



**HAL**  
open science

# Analyse des mécanismes d'endommagement et du comportement vibratoire d'un composite à constituants naturels dans un environnement hydrique

Malloum Abakar

► **To cite this version:**

Malloum Abakar. Analyse des mécanismes d'endommagement et du comportement vibratoire d'un composite à constituants naturels dans un environnement hydrique. Acoustique [physics.class-ph]. Le Mans Université, 2019. Français. NNT : 2019LEMA1020 . tel-02309804

**HAL Id: tel-02309804**

**<https://theses.hal.science/tel-02309804>**

Submitted on 9 Oct 2019

**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.

# THESE DE DOCTORAT DE

LE MANS UNIVERSITE  
COMUE UNIVERSITE BRETAGNE LOIRE

ECOLE DOCTORALE N° 602  
*Sciences Pour l'Ingénieur*  
*Discipline : Mécanique*  
*Spécialité : Acoustique*

Par

**« Malloum ABAKAR »**

**« Analyse des mécanismes d'endommagement et du comportement vibratoire d'un composite à constituants naturels dans un environnement hydrique »**

**Thèse présentée et soutenue à « Le Mans », le « 05 juillet 2019 »**

**Unité de recherche : Laboratoire d'Acoustique de l'Université du Maine (LAUM) UMR CNRS 6613**

**Thèse N° : 2019LEMA1020**

## **Rapporteurs avant soutenance :**

Abdelouahed LAKSIMI  
Alexandre VIVET

Professeur des universités, UTC Compiègne  
MCF HDR, Université de Caen Normandie

## **Composition du Jury :**

Examineurs : Elhem GHORBEL  
Laurent GUILLAUMAT  
Rachid ELGUERJOUA  
Jean-Luc REBIERE

Professeur des universités, Université de Cergy Pontoise  
Professeur des universités, ENSAM Angers  
Professeur des universités, Le Mans Université  
MCF HDR, Le Mans Université

Dir. de thèse : Abderrahim EL MAHI  
Co-enc. de thèse : Idriss MOUSTAPHA

Professeur des universités, Le Mans Université  
MA-CAMES (DR), Université Adam Barka d'Abéché (Tchad)



*A toi, ma pharmacienne, Achta MAHAMAT SALECK*

*A nos enfants Nazir, Nazira et Fatima...*

## Remerciements

Il me sera très difficile de remercier tout le monde car c'est grâce à l'aide de nombreuses personnes que j'ai pu mener ce projet de thèse à son terme.

Je voudrais tout d'abord remercier grandement mon directeur de thèse, Monsieur **Abderrahim EL MAHI**, pour toute son aide. Je suis ravi d'avoir travaillé en sa compagnie car outre son appui scientifique, il a toujours été là pour me soutenir et me conseiller au cours de l'élaboration de cette thèse.

Je tiens également à remercier mon con-encadrant et ami, Monsieur **Idriss MOUTAPHA** qui a eu l'amabilité de me proposer cette aventure.

Messieurs **Abdelouahed LAKSIMI** et **Alexandre VIVET** m'ont fait l'honneur d'être rapporteurs de ma thèse, ils ont pris le temps de m'écouter et de discuter avec moi. Les échanges effectués m'ont permis d'améliorer ce manuscrit. Pour tout cela je les remercie.

Je souhaite remercier Madame **Elhem GHORBEL**, Monsieur **Laurent GUILLAUMAT**, Monsieur **Rachid ELGUERJOURA** et Monsieur **Jean-Luc REBIERE** pour avoir accepté de participer à mon jury de thèse et pour leur apport scientifique.

Mes remerciements vont aussi à Madame **Isabelle GIMENEZ** membre du Centre de Transfert de Technologie (CTTM) pour son aide à la réalisation des observations microscopiques au moyen d'un microscope électronique à balayage (MEB).

Il m'est impossible d'oublier mes collègues doctorants du Laboratoire d'Acoustique de l'Université du Mans (LAUM) pour ces quelques années partagées au sein de l'IUT GMP. Merci pour tout leur soutien et les différents échanges effectués sur nos travaux respectifs.

Mes derniers remerciements vont à l'endroit de mes parents, mon épouse, mes enfants, mes frères, mes sœurs et mes amis qui n'ont cessé de me soutenir et surtout de m'encourager dans tout ce que j'ai entrepris.

---

**Table des matières**

|   |            |
|---|------------|
| <b>Liste des figures</b>  | <b>V</b>   |
| <b>Liste des tableaux</b>   | <b>XII</b> |
| <b>Introduction générale</b>  | <b>1</b>   |
| <b>Première partie : comportement en statique et en dynamique des sandwichs et leurs constituants</b> |            |
| <b>Chapitre 1. Étude bibliographique</b>  | <b>4</b>   |
| 1. 1. Introduction  | 5          |
| 1.2. La fibre de lin  | 6          |
| 1.2.1. Introduction   | 6          |
| 1.2.2. Structure de la fibre de lin   | 6          |
| 1.3. Le liège   | 9          |
| 1.3.1. Introduction   | 9          |
| 1.3.2. Structure du liège   | 10         |
| 1. 4. Le sandwich à âme en liège  | 13         |
| 1.5. Vieillissement des matériaux composites et sandwichs à constituants naturels                     | 15         |
| 1.5.1. Cinétique de diffusion   | 15         |
| 1.5.2. Mécanismes d'absorption d'eau dans les composites à fibres végétales                           | 16         |
| 1.5.3. Effet du vieillissement sur le comportement des composites à fibres de lin                     | 21         |
| 1.5.4. Effet du vieillissement sur le comportement mécanique des sandwichs                            | 22         |
| 1.6. Synthèse et position du problème   | 26         |
| <b>Chapitre 2. Comportement en statique des sandwichs et leurs constituants</b>                       | <b>28</b>  |
| 2.1. Introduction   | 29         |
| 2.2. Matériaux et mise en œuvre   | 30         |
| 2.2.1. Renfort  | 30         |
| 2.2.2. Matrice  | 31         |
| 2.2.3. Mise en œuvre des peaux  | 32         |
| 2.3. Analyse du comportement mécanique des peaux  | 33         |
| 2.3.1. Protocole d'essai de traction  | 33         |
| 2.3.2. Caractérisation mécanique de la résine greenpoxy   | 33         |
| 2.3.3. Caractérisation mécanique des peaux  | 35         |

|   |           |
|---|-----------|
| 2.4. Caractérisation en statique des âmes   | 36        |
| 2.4.1. Étude microscopique  | 36        |
| 2.4.2. Étude du comportement en statique des âmes                                       | 38        |
| 2.5. Évaluation des performances en statique des matériaux sandwichs                    | 43        |
| 2.5.1. Mise en œuvre  | 43        |
| 2.5.2. Protocole expérimental   | 44        |
| 2.5.3. Éléments théoriques  | 44        |
| 2.5.4. Résultats expérimentaux  | 46        |
| 2.6. Conclusions  | 49        |
| <b>Chapitre 3. Comportement en fatigue cyclique des sandwichs et leurs constituants</b> | <b>50</b> |
| 3.1. Introduction   | 51        |
| 3.2. Méthodologie   | 51        |
| 3.3. Analyse du comportement mécanique en fatigue cyclique des peaux                    | 53        |
| 3.3.1. Rigidité   | 53        |
| 3.3.2. Boucles d'hystérésis   | 54        |
| 3.3.3. Énergie dissipée   | 55        |
| 3.3.4. Facteur de perte   | 56        |
| 3.4. Analyse du comportement mécanique en fatigue cyclique des peaux                    | 56        |
| 3.4.1. Rigidité   | 57        |
| 3.4.2. Boucles d'hystérésis   | 59        |
| 3.4.3. Énergie dissipée   | 60        |
| 3.4.4. Facteur de perte   | 62        |
| 3.5. Analyse du comportement mécanique en fatigue cyclique des sandwichs                | 64        |
| 3.5.1. Rigidité   | 64        |
| 3.5.2. Boucles d'hystérésis   | 65        |
| 3.5.3. Énergie dissipée   | 66        |
| 3.5.4. Facteur de perte   | 67        |
| 4.6. Conclusions  | 68        |
| <b>Chapitre 4. Comportement vibratoire des sandwichs et leurs constituants</b>          | <b>70</b> |
| 4.1. Introduction   | 71        |

|  |    |
|--|----|
| 4.2. Étude théorique sur la vibration en flexion des poutres                         | 71 |
| 4.2.1. Modes propres des vibrations non amorties                                     | 71 |
| 4.2.2. Modélisation de l'amortissement par frottement en présence de l'amortissement | 73 |
| 4.3. Analyse expérimentale   | 76 |
| 4.3.1. Matériaux d'étude   | 76 |
| 4.3.2. Dispositif expérimental   | 77 |
| 4.3.3. Méthode d'analyse des résultats expérimentaux                                 | 78 |
| 4.4. Comportement vibratoire de la résine  | 80 |
| 4.5. Comportement vibratoire des peaux composites                                    | 81 |
| 4.5.1. Rigidité  | 81 |
| 4.5.2. Amortissement   | 83 |
| 4.6. Comportement vibratoire des âmes  | 84 |
| 4.6.1. Comportement vibratoire en flexion  | 85 |
| 4.6.2. Comportement vibratoire en cisaillement                                       | 86 |
| 4.7. Comportement vibratoire des sandwichs   | 87 |
| 4.8. Conclusions   | 89 |

**Deuxième partie : effet du vieillissement sur le comportement en statique et en dynamiques des sandwichs et leurs constituants**

|   |           |
|---|-----------|
| <b>Chapitre 5. Absorption d'eau des sandwichs et leurs constituants</b> | <b>91</b> |
| 5.1. Introduction   | 92        |
| 5.2. Matériaux étudiés et protocole expérimental                        | 92        |
| 5.3. Identification des caractéristiques de diffusion                   | 93        |
| 5.3.1. Introduction   | 93        |
| 5.3.2. Cinétique de diffusion d'eau                                     | 94        |
| 5.3.3. Loi de Fick  | 94        |
| 5.4. Phénomènes d'absorption d'eau dans les matériaux                   | 95        |
| 5.4.1. Absorption d'eau dans la matrice                                 | 95        |
| 5.4.2. Absorption d'eau dans les matériaux composites                   | 97        |
| 5.4.3. Absorption d'eau dans les âmes                                   | 99        |
| 5.4.4. Absorption d'eau dans les sandwichs                              | 101       |
| 5.5. Conclusions  | 104       |



---

|  |            |
|--|------------|
| <b>Chapitre 6. Effet du vieillissement sur le comportement statique et dynamique des peaux</b>     | <b>105</b> |
| 6.1. Introduction  | 106        |
| 6.2. Effet du vieillissement sur le comportement mécanique en traction des peaux                   | 106        |
| 6.3. Effet du vieillissement sur le comportement en fatigue cyclique des peaux                     | 110        |
| 6.3.1. Effet du vieillissement sur la rigidité en fatigue  | 110        |
| 6.3.2. Effet du vieillissement sur les boucles d'hystérésis  | 114        |
| 6.3.3. Effet du vieillissement sur l'énergie dissipée  | 115        |
| 6.3.4. Effet du vieillissement sur le facteur de perte   | 116        |
| 6.4. Effet du vieillissement sur les mécanismes d'endommagement                                    | 119        |
| 6.4.1. Technique d'émission acoustique   | 119        |
| 6.4.2. Analyse des mécanismes d'endommagement des composites non vieillis et vieillis              | 122        |
| 6.5. Effet du vieillissement sur le comportement vibratoire des peaux                              | 126        |
| 6.5.1. Effet du vieillissement sur le module de flexion  | 126        |
| 6.5.2. Effet du vieillissement sur l'amortissement   | 128        |
| 6.6. Conclusions   | 130        |
| <b>Chapitre 7. Effet du vieillissement sur le comportement statique et dynamique des sandwichs</b> | <b>131</b> |
| 7.1. Introduction  | 132        |
| 7.2. Matériaux et procédures expérimentales  | 132        |
| 7.3. Effet du vieillissement sur le comportement en statiques des sandwichs                        | 133        |
| 7.4. Effet du vieillissement sur le comportement en fatigue des sandwichs                          | 134        |
| 7.4.1. Effet du vieillissement sur la rigidité en fatigue  | 134        |
| 7.4.2. Effet du vieillissement sur les boucles d'hystérésis  | 138        |
| 7.4.3. Effet du vieillissement sur l'énergie dissipée  | 139        |
| 7.4.4. Effet du vieillissement sur le facteur de perte   | 141        |
| 7.5. Effet du vieillissement sur le comportement vibratoire des sandwichs                          | 143        |
| 7.5.1. Effet du vieillissement le module de flexion des matériaux sandwichs                        | 143        |
| 7.5.2. Effet du vieillissement sur les facteurs de perte des matériaux sandwichs                   | 145        |
| 7.6. Conclusions   | 148        |
| <b>Conclusion générale et perspectives</b>   | <b>149</b> |
| <b>Bibliographie</b>   | <b>154</b> |

**Liste des figures**

|   |    |
|---|----|
| Figure 1. 1. Structure de la fibre de lin : (a) coupe transversale de la tige de la plante de lin et position des faisceaux de fibres élémentaires et de fibres techniques après extraction, (b) image SEM d'une fibre technique avec ses fibres élémentaires constitutives.  | 7  |
| Figure 1.2. Une structure de fibre élémentaire.   | 8  |
| Figure 1.3. Représentation schématique de la coupe axiale d'un chêne-liège : (A) liège (tissu suberose), (B) changement subero-phellogénique, (c) Phellogenium, (D) Tissu libre, (E) Changement du bois libre, (F) Bois, (G) Écorce, (H) Canaux lenticulaires, (I) Zone de production de bouchons, (J), (K) anneaux de croissance annuelle. | 11 |
| Figure 1.4. Structure de la paroi cellulaire en chêne-liège (modèle Sitte) ; (T) Paroi tertiaire, (S) Paroi secondaire, (w) Cires et subérines, (P) Paroi primaire, (M) Lamelle moyenne, (Po) Pore.   | 11 |
| Figure 1.5. Représentation des trois axes du liège avec les observations par microscope électronique à balayage des plans cellulaires correspondants : (A) Axial ; (R) Radial ; (T) Tangentiel.   | 12 |
| Figure 1.6. Représentation schématique des cellules du liège.   | 13 |
| Figure 1.7. Représentation schématique de la disposition cellulaire dans la section de culture du liège.  | 13 |
| Figure 1.8. Courbes gravimétriques d'absorption d'eau : (F) Comportement Fickien, (A) comportement pseudo-Fickien, (B) diffusion en deux paliers, (D) diffusion avec endommagement chimique, (C) diffusion avec endommagement mécanique.  | 15 |
| Figure 1.9. Profil d'absorption d'eau des composites lin-époxy.   | 17 |
| Figure 1.10. Processus de décollement dans l'interface fibre/matrice avec de l'eau.   | 18 |
| Figure 1.11. Absorption d'humidité des composites de lin avec différents orientations de la fibre.  | 19 |
| Figure 1. 12. (a) Absorption d'eau de différents composites tissés de chanvre/époxy immergés à la température ambiante, (b) Absorption d'eau d'un échantillon d'Oléron/Epilam ± 45 selon Modèles de type Fickien et Langmuir.   | 20 |
| Figure 1.13. (a) Courbes charge-déplacement des échantillons en sandwich avec noyau modifié, (b) courbes charge-déplacement des échantillons en sandwich avec noyau d'origine, (c) courbes d'absorption d'eau pour différents échantillons en sandwich et (d) courbes d'absorption d'eau pour différents échantillons de base.              | 24 |

|   |    |
|---|----|
| Figure 1.14. (a-d) Valeurs de charge maximale moyenne obtenues à partir d'essais de flexion à trois points; (f) déformation du noyau et déformation au cours de l'essai de compression, (f) et (g) rupture en compression et (i) rupture en traction des fibres de lin. | 25 |
| Figure 2.1. Rouleau de fibres de lin.   | 30 |
| Figure 2.2. Représentation schématique d'une molécule de résine greenpoxy 56.   | 31 |
| Figure 2.3. Mise en œuvre des composites : a) processus de la stratification manuelle et b) les éprouvettes.  | 32 |
| Figure 2.4. Dispositif expérimental d'essai de traction.  | 33 |
| Figure 2.5. Courbes contrainte/déformation de la résine greenpoxy.  | 34 |
| Figure 2.6. Observations microscopiques d'un échantillon sain : a) observations des fibres, matrice et décohésions fibre/matrice et b) observation des porosités.   | 35 |
| Figure 2.7. Courbes contrainte/déformation des composites unidirectionnels et croisés lin/greenpoxy.  | 36 |
| Figure 2.8. Observations microscopiques des faciès des lièges NL10, NL20 et NL25 avant compression : a) observation des porosités et taille des grains et b) observation des cellules intra-granulaires.  | 37 |
| Figure 2.9. Dispositif d'essai de compression.  | 39 |
| Figure 2.10. Courbes contrainte/déformation déduites des essais de compression des lièges NL10, NL20 et NL25.   | 40 |
| Figure 2.11. Observations microscopiques des faciès des lièges NL10, NL20 et NL25 après compression : a) observation des porosités et taille des grains et b) observation des cellules intra-granulaires.   | 40 |
| Figure 2.12. Dispositif d'essai de cisaillement.  | 41 |
| Figure 2.13. Courbes contrainte/déformation déduites des essais de cisaillement pour les lièges NL10, NL20 et NL25.   | 42 |
| Figure 2.14. Exemple de rupture en cisaillement des âmes.   | 43 |
| Figure 2.15. Dispositif expérimental de la flexion trois-points.  | 44 |
| Figure 2.16. Exemples de sollicitations mécaniques d'une poutre sandwich.   | 44 |
| Figure 2.17. Paramètres géométriques de la section d'une poutre sandwich.   | 45 |
| Figure 2.18. Courbes charge/déplacement pour différentes distances entre appuis des matériaux sandwichs: a) SNL10, b) SNL20 et c) SNL25.  | 46 |

|  |    |
|--|----|
| Figure 2.19. Évolution du rapport $W/(pd)$ en fonction du carré de la distance entre appuis pour les matériaux sandwichs SNL10, SNL20 et SNL25.  | 47 |
| Figure 2.20. Différents modes de rupture observés lors des essais de flexion trois points : a) rupture de l'âme et de la peau inférieure, b) rupture par cisaillement de l'âme et c) indentation/compression de l'âme/peau supérieure. | 48 |
| Figure 3.1. Exemple d'une forme d'onde sinusoïdale pour un essai de fatigue.   | 51 |
| Figure 3.2. Représentation d'un cycle d'hystérésis.  | 52 |
| Figure 3.3. Évolution de la rigidité ( $F_{max}/F_{0max}$ ) en fonction du nombre de cycles des composites lin/greenpoxy.  | 53 |
| Figure 3.4. Évolution des cycles d'hystérésis des composites lin/greenpoxy : a) $[0/90]_s$ et b) $[+45/-45]_s$ .   | 54 |
| Figure 3.5. Évolution des énergies dissipées des composites lin/greenpoxy : a) $[0/90]_s$ et b) $[+45/-45]_s$ .  | 55 |
| Figure 3.6. Evolution des facteurs de perte des composites lin/greenpoxy : a) $[0/90]_s$ et b) $[+45/-45]_s$ .   | 56 |
| Figure 3.7. Choix du déplacement moyen à partir d'essais statiques.  | 57 |
| Figure 3.8. Évolution de la rigidité ( $F_{max}/F_{0max}$ ) en fonction du nombre de cycles pour trois déplacements moyens des âmes : a) NL10, b) NL20 et c) NL25.   | 57 |
| Figure 3.9. Comparaison de la rigidité en fonction du nombre de cycles des âmes NL10, NL20 et NL25 pour les déplacements moyens : a) 1,2mm, b) 2,5mm et c) 5mm.  | 58 |
| Figure 3.10. Évolution des cycles d'hystérésis pour trois déplacements moyens des âmes : a) NL10, b) NL20 et c) NL25.  | 59 |
| Figure 3.11. Évolution des énergies dissipées pour trois déplacements moyens des âmes : a) NL10, b) NL20 et c) NL25.   | 61 |
| Figure 3.12. Comparaison des énergies dissipées des âmes NL10, NL20 et NL25 pour les déplacements moyens : a) 1.2mm, b) 2.5mm et c) 5mm.   | 62 |
| Figure 3.13. Évolution des facteurs de perte en fonction du nombre de cycles pour trois déplacements moyens des âmes : a) NL10, b) NL20 et c) NL25.  | 63 |
| Figure 3.14. Comparaison des facteurs de perte des âmes NL10, NL20 et NL25 pour les déplacements moyens : a) 1.2mm, b) 2.5mm et c) 5mm.  | 64 |
| Figure 3.15. Évolution de la rigidité ( $F_{max}/F_{0max}$ ) en fonction du nombre de cycles des matériaux sandwichs SNL10, SNL20 et SNL25.  | 65 |
| Figure 3.16. Évolution des cycles d'hystérésis des matériaux sandwichs : a) NL10, b) NL20 et c) NL25.  | 66 |

