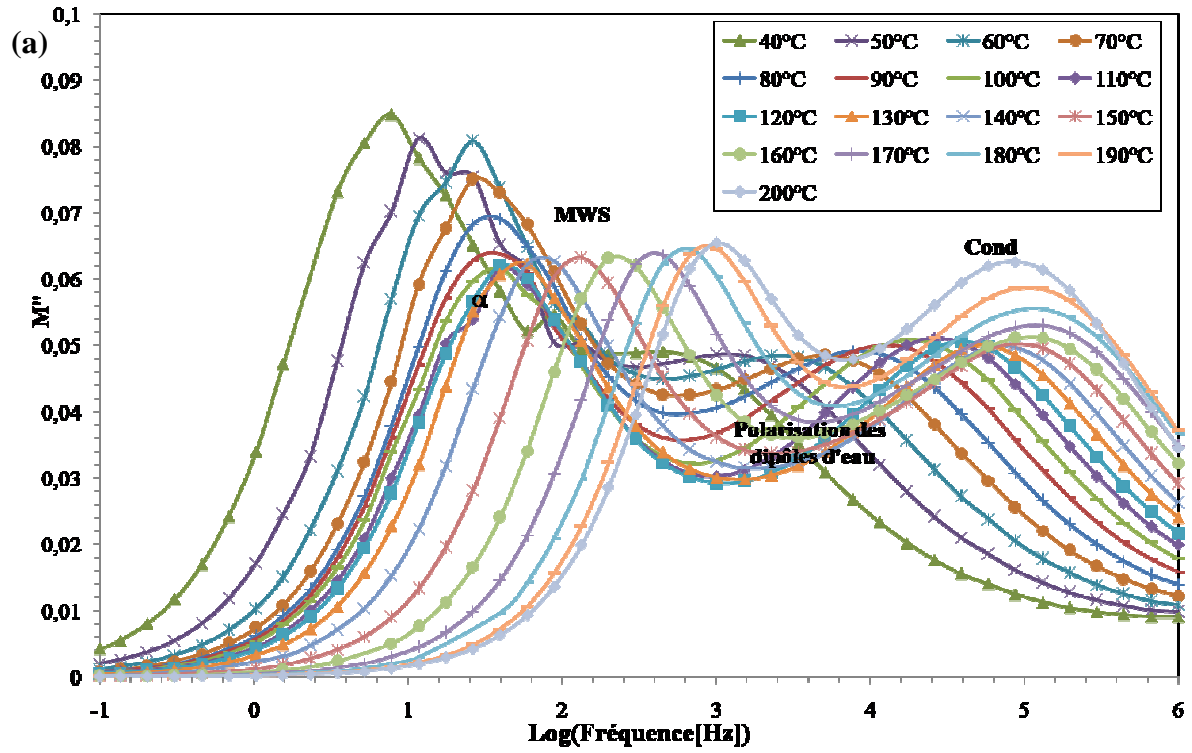
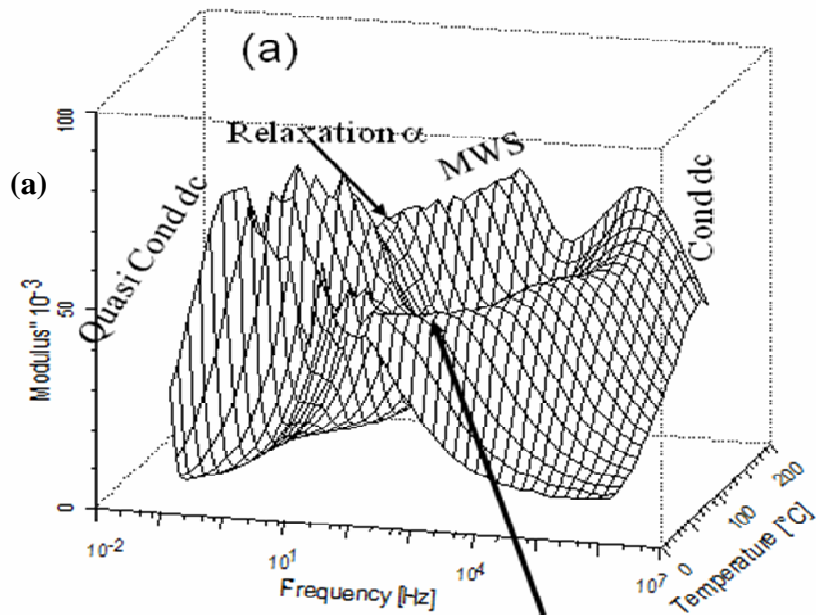
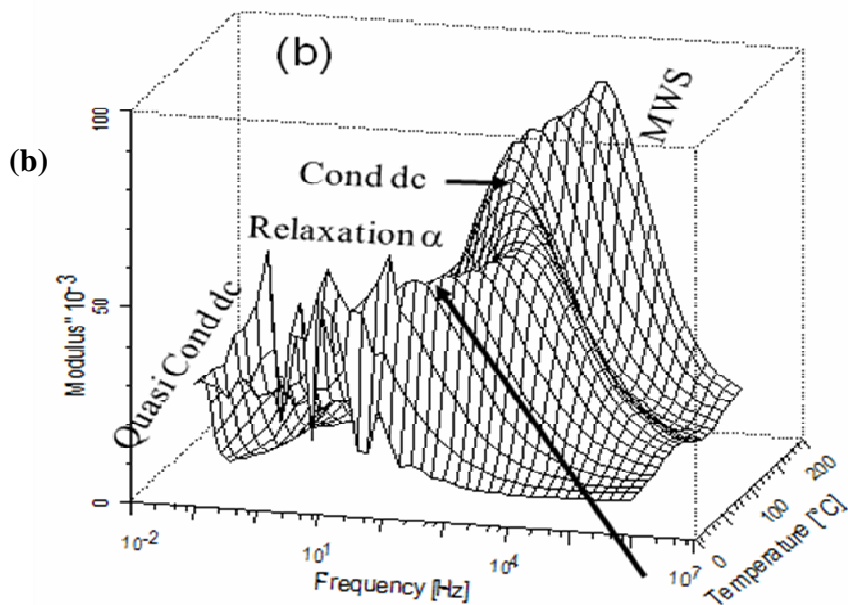


Figure 5.14 : Variations isothermes de la partie imaginaire  $M''$  du module électrique du composite lin/époxy D2 et du composite lin/carbone/époxy B5 (b)





Polarisation des dipôles d'eau



Polarisation des dipôles d'eau

**Figure 5.14 bis-(a, b): Variations isothermes en trois dimensions de la partie imaginaire  $M''$  du module électrique du composite lin/époxy D2 (a) et du composite lin/carbone/époxy B5 (b)**

Cette relaxation est due au piégeage des charges libres (charges issue des impuretés introduites lors de l'élaboration de l'échantillon) localisées aux interfaces entre deux milieux de permittivités et de conductivités différentes. Ces charges forment ainsi des dipôles appelés des dipôles induits de part et d'autres des interfaces. Une autre relaxation diélectrique a été identifiée à la conduction ionique. Pour une représentation plus claire de ces relaxations

diélectriques, nous avons représenté également la variation isotherme de la partie imaginaire du module électrique en trois dimensions sur la Figure 5.14bis.

### Analyse de Havriliak et Négami

Afin d'étudier l'adhérence des fibres de renforts de lin dans la matrice époxyde, nous proposons d'analyser aussi bien la relaxation interfaciale que celle de la polarisation des dipôles d'eau pour les deux composites D2 et B5. Les diagrammes de Cole-Cole de ces composites sont donnés par la Figure 5.15 à la température 180°C. Les courbes en pointillés sont obtenues par ajustement des points expérimentaux avec l'équation de Havriliak et Négami dont l'expression en module électrique est la suivante [44, 45] :

$$M^*(\omega) = M_\infty + \frac{M_s - M_\infty}{(1 + (i\omega\tau)^{1-\alpha})^\beta} \quad (5.8)$$

Où  $M_s$  et  $M_\infty$  sont les modules électriques à basses et hautes fréquences respectivement. Les valeurs théoriques de  $M_{th}'$  and  $M_{th}''$ , qui ajustent le mieux les valeurs expérimentales  $M_{exp}'$  and  $M_{exp}''$  sont obtenues de sorte que les valeurs d'ajustement  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $M_s$  et  $M_\infty$  permettent de minimiser les expressions suivantes :

$$\chi_{M'}^2 = \sum_i (M_{th}' - M_{exp}')^2 \quad (5.9)$$

$$\chi_{M''}^2 = \sum_i (M_{th}'' - M_{exp}'')^2 \quad (5.10)$$

Pour les deux composites D2 et B5, nous notons qu'il est impossible d'ajuster le modèle de Havriliak et Négami avec tous les points expérimentaux. Pour des fréquences plus élevées, le diagramme de Cole-Cole correspond à l'effet de MWS. Egalement, à basse fréquence, les points expérimentaux atteignent l'origine du graphique ; signe du comportement de conduction en courant continue  $\sigma_{dc}$ . Ainsi pour le composite D2, le demi-cercle situé pour  $0 < M' < 0,135$  est lié à l'effet de conduction dc alors que le demi-cercle situé pour  $0,15 < M' < 0,313$  est attribué à l'effet de MWS. En revanche, pour le composite B5, le demi-cercle situé pour  $0 < M' < 0,062$  est lié à l'effet de conduction dc alors que le demi-cercle situé pour  $0,051 < M' < 0,312$  est attribué à l'effet de MWS.

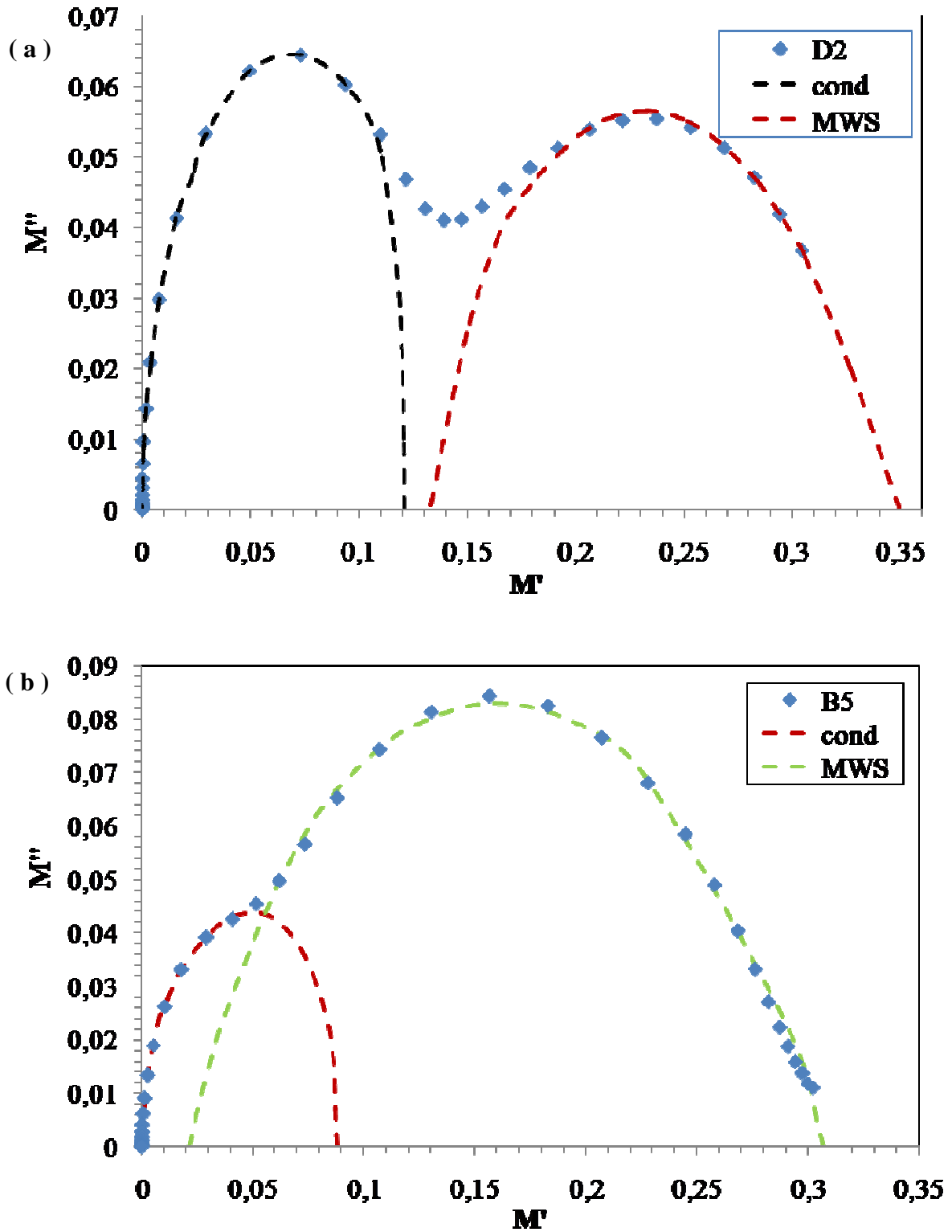


Figure 5.15 : Diagrammes de Cole-Cole expérimentaux et modélisés à 180°C pour les composites D2 (a) et B5 (b)

A basses températures, les relaxations diélectriques associées à la polarisation des dipôles d’eaux ont été ajustées comme illustrés sur la Figure 5.16 ci-après.