|  |    |
|--|----|
| Figure 3.17. Évolution des énergies dissipées en fonction du nombre des cycles des âmes : a) NL10, b) NL20 et c) NL25.   | 67 |
| Figure 3.18. Facteurs de perte des sandwichs SNL10, SNL20 et SNL25.  | 68 |
| Figure 4.1. Photographie du dispositif expérimental.   | 78 |
| Figure 4.2. Méthode de la bande passante : a) Exemple typique d'un FRF, b) Mesure à (-3dB).  | 79 |
| Figure 4.3. Évolution du module Young en fonction la fréquence pour la résine.   | 80 |
| Figure 4.4. Évolution du facteur de perte en fonction la fréquence pour la résine.   | 81 |
| Figure 4.5. Évolution de la fréquence en fonction de l'orientation des fibres pour les cinq premiers modes de vibration.   | 81 |
| Figure 4.6. Influence de l'orientation des fibres sur le module d'Young longitudinal en fonction la fréquence.   | 82 |
| Figure 4.7. Comparaison des modules d'Young longitudinaux des composites unidirectionnels et croisés.  | 83 |
| Figure 4.8. Variation des facteurs d'amortissement en fonction des fréquences pour différentes séquences d'empilement : a) 0°, b) 15°, c) 30°, d) 45°, e) 60°, f) 75° et g) 90°, h) [0/90] <sub>s</sub> et i) [+45/-45] <sub>s</sub> . | 84 |
| Figure 4.9. Évolution du module d' Young en fonction de la fréquence pour les âmes en liège des différentes densités.  | 85 |
| Figure 4.10. Évolution du facteur de perte en fonction de la fréquence pour les âmes en liège de différentes densités.   | 86 |
| Figure 4.11. Évolution du module de cisaillement en fonction de la fréquence pour les âmes en liège NL10, NL20 et NL25.  | 87 |
| Figure 4.12. Évolution du facteur de perte en cisaillement en fonction de la fréquence pour les âmes en liège NL10, NL20 et NL25.  | 87 |
| Figure 4.13. Évolution du module d' Young en fonction de la fréquence pour les sandwichs à âmes en liège des différentes densités et peaux lin/greenpoxy [0/90] <sub>s</sub> .   | 88 |
| Figure 4.14. Évolution du facteur de perte $\eta$ (%) en fonction de la fréquence pour les sandwichs à âmes en liège des différentes densités et peaux lin/greenpoxy [0/90] <sub>s</sub> .   | 89 |
| Figure 5.1. Prise d'eau d'échantillons de résine Greenpoxy en immersion dans de l'eau de robinet.  | 96 |
| Figure 5.2. Loi de Fick appliquée aux courbes d'absorption des éprouvettes de résine Greenpoxy.  | 96 |
| Figure 5.3. Absorption d'eau dans les composites [0/90] <sub>s</sub> et [+45/-45] <sub>s</sub> .   | 97 |

|   |     |
|---|-----|
| Figure 5.4. Loi de Fick appliquée aux courbes d'absorption des composites $[0/90]_s$ et $[+45/-45]_s$ .   | 98  |
| Figure 5.5. Absorption d'eau dans les âmes NL10, NL20 et NL25.  | 99  |
| Figure 5.6. Loi de Fick appliquée aux courbes d'absorption des âmes :a) NL10, b) NL20 et c) NL25.   | 100 |
| Figure 5.7. Absorption d'eau dans les matériaux sandwichs à âmes en liège et peaux en lin/greenpoxy.  | 101 |
| Figure 5.8. Loi de Fick appliquée aux courbes d'absorption des matériaux sandwichs :a) SNL10, b) SNL20 et c) SNL25.   | 103 |
| Figure 5.9. Observations microscopiques des interfaces peaux/âmes des structures sandwiches : a)non vieilli et b) vieilli pendant 40 jours.   | 104 |
| Figure 6.1. Courbes contrainte-déformation déduites des essais de traction effectués sur les échantillons non vieillis et vieillis : a) $[0/90]_s$ et b) $[+45/-45]_s$ .                    | 107 |
| Figure 6.2. Évolution des propriétés élastiques et à la rupture en fonction du temps d'immersion dans l'eau des stratifiés : a) $[0/90]_s$ et b) $[+45/-45]_s$ .                            | 109 |
| Figure 6.3. Évolution de la charge ( $F_{max}/F_{0max}$ ) en fonction du nombre de cycles des matériaux composites non vieillis et vieillis : a) $[0/90]_s$ et b) $[+45/-45]_s$ .           | 111 |
| Figure 6.4. Dégradation de la rigidité en fonction de la durée d'immersion des matériaux, à différents cycles, des composites non vieillis et vieillis: a) $[0/90]_s$ et b) $[+45/-45]_s$ . | 113 |
| Figure 6.5. Courbes d'hystérésis, pour différents nombres de cycles, des composites : a) $[0/90]_s$ et b) $[+45/-45]_s$ .   | 114 |
| Figure 6.6. Dissipation d'énergie en fonction du nombre de cycles des composites de lin non vieillis et vieillis : a) $[0/90]_s$ et b) $[+45/-45]_s$ .                                      | 116 |
| Figure 6.7. Évolution du facteur de perte en fonction du nombre de cycles des composites de lin non vieillis et vieillis : a) $[0/90]_s$ et b) $[+45/-45]_s$ .                              | 117 |
| Figure 6.8. Évolution du facteur de perte en fonction du temps d'immersion pour différents nombres de cycles de composites : a) $[0/90]_s$ et b) $[+45/-45]_s$ .                            | 118 |
| Figure 6.9. Principaux paramètres mesurés en temps réel sur une salve d'émission acoustique.  | 120 |
| Figure 6.10. Distribution en amplitude des signaux d'EA en fonction du temps à différentes durées d'immersion des composites : a) $[0/90]_s$ et b) $[+45/-45]_s$ .                          | 123 |
| Figure 6.11. Micrographies des faciès de rupture des deux matériaux composites non vieillis et vieillis à 720 heures (30 jours): a) $[0/90]_s$ et b) $[+45/-45]_s$ .                        | 124 |

|   |     |
|---|-----|
| Figure 6.12. Nombre de coups cumulés en fonction du temps à différentes périodes de vieillissement des matériaux composites : a) $[0/90]_s$ et b) $[+45/-45]_s$ .   | 125 |
| Figure 6.13. Distribution en amplitude des signaux d'EA et évolution de la force maximale en fonction du nombre de cycles des composites non vieillis et vieillis à 720 heures (30 jours) : a) $[0/90]_s$ et b) $[+45/-45]_s$ . | 126 |
| Figure 6.14. Évolution des modules de flexion en fonction de la fréquence des matériaux composites vieillis et non-vieillis a) $[0/90]_s$ et b) $[+45/-45]_s$ .   | 127 |
| Figure 6.15. Évolution du module de flexion en fonction de la durée d'immersion, pour différentes fréquences, des matériaux composites : a) $[0/90]_s$ et b) $[+45/-45]_s$ .  | 127 |
| Figure 6.16. Évolution de l'amortissement en fonction de la fréquence pour les matériaux non-vieillis et vieillis : (a) $[0/90]_s$ et (b) $[+45/-45]_s$ .   | 128 |
| Figure 6.17. Évolution du facteur de perte en fonction du temps d'immersion pour différentes fréquences de des matériaux composites: a) $[0/90]_s$ et b) $[+45/-45]_s$ .  | 129 |
| Figure 7.1. Courbes charge/déplacement pour différentes durées d'immersion des matériaux sandwichs : a) SNL10, b) SNL20 et c) SNL25.  | 134 |
| Figure 7.2. Évolution des caractéristiques mécaniques des matériaux sandwichs SNL10 SNL20 et SNL25 en fonction de la durée d'immersion :a) raideur, b) contraintes dans les peaux et c) contrainte dans les âmes.               | 134 |
| Figure 7.3. Évolution de la rigidité ( $F_{max}/F_{0max}$ ) en fonction du nombre de cycles des matériaux sandwichs non vieillis et vieillis : a) SNL10, b) SNL20 et c) SNL25.  | 136 |
| Figure 7.4. Perte de rigidité ( $F_{max}/F_{0max}$ ), à différents cycles, en fonction de la durée d'immersion des matériaux sandwichs non vieillis et vieillis: a) SNL10, b) SNL20 et c) SNL25.                                | 137 |
| Figure 7.5. Boucles d'hystérésis pour différents nombres de cycles et à différentes périodes du vieillissement des sandwichs: a) SNL10, b) SNL20 et c) SNL25.   | 139 |
| Figure 7.6. Dissipation d'énergie en fonction du nombre de cycles des matériaux sandwichs non vieillis et vieillis: a) SNL10, SNL20 et c) SNL25.  | 140 |
| Figure 7.7. Évolution du facteur de perte en fonction du nombre de cycles des matériaux sandwichs non vieillis et vieillis: a) SNL10, b) SNL20 et c) SNL25.   | 141 |
| Figure 7.8. Évolution du facteur de perte en fonction de la durée d'immersion pour différents nombres de cycles des sandwichs : a) SNL10, b) SNL20 et c) SNL25.   | 142 |

|  |     |
|--|-----|
| Figure 7.9. Évolution des modules de flexion en fonction de la fréquence des matériaux sandwichs vieilliss et non-vieillis a) SNL10, b) SNL20 et c)SNL25.  | 143 |
| Figure 7.10. Évolution du module de flexion et de l'absorption d'eau en fonction de la durée d'immersion pour les fréquences de 100, 500 et 800Hz des matériaux sandwichs: a) SNL10, b) SNL20 et c) SNL25. | 144 |
| Figure 7.11. Évolution du facteur de perte en fonction de la fréquence pour les Sandwichs non-vieillis et vieilliss : (a) SNL10, (b) SNL20 et SNL25.   | 146 |
| Figure 7.12. Évolution du facteur de perte et de l'absorption d'eau en fonction de la durée d'immersion à 100, 500 et 1000 Hz des matériaux sandwichs: a) SNL10, b) SNL20, et c) SNL25.                    | 147 |



**Lite des tableaux**

|   |     |
|---|-----|
| Tableau 1.1. Fibres de base : compositions, propriétés physiques et mécaniques.   | 9   |
| Tableau 1.2. Production du liège par pays.  | 10  |
| Tableau 2.1. Propriétés mécaniques des fibres de lin.   | 30  |
| Tableau 2.2. Propriétés de la résine SR greenpoxy 56.   | 31  |
| Tableau 2.3. Caractéristiques mécaniques de la résine greenpoxy.  | 34  |
| Tableau 2.4. Propriétés mécaniques des composites lin/greenpoxy.  | 36  |
| Tableau 2.5. Les principales grandeurs caractéristiques des différents âmes.  | 38  |
| Tableau 2.6. Caractéristiques mécaniques en compression des lièges.   | 41  |
| Tableau 2.7. Valeurs moyennes des propriétés en cisaillement des lièges NL10, NL20 et NL25.   | 43  |
| Tableau 2.8. Valeurs moyennes des propriétés en flexion 3 points des lièges NL10, NL20 et NL25.   | 47  |
| Tableau 4.1 : Valeurs de $(\beta L)_n$ pour différents modes n.   | 73  |
| Tableau 4.2. Valeurs des constantes $\kappa_i$ et $\gamma_i$ pour différents modes i.   | 75  |
| Tableau 4.3. Dimensions nominales des matériaux étudiés.  | 77  |
| Tableau 4.4. Facteur de perte à différentes fréquences pour la résine.  | 81  |
| Tableau 4.5. Facteur de perte à différentes fréquences pour les composites.   | 84  |
| Tableau 4.6. Facteur de perte à différentes fréquences pour les lièges.   | 86  |
| Tableau 4.7. Facteur de perte à différentes fréquences pour les Sandwichs.  | 89  |
| Tableau 5.1. Dimensions des échantillons utilisés pour la mesure de l'absorption.   | 93  |
| Tableau 5.2. Paramètres d'absorption d'eau dans la résine greenpoxy.  | 96  |
| Tableau 5.3. Les paramètres d'absorption d'eau dans les matériaux composites.   | 97  |
| Tableau 5.4. Les paramètres d'absorption d'eau dans des âmes en liège de différentes densités.  | 99  |
| Tableau 5.5. Les paramètres d'absorption d'eau dans les sandwichs.  | 102 |
| Tableau 6.1. Caractéristiques mécaniques en fonction du temps d'immersion et de la teneur en eau.   | 110 |
| Tableau 6.2. Propriétés acoustiques des principaux mécanismes d'endommagements pour les composites a fibres naturelles de lin.                    | 121 |
| Tableau 7.1. Caractéristiques mécaniques en fonction de la durée d'immersion.   | 135 |
| Tableau 7.2. Facteur de perte à différentes durées d'immersion et absorption d'eau (%) pour les trois matériaux sandwichs à 100, 500, et 1000 Hz. | 147 |

## Introduction générale

Les matériaux composites connaissent un essor important, tant dans les applications les utilisant, que dans les technologies les mettant en œuvre. Ils présentent un intérêt pour les applications qui requièrent à la fois rigidité et légèreté, notamment la marine, le transport, le nautisme, l'aéronautique, l'aérospatial, les sports et loisirs, l'industrie lourde, le génie civil et l'armée. Les raisons d'un tel succès sont attribuées à leur bonne résistance à la fatigue et à la corrosion, leur souplesse de forme et surtout leur faible masse qui permet un allègement conséquent des structures. De nombreux travaux ont été effectués sur le comportement mécanique et l'analyse des mécanismes d'endommagement des composites classiques constitués de fibres de verre ou de carbone avec une résine époxyde pour les stratifiés et associés à une âme en PVC pour les matériaux sandwichs. Aujourd'hui, les composites à constituants naturels sont principalement utilisés dans l'industrie automobile, pour la fabrication de pièces d'intérieur ; dans l'énergie, pour la fabrication des pâles d'éoliennes et dans l'aéronautique ou le nautisme pour la fabrication des coques.

Notre travail vise une solution alternative à l'utilisation de composites issus totalement ou partiellement de ressources fossiles, ce qui représente un enjeu environnemental non négligeable pour les générations futures. La difficulté de l'évaluation des performances de ces matériaux dans un milieu agressif reste un obstacle, susceptible de gêner considérablement leur utilisation. De plus, leur sensibilité au vieillissement hydrique, due à leur caractère hydrophile, restreint également leur utilisation. En outre, dans les composites classiques, seule la matrice absorbe de l'eau, mais dans un composite à constituants naturels, l'absorption s'effectue à la fois dans la matrice et les fibres. Cette spécificité des composites à constituants naturels va jouer sur leur durabilité et sur leurs mécanismes d'endommagement. Une analyse et une compréhension approfondie de leur comportement lors d'un vieillissement hydrique apparaissent donc nécessaires.

L'objectif de ce travail est d'analyser l'effet d'un vieillissement hydrique sur les mécanismes d'endommagement mis en jeu et sur le comportement statique et dynamique de matériaux composites biosourcés. Les matériaux considérés dans ce travail sont constitués de fibres de lin et d'une résine «verte» Greenpoxy pour les composites stratifiés associés à une âme en liège pour les matériaux sandwichs. Cette étude a pour but :

- d'analyser l'effet d'un vieillissement hydrique sur leur comportement mécanique suivant diverses sollicitations classiques en statiques et dynamiques (fatigue et vibration) des matériaux composites stratifiés,
- d'identifier et de suivre les mécanismes d'endommagement, par émission acoustique, issus de ces sollicitations (traction statique et fatigue) des composites stratifiés,
- d'analyser l'effet d'un vieillissement hydrique sur leur comportement mécanique en statique et dynamique (fatigues et vibration) des matériaux sandwichs.

L'enjeu est donc de mesurer l'influence de l'humidité sur le comportement à long terme de ces bio-composites.

Après l'introduction générale, le chapitre 1 est consacré à une analyse bibliographique sur les effets de l'humidité sur le comportement en statique, en fatigue cyclique et en vibration des matériaux composites stratifiés ainsi que les structures sandwichs. Cette revue débutera par une exposition plutôt générale des différents constituants (peaux et âmes) du matériau sandwich. Ensuite, l'absorption d'eau, le comportement mécanique en traction et en flexion des peaux et des matériaux sandwichs, respectivement, sont exposés.

Le deuxième chapitre est consacré à l'analyse du comportement mécanique en statique des matériaux sandwichs biosourcés et ses constituants (âmes en liège et peaux lin/greenpoxy). Une étude comparative en termes de propriétés mécaniques des matériaux sandwichs à fibres de lin et âmes en liège de différentes densités est menée. Ensuite, une caractérisation micrographique en statique de la résine et des matériaux composites est réalisée. Aussi, une étude approfondie de la structure microscopique des âmes et leur caractérisation en compression et en cisaillement ont été effectuées. Enfin, une analyse basée sur le comportement et les caractéristiques mécaniques (rigidité en flexion et en cisaillement, le module de cisaillement, les contraintes en traction des peaux et la contrainte en cisaillement des âmes) en flexion trois points des matériaux sandwichs est présentée.

Le troisième chapitre présente le comportement en fatigue cyclique des sandwichs et leurs constituants. Il est consacré à la caractérisation des propriétés mécaniques en fatigue des matériaux sandwichs (à âme de différentes densités) et leurs constituants. Cette caractérisation est menée en traction pour les peaux, en compression pour les âmes et en flexion 3 points pour les sandwichs. Les essais sont conduits en contrôlant le signal déplacement qui est de type sinusoïdal avec une fréquence de 5 Hz. La charge maximale est suivie en fonction du nombre de cycles. Ensuite, pour chaque type de matériau, les résultats de l'évolution des propriétés mécaniques en fonction du nombre des cycles sont présentés. Les effets de la

séquence d'empilement et de la densité des âmes sur la rigidité, les boucles d'hystérésis ainsi que le facteur de perte des peaux, des âmes et des matériaux sandwichs sont analysés.

Le quatrième chapitre expose les résultats du comportement vibratoire des matériaux sandwichs et leurs constituants. Des essais d'analyse modale ont été menés dans le cas de poutres en résine pure, en liège, en composites stratifiés et en sandwichs. L'évolution des propriétés dynamiques ainsi que du facteur de perte en fonction de la fréquence est étudiée.