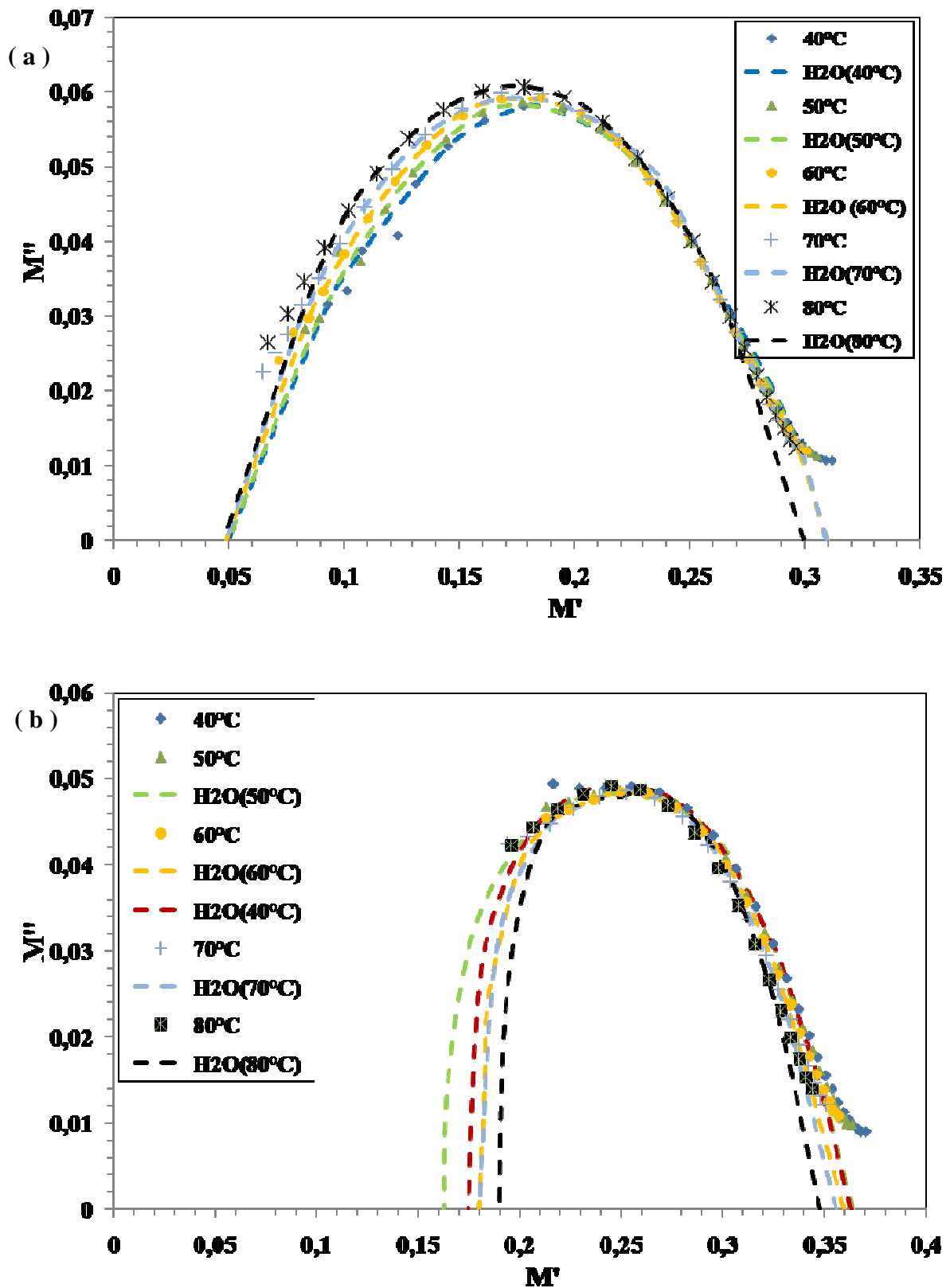


Figure 5.16 : Diagrammes de Cole-Cole expérimentaux et modélisés pour les composites D2 (a) et B5 (b) à 40°C, 50°C, 60°C

L'ensemble des paramètres évalués par ajustement des données sont résumés sur le tableau 5.2.

Echantillon	$T$ (°C)	Relaxation	$\alpha$	$\beta$	$M_s$	$M_\infty$
<b>Composite D2</b>	40	Dipôle d'eau	0,73	0,787	0,172	0,3633
	50	Dipôle d'eau	0,753	0,66	0,163	0,363
	60	Dipôle d'eau	0,831	0,607	0,18	0,36
	70	Dipôle d'eau	0,76	0,7	0,18	0,356
	80	Dipôle d'eau	0,817	0,726	0,19	0,348
	150	Conduction	0,99	0,995	0,000095	0,13
		MWS	0,816	0,701	0,1635	0,3392
	160	Conduction	0,9901	0,9991	0,000091	0,1275
		MWS	0,823	0,79	0,1713	0,334
	170	Conduction	0,9901	0,9991	0,000091	0,1273
		MWS	0,793	0,809	0,16	0,3337
	180	Conduction	0,9990	0,99995	0,00008	0,1211
		MWS	0,728	0,735	0,1329	0,3493
	190	Conduction	0,99901	0,99995	0,00008	0,121
MWS		0,725	0,717	0,113	0,3475	
<b>Composite B5</b>	40	Dipôle d'eau	0,59	0,88	0,05	0,309
	50	Dipôle d'eau	0,601	0,855	0,050	0,310
	60	Dipôle d'eau	0,589	0,893	0,049	0,309
	70	Dipôle d'eau	0,589	0,893	0,049	0,3094
	80	Dipôle d'eau	0,689	0,798	0,048	0,3
	150	Conduction	0,998	0,9796	0,00071	0,0902
		MWS	0,958	0,702	0,058	0,3049
	160	Conduction	0,9989	0,9978	0,0004	0,0891
		MWS	0,85	0,771	0,043	0,3105
	170	Conduction	0,9989	0,9977	0,00039	0,088
		MWS	0,91	0,766	0,044	0,2985
	180	Conduction	0,9989	0,992	0,00038	0,088
		MWS	0,81	0,79	0,021	0,308
	190	Conduction	0,996	0,99	0,000391	0,0848
MWS		0,89	0,789	0,019	0,2935	

**Tableau 5.2 Valeurs des paramètres caractéristiques du modèle de Havriliak et Négami déterminées par la méthode de lissage numérique des diagrammes d'Argand expérimentaux pour les matériaux composites D2 et B5**

Nous constatons à partir de ce tableau que les valeurs de  $\alpha$  et  $\beta$  ont proches de 1 pour le phénomène de conduction dc. Ce phénomène est en accord avec le modèle simple de Debye [46]. Pour les relaxations interfaciales et de polarisation du dipôle d'eau sont en bon accord avec le modèle de Havriliak et Négami. Par suite, ces deux phénomènes ne peuvent pas être à un temps de relaxation unique.

Le tableau 5.3 présente les valeurs de l'intensité de la relaxation interfaciale définie par  $\Delta\epsilon = \epsilon_s - \epsilon_\infty$  [47].

<b>Composites</b>	<b>T (°C)</b>	<b><math>\Delta\epsilon</math></b>
<b>Composite D2</b>	150	3,16
	160	3,22
	170	3,25
	180	4,66
	190	5,97
<b>Composite B5</b>	150	14
	160	20,03
	170	19,37
	180	44,37
	190	49,22

**Tableau 5.3 : Valeurs de l'intensité de la relaxation interfaciale MWS**

Nous pouvons faire à partir de ce tableau les remarques suivantes :

- ✓ L'augmentation de l'intensité de relaxation avec la température peut être due à l'accumulation des charges à l'interface, augmentant ainsi l'aptitude des matériaux à se polariser.
- ✓ L'intensité de cette relaxation est inférieure dans le composite D2 en comparaison à celle dans le composite B5. Cette atténuation peut traduire une meilleure adhésion des fibres de lin dans la matrice époxyde. Un résultat similaire a été obtenu dans le cas des composites époxyde à renforts de fibres d'alfa [15]. En effet, un traitement chimique avec le silane a permis une diminution de l'intensité de cette relaxation et ceci a été attribué à une rigidification de la zone interfaciale fibre/matrice.

Le tableau 5.4 résume les paramètres caractéristiques du modèle de Havriliak et Négami pour les deux types de composites aux températures 40, 50 et 60°C (relaxation des dipôles d'eaux).

Composites	$T$ (°C)	$\Delta\epsilon$
<b>Composite D2</b>	40	3,06
	50	3,38
	60	2,77
	70	2,74
	80	2,38
<b>Composite B5</b>	40	16,7
	50	16,7
	60	17,7
	70	17,17
	80	17,5

**Tableau 5.4 : Valeurs de l'intensité de la relaxation de la polarisation des dipôles d'eau pour les composites D2 et B5**

✓ Nous pouvons constater à partir de ce tableau une faible diminution des valeurs de l'intensité de relaxation dans le cas du composite D2 puisque le nombre des dipôles d'eau diminue en augmentant la température. Le même résultat a été obtenu dans le cas des composites de polyester insaturé renforcés par des fibres d'Alfa orientées et non orientées [32]. Par contre dans le cas du composite B5, l'intensité de ces relaxations restent pratiquement les mêmes.

✓ Nous remarquons que l'intensité de cette relaxation dans le composite D2 est inférieure à celle dans le composite B5. Ce résultat indique que les fibres de lin dans le composite D2 sont moins hydrophiles que celles du composite B5 ce qui explique la meilleure adhérence fibre/matrice dans le composite D2. Ce résultat est en accord avec les travaux développés par Arous et al. dans lesquels il est montré que le traitement par le silane de la fibre d'alfa réduisait le caractère hydrophile de la fibre et par suite permet une amélioration de l'adhérence de ces fibres dans la matrice époxyde [15].

### Analyse d'Arrhenius

L'analyse de la dépendance en température des fréquences  $f_{\max}$  déterminées par la position du pic de la relaxation diélectrique, à partir du spectre isotherme de  $M''$ , consiste à déterminer le temps de relaxation  $\tau$  du maximum du pic de chaque température. Elle permet de déterminer l'énergie d'activation des différents processus de relaxations et de leurs temps de relaxation  $\tau$ . La Figure 5.17 montre l'évolution à l'échelle logarithmique des fréquences  $f_{\max}$  pour chacune des relaxations observées en fonction de l'inverse de la température. Ces courbes montrent que les différentes relaxations peuvent être ajustées par l'équation d'Arrhenius [48]. Quoique la relaxation  $\alpha$  soit mieux ajustée par l'équation de Vogel-Fulcher-Tamman (VFT), l'énergie d'activation apparente a été déterminée par l'équation d'Arrhenius pour pouvoir la comparer avec les autres relaxations. L'énergie d'activation  $E_a$  est extraite à partir des pentes. Le temps de relaxation  $\tau_0$  à partir de la relation  $\tau_0 = 1/2\pi f_0$  est déterminé à partir des intersections avec l'axe des ordonnées des courbes  $f_{\max}$  en fonction de  $1/T$  (Figure 5.17). Les valeurs des énergies d'activations et des temps de relaxations associés à la polarisation des dipôles d'eau, du phénomène de conduction et de la relaxation interfaciale sont présentées sur le tableau 5.5. Pour la relaxation MWS nous avons obtenu  $E_a = 71 \text{ K.J.mol}^{-1}$  et  $\tau_0 = 1,98 \cdot 10^{-12} \text{ s}$  pour le composite D2, et  $E_a = 74,17 \text{ K.J.mol}^{-1}$  et  $\tau_0 = 1,42 \cdot 10^{-13} \text{ s}$  pour le composite D2. Ces deux relaxations possèdent donc une même énergie d'activation. Quoique pour le composite B5, cette relaxation semble typique d'un phénomène thermo-activé lié aux relaxations élémentaires des dipôles puisque le temps caractéristique  $\tau_0$  est proche de celui de Debye ( $10^{-13} \text{ s}$ ).



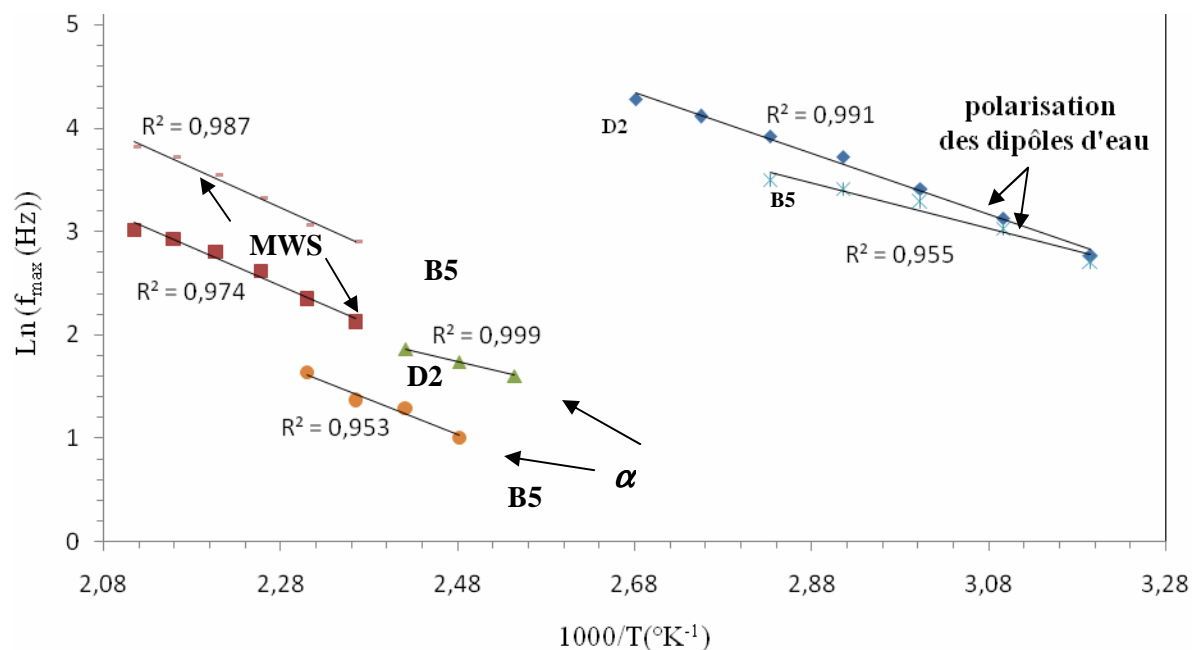


Figure 5.17 : Variation de la fréquence du maximum de la partie imaginaire  $M''$  du module électrique en fonction de l'inverse de la température pour les composites D2 et B5