Le cinquième chapitre présente les résultats de l'absorption d'eau des matériaux sandwichs et leurs constituants (la résine pure, les trois âmes et les composites stratifiés). L'absorption des échantillons de composites  $[0/90]_s$  et  $[+45/-45]_s$ , des âmes en liège et des structures sandwichs a été contrôlée pendant au moins 2 mois. Les courbes d'absorption d'eau issues de ces mesures sont présentées. Les valeurs des coefficients de diffusion et de la masse d'eau à la saturation de l'ensemble des matériaux extraites des courbes expérimentales ont été comparées à un modèle de diffusion de type Fickien.

Le sixième chapitre porte sur l'étude de l'effet du vieillissement sur le comportement en traction statique, fatigue cyclique et vibratoire des stratifiés et l'analyse des mécanismes d'endommagements. L'étude expérimentale a été réalisée sur deux stratifiés croisés. L'évolution des propriétés mécaniques en fonction du temps (ou durée) d'immersion a été identifiée. Ensuite, les effets des interactions entre vieillissement de l'eau et le comportement en fatigue cyclique ont été étudiés. La perte de rigidité, les courbes d'hystérésis, la dissipation d'énergie et le facteur de perte en fonction du nombre de cycles et pour différentes durées d'immersions ont été considérés. D'autre part, les effets de la séquence d'empilement et de la durée du vieillissement sur l'évolution des différents mécanismes d'endommagement provenant des matériaux composites croisés, lors d'une sollicitation en traction (statique et fatigue), sont identifiés. Enfin, les propriétés mécaniques et les facteurs de perte des composites stratifiés ont été déterminés, dans deux configurations (non-vieillis et vieillis), via une analyse modale expérimentale.

Le septième chapitre porte sur les effets du vieillissement sur le comportement en flexion statique, fatigue cyclique et vibratoire des sandwichs. Les matériaux sandwichs ont été testés pour quantifier les effets de la prise d'eau sur la dégradation des propriétés mécaniques qui en résulte en termes de raideur, de contrainte de cisaillement des âmes, de contrainte de traction des peaux, de perte de rigidité en fatigue cyclique et du facteur de perte. Enfin, les matériaux sandwichs ont été soumis à des modes de vibrations encasturé/libres. Les modules de flexion et le facteur de perte des matériaux sandwichs non-vieillis et vieillis pendant plusieurs jours sont présentés afin d'apprécier l'influence de l'absorption d'eau sur leurs propriétés dynamiques.

## Chapitre 1. Étude bibliographique

### Résumé

L'objectif de ce chapitre est de faire une synthèse bibliographique des différents travaux abordant l'effet du vieillissement d'eau sur le comportement mécanique en statique et en dynamique des matériaux sandwichs. Un bref aperçu sur les structures des fibres de lin et le liège a été également réalisé. Ensuite, les mécanismes d'absorption d'eau dans les composites sont abordés. L'effet de l'absorption sur le comportement mécanique et les variations des propriétés élastiques et ultimes des matériaux composites a été largement discuté. Enfin, nous présentons quelques travaux existants sur l'influence de l'absorption d'eau sur le comportement statique en flexion 3 points et sur les propriétés dynamiques des matériaux sandwichs à âme en liège et peaux en fibres de lin.

### 1.1. Introduction

De nos jours, l'utilisation de matériaux protégeant l'environnement augmente rapidement [1]. Les plantes perdent une grande quantité de feuilles qui sont transportées et accumulées dans des décharges. Cette accumulation nécessite une élimination spécifique des déchets avec des conséquences négatives pour l'environnement. Par conséquent, la valorisation des fibres végétales en tant que renfort dans les composites servirait à la fois à des fins de recyclage mécanique et de valorisation des déchets [2]. La nécessité de parvenir à une durabilité environnementale en ingénierie a stimulé le développement et la création de nouveaux matériaux d'ingénierie incorporant des renforts issus de la biomasse [3-8]. Avec l'augmentation de la sensibilisation à la protection de l'environnement, l'application de fibres végétales croît rapidement en raison de la demande du marché des produits écologiques. Cela nécessite une étude de la performance environnementale des composites à fibres naturelles. À cette fin, l'analyse du cycle de vie (ACV) peut être appliquée en tant que méthode normalisée pour quantifier les impacts environnementaux [9]. Cette analyse est utilisée pour déterminer les effets environnementaux globaux liés aux produits/processus, qui déterminent les flux de masse et d'énergie au cours du traitement du matériau.

De ce fait, l'utilisation de composites dérivés totalement ou partiellement de ressources naturelles représente un enjeu environnemental important pour notre génération ainsi que les générations futures. Les composites renforcés de fibres naturelles présentent des propriétés mécaniques spécifiques élevées [10-15]. La difficulté d'évaluer la performance de ces matériaux dans un environnement agressif reste un obstacle. Ainsi, ce chapitre dresse une synthèse bibliographique mettant en exergue l'effet de l'absorption d'eau sur le comportement mécanique en statique et en dynamique des matériaux sandwichs à constituants naturels. Tout d'abord, nous présentons les structures des constituants de notre matériau sandwich à savoir les fibres de lin et de liège. Ensuite nous décrivons le mécanisme de diffusion d'eau dans les matériaux composites, notamment ceux qui présentent une diffusion de type Fickienne. Quelques résultats sur les variations liées à l'absorption d'eau des caractéristiques mécaniques des composites à fibres naturelles sont présentés. Ces résultats concernent essentiellement l'effet du vieillissement en eau sur les caractéristiques mécaniques en traction monotone comme le module d'Young, la résistance à la traction et la déformation à la rupture. Enfin, l'absorption d'eau et ses effets sur le comportement statique en flexion 3 points des matériaux sandwichs à constituants naturels ont été exposés.

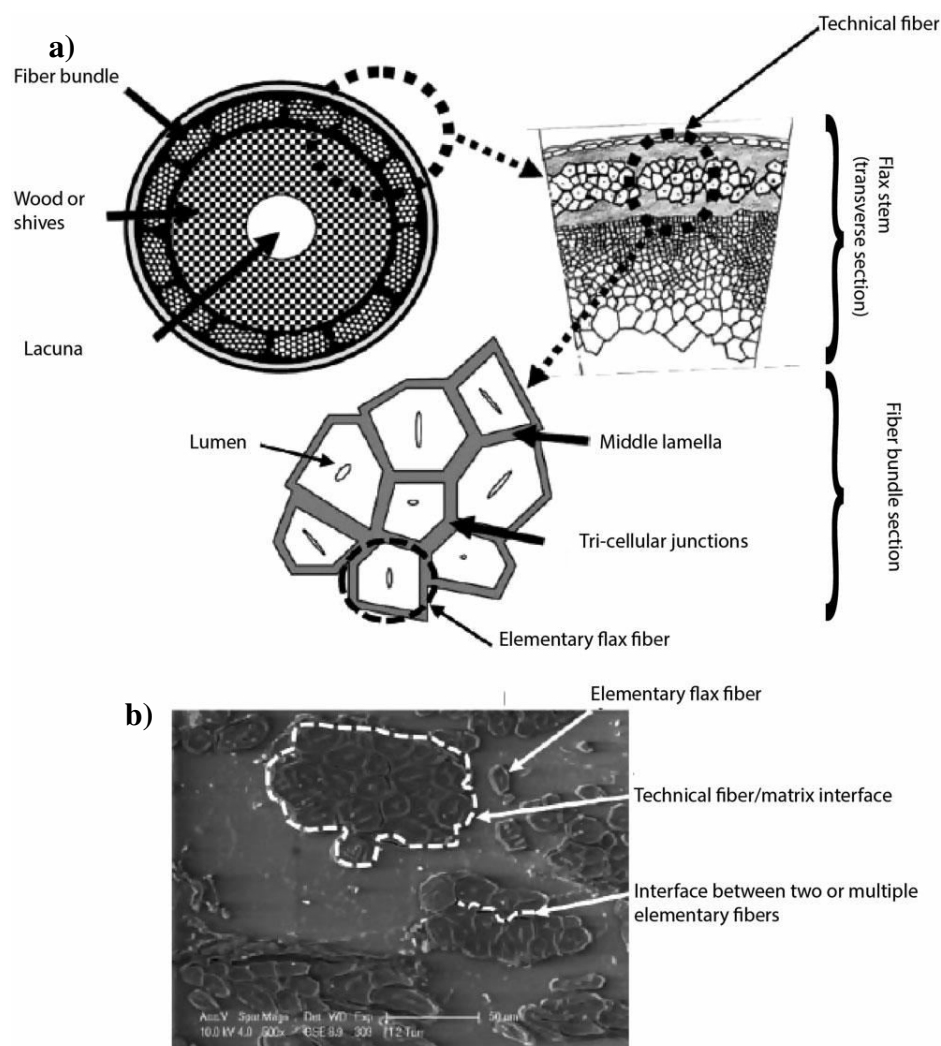
### **1.2. La fibre de lin**

#### **1.2.1. Introduction**

La fibre de lin est considérée comme le membre le plus important de la famille libérienne pour le renforcement des composites en raison de ses propriétés remarquables. Les fibres libériennes proviennent des faisceaux fibreux situés dans l'écorce interne d'une tige. La grande résistance et la rigidité inhérentes de la fibre de lin ainsi que son allongement à la rupture sont les caractéristiques importantes de cette fibre qui la rendent particulièrement intéressante dans la recherche en matériau composite. Le lin (*Linum usitatissimum*) est généralement cultivé dans une région à climat tempéré. Charlet et al [16] ont mentionné que les plantes de lin étaient largement cultivées en Europe occidentale, où la température quotidienne est généralement inférieure à 30 °C. Cependant, le lin est également cultivé dans le sud de l'Europe, en Argentine, en Inde, en Chine et au Canada. Ses propriétés macroscopiques découlent de ses niveaux micro et nano-structurel. Le lin est une fibre industrielle importante utilisée depuis l'Antiquité. Il y a plus de 30 000 ans, les chasseurs préhistoriques utilisaient des fibres de lin sauvage torsadées pour fabriquer des cordons destinés à transporter des outils de pierre, des paniers de tissage ou des vêtements de couture.

#### **1.2.2. Structure de la fibre de lin**

Une tige de lin est constituée de l'écorce, du phloème, du xylème et un vide au centre. Les fibres se trouvent sous la forme de faisceaux de fibres sur la surface externe de la tige, comme illustré à la figure 1.1. Les plantes de lin peuvent atteindre une hauteur de 80 à 150 cm en moins de 110 jours, car elles poussent naturellement. Les faisceaux (l'ensemble des fibres techniques) ont une longueur comprise entre 60 et 140 cm et un diamètre compris entre 40 et 80  $\mu\text{m}$ . Une tige de lin contient 20 à 50 faisceaux dans sa section transversale. Chaque paquet est constitué de 10 à 40 fibres simples (élémentaires) en forme de fuseau, de 1 à 12 cm de long et de 15 à 30  $\mu\text{m}$  de diamètre. Charlet et al. [17] ont signalé que les diamètres des fibres élémentaires diffèrent du bas au centre et dans la partie supérieure des tiges de lin. En effet, le diamètre moyen des fibres diminuait de bas en haut des tiges.

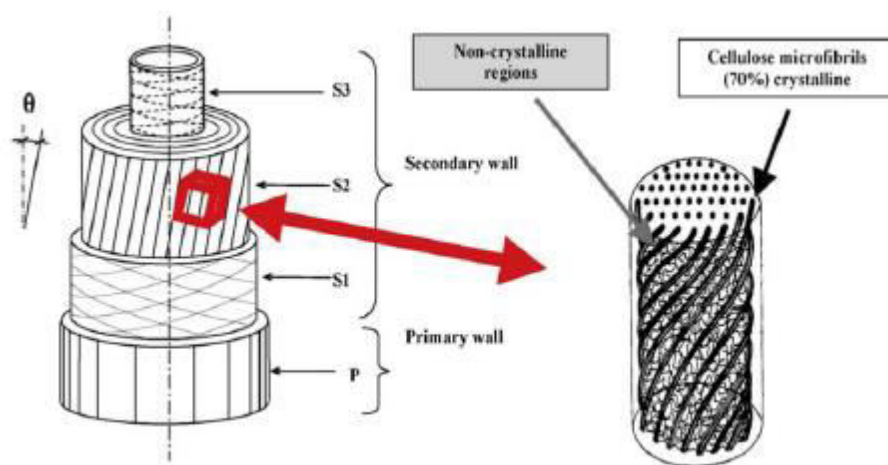


**Figure 1. 1.** Structure de la fibre de lin: (a) coupe transversale de la tige de la plante de lin et position des faisceaux de fibres élémentaires et de fibres techniques après extraction, (b) image SEM d'une fibre technique avec ses fibres élémentaires constitutives. Source: Bensadoun et al.[18].

La fibre élémentaire de lin (Figure 1.2) est composée de parois cellulaires concentriques différentes les unes des autres en termes d'épaisseur et de disposition de leurs constituants. Chaque paroi cellulaire est constituée de ce que l'on appelle une paroi cellulaire primaire (externe) et secondaire. Bourmaud et al. [19] ont rapporté que ces parois cellulaires ont généralement une forme hexagonale comportant une partie centrale creuse (le lumen). La paroi primaire peut atteindre 0,2 mm d'épaisseur et le lumen ne peut représenter que 1,5% de la section de la fibre élémentaire. La paroi secondaire contient trois sous-couches  $S_1$ ,  $S_2$ ,  $S_3$ . Il a été démontré par Baley [20] que les fibres de lin individuelles avaient des formes différentes dans les sections transversales le long de l'axe des fibres, certains chercheurs ont supposé ces sections transversales comme hexagonales ou pentagonales. Cependant, les fibres varient dans leurs formes géométriques non uniformes le long de l'axe. Bos et al. [21] avaient



confirmé qu'en raison de ces irrégularités dans l'épaisseur des parois cellulaires, la rigidité des fibres varie considérablement.



*Figure 1.2. Une structure de fibre élémentaire. [19]*

Les principaux composants des fibres de lin sont la cellulose, l'hémicellulose, la lignine et la pectine. On trouve également un faible pourcentage de cire, d'huile et d'eau structurale [22-23]. Les parois des cellules primaires et secondaires sont composées de matériaux cellulosiques. L'étude faite par Huang et al. [24] stipule que les fibrilles de cellulose (diamètre compris entre 0,1 et 0,3  $\mu\text{m}$ ) sont entourées de lamelles concentriques composées d'environ 2% de pectine et de 15% d'hémicellulose, qui contribuent à la dégradation thermique et au comportement d'absorption d'eau par les fibres. La paroi secondaire constitue la majeure partie du diamètre des fibres et la couche  $S_2$  en est le constituant dominant. Cette couche est constituée de microfibrilles de cellulose hautement cristalline liées par de la lignine et de l'hémicellulose. Les microfibrilles de la couche  $S_2$  suivent un motif en spirale formant un angle de 5 à 10° le long de l'axe de la fibre, ce qui explique la rigidité et la résistance de la fibre dans la direction axiale. La lamelle moyenne est considérée comme la matrice qui relie la cellule. Bos et al. [21] ont décrit les fibres techniques extraites en séparant partiellement les faisceaux de fibres du lin. Ils ont conclu que ces fibres peuvent atteindre la longueur de la tige (environ 1 m). Les fibres techniques (c'est-à-dire les faisceaux de fibres élémentaires) sont constituées de 10 à 40 fibres élémentaires dans la section transversale. Les fibres élémentaires se chevauchent sur une longueur considérable et sont collées ensemble par une interphase appelée lamelle moyenne. Cette dernière est principalement composée de pectine et d'hémicellulose, qui est un mélange de polysaccharides ramifiés de poids moléculaire inférieur.

Saheb et al. [25] ont énuméré dans leur travail que la dégradation thermique et la biodégradation, ainsi que l'absorption d'humidité de la fibre de lin sont dues principalement à la présence de l'hémicellulose. La lignine est un hydro-carbone qui agit comme un liant dans la fibre. La pectine est un polysaccharide qui joue le rôle de cloison de séparation entre l'hémicellulose et la cellulose, qui joue aussi le rôle d'agent de couplage [26-27]. Bledzki et al. [28] ont trouvé que la lignine est aromatique, amorphe et très complexe, c'est-à-dire que les polymères des unités phénylpropane ont la plus faible absorption d'humidité. Les substances cireuses peuvent grandement affecter les caractéristiques de mouillabilité et d'adhésion des fibres de lin.

Le tableau 1 illustre la composition et propriétés mécaniques du lin et des autres fibres libériennes.

*Tableau 1.1. Fibres de base : compositions, propriétés physiques et mécaniques. [29-32]*

| Fibres  | Ligériennes (%) |               |         |         |      | Densité<br>(g/cm <sup>3</sup> ) | Module<br>d'Youn<br>g (GPa) | Résistance<br>en traction<br>(MPa) | Allongement<br>à la rupture<br>(%) |
|---------|-----------------|---------------|---------|---------|------|---------------------------------|-----------------------------|------------------------------------|------------------------------------|
|         | Cellulose       | Hémicellulose | Lignine | Pectine | Cire |                                 |                             |                                    |                                    |
| Lin     | 60-81           | 14-20,6       | 2-3     | 1,8-5   | 1,7  | 1,5                             | 27,6                        | 345-1500                           | 2,7-3,2                            |
| Chanvre | 70-92           | 17,9-22,4     | 3-5,7   | 0,9     | 0,8  | 1,4-1,5                         | 17-70                       | 368-800                            | 1,6-4                              |
| Jute    | 51-84           | 12-20,4       | 5-13    | 0,2     | 0,5  | 1,3-1,4                         | 10-30                       | 393-773                            | 1,2-1,5                            |
| Kenaf   | 31-57           | 13,6-21       | 5,9-19  | 2       | -    | 1,2                             | 14-53                       | 240-930                            | 1,6                                |
| Ramie   | 68,6-76,2       | 13-16,7       | 0,6-1   | 1,9-2   | -    | 1,5-1,56                        | 27-128                      | 400-1000                           | 1,2-3,8                            |
| Banane  | 60-65           | 6-19          | 5-10    | 3-5     | -    | 1,3-1,35                        | 27-32                       | 529-914                            | 1-3                                |

### 1.3. Le liège

#### 1.3.1. Introduction

Le liège est l'écorce d'un chêne (*Quercus suber* L.) qui est périodiquement récoltée de l'arbre, généralement tous les 9 à 12 ans, en fonction de la région de culture. *Quercus suber* L. est le nom botanique d'un chêne à croissance lente et à feuilles persistantes qui ne fleurit que dans certaines régions de la Méditerranée (Portugal, Espagne, sud de la France, Italie, Afrique du Nord) et de Chine [33-37]. Cet arbre nécessite beaucoup de soleil et une combinaison très inhabituelle de faibles précipitations et de taux d'humidité relativement élevés. Barberis et al. [34] ont montré dans leur étude que l'Europe a environ 60% de la superficie totale de production (forêts de liège) et produit plus de 80% du liège dans le monde. Pereira [36] a mentionné que la qualité et l'épaisseur de l'écorce varient en fonction des conditions spécifiques de la croissance de l'arbre.

La production mondiale de liège a atteint 201 000 tonnes, le Portugal occupe la première place, avec 49,6%, 100 000 tonnes. La France, quant à elle, en produit 5 200 tonnes, ce qui ne représente que 2,6 % de la production mondiale (tableau 1.2).