Echantillon	Relaxation	$E_a$ (K.J.mol <sup>-1</sup> )	$\tau_0$ (s)
Composite D2	$\alpha$	39,54	$2,19 \cdot 10^{-9}$
	MWS	70,88	$1,98 \cdot 10^{-12}$
Composite B5	Dipôles d'eau	56,49	$9,05 \cdot 10^{-14}$
	Conduction	42,3	$10^{-11}$
	$\alpha$	65,59	$4,76 \cdot 10^{-11}$
	MWS	74,17	$1,42 \cdot 10^{-13}$
	Dipôles d'eau	42,3	$2,38 \cdot 10^{-11}$
	Conduction	35,33	$4,22 \cdot 10^{-9}$

Tableau 5.5 : Données des temps de relaxations et des énergies d'activation des différents modes de relaxation déterminés à partir des deux composites

## 5.4 Etude corrélative

Les résultats expérimentaux qui ont été obtenus par les techniques de calorimétrie différentielle à balayage et de spectrométrie diélectrique vont être corrélés aux propriétés mécaniques de ces composites et qui ont été représentées dans le chapitre 4.

Sur le tableau 5.6, on représente les résultats des essais de cisaillement en flexion trois points rapprochés des composites D2 et B5.

Composites	$\mathcal{E}_{13}^R$ (%)	$F^R$ (N)	$\tau_{13}^R$ (MPa)
<b>D2</b>	4,4	922	30,9
<b>B5</b>	5,2	860	29,4

*Tableau 5.6 : Résultats des essais de F3PR, données expérimentales*

Les valeurs de force et de la contrainte de rupture révèlent une légère hausse de la résistance interlaminaire du composite D2 en comparaison à celle du composite B5. Par contre la déformation à la rupture du composite D2 est inférieure à celle du composite B5. Ceci peut traduire une forte interface fibres de lin/matrice [49, 50] dans le composite D2. En effet, une meilleure adhérence des fibres dans la matrice empêche tout effet de glissement du renfort dans la matrice sous l'effet de contrainte. L'ensemble de ces résultats traduit une meilleure interaction entre les fibres de lin et la matrice d'époxyde pour le composite D2. Par ailleurs, l'étude thermique a confirmé cette interaction par une dépression de la température de transition vitreuse  $T_g$  qui est plus importante dans le cas du composite D2. Egalement, l'analyse diélectrique a montré une intensité de la relaxation interfaciale MWS dans le cas du composite D2 qu'est inférieure à celle du composite B5 ce qui confirme aussi une meilleure interaction fibres/matrice dans le composite D2.

## 5.5 Conclusion

Une bonne maîtrise des performances des matériaux composites à renfort fibres naturelles de lin nécessite une connaissance précise sur la morphologie de la fibre de lin et la nature de l'interface fibre-matrice.

Nous avons choisi d'utiliser une méthode d'investigation diélectrique pour caractériser des composites à fibres de lin. Nous avons utilisé le formalisme du module électrique afin de minimiser le phénomène de conduction ionique et de démasquer la polarisation d'électrode. Cette dernière est attribuée au piégeage à l'interface matériau électrode.

Dans notre étude, nous nous sommes intéressés à l'étude d'un composite à renfort 100% fibres de lin et d'un autre à renfort fibres de lin et fibres de carbone.

D'après l'étude calorimétrique, la température vitreuse  $T_g$  diminue soit avec l'incorporation uniquement de fibres de lin dans la matrice époxyde (composite D2) ou soit avec l'incorporation de fibres de lin et de fibres de carbone (composite B5). Cette diminution est plus importante dans le cas du composite D2.

D'après l'étude diélectrique et les différentes relaxations observées, on a constaté que l'intensité de ces relaxations est plus faible dans le cas du composite D2 en comparaison à celle du composite B5. Donc on peut conclure de ces résultats que les fibres de lin dans le composite D2 sont moins hydrophiles que celles du composite B5 ce qui explique la meilleure adhérence fibre/matrice dans le composite D2.

Ces résultats sont confirmés par une étude corrélatrice entre des propriétés thermique, diélectrique, et mécaniques.

## 5.6 Bibliographie

1. S. Havriliak, S. J. Havriliak, Dielectric and mechanical relaxation in materials: analysis, interpretation and application to polymers, *Poly. Inter.* **45**, 127-128 (1997).
2. A. R. Blythe, Electrical resistivity measurements of polymer materials, *Poly. Test.* **4**, 195-209 (1984).
3. H. Ismail, N. Rosnah, H. D. Rozman, Effect of various bonding systems on mechanical properties of oil palm fibre reinforced rubber composites, *Eur. Poly. J.* **33**, 1231-1238 (1997).
4. Y. Li, Y. W. Mai, L. Ye, Sisal fibre and dits composites: a review of recent developments, *Comp. Science. Tech.* **60**, 2037-2055 (2000).
5. P. V. Joseph, G. Mathew, K. Joseph, G. Groeninckx, S. Thomas, Dynamic mechanical properties of short sisal fibre reinforced polypropylene composites, *Comp. Part A.* **34**, 275-290, (2003).
6. Consultation sur les fibres naturelles, ESC-fibre consultation, 15-16, Rome (2004).
7. A. Stamboulis, C. A. Baillie, T. Peijs, Effets of environmental conditions on mechanical and physical properties of flax fibers composite, *Comp. Part A.* **32**, 1105-1115 (2001).
8. J. C. Maxwell, *Electricity and magnetism*, Calderon, Oxford, 1, 1982.
9. B. Lestriez, A. Maazouz, Is the Maxwell-Sillars-Wagner model reliable for describing the dielectric properties of a core Shell particle- epoxy system, *Polymer* **39**, 6733-6742 (1998).
10. C. J. F. Bottcher, P. Bordewijk, Theory of electric polarization, *Adv. Mol. Relax. Inter. Proces.* **14**, 161-162 (1979).
11. S. Havriliak, S. Negami, A complex plane representation of dielectric and mechanical relaxation processes in some polymers, *Polymer* **8**, 161-210 (1967).
12. K. S. Cole, R. H. J. Cole, *J. Chem. Phys.* **10**, 98 (1939).
13. B. J. Ash, L. S. Schadler, R. W. Siegel, T. Apple, B. C. Benicewicz, D. F. Roger, C. Wiegand, Mechanical properties of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/polymer-thylmethacrylate nanocomposites, *J. Polym. Compos.* **23**, 1014-25 (2002).
14. M. F. Fréchette, M. Trudeau, H. D. Alamdari, S. Boily, Introductory remarks on Nano Dielectrics, *IEEE Conf. Electr. Insul. Dielectr. Phenomena*, 2001, 92-99.
15. M. Arous, I. Ben Amor, S. Boufi, A. Kallel, Experimental Study on Dielectric Relaxation in Alfa Fiber Reinforced Epoxy Composites, *A.J. Appl. Polym. Sci.* **106**, 3631-3641 (2007).
16. K. Asamir, Characterization of heterogeneous systems by dielectric spectroscopy, *Progress in Polymer Science* **27**, 1617-1659 (2002).
17. A. Bonincontro, G. Risuleo, Dielectric spectroscopy as a probe for the investigation of conformational properties of proteins, *Spectrochimica Acta Part A* **59**, 2677-2684 (2003).
18. P. V. Joseph, G. Mathew, K. Joseph, G. Groeninckx, S. Thomas, Dynamic mechanical properties of short sisal fibre reinforced polypropylene composites, *Composite Part A* **34**, 275-290 (2003).
19. T. N. Bowmer, A. E. Tone, Thermal transitions of ethylene-vinyl chloride copolymers, *Polymer* **26**, 1195-1201 (1985).
20. H. Hammami, M. Arous, M. Lagache, A. Kallel, Experimental study of relaxations in unidirectional piezoelectric composites, *Composites Part A* **37**, 1-8 (2006).
21. I. Pal, A. Agarwal, S. Sanghi, A. Sheroen, N. Ahlawat, Conductivity and dielectric relaxation in sodium borosulfate glasses, *Journal of Alloys and compounds* **472**, 40-45 (2009).