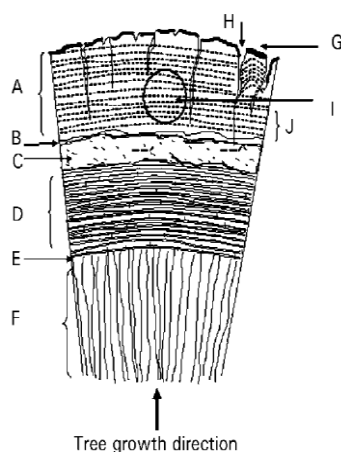
*Tableau 1.2. Production du liège par pays, Source : FAO (2010)*

| Pays     | Production annuelle (Tonnes) |      |
|----------|------------------------------|------|
|          | Tonnes                       | %    |
| Portugal | 100.000                      | 49,6 |
| Espagne  | 61.500                       | 30,5 |
| Maroc    | 11.686                       | 5,8  |
| Algérie  | 9.915                        | 4,9  |
| Tunisie  | 6.962                        | 3,5  |
| Italie   | 6.161                        | 3,1  |
| France   | 5.200                        | 2,6  |
| Total    | 201.428                      | 100  |

### 1.3.2. Structure du liège

Carrasquinho et al. [37] ont signalé que le liège a une capacité remarquable à créer du tissu suberose à partir de son écorce interne. Ce tissu, formé spécifiquement par le phellogène du chêne-liège (le tissu responsable de la formation de nouvelles cellules), tire son nom du latin suber (cork). Barberis et al. [34] ont découvert que le cycle de vie du chêne-liège produit trois qualités de tissu suberose: le liège vierge, liège produit à partir du deuxième décapage et du liège produit à partir des bandes suivantes.

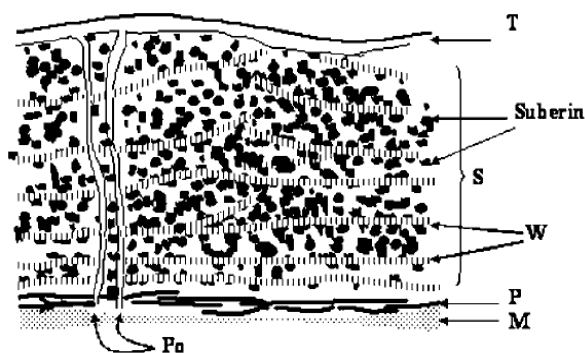
Gil [33] avait conclu que la couche de suberose la plus épaisse se forme généralement dans le cycle de croissance suivant l'extraction du liège, après quoi le liège produit chaque année diminue progressivement jusqu'à l'extraction suivante [33]. Le liège (ou phellem, la désignation botanique de ce tissu végétal) est une couche protectrice de cellules mortes subérisées, formée à partir de tissu phellogène. Le phellogène a une capacité méristématique (génération cellulaire). Après la division cellulaire, les nouvelles cellules n'ont pas leurs dimensions définitives et se développent ensuite dans le protoplasme (intérieur cellulaire); de cette façon le tissu phellogénique continue de s'épaissir et le périmètre de l'arbre augmente. La croissance des tissus cesse en hiver et reprend au début du printemps. La période de phellogenium est d'avril à octobre. La stagnation hivernale se manifeste dans des zones sombres très visibles marquant le phellème produit chaque année (Fig. 1.3).



**Figure 1.3.** Représentation schématique de la coupe axiale d'un chêne-liège ; (A) liège (tissu suberose), (B) changement subero-phellogénique, (c) Phellogenium, (D) Tissu libre, (E) Changement du bois libre, (F) Bois, (G) Écorce, (H) Canaux lenticulaires, (I) Zone de production de bouchons, (J), (K) anneaux de croissance annuelle [38].

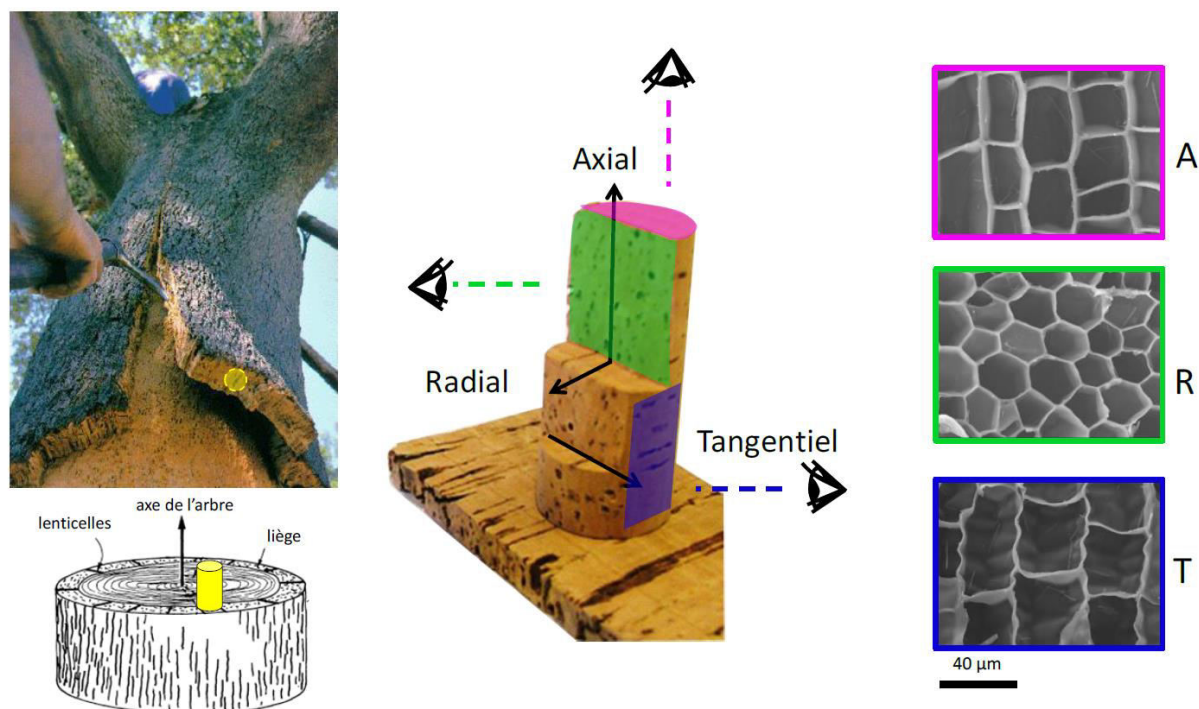
El Maâtaoui et al. [39] ont montré dans leur étude que l'augmentation annuelle de phellogenic des couches correspondant à l'évolution lenticulaire et détermine la définition des canaux lenticulaires (pores radiaux et orientés) où s'effectue l'oxygénation du tissu méristématique. La fonction principale du tissu méristématique est la mitose (division cellulaire) ; ces cellules sont petites, à paroi mince et sans fonctionnalités spécialisées. Groh [40] et al. ont mentionné que le liège agit comme une barrière entre l'atmosphère et le cortex de la tige, et les lenticelles servent de canaux de transfert de masse pour l'eau et les gaz.

Les membranes cellulaires formées sont très minces, dépourvues de lignes de communication d'une cellule à l'autre et sont principalement formées de subérine, de lignine et de cellulose [41-44]. À l'intérieur, les cellules contiennent des cristaux de cérine et de la fridéline, ainsi qu'un matériau amorphe et une grande quantité de gaz ou d'air qui n'est pas expulsé par la compression du tissu (Fig. 1.4).



**Figure 1.4.** Structure de la paroi cellulaire en chêne-liège (modèle Sitte) ; (T) Paroi tertiaire, (S) Paroi secondaire, (w) Cires et subérines, (P) Paroi primaire, (M) Lamelle moyenne, (Po) Pore. [38]

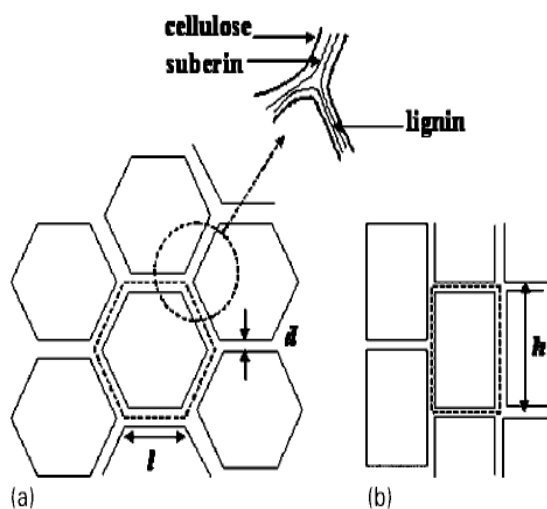
Comme mentionné précédemment, le liège est constitué de cellules mortes dépourvues de cytoplasme ou d'autres organites contenus habituellement dans les cellules vivantes. Leur structure a été observée pour la première fois au microscope dans les années 1660 par Robert Hooke [45], qui a donné par la suite le nom de « cellule » à l'unité biologique de tous les êtres vivants. Gibson *et al.* [46] ont ensuite décrit la forme de ces cellules dans les trois axes du liège : axial, radial et tangentiel (Figure 1.5).



**Figure 1.5.** Représentation des trois axes du liège avec les observations par microscope électronique à balayage des plans cellulaires correspondants : (A) Axial ; (R) Radial ; (T) Tangentiel.[45]

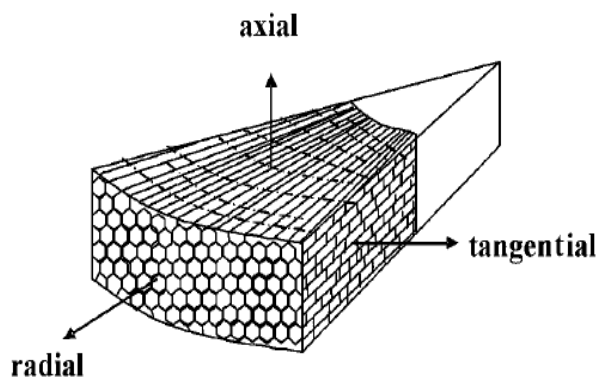
Le liège peut être décrit comme un tissu homogène de cellules murées, régulièrement disposées sans espace intercellulaire. Les auteurs [47-50] ont montré que le liège révèle une structure alvéolaire, analogue à celle d'un nid d'abeille, sans espaces vides entre les cellules contiguës, qui sont donc des unités fermées (figures 1.6).

Les parois latérales des cellules (parallèles à la direction radiale) étant orientées de manière aléatoire, le liège peut être considéré, en première approximation, comme un matériau transversalement isotrope, ce qui implique que toutes les directions perpendiculaires à la direction radiale (c'est-à-dire les directions axiale et tangentielle) sont quasi équivalentes [33,50].



*Figure 1.6. Représentation schématique des cellules du liège. [38]*

Pereira et al. [41] ont décrit les cellules comme des prismes rectangulaires, empilés de base en colonne parallèlement à la direction radiale de l'arbre (Fig. 1.7). Le liège contient toujours des canaux lenticulaires, qui s'étendent de manière radiale. Ces canaux sont approximativement cylindriques et ne détruisent donc pas la symétrie cylindrique dans la direction radiale. Les canaux lenticulaires sont généralement creux; leur fraction volumique varie considérablement selon le type de liège. Par conséquent elle influe directement sur la qualité industrielle du liège.



*Figure 1.7. Représentation schématique de la disposition cellulaire dans la section de culture du liège. [38]*

#### 1.4. Sandwichs à âmes en liège

Le liège aggloméré est une âme idéale pour la fabrication des structures sandwichs légères, pour différentes utilisations telles que l'aérospatiale, l'automobiles, la construction en raison de sa haute performance mécanique et de sa faible masse volumique.

Osvaldo et al. [51] ont effectué une étude statique sur les structures sandwichs constituées de peaux en carbone/époxyde et de trois types d'âme : Nomex, Rohacell 71 WF rigides (mousse) et liège aggloméré. Dans un premier temps, des matériaux sandwichs à âmes agglomérées de liège commercial, avec différentes tailles de granulés, ont été testés en flexion 3 points. Les résultats issus de ces tests ont montré que les caractéristiques mécaniques des agglomérés de liège sont nettement inférieures à celles des âmes classiques (Nomex et Rohacell 71 WF). Pour améliorer le comportement mécanique du liège, trois nouveaux types d'agglomérés de liège ont été fabriqués avec du liège granulé classique en utilisant une résine époxyde. Les essais de flexion ont été réalisés sur des sandwichs afin de caractériser les résistances mécaniques des différents types d'agglomérés de liège obtenus. Les résultats de ces essais ont montré que la performance des agglomérés de liège dépend essentiellement de la taille du granulat de liège, de sa densité et de la procédure de collage utilisée pour la cohésion des granulés.

Silva et Rodrigues [52] ont effectué une analyse expérimentale sur un ensemble de plaques sandwichs à âmes en liège des différentes propriétés (densité, granulométrie et épaisseur) et des peaux en aluminium. Leur travail visait une meilleure compréhension de l'influence des différents paramètres du liège sur les propriétés dynamiques d'une structure sandwich. Les résultats obtenus par ces auteurs montrent que la méthode de caractérisation des propriétés des structures sandwichs dépend de la fréquence et permet une identification précise des modules de stockage et du facteur de perte.

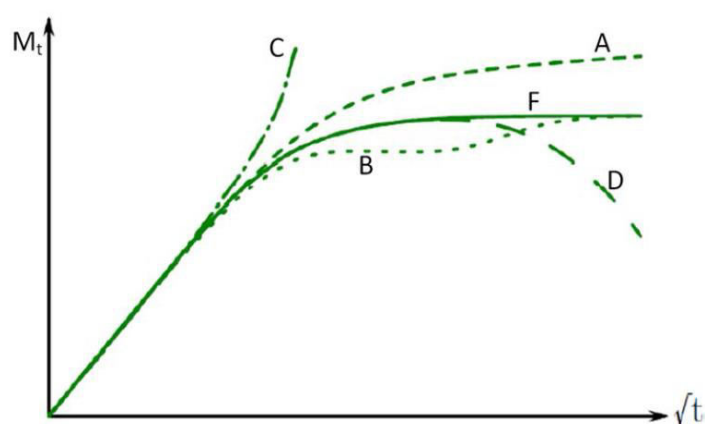
Reis et Silva [53] ont effectué une analyse sur la viabilité de l'utilisation des différents matériaux sandwichs à peaux carbone/époxy et âmes en liège aggloméré dans les applications aéronautiques et aérospatiales. Leur étude porte essentiellement sur la comparaison du comportement mécanique des différents échantillons sandwichs à âmes en liège à ceux à âmes conventionnelles (nid d'abeille et Rohacell). Les résultats obtenus montrent que des améliorations importantes sont à faire pour utiliser le liège aggloméré comme âme dans les structures sandwichs. Dans tous les résultats obtenus, les charges maximales, les contraintes de cisaillement et le module de cisaillement, il existe une relation entre la taille des grains/densité et le comportement des échantillons de liège aggloméré. C'est-à-dire que les caractéristiques mécaniques des âmes augmentent avec la densité de liège. Cependant, dans tous les essais, les caractéristiques mécaniques obtenues pour les âmes en nid d'abeilles et Rohacell sont supérieures que celles du liège aggloméré. Les résultats montrent aussi que les âmes en liège sont adaptées pour une application de type sandwich mais nécessitent beaucoup d'amélioration quant à leur utilisation dans certains domaines.

## 1.5. Vieillessement des matériaux composites et sandwichs à constituants naturels

### 1.5.1. Cinétique de diffusion

Lorsqu'un composite polymère est immergé dans l'eau ou exposé à un environnement humide, il a tendance à absorber des molécules d'eau à travers les surfaces qui sont en contact direct avec cet environnement. Ensuite, ces molécules d'eau occupent l'espace entre les réseaux macromoléculaires et par la même occasion conduisent à une augmentation de la masse du matériau au cours du temps. Testoni [54] a démontré dans ses travaux que la cinétique d'absorption d'eau dépend de la nature du polymère, des caractéristiques de l'eau (son pH et sa salinité) et des paramètres thermodynamiques (température, pression...). Regazzi [55], quant à lui, démontre que dans le cas où la diffusion d'eau n'entraîne aucun endommagement, l'absorption d'eau tend vers un équilibre qui se manifeste par le plateau de saturation correspondant à une égalité des potentiels chimiques de l'eau dans le polymère et dans le milieu environnant.

Le comportement diffusif des matériaux polymères et composites est souvent décrit par le modèle de Fick. Ce comportement de diffusion peut être aussi décrit par des modèles de diffusion non-Fickiens (figure 1.8).



**Figure 1.8.** Courbes gravimétriques d'absorption d'eau [54]. (F) Comportement Fickien, (A) comportement pseudo-Fickien, (B) diffusion en deux paliers, (D) diffusion avec endommagement chimique, (C) diffusion avec endommagement mécanique.

Un exemple type d'un comportement Fickien est présenté par la courbe F de la figure 1.8. Cette courbe montre une évolution linéaire de la masse en fonction de la racine carrée du temps, suivie d'un palier de saturation. La partie linéaire de cette courbe renseigne sur la diffusivité des molécules d'eau qui dépend de la vitesse de pénétration de l'eau dans le matériau. Le palier de saturation présente la masse d'eau absorbée par le matériau lorsque le temps de vieillissement tend vers l'infini. Contrairement à la courbe F, les courbes A et B de



la figure 1.8 présentent des anomalies de diffusion et sont liées aux matériaux polymères présentant un comportement de diffusion sans plateau de saturation.

La courbe A est associée à un comportement pseudo-Fickien alors que la courbe B est caractérisée par la présence de deux paliers de saturation. Ces deux courbes peuvent être prédites par d'autres lois. Le modèle le plus utilisé est celui de Langmuir.

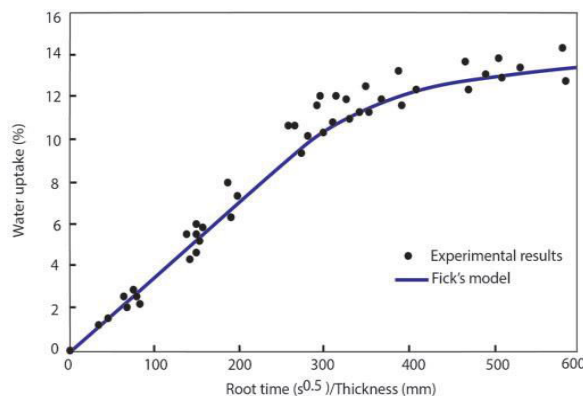
Les courbes C et D de la figure 1.8 présentent des comportements diffusifs typiques pour certains polymères. Par exemple, la courbe C montre une augmentation rapide de la masse d'eau absorbée causée par des endommagements mécaniques. La courbe D présente un effet inverse à celui de C montrant une perte de masse d'eau absorbée en raison d'endommagements chimiques.

### **1.5.2. Mécanismes d'absorption d'eau et d'humidité dans les composites à fibres végétales**

Contrairement aux fibres de verre, Azwa et al. [56] ont mentionné dans leur étude que la morphologie des fibres naturelles liée à leurs parties creuses diminue leur densité apparente et par la même occasion augmente leur pouvoir hygroscopique. Girault et al. [57] ont montré que l'eau réduit la cohésion entre les microfibrilles, en s'infiltrant dans les fibres et agit comme un plastifiant en transformant la matrice pectique, initialement fragile, en un gel pratiquement fluide. D'autre part, l'absorption d'humidité par les fibres végétales affecte fortement leur liaison avec la résine entraînant ainsi un vieillissement prématuré par dégradation et diminution de la résistance mécanique [58-60]. Zhang et al. [61] ont trouvé que l'absorption d'humidité par la fibre de lin suit initialement une relation linéaire avec une diffusion de type de Fickienne et ralentit quand la teneur en eau s'approche de l'équilibre. La molécule de cellulose de la fibre de lin contient des groupes hydroxyles qui forment des molécules d'eau. Cette molécule d'eau est absorbée directement par ces groupes hydrophiles et se fixe à la structure de la molécule de fibre. Lorsque les molécules d'eau sont absorbées, elles peuvent être attirées par d'autres groupes hydrophiles ou former d'autres couches au-dessus des molécules d'eau déjà absorbées. En règle générale, la fibre de lin peut absorber plus de 10% d'humidité en moins d'une heure à la température ambiante avec une humidité relative de 90%.

Assarar et al. [62] ont étudié le comportement d'absorption d'eau des composites à fibres de lin et résine époxyde, indiquant qu'il s'agit d'un comportement fickien à la température ambiante. Le comportement d'absorption d'eau des composites lin/époxy est illustré par la figure 1.9, qui est initialement linéaire (diffusion fickienne) mais ralentit jusqu'à ce que le

taux d'humidité approche de son niveau de saturation. L'absorption d'eau saturée à l'équilibre est d'environ 13,5% pour chaque échantillon.



**Figure 1.9.** Profil d'absorption d'eau des composites lin-époxy. [62]

Ils ont conclu que les composites à fibres naturelles peuvent absorber beaucoup plus de ressources en eau que les composites à fibres synthétiques. A ce propos, plusieurs travaux de recherche ont analysé la diffusion d'eau dans ces matériaux composites [63-76]. En particulier, de nombreuses études ont été menées sur la dégradation due à l'absorption d'eau des composites à fibres naturelles [77-82]. Les mécanismes de vieillissement de ces matériaux ont été principalement étudiés à l'échelle macro [83-86]. Souvent, l'interface fibre/matrice est citée comme la région la plus affectée par ces dégradations, ce qui entraîne une diminution des propriétés mécaniques de ces composites. En effet, l'humidité peut sérieusement endommager l'interface fibre/matrice, entraînant une détérioration des rendements de transfert de contrainte de la matrice aux fibres [87,88]. Le processus de dégradation commence par le gonflement des fibres qui crée une contrainte à l'interface et provoque une microfissuration de la matrice autour des fibres [8,89]. Les fissures exacerbent l'absorption d'eau et s'en attaquent sur l'interface des fibres et de la matrice. L'eau absorbée commence à établir des liaisons hydrogènes moléculaires avec les fibres et diminue ainsi la liaison entre les fibres et la matrice. Celles-ci entraînent le décollement entre la fibre et la matrice. L'effet néfaste de l'humidité sur les composites à fibres naturelles est bien connu et de nombreux efforts ont été consacrés aux modèles d'absorption d'eau et à la réduction due à l'humidité sur les performances mécaniques de ces composites [90-100].

Pejis et al. [101] ont prouvé dans leur analyse qu'un gonflement de la surface dû à l'absorption d'humidité peut entraîner de petites fissures dans un échantillon et affecter ses propriétés. Par conséquent, l'absorption d'humidité est l'un des problèmes les plus importants à régler pour que les fibres végétales et leurs composites soient plus performants.

Newman [87] a étudié le processus d'absorption d'eau des composites lin/époxyde après immersion dans de l'eau. Il a constaté qu'un gonflement des fibres se produit, ce qui engendre des contraintes liées à l'absorption au niveau de la matrice présente autour des fibres de lin. Ensuite, les processus de relaxation des molécules de la matrice libèrent quelques-unes de ces contraintes. Le séchage des matériaux composites à base de fibres naturelles ayant absorbés de l'eau entraîne un retrait des fibres, ce qui entraîne une perte de contact entre la matrice et les fibres. En conséquence, un espace est créé entre les fibres et la matrice, ce qui a un effet néfaste sur les propriétés interfaciales du composite. L'auteur a expliqué ce phénomène comme étant le processus d'auto-accélération dans lequel le cycle de séchage multiplie les dommages causés par l'eau, ce qui augmente le taux de rétrécissement des fibres. En revanche, le processus de retrait de la matrice est relativement lent et, par conséquent, les microfissures générées libèrent des contraintes dans les fibres et aux interfaces fibre/matrice. Ce mécanisme d'absorption d'eau avec séparation fibre/matrice est illustré schématiquement dans la figure 1.10. En effet, l'eau absorbée provoque une contrainte dans la matrice, représentée sur la figure 1.10 (a). La contrainte atténuée par les processus de relaxation moléculaire dans la matrice est illustrée à la figure 1.10 (b) et (c). Les fibres rétrécissent lorsque le composite est séché, mais la matrice ne se contracte pas à sa forme initiale car les processus de relaxation moléculaire l'ont déformée. La fibre rétrécie sortie de la résine a créé un espace qui est illustré à la figure 1.10 (d).

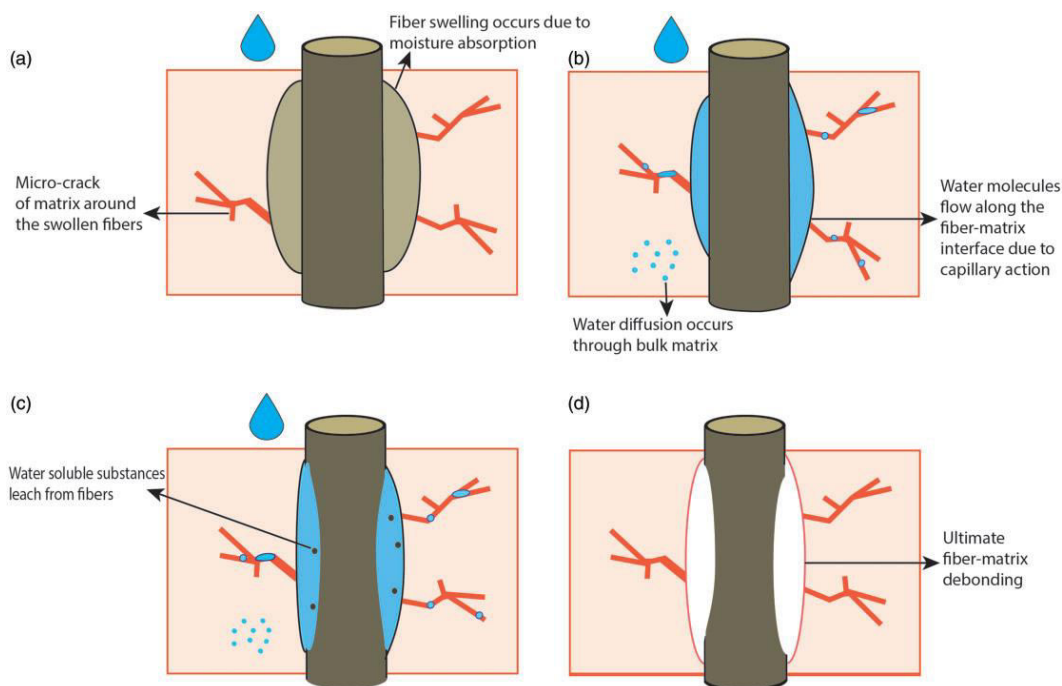
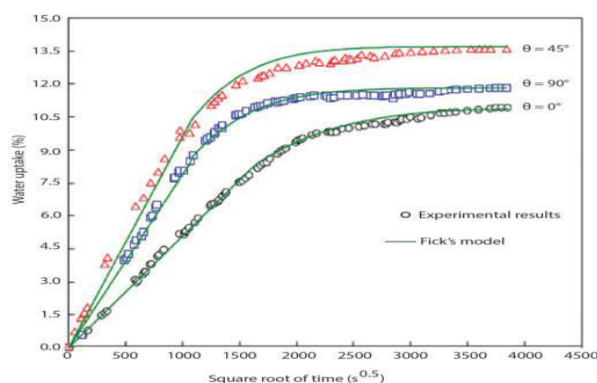


Figure 1.10. Processus de décollement dans l'interface fibre/matrice avec de l'eau. [87]

Le comportement d'absorption d'eau et d'humidité des composites renforcés de fibres de lin dépend de la température, de l'humidité présente dans l'environnement et de la nature du composite. Les molécules d'eau se propagent dans le composite par un mécanisme de diffusion à l'intérieur de la matrice ainsi que les fibres. Parfois, les micropores et les fissures générées dans la matrice ou même le transport par capillarité le long de l'interface fibre/matrice peuvent améliorer le taux de diffusion. Le comportement de diffusion des composites polymères peut être divisé en fickien, non-fickien et intermédiaire.

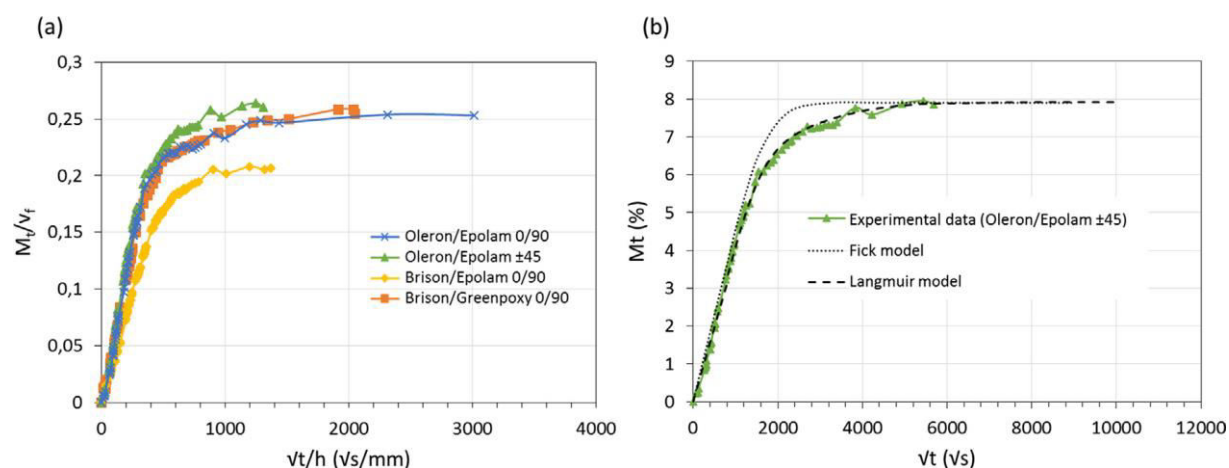
Cheour et al. [103] ont analysé l'influence de l'orientation des fibres sur l'absorption d'eau dans le cas de composites lin-époxyde dans une configuration 1D. Ils ont effectué des tests d'immersion dans l'eau sur des éprouvettes orientées à 0°, 45° et 90°. Ils ont constaté que l'orientation des fibres a un impact significatif sur l'absorption d'humidité des composites. Par exemple, les composites lin/époxyde orientés à 45° et 90° absorbent, respectivement, 25,1% et 5,2% d'eau en plus que le composite avec une orientation des fibres de 0°. Selon les auteurs, la diffusion de l'eau se fait principalement suivant l'épaisseur pour l'ensemble des composites mais celle-ci se trouve influencée par les effets de bord, notamment pour la stratifié orienté à 45° (Figure 1.11).



**Figure 1.11.** Absorption d'humidité des composites de lin avec différentes orientations de la fibre. [103]

Perrier et al. [104] ont effectué une analyse quantitative par micro-CT des dommages lors d'un essai de traction dans un composite tissé chanvre/époxyde après vieillissement à l'eau. Les résultats obtenus ont montré que la résine utilisée a une influence sur la quantité d'eau que le matériau peut absorber. En effet, le composite à matrice Greenpoxy (Brison / Greenpoxy) absorbe plus d'eau à saturation (rapport  $M_{\infty}/v_f$  de 0,258) que le composite à matrice Epolam (Brison/ Epolam), avec un rapport  $M_{\infty}/v_f$  de 0,207. Les absorptions d'eau des échantillons d'Oléron/Epolam 0/90 et d'Oléron/Epolam  $\pm 45$  sont proches. La faible absorption du tissu de Brison semble compensée par la forte absorption de la matrice Greenpoxy, ce qui donne la même absorption pour le Brison/Greenpoxy 0/90 et l'Oléron/Epolam 0/90 (ratio de 0,258 et 0,254, respectivement). Le nombre de jours nécessaires pour atteindre un plateau de saturation

varie également avec les matériaux. Les deux échantillons Brison/Greenpoxy 0/90 et Oleron / Epolam 0/90 sont saturés au bout de 600 jours environ, tandis que les échantillons Brison/Epolam 0/90 et Oleron/Epolam  $\pm 45$  nécessitent respectivement 262 et 342 jours. Contrairement aux composites unidirectionnels les séquences d'empilement ne jouent pas grand rôle dans l'absorption d'eau (Figure 1.12.a). D'autre part, la Fig. 1.12.b montre que l'échantillon  $\pm 45$  Oleron/Epolam ne suit pas une absorption fickienne, alors il apparaît que le modèle de type Langmuir est plus approprié pour décrire la cinétique d'absorption du composite.



**Figure 1. 12.** (a) Absorption d'eau de différents composites tissés de chanvre / époxy immergés à la température ambiante, (b) Absorption d'eau d'un échantillon d'Oleron / Epolam  $\pm 45$  selon Modèles de type Fickian et Langmuir. [104]

Récemment, Chilali et al. [105] ont comparé le comportement d'absorption d'eau des composites thermoplastiques et thermodurcissables renforcés de fibres de lin. Leur étude était basée sur les effets du format, de l'épaisseur et de l'orientation des fibres sur la diffusion d'eau dans ces composites. Leur résultat montre que les composites à fibres de lin avec la résine thermodurcissable (époxy) absorbent plus d'eau que les composites avec la résine thermoplastique (acrylique). De plus, les courbes d'absorption obtenues indiquent que le gain de masse à l'équilibre augmente linéairement avec l'orientation des fibres, diminue avec l'épaisseur et fortement lié au taux de diffusion. Dhakal et al. [106] ont comparé le comportement d'absorption d'eau de deux composites à fibres naturelles : lin et jute. Afin de mesurer l'influence de l'humidité, ils ont effectué des tests d'immersion dans l'eau pendant 40 jours à la température ambiante. Ils ont constaté que les teneurs en eau à saturation étaient de 9,61% et 14,41% pour les composites à fibres de lin et de jute, respectivement. Berges et al. [107] ont étudié le comportement d'absorption d'humidité des stratifiés unidirectionnels à fibres de lin et la résine époxyde. Ils ont trouvé que leurs cinétiques de diffusion suivent un comportement fickien lorsqu'ils sont exposés à 70°C et 85% HR de condition

hygrothermique. Ces résultats ont également été confirmés par Scida et al., [108] qui ont confirmé que les composites de fibres de lin suivent une diffusion fickienne dans des conditions similaires.

### **1.5.3. Effet du vieillissement sur le comportement mécanique des composites à fibres de lin**

De nombreux chercheurs ont récemment mené plusieurs études sur l'effet du vieillissement de l'eau sur le comportement statique et vibratoire de matériaux composites à fibres naturelles. Par exemple, Chilali et al. [105] ont effectué des tests de traction monotones et cycliques de charge/décharge pour étudier l'effet du vieillissement de l'eau sur le comportement des composites thermoplastiques et thermodurcissables renforcés de fibres de lin. Leurs résultats montrent que le vieillissement engendré par l'eau entraîne une dégradation importante des caractéristiques mécaniques de ces matériaux. Cette variation est principalement due aux dommages induits par la dégradation des fibres et l'affaiblissement de l'interface fibre/matrice. Les tests de charge/décharge ont montré une augmentation de la perte de rigidité avec le vieillissement due aux phénomènes de plastification causés par l'absorption d'eau. Le Duigou et al. [108] ont étudié les comportements de charge statique et cyclique après immersion prolongée dans l'eau de mer naturelle de biocomposites lin/PLA. Ils ont montré que l'eau affectait le comportement mécanique des composites lin/PLA en réduisant leurs propriétés mécaniques (module d'Young et résistance à la traction) avec la durée du vieillissement. Les cycles de charge/décharge ont montré l'apparition précoce de dommages lorsque les biocomposites vieillissent. Ces dommages sont induits par la séparation des faisceaux de fibres, qui peut être due à la dégradation des composants solubles et au détachement des faisceaux de fibres. Joseph et al. [109] ont montré que les propriétés de traction des composites à fibres courtes en sisal/polypropylène diminuaient avec l'absorption d'eau, le temps d'immersion et la teneur en fibres. Cette diminution s'explique par l'effet de plastification due à l'eau qui affaiblit la liaison fibre/matrice, entraînant une défaillance interfaciale. Dans le travail de Thwe et Liao [110], il a été constaté que la résistance à la traction et le module de traction d'un composite de polypropylène renforcé de fibres courtes de bambou diminuent de manière significative après vieillissement dans de l'eau à 25°C. Selon ces auteurs, la chute des propriétés mécaniques de ce composite est principalement due à la dissolution et à la plastification de la matrice, au décollement de l'interface fibre/matrice et à la dégradation des fibres de bambou lors du vieillissement de l'eau.

D'autres études ont aussi montré que l'exposition de composites renforcés de fibres végétales dans un environnement humide, en particulier dans l'eau pendant une certaine période, entraînait une perte des propriétés mécaniques [111-123]. En effet, Bodros et al. [111] ont trouvé que lorsque les matériaux absorbent l'eau après une immersion de 10 jours, le pourcentage de réduction de la résistance à la traction pour les composites renforcés de fibres de lin était trois fois supérieur à celui des composites renforcés de fibres de verre. Wambua et al. [112] ont constaté une réduction plus significative du module d'Young dans les composites renforcés de fibres végétales saturées en eau. Bella et al. [113] ont confirmé que la résistance apparente au cisaillement et la résistance au frottement chute rapidement, puis se stabilise avec l'augmentation du temps d'immersion. La plupart des chercheurs ont estimé que l'affaiblissement de l'interface de la matrice était le principal mécanisme de dégradation des composites renforcés de fibres végétales au cours du vieillissement.

Cheour et al. [124] ont étudié l'effet du vieillissement de l'eau sur les propriétés mécaniques et d'amortissement des matériaux composites renforcés de fibres de lin. Le but de leur travail est d'étudier l'effet du vieillissement en eau sur les propriétés mécaniques et d'amortissement des composites lin/époxyde. Les propriétés mécaniques et amortissantes des matériaux non vieillis et vieillis ont été étudiées en utilisant des vibrations libres. Ensuite, ils ont été séchés et testés pour étudier la réversibilité de ces propriétés après un cycle de vieillissement/séchage. Ces auteurs ont montré que l'absorption d'eau induit une diminution des modules de flexion et une augmentation des facteurs de perte en fonction du temps de vieillissement. Il a également été prouvé que ces variations sont pratiquement réversibles dans le cas des facteurs de perte, mais irréversibles dans le cas des modules de flexion.