22. L. Ramajo, M. Reboredo, M. Castro, Dielectric response and relaxation phenomena in composites of epoxy resin with BaTiO<sub>3</sub> particles, *Composites Part A* **36**, 1267-1274 (2005).
23. V. Rao, P. V. Ashokan, M. H. Shridhar, Studies of dielectric relaxation and a.c. conductivity in cellulose acetate hydrogen phthalate-poly (methyl methacrylate) blends, *Materials Science and Engineering A* **281**, 213-220 (2000).
24. J. Einfeldt, D. Meißner, A. Kwasniewski, Contributions to the molecular origin of the dielectric relaxation processes in polysaccharides-the high temperature range, *Journal of Non-Crystalline Solids* **320**, 40-55 (2003).
25. A. Dutta, T. P. Sinha, P. Jena, S. Adak, Ac conductivity and dielectric relaxation in conductivity Soda-lime –silicate glasses, *Journal of Non Crystalline Solids* **354**, 3952-2957 (2008).
26. I. Ben Amor, H. Rekik, H. Kaddami, M. Raihane, M. Arous, A. Kallel. Studies of dielectric relaxation in natural fiber- polymer composites, *Journal of Electrostatics* **67**, 717-722 (2009).
27. A. N. Fraza, E. Frulloni, O. de la Oza, J. M. Kenny, A. Vázquez, Relationship between water absorption and dielectric behavior of natural fibre composite materials, *Polymer Testing* **25**, 181-187 (2006).
28. N. Chand, D. Jain, Effect of sisal fibre orientation on electric properties of sisal fibre reinforced epoxy composite, *Composites Part A* **36**, 594-602 (2005).
29. I. Ben Amor, Comportement diélectrique des matériaux composites renforcés par des fibres naturelles d'alfa et de palmier, Thèse, Faculté des Sciences de Sfax, Université de Sfax (2010).
30. M. Abdelmoula, S. Boufi, M. N. Belgacem, A. Dufresne, A. Gandini, Short natural fibre reinforced polyethylene and natural rubber composites : effect of silane coupling agents, *Journal of Applied Polymer Science* **98**, 974-984 (2005).
31. A. Bessadok, S. Roudesli, S. Marais, N. Follain, L. Lebrun, Alfa fibres for unsaturated polyester composites reinforcement: Effects of chemical treatments on mechanical and permeation properties, *Composites Part A* **40**, 184-195 (2009).
32. A. Triki, M. Guicha, M. Ben Hassen, M. Arous, Z. Fakhfakh, Studies of Dielectric Relaxation in Natural Fibres Reinforced Unsaturated Polyester, *J. Mater. Sci.* **46**, 3698-3707 (2011).
33. B. Lestriez, M. Maazouz, J.F. Gerard, H. Sauterau, G. Boiteux, G. Seytre, D. E Kranbuehl, Is the Maxwell-sillars-wagner model reliable for describing the dielectric properties of a core –shell particles-epoxy system ?, *Polymer* **39**, 6733-6742 (1998).
34. P.D. Aldrich, S.K. Thurow, M.J. Mckennon, M.E. Lyssy, Dielectric relaxation spectroscopy of a poly  $\beta$ -hydroxybutyrate homopolymer, *Polymer* **13**, 2289-2296 (1987).
35. G. J. Pratt, M. J. A. Smith, Dielectric relaxation spectroscopy of a poly  $\beta$ -hydroxybutyrate homopolymer, *European Polymer Journal* **33**, 857-861 (1997).
36. D. H. Nguyen, Etude des propriétés électriques des élastomères silicones utilisés pour l'isolation électrique, Thèse, Université de Joseph Fourier, Grenoble (2005).
37. L. A. Dissado, R. M. Hill, Anomalous low-frequency dispersion: near direct current conductivity in disordered low-dimensional materials, *Journal of the Chemical Society Faraday Transactions II* **80**, N°3, 291-319 (1984).
38. L. A. Dissado, R. M. Hill, The fractal nature of the cluster model dielectric response functions, *Journal of Applied Physics* **66**, 2511-2524 (1989).
39. J.-P. Manceau, Etude du phénomène de relaxation diélectrique dans les capacités Métal-Isolant-Métal, Thèse, Université Joseph Fourier (2008).
40. Z. Ghallabi, H. Rekik, S. Boufi, M. Arous, A. Kallel, Effect of the interface treatment on the dielectric behaviour of composite materials of unsaturated polyester reinforced by alfa