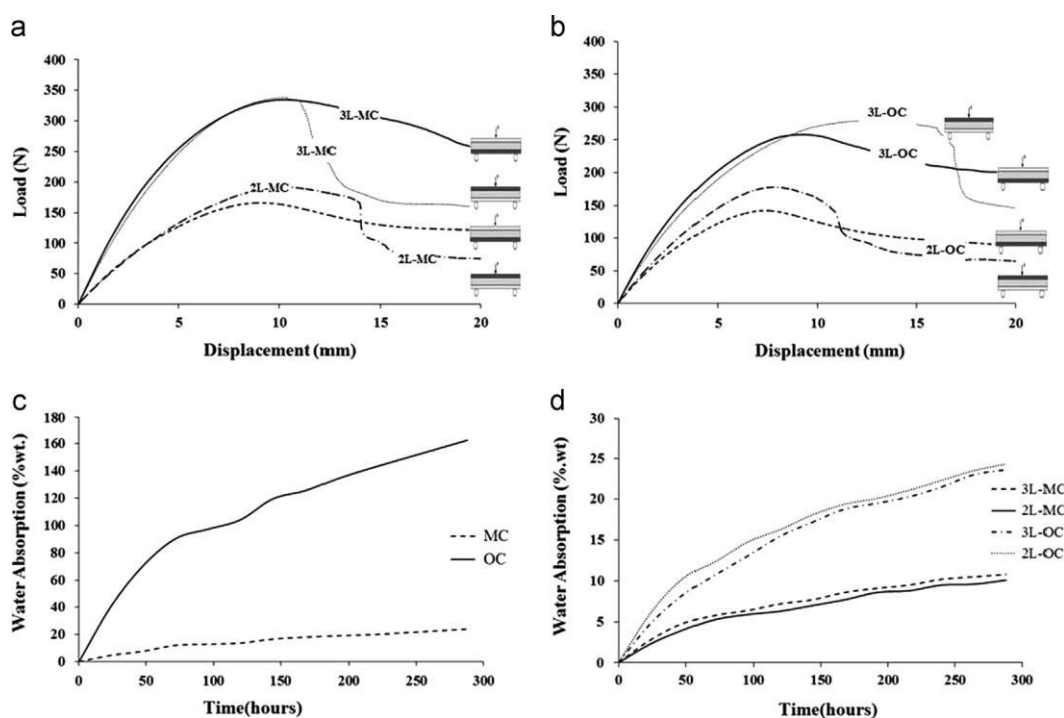
#### **1.5.4. Effet du vieillissement sur le comportement mécanique des sandwichs**

Les premiers travaux effectués sur l'effet d'absorption d'eau sur le comportement des matériaux sandwichs ne concernent que les structures sandwichs à âmes en mousse PVC et peaux en fibres de verre ou de carbone. Par exemple, Ding et al. [125] ont étudié l'absorption d'eau et la dégradation des propriétés mécaniques des matériaux sandwichs à âme en mousse PVC dans deux environnements distincts : eau de mer à 25 °C et eau pure à 80 °C. Les résultats de la mesure d'absorption d'eau indiquent que les échantillons immergés dans deux conditions humides ont atteint des niveaux de saturation après 1008 h d'immersion et l'absorption est caractérisée par une diffusion non-fickienne et fickienne. L'étude sur la caractérisation des propriétés mécaniques a été principalement orientée sur la dégradation de l'âme en mousse PVC ainsi que les interfaces peaux/âme. Les résultats obtenus révèlent que

l'absorption d'humidité a des effets insignifiants sur les propriétés de l'âme en mousse PVC, mais affecte sensiblement les peaux composites et les propriétés d'interface peaux/âme, spécialement pour les échantillons immergés dans de l'eau pure à 80 °C.

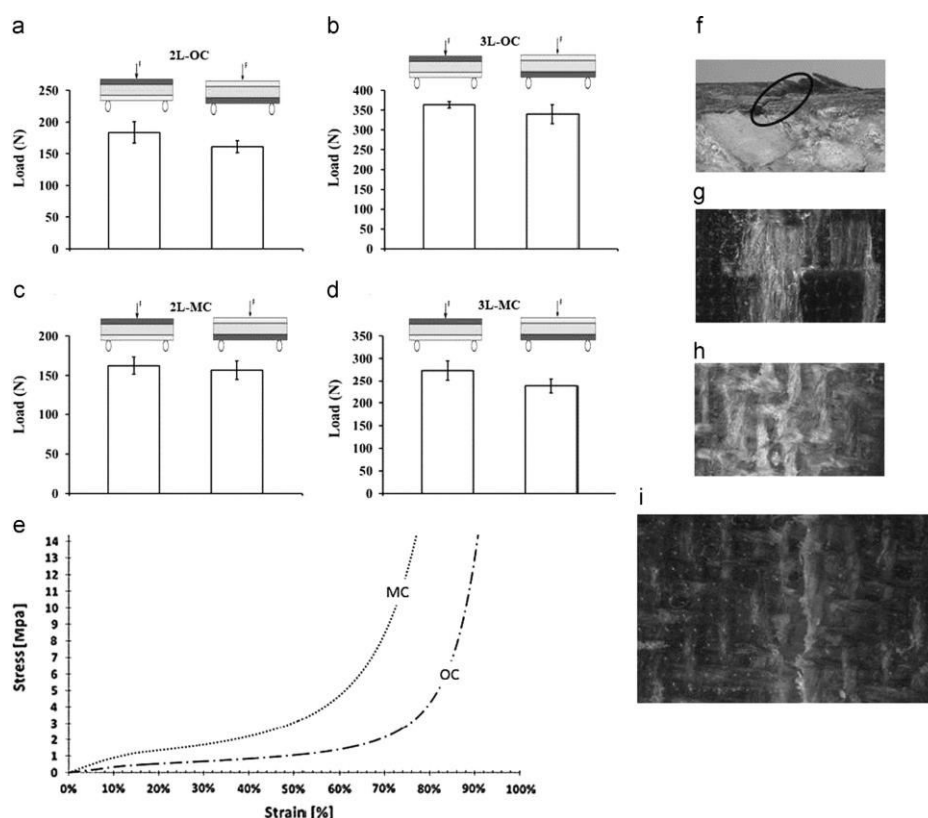
De nos jours, les industries maritimes (bateau) et le secteur de l'énergie (éolienne) s'intéressent de plus en plus aux matériaux écologiques (fibres de lin et âme en liège). Quelques travaux de recherche sur l'absorption d'eau et le comportement statique des matériaux sandwichs à âme en liège existent. Scalici et al. [126] ont étudié l'effet de l'exposition au brouillard salin sur le comportement mécanique de panneaux sandwichs comportant une âme en liège aggloméré. Le but de leurs travaux est d'évaluer la capacité de blindage du polymère renforcé de fibres unidirectionnelles de verre et de basalte sur le mécanisme de vieillissement et de défaillance de l'âme dans un environnement hostile. Pour ce faire, les panneaux sandwichs fabriqués ont été exposés jusqu'à 60 jours dans un brouillard salin, conformément à la norme ASTM B 117. Les échantillons non vieillis et vieillis ont été analysés au moyen de tests de flexion trois points après une période de vieillissement de 10, 25 et 60 jours. Les résultats expérimentaux ont montré que les conditions intrinsèques des composites (par exemple, présence de défauts, mauvaise adhésion fibre/matrice), sont strictement liées à la compatibilité de la fibre et la matrice et à la qualité d'imprégnation. Ces phénomènes peuvent réduire la résistance mécanique locale des structures sandwichs et conduisent à un processus de vieillissement plus rapide de l'âme en liège dans le cas d'un sandwich à base de fibres de basalte, en particulier dans les premières phases d'exposition. Hoto et al. [127] ont étudié le comportement en flexion et absorption d'eau des matériaux sandwichs asymétriques constitués de fibres naturelles et d'âme en liège aggloméré. Les résultats obtenus avec les âmes en liège non modifiées montrent que la valeur d'absorption d'eau atteint environ 160% en poids. Ainsi, l'absorption d'eau de ces échantillons est largement due à la présence des pores entre les granulés de liège. Dans le cas des échantillons infusés, l'absorption d'eau est d'environ 20%. Ce comportement montre que l'infiltration de la résine dans le noyau réduit considérablement la quantité d'eau absorbée. Dans le cas des matériaux sandwichs, le pourcentage maximum de gain de masse a été observé pour les éprouvettes à âme revêtue ; la valeur moyenne est d'environ 24% en masse. En revanche, l'absorption des matériaux sandwichs avec âme modifiée n'atteint que 10% en poids (Fig. 1.13.a). Cette diminution remarquable du pourcentage d'absorption d'eau est probablement due à la présence de résine à l'intérieur du noyau, réduisant ainsi la surface du matériau exposée du liège [128]. Il convient de noter que l'ajout de couches de renforcement n'a causé qu'une légère modification de la capacité d'absorption d'eau des échantillons en sandwich.





**Figure 1.13.** (a) Courbes charge/déplacement des échantillons en sandwich avec noyau modifié, (b) courbes charge/déplacement des échantillons en sandwich avec noyau d'origine, (c) courbes d'absorption d'eau pour différents échantillons en sandwich et (d) courbes d'absorption d'eau pour différents échantillons de base. [127]

Dans le cas des essais de flexion trois points, les valeurs maximales moyennes des charges obtenues montrent que lorsque le nombre de plis de peaux augmente de 2 à 3, ces valeurs augmentent considérablement pour les deux configurations. Par la suite, l'examen des courbes charge/déplacement (figure 1.13.a et b) met en évidence différentes caractéristiques : une région élastique linéaire initiale à très faible déviation suivie d'une région élasto-plastique plus importante qui atteint une valeur maximale où la charge diminue lorsque le déplacement augmente [129]. Quel que soit le mécanisme de chute de charge, toutes les courbes tendent vers un plateau. En plus, pour les matériaux sandwichs avec âme non modifiée, l'âme n'étant pas assez rigide pour supporter la contrainte, la face supérieure présente une défaillance de cisaillement catastrophique (Fig. 1.14.g) et aucun dommage significatif n'apparaît sur la face inférieure.



**Figure 1.14.** (a-d) Valeurs de charge maximale moyenne obtenues à partir d'essais de flexion à trois points; (f) déformation du noyau et déformation au cours de l'essai de compression, (f) et (g) rupture en compression et (i) rupture en traction des fibres de lin.[127]

Prabhakaran et al. [130] ont analysé l'effet de l'absorption d'eau sur la résistance à la flexion d'un composite sandwich biosourcé. L'objectif principal de leur travail est d'étudier l'effet de l'absorption d'eau sur la résistance à la flexion du nouveau matériau composite sandwich composé de peaux en fibre de lin et âme en liège aggloméré. Les matériaux sandwichs fabriqués ont été soumis à des essais de flexion trois points à différentes périodes de vieillissement. Les résultats de flexion ont montré une diminution de la résistance spécifique à la flexion de 14 à 42% dans les échantillons humides en raison de l'absorption d'eau. En outre, l'augmentation de la densité de l'âme entraîne une augmentation de la résistance à la flexion à la fois pour les matériaux sandwichs non vieillis et vieillis. Lors d'essais des matériaux sandwichs non vieillis, la résistance spécifique à la flexion du matériau sandwich à fibres de lin s'est révélée supérieure, en raison du rapport résistance/poids plus élevé des fibres de lin, par rapport au matériau sandwich à fibres de verre et au matériau sandwich hybride verre/lin. En raison de la nature hydrophile des fibres de lin, la résistance à la flexion spécifique du matériau sandwich à fibres de lin vieilli est réduite par rapport aux autres matériaux sandwichs à fibres de verre et verre/lin.

Najafi et al. [131] ont effectué une caractérisation des effets de l'humidité sur de nouveaux composites sandwichs à âme en liège aggloméré et peaux de stratifiés de fibres métalliques. Leur travail vise à étudier l'effet de l'absorption d'humidité sur le comportement mécanique d'une structure sandwich récemment développée, destinée à être utilisée comme système de construction résistant à l'eau dans les industries marines. Pour étudier les effets de l'humidité sur d'éventuelles dégradations mécaniques, un certain nombre d'échantillons sandwichs ont été immergés dans de l'eau distillée pendant 100 jours. À titre de comparaison, ils ont utilisé une autre structure sandwich avec des peaux verre/époxyde exposées au processus de conditionnement susmentionné. Finalement, les comportements de flexion, de flambement et d'impact des échantillons vieillissants ont été évalués et comparés à ceux des échantillons non vieillissants. Les résultats ont montré que le vieillissement dans l'eau entraîne une réduction significative des propriétés mécaniques des éprouvettes en matériau sandwich à peaux verre/époxyde par rapport à celles à peaux métalliques. En outre, il a été constaté que les excellentes propriétés mécaniques des stratifiés à base de fibres de métal, combinées à la durabilité élevée du liège aggloméré, offrent un effet synergique donnant une structure sandwich présentant divers avantages en termes de respect de l'environnement et de résistance mécanique.

### **1.6. Synthèse et position du problème**

Au vu de ce qui vient d'être décrit, le comportement mécanique des matériaux composites stratifiés ou sandwichs à constituants naturels a déjà fait l'objet de nombreuses études, mais est encore loin d'avoir abouti à la connaissance totale de leur comportement surtout dans un milieu agressif.

En effet, l'effet d'absorption d'eau sur le comportement statique (traction) ou dynamique (vibration) des composites stratifiés est un domaine que beaucoup de chercheurs ont essayé de clarifier. Toutefois, l'analyse bibliographique montre qu'il existe peu de travaux sur l'effet d'absorption d'eau sur le comportement dynamique (flexion en fatigue et vibration) des matériaux sandwichs. Notre travail vise donc à apporter une contribution sur l'étude du comportement en statique, en fatigue et en vibration des matériaux sandwichs dans un milieu hydrique. C'est ainsi que le manuscrit est reparti en deux parties, la première est consacrée à la caractérisation expérimentale complète des matériaux sandwichs et leur constituants (la résine, les peaux et les âmes). La deuxième partie est consacrée à l'étude de l'absorption d'eau et de son effet sur le comportement statique (traction et flexion 3 points) et dynamique (fatigue et vibration) des composites ainsi que les matériaux sandwichs. L'influence des

séquences d'empilement des fibres et de la densité des âmes sur l'absorption d'eau des composites stratifiés et des matériaux sandwichs, respectivement, a été étudiée. Enfin, l'effet de la quantité d'eau absorbée par les composites stratifiés et les structures sandwichs sur leurs performances en statiques, en fatigue et en vibration est discuté.

***Les points clés de ce travail sont:***

- mise en œuvre des composites stratifiés unidirectionnels et croisés et trois types de structures sandwichs différenciées par la densité de l'âme ( $120, 200$  et  $250 \text{ kg m}^{-3}$ ),
- études expérimentales en traction statique de la résine et des composites stratifiés, en compression et cisaillement des âmes et en flexion 3-points en statique des matériaux sandwichs,
- études expérimentales en traction en fatigue des composites stratifiés, en compression en fatigue des âmes et en flexion 3 points en fatigue des matériaux sandwichs,
- identification et suivi des mécanismes d'endommagement des composites stratifiés et des sandwichs par émission acoustique,
- analyse modale expérimentale des vibrations avec excitation par impact pour étudier les vibrations des poutres de la résine, des composites stratifiés et sandwichs en configuration encastree/libre,
- analyse expérimentale de l'absorption d'eau de la résine, des composites stratifiés, des âmes et des matériaux sandwichs,
- analyse expérimentale de l'effet de l'absorption d'eau sur le comportement statique et fatigue en traction et vibratoire des composites stratifiés,
- utilisation de l'émission acoustique pour l'étude de l'effet de l'absorption de l'eau sur les mécanismes d'endommagement des composites stratifiés,
- analyse expérimentale de l'effet de l'absorption d'eau sur le comportement en statique, fatigue en flexion 3 points et en vibration des structures sandwichs.

**Première partie : comportement en statique et en  
dynamique des sandwichs et leurs constituants**

## Chapitre 2. Comportement en statique des sandwichs et leurs constituants

### Résumé

Ce chapitre est consacré à l'analyse du comportement mécanique en statique des matériaux sandwichs biosourcés et ses constituants (âmes en liège et peaux lin/greenpoxy).

Le chapitre expose dans un premier temps une présentation succincte de la fibre de lin et la résine greenpoxy suivie d'une caractérisation mécanique de la résine et l'analyse de l'effet de la séquence d'empilement sur le comportement mécanique en traction de ces matériaux. Ensuite, des essais de compression et de cisaillement sont menés sur les lièges de différentes densités. Une différence sur les caractéristiques mécaniques des lièges est observée. L'analyse microscopique a permis de mieux comprendre cette différence. Enfin, les essais de flexion trois-points en statique ont été réalisés sur des matériaux sandwichs. Les résultats obtenus ont permis de mettre en évidence l'influence de la densité des âmes en liège et de la distance entre appuis sur le comportement mécanique des matériaux sandwichs ainsi que leurs modes de rupture.

### 2.1. Introduction

Les composites à constituants naturels ont une rigidité spécifique comparable à celle des composites à fibres de verre [14,132-133]. C'est la raison principale de l'intérêt porté par plusieurs travaux de recherche sur l'étude de leurs propriétés mécaniques [134-140]. Parmi les fibres naturelles extraites des plantes, la fibre de lin est le premier choix en matière de performances structurelles [14]. Leur rigidité intrinsèque est considérée comme significativement plus petite que celles des fibres synthétisées traditionnelles, par exemple les fibres de verre et les fibres de carbone. Une stratégie bien connue pour améliorer la performance de la rigidité d'un stratifié monolithique consiste à l'assembler dans une structure sandwich en séparant les peaux de stratifié par un matériau léger généralement appelé âme [141]. Dans la perspective d'obtenir un matériau purement écologique, une possibilité intéressante est la combinaison de panneaux de liège agglomérés comme âme du sandwich, avec des peaux en fibres naturelles [127,142]. L'utilisation d'une âme en liège aggloméré comme matériau dans une structure sandwich, dont le développement est récent [143,144], a déjà démontré un certain nombre d'avantages : une bonne résistance au cisaillement ainsi que la rigidité [53,143], une bonne isolation thermique et acoustique [143,144], un bon amortissement des vibrations [143,145], une bonne résistance aux chocs [146,147], une bonne aptitude au drapage, une bonne compatibilité avec les résines thermodurcissables, telle que la résine greenpoxy. En outre, les agglomérats de liège ayant une granulométrie, une densité, une porosité et des liants de grains optimisés pour l'application des âmes dans les structures sandwichs sont maintenant disponibles sur le marché [148].

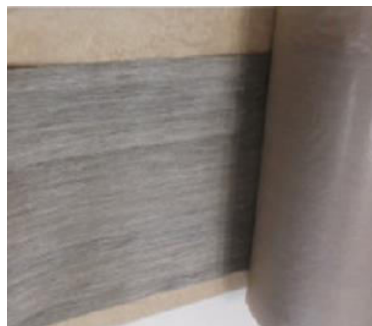
C'est dans ce contexte que ce chapitre porte sur le comportement en statique des sandwichs et leurs constituants. Il s'agit de mener une étude comparative en termes de propriétés mécaniques des matériaux sandwichs à fibres de lin et âmes en liège de différentes densités. Avant d'étudier le comportement en statique de ces matériaux sandwichs, la caractérisation de leurs constituants est nécessaire. Dans ce qui suit, nous présentons d'abord les peaux et leurs constituants de base (matrice et renfort). Ensuite, nous réalisons une caractérisation microscopique et statique sur la résine et les matériaux composites mis en œuvre. Aussi, nous présentons une étude approfondie sur la structure microscopique des âmes et leur caractérisation en compression et cisaillement. Enfin, nous faisons une analyse sur le comportement et les caractéristiques mécaniques (rigidité en flexion et en cisaillement, le module de cisaillement, les contraintes en traction des peaux et la contrainte en cisaillement des âmes) en flexion trois points des matériaux sandwichs.

## 2.2. Matériaux et mise en œuvre

### 2.2.1. Renfort

Le lin possède des caractéristiques écologiques exceptionnelles. C'est la raison pour laquelle cette fibre naturelle européenne se place de plus en plus sur les marchés industriels innovants. La France représente 65 % de la production de lin mondiale avec près de 97.000 hectares de lin cultivés le long de la Manche et une production estimée à plus de 115.780 tonnes pour 2017. Grâce à sa légèreté et sa résistance, la fibre de lin a les capacités de remplacer les fibres d'origine pétrolière pour la fabrication d'un grand nombre d'objets avec l'avantage d'être biosourcée et recyclable. Plusieurs entreprises européennes utilisent déjà ce matériau, travaillant avec des designers pour en faire des meubles ou des éléments de décoration en petite série mais aussi avec des industriels de l'automobile ou de l'aéronautique pour l'aménagement intérieur des habitacles.

En effet, le secteur industriel doit tenir compte du développement durable dans ses méthodes de production. Leurs bonnes propriétés mécaniques peuvent concurrencer de plus en plus les autres fibres synthétiques dans le secteur des composites. Dans cette optique, le renfort utilisé dans ce travail est constitué de rouleaux de tissus des fibres de lin unidirectionnel faisant 200g/m<sup>2</sup> de masse surfacique. Les fibres de lin (FLAXE TAPE) sont fournies par la société française LINEO et représentées dans la figure 2.1. Les propriétés mécaniques des fibres de lin sont données dans tableau 2.1.