- fiber, *J Non-Cryst Solids* **356**, 684 (2010).
41. W. Howard, J. R. Starkweather, P. Avakian, Conductivity and the electric modulus in polymers, *J Polym Sci Part B* **30**, 637 (1992).
  42. K. Sambasiva Rao, D. Madhava Prasad, P. Murali Krishna, T. Swarna Latha, J. H. Lee, Electrical and Electromechanical studies on Tungsten-Bronze Electroceramic: Lead Potassium Dysprosium Niobate, *Optoelectron. Adv. Mater. Rapid Commun.* **1**, 510-519 (2007).
  43. M. Nanda, D. K. Tripathy, Physico-mechanical and electrical properties of conductive carbon black reinforced chlorosulfonated polyethylene vulcanizates, *Exp. Polym. Lett.* **2**, 855-865 (2008).
  44. S. Havriliak, S. Negami, A complex plane analysis of Alpha-dispersion in some polymer systems, *J. Polym. Sci., Part C: J. Polym. Symp.* **14**, 99-117 (1966).
  45. H. Wagner, R. Richert, Measurement and analysis of time-domain electric field relaxation: the vitreous ionic conductor 0.4Ca(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>-0.6KNO<sub>3</sub>, *J. Appl. Phys.* **85**, 1750-1755 (1999).
  46. T. C. William, Dielectric relaxation : an overview, *Journal of molecular liquids, Journal of Molecular Liquids* **114**, 5-25 (2004).
  47. X. Jin, S. Zhang, J. Runt, observation of a fast dielectric relaxation in semi crystalline polyethylene oxide, *Polymer* **43**, 6247-6254 (2002).
  48. S. Havriliak, S. Négami, Complex plane representation of dielectric and mechanical relaxation processes and mechanical relaxation processes in some polymers, *Polymer* **8**, 161-210 (1967).
  49. F. L. Matthews and R. D. Rawlings, *Composite Materials: Engineering and Science*, Chapman and Hall, London (1994).
  50. F. P. Liu, M. P. Wolcott, D. J. Gardner and T. G. Rials, Characterization of the interface between cellulosic fibers and a thermoplastic matrix, *Composite Interfaces* **2**, 419-432 (1995).



## **Conclusion générale**

---





## Conclusion et Perspectives

Les travaux présentés dans ce manuscrit s'inscrivent dans le cadre général de l'étude des propriétés mécaniques et diélectriques des matériaux composites renforcés par des fibres de verre, de carbone et de fibres naturelles de lin.

L'objectif de cette thèse était d'appliquer des méthodes optiques à base d'interférométrie holographique numérique pour l'évaluation sans contact des matériaux composites. Le Chapitre 2 montre une comparaison entre deux méthodes d'holographie numérique : l'holographie numérique de Fresnel et l'holographie numérique image. La configuration de Fresnel est la plus simple car elle ne nécessite pas d'ajout de lentille ni de réglage du diaphragme d'ouverture. Les échantillons testés sont de taille modeste et la méthode d'holographie numérique de Fresnel a été adoptée pour les études en holographie numérique couleur.

Nous avons démontré, dans le chapitre 3, la possibilité d'analyser par holographie numérique de Fresnel en temps moyenné le comportement vibratoire des poutres composites à fibres de verre, excitées harmoniquement. Cette méthode nous a permis d'analyser les modes de vibration à partir de l'enregistrement d'un unique hologramme, et d'étudier les franges de Bessel. Ainsi, nous avons montré que l'incorporation de pastilles au sein d'un matériau a influencé le comportement mécanique de la structure. Les champs des déplacements calculés sont conformes à la simulation numérique par une méthode éléments-finis. Cette méthode peut être intéressante pour le contrôle non destructif, mais elle ne permet pas de mesurer le déplacement de la structure en tout point. A cette fin, nous avons appliqué une méthode d'holographie numérique trichromatique qui conduit à des mesures tridimensionnelles des champs des déplacements du même matériau. L'analyse fine des composantes révèle une différence de rigidité : la pastille rigidifie localement l'échantillon. La composante normale révèle, en outre, un effet Poisson au quart de l'éprouvette qui est dû à la présence de la pastille piézoélectrique. Les résultats obtenus dans ce Chapitre sont qualitatifs plus que quantitatifs.

Dans le Chapitre 4, l'étude se concentre sur le comportement de cisaillement interlaminaire de composites élaborés par la technique des préimprégnés. Les matériaux ont été soumis à un essai de flexion sous appuis rapprochés. Dans ce Chapitre, on a également testé différentes méthodes pour dérouler la phase, en vue de mesurer au mieux les champs des déplacements et de déformation ; l'objectif étant de détecter correctement la fissure et suivre

l'évolution de la déformation et de la contrainte durant l'essai. Ainsi, cette méthode s'est révélée séduisante pour calculer le module de Young et le module de cisaillement, ainsi que pour la détection de la rupture par cisaillement interlaminaire.

Une étude diélectrique complémentaire a été développée au Chapitre 5 afin de sonder l'état d'interface fibre/matrice qui contrôle les propriétés mécaniques de ces composites. Elle est basée sur l'étude de la relaxation interfaciale Maxwell–Wagner–Sillars (MWS) qui offre des informations intéressantes sur l'interface fibre/matrice. Nous avons utilisé deux techniques de caractérisation : l'analyse calorimétrique afin de déterminer la température de transition vitreuse du matériau, et la spectrométrie diélectrique pour étudier les phénomènes de relaxation diélectrique. Pour l'analyse calorimétrique nous avons constaté une diminution de la température de transition vitreuse par rapport à la matrice vierge, soit avec l'incorporation uniquement de fibres de lin dans cette matrice, ou soit avec l'incorporation de fibres de lin et de fibres de carbone. Cette diminution est plus importante dans le cas du composite lin/époxy. Nous avons présenté par la suite les propriétés diélectriques de ces composites. On étudie la dynamique des chaînes moléculaires de ces composites en faisant varier la température de l'échantillon. D'après l'étude diélectrique et les différentes relaxations observées, on a constaté que l'intensité de ces relaxations est plus faible dans le cas du composite lin/époxy en comparaison à celle du composite lin/carbone/époxy. On a conclu de ces résultats que les fibres de lin dans le composite lin/époxy sont moins hydrophiles que dans le composite lin/carbone/époxy ce qui explique la meilleure adhérence fibres/matrice dans le composite lin/époxy. Les objectifs de ce travail ont été focalisés sur la compréhension de l'influence de l'incorporation des fibres de lin et de carbone sur les propriétés diélectriques du matériau composite.

Nous envisageons d'étendre et valoriser le savoir faire en holographie numérique, habituellement appliqué à des échelles macroscopiques, à des dimensions plus petites offrant ainsi de nouveaux champs d'investigation pour l'étude du comportement de matériaux à des échelles sub-micrométriques. Ainsi, nous envisageons d'étendre l'étude sur les composites à base de fibre de lin à l'étude des propriétés d'amortissement de fibres naturelles unitaires de lin ; cet aspect est particulièrement transversal car il touche aux aspects matériaux, contrôle non destructif et vibrations de microstructures. En effet, la compréhension du comportement mécanique global de structures composites à base de fibres de lin nécessite la compréhension du comportement des fibres unitaires. Nous envisageons donc de développer une méthode expérimentale de sollicitation vibratoire d'une fibre unitaire de 1 à 2 cm de longueur, le

diamètre pouvant varier de 10 à 50 microns ; la fibre serait simultanément éclairée par trois faisceaux lasers pulsés ce qui permettrait de déterminer des composantes vibratoires dans les trois dimensions mais également de déterminer les facteurs de qualité des résonances et de remonter ainsi aux propriétés d'amortissement de la fibre. Ces données expérimentales pourraient alors servir d'entrées à un modèle comportemental basé sur une analyse par la méthode des éléments-finis.

Les travaux menés au cours de cette thèse ont conduit à la valorisation suivante :

- *Articles dans des revues internationales à comité de lecture*

P. TANKAM, Q. SONG, M. KARRAY, J.C. LI, J.M. DESSE, P. PICART, Real-Time Three-Sensitivity Measurements based on Three-Color Digital Fresnel Holographic Interferometry, *Optics Letters*, Vol. 35, N°12, 2055-2057 (2010).

M. KARRAY, P. SLANGEN, P. PICART, Comparison between Digital Fresnel Holography and Digital Image-Plane Holography: the Role of the Imaging Aperture, *Experimental Mechanics*, Vol. 52, 1275-1286 (2012).

*Communications orales à des conférences internationales avec comité de sélection et actes publiés (\* orateur)*

M. KARRAY, M. GARGOURY, C. POILANE, D. MOUNIER, P. PICART\*, 3D Mechanical Sensing With Digital Color Holography, Forum on Volume Reconstruction Techniques for 3D Fluids & Solid Mechanics, Poitiers, France, November 29-December 01, 2011.

P. PICART\*, M. KARRAY, P. SLANGEN, Some Considerations About the Role of the Diaphragm in Digital Image-Plane Holography, Digital Holography and Three Dimensional Imaging, OSA Topical Meeting, Miami, USA, April 29-May 2, 2012.

M. KARRAY, C. POILANE, D. MOUNIER, P. PICART\*, Digital Color Holography as A Tool for Detection of Premature Cracks in Composite Materials, Digital Holography and Three Dimensional Imaging, OSA Topical Meeting, Miami, USA, April 29-May 2, 2012.

M. KARRAY\*, C. POILANE, D. MOUNIER, P. PICART, Investigation of Crack Initiation With a Three-Color Digital Holographic Interferometer, SPECKLE 2012, 5th International Conference on Speckle Metrology, A. Doval & C. Trillo, eds, Proceedings SPIE, Vigo, Spain, September 10-12, 2012.

P. PICART\*, M. KARRAY, P. SLANGEN, Quality Assessment Between Digital Fresnel Holography and Digital Image-Plane Holography, SPECKLE 2012, 5th International Conference on Speckle Metrology, A. Doval & C. Trillo, eds, Proceedings SPIE, Vigo, Spain, September 10-12, 2012.

• *Conférences nationales avec comité de sélection et actes publiés (\* a présenté)*

P. TANKAM, Q. SONG, J.C. LI, M. KARRAY, J.M DESSE, P. PICART\*, Mesure Temps Réel 3C par Holographie Numérique Tri-Chromatique, Méthodes et Techniques Optiques pour l'Industrie, 11ème colloque francophone, 16-18 Novembre 2010, Toulouse.

M. KARRAY\*, M. GARGOURI, C. POILANE, P. PICART, Étude du Comportement Mécanique de Matériaux Composites Stratifiés par Holographie Numérique Tri-Chromatique, Méthodes et Techniques Optiques pour l'Industrie, 12ème colloque francophone, 22-25 Novembre 2011, Lille.

P. PICART\*, M. KARRAY, P. SLANGEN, Figures de Mérite pour la Comparaison entre Holographie Numérique de Fresnel et Holographie Numérique Image, Méthodes et Techniques Optiques pour l'Industrie, 12ème colloque francophone, 22-25 Novembre 2011, Lille.



## Résumé

Ce travail de thèse décrit l'application de méthodes d'analyse innovantes à la caractérisation des propriétés mécaniques et électriques de matériaux composites.

Le Chapitre premier dresse un état de l'art des fondamentaux théoriques et pré requis nécessaires à la compréhension du manuscrit. Un regard critique permet de dégager une stratégie pour l'analyse, basée d'une part sur des méthodes holographiques numériques et d'autre part sur des techniques de mesure diélectrique.

Le Chapitre second est dédié au choix de la méthode d'holographie numérique. En particulier, la configuration image montre quelques particularités qui sont analysées en détail : le rôle du diaphragme d'ouverture du système d'imagerie. Nous concluons que la méthode d'holographie de Fresnel présente des avantages d'achromatisme pour les applications avec plusieurs longueurs d'onde.

Le 3<sup>ème</sup> Chapitre présente deux applications de l'holographie numérique au contrôle de structures composites incorporées avec des pastilles piézoélectriques dédiées à l'émission acoustique. Nous avons démontré en premier temps, la possibilité d'analyser par holographie numérique de Fresnel en temps moyenné le comportement vibratoire des poutres composites excitées harmoniquement. Dans un second temps, on a montré que les pastilles utilisées influencent le comportement mécanique des matériaux en régime statique.

Le Chapitre 4 présente l'analyse expérimentale et numérique des structures composites soumises à un essai de cisaillement en flexion trois points rapprochés. Nous présentons les résultats obtenus pour des applications à des échantillons lin/époxy et lin/carbone/époxy.

Le 5<sup>ème</sup> Chapitre aborde l'analyse des propriétés diélectriques des composites renforcés par fibres de lin. Deux techniques expérimentales sont mises en œuvre : la calorimétrie différentielle à balayage (DSC) et l'impédance mètre de type Novocontrol. Nous concluons que les fibres de lin seules dans le composite sont moins hydrophiles que celles incorporées avec des fibres de carbone, ce qui explique la meilleure adhérence fibres/matrice dans le premier cas.

Mots clés : holographie numérique couleur, métrologie sans contact, mesures multidimensionnelles, champs de contraintes, champs des déplacements, émission acoustique, spectroscopie diélectrique

---

## Abstract

This PhD thesis describes the application of innovative analytical methods for the characterization of mechanical and electrical properties of composite materials.

The first chapter provides a state of the art of theoretical fundamentals and prerequisites needed to understand the manuscript. A critical survey leads to a strategy for the analysis, based partly on digital holographic methods and dielectric techniques.

The second chapter is devoted to the choice of method of digital holography. In particular, this configuration shows some features that are analyzed in detail: the role of the aperture stop of the imaging system. We conclude that the Fresnel holography method has the advantage of achromatism for applications with multiple wavelengths.

The third chapter presents two applications of digital holography control of composite structures with embedded piezoelectric patches dedicated to acoustic emission. We first demonstrate the possibility of analyzing the vibration behavior of composite beams using time averaged digital holography. Then, it was shown that the pellets used influence the mechanical behavior of materials under static conditions.

Chapter 4 presents the experimental and numerical analysis of composite structures subjected to a shear test in close three-point bending. We present the results obtained for samples with linen / flax and epoxy / carbon / epoxy.

The last chapter deals with the analysis of the dielectric properties of composites reinforced with flax fibers studied in the preceding chapter. We conclude that the flax fibers incorporated in the composite are less hydrophilic than those incorporated with carbon fibers, which explains the improved adhesion fiber / matrix in the first case.

Key-words: digital color holography, contact less metrology, multidimensional measurements, displacement fields, strain fields, acoustic emission, dielectric spectroscopy