**Figure 2.1.** Rouleau de fibres de lin.

**Tableau 2.1.** Propriétés mécaniques des fibres de lin. [149]

| $\rho$ (kg/m <sup>3</sup> ) | $E$ (GPa) | $\sigma_R$ (MPa) | $\epsilon_R$ (%) |
|-----------------------------|-----------|------------------|------------------|
| 1450-1550                   | 35-80     | 450-2200         | 1.35-3           |



### 2.2.2. Matrice

La matrice utilisée est une résine végétale SR greenpoxy 56. Elle est issue des dernières innovations de la chimie verte et produite avec une haute teneur en carbone d'origine végétale présentant une avancée technologique significative sur les points suivants : pureté, couleur, performance et garantie sur la disponibilité de tonnages industriels. La structure moléculaire de la SR greenpoxy 56 est d'origine végétale à près de 56 % (partiellement biosourcée). Cette teneur en carbone d'origine végétale est certifiée par des mesures du Carbone 14 par un laboratoire indépendant (ASTM D6866 ou XP CEN/TS 16640). De nombreux couplages de durcisseurs sont possibles avec la SR greenpoxy 56 pour répondre parfaitement aux besoins spécifiques d'utilisations. Dans ce travail, le choix est porté sur le durcisseur SD 506. La résine SR greenpoxy 56 peut être utilisée dans plusieurs types de procédés et dans des domaines d'applications très variés : stratification au contact (moule ou pièce industrielle), injection, enroulement filamentaire, presse à chaud ou à froid, petite coulée et le collage. La résine et le durcisseur sont produits et fournis par la société SICOMIN [150]. La structure chimique de la résine SR greenpoxy 56 est représentée dans la figure 2.2. Le Tableau 2.2 résume quelques propriétés de la résine SR greenpoxy 56 données par le fabricant. Les essais sont réalisés sur des éprouvettes de résine pure coulée, sans dégazage préalable entre des plaques en acier suivi d'un durcissement de 24h à 23 °C + 24h à 40 °C + 16h à 60 °C.

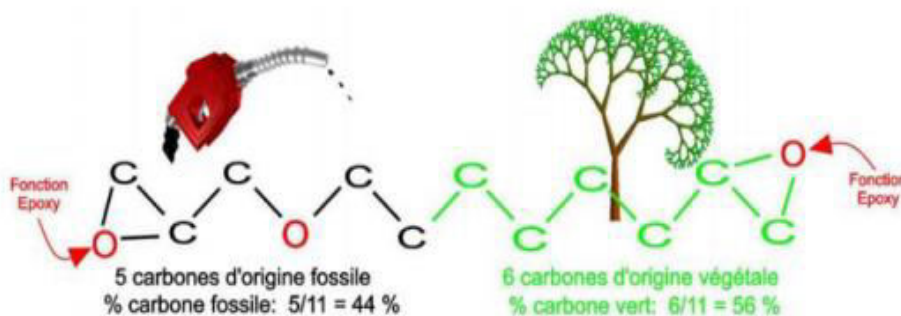


Figure 2.2. Représentation schématique d'une molécule de résine greenpoxy 56, [150].

Tableau 2.2. Propriétés de la résine SR greenpoxy 56 (fournies par le fabricant)

| Propriétés                              | Norme            |          |
|---|------------------|----------|
| Densité à 20 °C                         | ISO 2811-1       | 1.127    |
| Module de flexion                       | NF T51-001       | 2700 MPa |
| Contrainte en flexion maximale          | NF T51-001       | 95 MPa   |
| Module de traction                      | NF T51-034       | 2800 MPa |
| Résistance en traction                  | NF T51-034       | 67 MPa   |
| Allongement à la rupture                | NF T51-034       | 5,2%     |
| Température de transition vitreuse (Tg) | ISO 1135-2 :1999 | 84°C     |

### 2.2.3. Mise en œuvre des peaux

La mise en œuvre des peaux est réalisée par moulage sous vide, par la technique dite du "sac". Les différentes couches sont stratifiées et imprégnées à température ambiante (Fig. 2.3), puis moulées sous vide entre le moule et le contre moule après interposition de divers tissus de moulage. L'ensemble est mis dans une poche dans laquelle on fait un vide (dépression de 60 kPa) pendant 6 heures à température ambiante. La découpe des plaques sous forme d'éprouvettes est faite à l'aide d'une tronçonneuse à disque diamanté. Plusieurs configurations des composites ont été étudiées dans ce travail : les composites à fibres unidirectionnelles UD[0°] et UD[90°] dont les fibres sont orientées respectivement dans le sens longitudinal et transversal et les composites à fibres croisées [0/90]<sub>s</sub> et [+45/-45]<sub>s</sub>. La fabrication des plaques a été faite moyennant 4 plis de fibres de lin de dimensions 40cmx40cm. Les plaques obtenues ont une épaisseur nominale de 2,2 mm et un taux de fibre de 25.6% pour une porosité de 7,59%. Les équations (2.1) et (2.2) ci-dessous ont été utilisées pour déterminer respectivement le taux de fibre et la porosité dans les plaques.

$$v^f = \frac{1}{1 + \left(\frac{m_c - m_f}{m_f}\right) \left(\frac{\rho_f}{\rho_m}\right)} \quad (2.1)$$

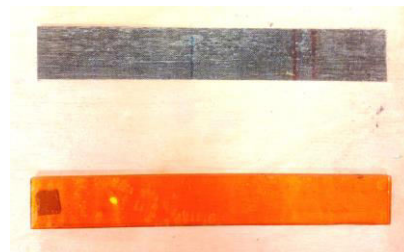
$$v^p = 1 - \frac{m_c}{Lle\rho_m} + \frac{n\sigma^f}{e} \left(\frac{1}{\rho_m} - \frac{1}{\rho_f}\right) \quad (2.2)$$

Où  $m_c$  est la masse de la plaque ;  $L$ ,  $l$  et  $e$  sont les dimensions de la plaque ;  $\rho_m = 1540 \text{ kg.m}^{-3}$  et  $\rho_f = 1061 \text{ kg.m}^{-3}$  sont respectivement la masse volumique de la matrice et des fibres sèches ;  $\sigma^f = 200 \text{ g.m}^{-2}$  est la densité surfacique du tissu sec ;  $m_f$  est la masse des fibres et  $n$  est le nombre de plis.

Les éprouvettes en résine SR grenpoxy 56 et le durcisseur SD 506 ont été obtenues à partir des plaques en coulant le mélange dans des moules rectangulaires en aluminium. Par la suite, elles ont été découpées au moyen d'une tronçonneuse à eau et à disque diamanté.



(a)



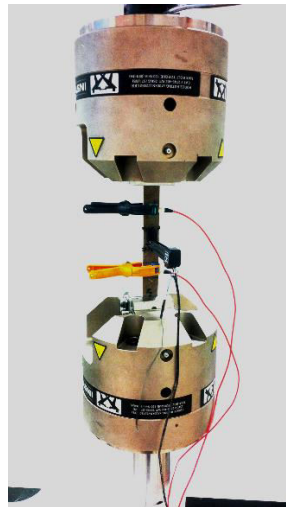
(b)

**Figure 2.3.** Mise en œuvre des composites : a) processus de la stratification manuelle et b) les éprouvettes.

## 2.3. Analyse du comportement mécanique des peaux

### 2.3.1. Protocole d'essai de traction

Les essais de traction sur les éprouvettes de résine coulée (matrice) et des composites lin/greenpoxy ont été effectués sur une machine universelle de type INSTRON modèle 8801 avec une cellule de charge 10 kN et une vitesse de déplacement de 1 mm/min selon la norme ASTM D3039. La déformation a été mesurée à l'aide d'un extensomètre dont la base est de 25 mm (Fig. 2.4). Les éprouvettes de traction sont également instrumentées par 2 capteurs piézoélectriques de type Micro-80, de bande passante 100 kHz –1 MHz et de 10 mm de diamètre, collés sur la surface des éprouvettes avec une graisse silicone. Ces capteurs ont pour rôle de détecter les signaux d'émission acoustique (EA) émis par le matériau au cours de l'essai. Les résultats de l'analyse par EA seront présentés en détails dans le chapitre VI. Pour chaque type de matériau, au moins cinq éprouvettes de dimensions 250x20x3.2 (mm) pour la résine et 250x20x2.2 (mm) pour les composites lin/greenpoxy ont été testées. Les valeurs du module d'élasticité, le coefficient de poisson, de la contrainte maximale et de la déformation à la rupture sont déterminées pour chaque éprouvette.



*Figure 2.4. Dispositif expérimental d'essai de traction.*

### 2.3.2. Caractérisation mécanique de la résine greenpoxy

La figure 2.5 présente la courbe contrainte/déformation déduite des essais de traction de la résine.

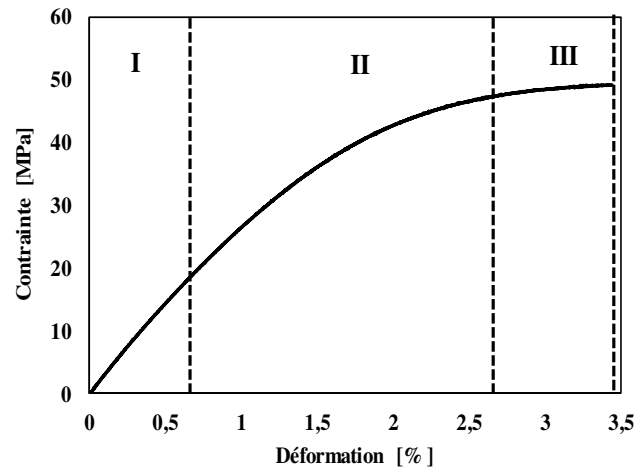


Figure 2.5. Courbes contrainte/déformation de la résine greenpoxy.

D'une manière générale, la résine greenpoxy présente un comportement caractérisé par trois phases distinctes de la courbe :

- ✓ Phase I : la contrainte varie de manière purement linéaire en fonction de la déformation jusqu'à un seuil défini par la limite d'élasticité, avec une valeur de la contrainte de l'ordre de 20 MPa. Cette zone linéaire permet de déterminer les caractéristiques élastiques de la matrice greenpoxy.
- ✓ Phase II : cette partie, non-linéaire et croissante, correspond à l'initiation et la propagation rapide des microfissures suite à la nature fragile de la résine, avec une contrainte maximale d'environ 48 MPa. Elle représente environ 75% du comportement global de la résine.
- ✓ Phase III : cette partie, quasi constante, correspond à l'allongement de la résine à faible variation des contraintes (48 à 50 MPa) jusqu'à la rupture.

Connaissant le module d'Young et le coefficient de poisson de la résine considérée comme un matériau isotrope, son module de cisaillement  $G$  peut être déterminé par l'équation (2.3) :

$$G = \frac{E}{2(1+\nu)} \quad (2.3)$$

Les propriétés mécaniques de la matrice sont résumées dans le tableau 2.3.

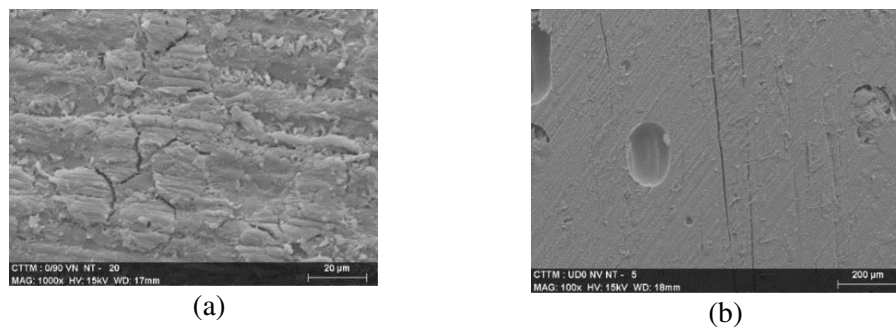
Tableau 2.3. Caractéristiques mécaniques de la résine greenpoxy.

|           | $E$ (GPa) |       | $G$ (GPa) |       | $\nu$ (-) |       | $\sigma_R$ (MPa) |       | $\varepsilon_R$ (%) |       |
|-----------|-----------|-------|-----------|-------|-----------|-------|------------------|-------|---------------------|-------|
|           | Moy.      | Ecar. | Moy.      | Ecar. | Moy.      | Ecar. | Moy.             | Ecar. | Moy.                | Ecar. |
| Greenpoxy | 3,15      | 0,12  | 1,4       | 0,12  | 0,4       | 0,01  | 50               | 3,7   | 3,44                | 0,25  |

### 2.3.3. Caractérisation mécanique des peaux

#### 2.3.3.1. Étude microscopique

L'observation microscopique consiste à analyser les images obtenues au microscope électronique à balayage (MEB). La figure 2.6 présente les photographies réalisées sur les sections transversales des échantillons de 1cmx1cm. Les agrandissements de 1000x et 100x ont été effectués pour mettre en évidence la présence des micro-défauts induits lors du procédé de mise en œuvre. Par exemple dans la figure 2.6.a, nous observons la présence des défauts d'interface entre la matrice et les fibres d'un faisceau. Ces défauts sont dus, dans la plupart de cas, à la stratification manuelle. La porosité est l'un des défauts couramment rencontré dans les composites. La figure 2.6.b met en évidence la présence des porosités dans la matrice obtenue par moulage.



*Figure 2.6. Observations microscopiques d'un échantillon sain : a) observations des fibres, matrice et décohésions fibre/matrice et b) observation des porosités.*

#### 2.3.3.2. Analyse du comportement mécanique des composites

Les courbes contrainte/déformation des composites unidirectionnels et croisés lin/greenpoxy sont illustrées sur la figure 2.7. Le comportement mécanique des matériaux composites UD[0°] et [0/90]<sub>s</sub> laisse apparaître trois parties distinctes : deux parties linéaires séparées par un domaine non linéaire (coude). Ce type de comportement est propre aux composites renforcés par des fibres végétales et est obtenu par de nombreux chercheurs [151-157]. La première partie linéaire traduit le domaine élastique à partir de laquelle on a pu déterminer les modules d'Young. La deuxième partie est interprétée comme la combinaison de micro-endommagements et d'une déformation visco-élasto-plastique de ce type des matériaux [157]. Elle est également attribuée à l'endommagement de la matrice [139] et à la réorientation des microfibrilles dans la fibre de lin [20]. La dernière partie linéaire, qui s'étend jusqu'à la rupture, correspond à la réponse élastique de la fibre dans sa nouvelle organisation micro-fibrillaire [152]. Le comportement des stratifiés [90] et [+45/-45] se caractérise par une

partie élastique très courte suivie d'une seconde non linéaire jusqu'à la rupture. La déformation à la rupture du stratifié dont les fibres sont orientées à 90° est très faible par rapport aux autres stratifiés.

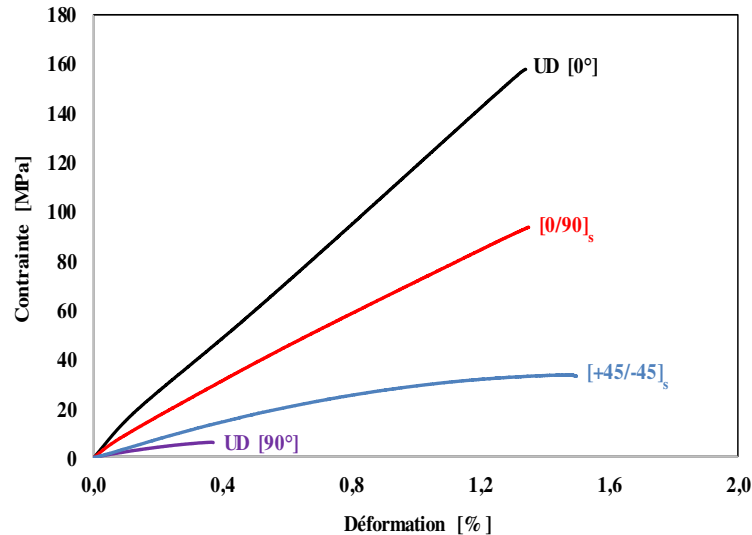


Figure 2.7. Courbes contrainte/déformation des composites unidirectionnels et croisés lin/greenpoxy.

Les propriétés mécaniques en traction des matériaux composites ont été mesurées dans le domaine élastique linéaire initial et résumés dans le tableau 2.4. Le module de cisaillement  $G_{LT}$  est déduit des tests effectués sur des échantillons  $[+45/-45]_s$  en utilisant l'équation (2.4).

$$\frac{1}{G_{LT}} = \frac{4}{E_{45}} + \frac{1}{E_T} - \frac{1}{E_L} + 2 \frac{\nu_{LT}}{E_L} \quad (2.4)$$

Où,  $E_{+/-45}$ ,  $E_L$  et  $E_T$  sont les modules d'Young des composites orientés respectivement à 45°, 0° et 90° par rapport à la direction de la traction.

Tableau 2.4. Propriétés mécaniques des composites lin/greenpoxy.

| Grandeur | $E_L$ (GPa) | $E_T$ (GPa) | $E_{+/-45}$ (GPa) | $G_{LT}$ (GPa) | $\nu_{LT}$ | $\sigma_L$ (MPa) | $\sigma_T$ (MPa) | $\sigma_{+/-45}$ (MPa) |
|----------|-------------|-------------|-------------------|----------------|------------|------------------|------------------|------------------------|
| Moyenne  | 17,5        | 2,65        | 3,9               | 1,04           | 0,41       | 168,75           | 6                | 40                     |
| Éct type | 1,31        | 0,15        | 0,20              | 0,17           | 0,01       | 13,8             | 0,33             | 4,3                    |

## 2.4. Caractérisation en statique des âmes

### 2.4.1. Étude microscopique

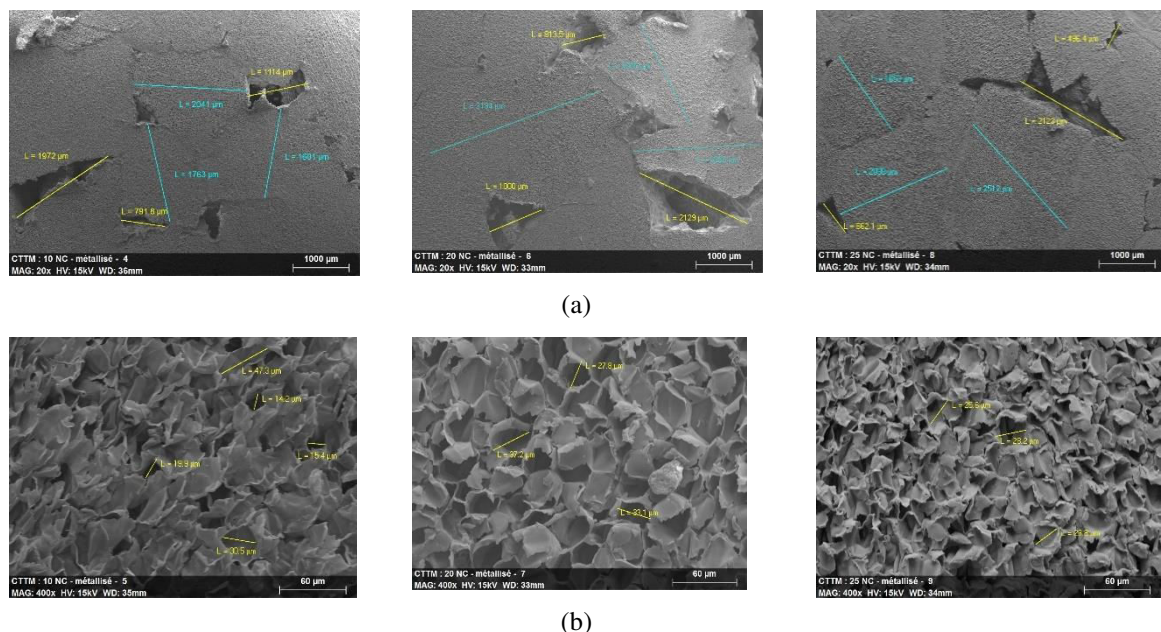
Le liège est l'une des matières premières naturelles les plus polyvalentes. C'est un matériau léger, élastique, flexible, imperméable aux gaz ou aux liquides, isolant électrique impérissable et de bonne qualité, ainsi qu'un isolant thermique, acoustique et vibratoire [158]. En tant que matériau poreux et cellulaire, ses propriétés uniques proviennent de sa

structure à cellules fermées (Fig. 2.8). En conséquence, la composition de liège est faite de grains qui ont été assemblés en utilisant différents agents liants synthétiques ou naturels (habituellement des résines uréthannes, mélaminiques et phénoliques). Les grains à taille et masse volumique spécifiques sont placés dans un dispositif de mélange pour un dosage donné. Un mélange de grains de liège et de colle et/ou d'autres additifs sont placés dans un moule (généralement métallique et de forme parallélépipédique ou cylindrique pour rouleaux) fermé et chauffé à 120°C pendant 4 à 22 heures, afin de produire un bloc qui lors du refroidissement (ou non) est ensuite découpé en feuilles. En utilisant divers liants et additifs chimiques, il est possible d'adapter les caractéristiques du liège telles que sa densité, la taille des cellules, l'épaisseur, etc, pour une utilisation appropriée.

Les âmes étudiées dans le cadre de ce travail sont des lièges agglomérés fournis par la société AMORIM [159] dans des panneaux d'épaisseur 20 mm. Trois lièges de densités 120, 200 et 250 kg/m<sup>3</sup> nommés respectivement NL10, NL20 et NL25 sont considérés.

La morphologie et la structure de l'agglomérat de liège ont été d'abord examinées avant un essai de compression. Les figures 2.8.a et 2.8.b montrent les images obtenues au microscope électronique à balayage (MEB) d'agglomérat de liège avant essai de compression.

**Figure 2.8.** Observations microscopiques des faciès des lièges NL10, NL20 et NL25 avant compression :



a) observation des porosités et taille des grains et b) observation des cellules intra-granulaires.

L'analyse microscopique des lièges montre que les structures macroscopiques et microscopiques des trois matériaux sont similaires. D'après les mesures faites pendant la

prise d'image, la taille de grains varie de 2041 à 1601  $\mu\text{m}$ , 2512 $\mu\text{m}$  à 1653 $\mu\text{m}$  et de 3194 à 3005  $\mu\text{m}$  respectivement pour les lièges NL10, NL20 et NL25. De même que la taille des porosités inter-granulaires varie de 2129 à 813 $\mu\text{m}$ , de 1872 à 791  $\mu\text{m}$  et de 2121 à 496  $\mu\text{m}$  respectivement pour les lièges NL10, NL20 et NL25. Quant à la taille des pores intra-granulaire, elle varie de 48 à 14  $\mu\text{m}$ , de 37 à 27  $\mu\text{m}$  et 28 à 23  $\mu\text{m}$  respectivement pour les lièges NL10, NL20 et NL25. Le tableau 2.5 donne les principales grandeurs caractéristiques des différentes âmes en liège.

**Tableau 2.5.** Les principales grandeurs caractéristiques des différents âmes en liège. [159]

| Propriétés                  | Unités            | NL10  | NL20  | NL25  |
|-----------------------------|-------------------|-------|-------|-------|
| Densité                     | kg/m <sup>3</sup> | 120   | 200   | 250   |
| Résistance à la compression | MPa               | 0,3   | 0,5   | 0,6   |
| Module de compression       | MPa               | 5,1   | 6,0   | 6,9   |
| Résistance à la traction    | MPa               | 0,6   | 0,7   | 0,7   |
| Résistance au cisaillement  | MPa               | 0,9   | 0,9   | 1,0   |
| Module de cisaillement      | MPa               | 5,9   | 5,9   | 6,0   |
| Conductivité thermique      | W/mK              | 0,042 | 0,044 | 0,046 |
| Facteur de perte (à 1 KHz)  | -                 | 0,022 | 0,043 | 0,062 |

## 2.4.2. Étude du comportement en statique des âmes

### 2.4.2.1. Comportement en compression

La rigidité en flexion d'un matériau sandwich dépend de la distance entre les peaux et lors de l'application des charges, cette distance doit être maintenue pour conserver une bonne rigidité en flexion. Par ailleurs, sous l'effet de la charge localisée, le matériau sandwich est soumis à des poinçonnements localisés. Ainsi le comportement en compression dans l'épaisseur des âmes joue un rôle important pour conserver au matériau sandwich de bonnes propriétés pour des charges élevées. C'est pourquoi des essais de compression des lièges NL10, NL20 et NL25 ont été effectués sur des éprouvettes à base carrée de section 50mm×50mm, suivant la norme ASTM C365-57 avec une vitesse d'essai de 1 mm/min dans le but d'examiner leur comportement en compression. Cinq éprouvettes au moins ont été testées pour chaque type de liège. Les essais ont été effectués sur une machine hydraulique universelle type INSTRON modèle 8801 avec une cellule de charge 10 kN, dont le pilotage et l'acquisition des données se font par ordinateur. La déformation des lièges suivant leur épaisseur est mesurée à l'aide d'un capteur de déplacement fixé entre les plateaux de compression (Fig. 2.9).





**Figure 2.9.** Dispositif d'essai de compression.

La figure 2.10 donne les courbes typiques des contrainte/déformation en compression des lièges NL10, NL20 et NL25. Cette figure montre que le comportement en compression des trois lièges est identique et similaire à celui de l'étude effectuée dans d'autres travaux de recherche [46 ; 160, 161]. Il ressort une phase élastique jusqu'à environ 6,4%, 6,06%, 5,98%, de déformation pour NL10, NL20 et NL25, respectivement, correspondant à des valeurs de contrainte de 0,28 MPa, 0,38 MPa et 0,68 MPa, suivies d'un palier prolongé à contrainte constante qui s'explique par le fait que les grains atteignent la charge maximale de leur micro-flambement constaté aussi dans les travaux de [46 ; 162,163], et enfin une reprise de rigidité (densification) du matériau qui conduit à une augmentation de la contrainte pour une déformation supérieure à 60%. La fin du plateau est caractérisée par des valeurs de déformation d'environ 55,26%, 47,9% et 46,9% respectivement pour NL10, NL20 et NL25, correspondant à des valeurs de contrainte de 0,78 MPa, 1,15 MPa et 2,16 MPa respectivement. En effet, à partir de cette déformation, les grains sont écrasés et l'air emprisonné dans les pores inter-granulaires et les microcellules (pores intra granulaires) est complètement évacué, ce qui rigidifie le matériau. Lorsque les grains sont complètement écrasés, la rigidité du matériau est proche de celle du tout autre matériau ordinaire (Fig. 2.10).

La morphologie et la structure des lièges ont été examinées après essai de compression (Fig. 2.11) et comparées à celles d'avant essai de compression (Fig. 2.8). Les figures 2.11.a et 2.11.b montrent les images obtenues au microscope électronique à balayage (MEB) des lièges après compression. L'analyse microscopique des lièges après compression montre que les structures macroscopiques et microscopiques des trois matériaux sont semblables

entre elles et présentent quelques déformations au niveau de granulats, des porosités et de cellules intra-granulaires par rapport aux mêmes matériaux avant l'essai de compression.

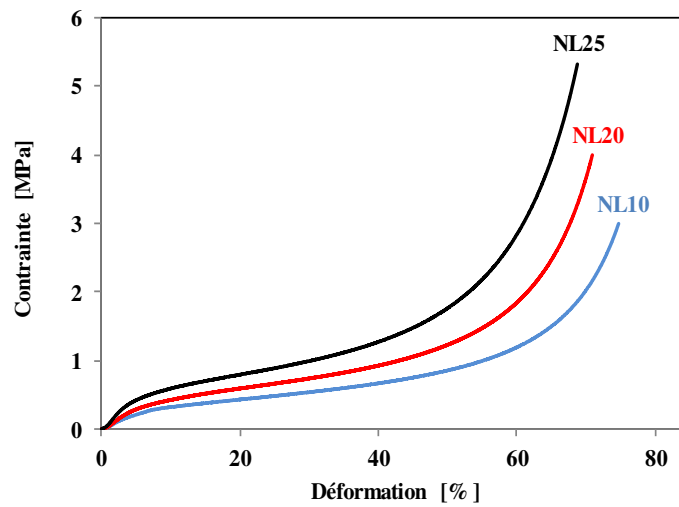


Figure 2.10. Courbes contrainte/déformation déduites des essais de compression des lièges NL10, NL20 et NL25.

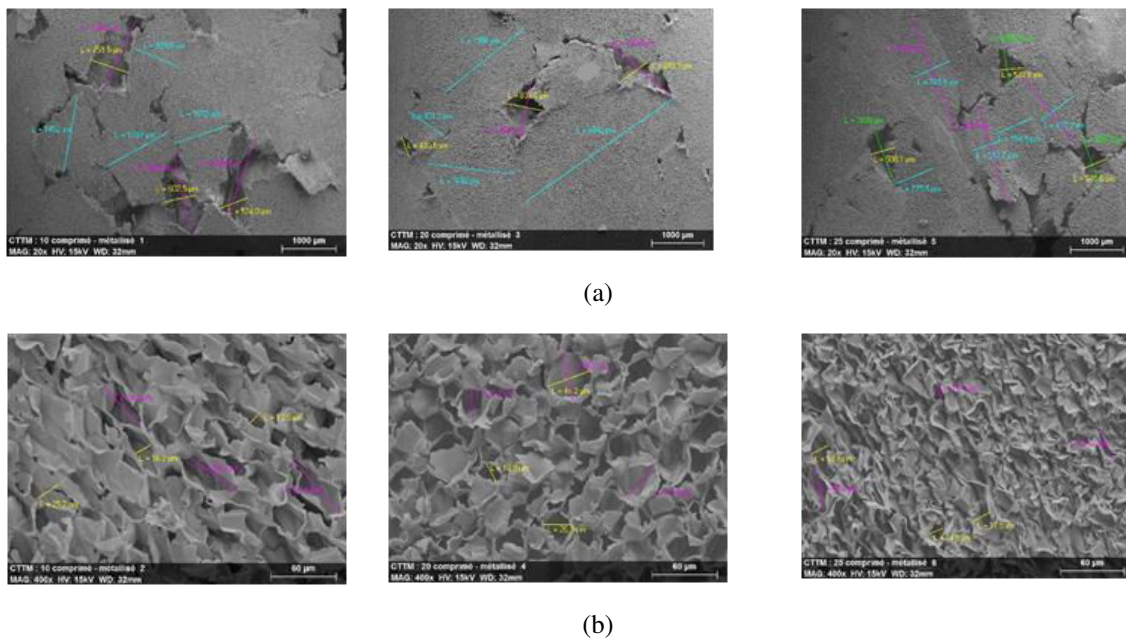


Figure 2.11. Observations microscopiques des faciès des lièges NL10, NL20 et NL25 après compression :  
 a) observation des porosités et taille des grains et b) observation des cellules intra-granulaires.

D'après les mesures faites pendant la prise d'image, la taille de granulats varie de  $\mu\text{m}$  de 1956 à 831  $\mu\text{m}$ , 1452 à 928 et de 812 à 563  $\mu\text{m}$  respectivement pour les lièges NL10, NL20 et NL25. De même que la taille des pores varie de 833 à 420  $\mu\text{m}$ , de 751 à 574  $\mu\text{m}$  et de 531 à 508  $\mu\text{m}$  respectivement pour les lièges NL10, NL20 et NL25. Quant à la taille de

cellules intra granulaires, elle varie de 41 à 18  $\mu\text{m}$ , de 25 à 13  $\mu\text{m}$ , et 18 à 14  $\mu\text{m}$  respectivement pour les lièges NL10, NL20 et NL25.

Les caractéristiques mécaniques déduites des essais de compression dans le plan perpendiculaire des échantillons des lièges (NL10, NL20 et NL25) sont résumées dans le tableau 2.6. Il ressort de ce tableau que le module de compression augmente légèrement avec la densité. Les valeurs sont de l'ordre de 5,52 MPa, 6,92 MPa et 7,34 MPa, respectivement pour les lièges NL10, NL20 et NL25. L'augmentation du module est principalement liée à la taille de grain permettant aux plus petits grains de remplir les pores qui se trouvent entre les plus grands. Cependant, la résistance à la compression diminue légèrement lorsque la densité diminue.

*Tableau 2.6. Caractéristiques mécaniques en compression des lièges NL10, NL20 et NL25.*

| Lièges | $E_C$ (MPa) |            | $\sigma_M$ (MPa) |            |
|--------|-------------|------------|------------------|------------|
|        | Moyenne     | Ecart type | Moyenne          | Ecart type |
| NL10   | 5,52        | 0,09       | 0,28             | 0,01       |
| NL20   | 6,92        | 0,21       | 0,38             | 0,03       |
| NL25   | 7,34        | 0,48       | 0,68             | 0,01       |

#### 2.4.2.2. Comportement en cisaillement

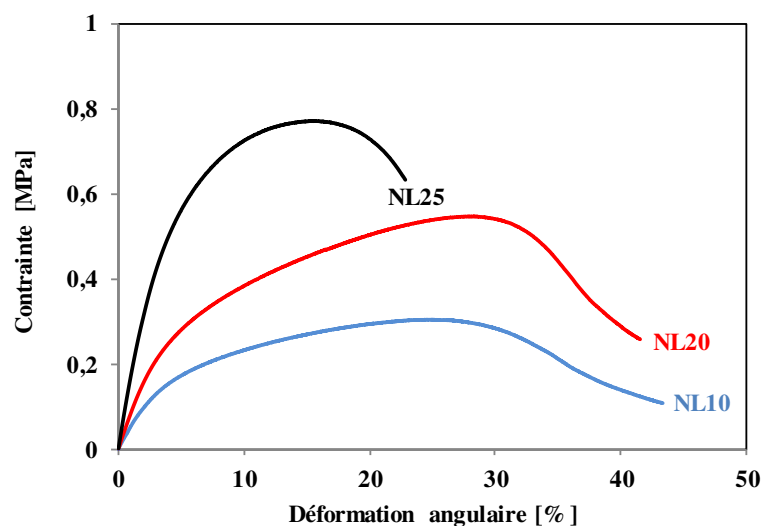
La méthode d'essai de cisaillement utilise les lignes directrices de la norme ASTM C 273 qui permettent la détermination des propriétés de cisaillement des structures sandwiches. L'essai consiste à soumettre une éprouvette des dimensions 250x50x20 (mm) à un effort de cisaillement transmis par l'intermédiaire du support métallique indéformable collé sur les semelles de l'éprouvette avec la résine SR greenpoxy 56.



*Figure 2.12. Dispositif d'essai de cisaillement.*

L'échantillon est fixé aux mors mécaniques de la machine grâce aux deux supports métalliques indéformables. La vitesse de déplacement du mors mobile est de 1 mm/min. Le déplacement ou la déformation sont mesurés par l'intermédiaire d'un capteur de déplacement (LVDT). La figure 2.12 montre le montage réalisé pour effectuer les essais de cisaillement. Cinq éprouvettes au moins ont été testées pour chaque matériau.

La figure 2.13 montre les courbes contrainte/déformation en cisaillement déduites des essais statiques sur les lièges NL10, NL20 et NL25. Les courbes contrainte/déformation des trois lièges sont similaires et présentent trois phases : une phase initiale, où le comportement est principalement élastique et la distorsion (déformation angulaire) atteint 1,3%, 1,5% et 1,7% respectivement pour NL10, NL20 et NL25 où la première fissure apparaît à l'extrémité de l'âme. Ensuite une deuxième phase correspondant à une déformation plastique et faisant place à la progression de la fissure à travers le centre de l'âme atteignant la contrainte en cisaillement maximale, où la rupture se produit. Enfin la troisième phase qui apparaît juste après ce point (cisaillement maximal) dans laquelle la propagation de la fissure est plus rapide, la contrainte en cisaillement commence à diminuer et tend vers sa valeur minimale jusqu'à la séparation complète de l'âme de son support métallique. Lors de l'analyse des mécanismes de rupture, la majorité des modes de rupture obtenus se font dans les âmes (Fig. 2. 14). La rupture était essentiellement entre grains comme cela a été vérifiée par Pinto et al. [168], Lopes et al. [169] et Silva et al. [170].



**Figure 2.13.** Courbes contrainte/déformation déduites des essais de cisaillement pour les lièges NL10, NL20 et NL25.

Sont montrées dans le tableau 2.6 les valeurs moyennes des propriétés mécaniques en cisaillement des lièges NL10, NL20 et NL25. Les résultats montrent que le liège NL25

présente une résistance au cisaillement plus élevée que les lièges NL10 et NL20, en raison de sa densité supérieure et la taille de ses grains. Cette situation peut être provoquée par les types de porosité et de l'adhésif utilisé dans le processus d'agglutination des différents agglomérats de liège. Les valeurs des modules de cisaillement sont de 7,3 MPa, 9,1 MPa et 11,1 MPa respectivement.

*Tableau 2.7 : les valeurs moyennes des propriétés mécaniques en cisaillement des lièges NL10, NL20 et NL25.*

| Lièges | $G$ (MPa) |            | $\tau_m$ (MPa) |            | $\epsilon_R$ (%) |            |
|--------|-----------|------------|----------------|------------|------------------|------------|
|        | Moyenne   | Ecart type | Moyenne        | Ecart type | Moyenne          | Ecart type |
| NL10   | 7,3       | 1,05       | 0,37           | 0,03       | 25               | 0,021      |
| NL20   | 9,1       | 0,59       | 0,50           | 0,01       | 28               | 0,19       |
| NL25   | 11,1      | 1,13       | 0,76           | 0,002      | 16               | 0,01       |



*Figure 2.14. Exemple de rupture en cisaillement des âmes.*

## 2.5. Évaluation des performances en statique des matériaux sandwichs

### 2.5.1. Mise en œuvre

Les matériaux sandwichs étudiés dans ce travail sont mis en œuvre en utilisant comme âme des lièges agglomérés (NL10, NL20 et NL25) et des peaux stratifiées en fibres de lin avec une séquence d'empilement de  $[0/90]_s$  et la résine SR greenpoxy 56 avec le durcisseur SR 506. L'élaboration est effectuée en une seule étape : la polymérisation de la résine contenant les fibres constituant les peaux et l'adhésion peaux-âme se font en même temps. La mise en œuvre des sandwichs est réalisée par moulage sous vide, par la technique dite du "sac". Trois types de matériaux sandwichs différenciés par la masse volumique de leur âme ont été élaborés : SNL10, SNL20 et SNL25

### 2.5.2. Procédure expérimentale

Dans le but d'évaluer le comportement en flexion des matériaux sandwichs étudiés, nous avons effectué des essais de flexion trois points pour diverses valeurs de la distance entre appuis variant de 150 à 400 mm, ce qui permet de déterminer les caractéristiques mécaniques des matériaux sandwichs SNL10, SNL20 et SNL25. Les éprouvettes ont pour épaisseur 25 mm et une largeur de 50 mm et plusieurs longueurs ont été considérées. Les essais ont été réalisés, selon la norme ASTM D790-68, sur une machine hydraulique standard INSTRON 8801 équipée d'une cellule de charge d'une capacité de 10 kN et d'un capteur LVDT pour la mesure du déplacement (Fig. 2.15) Le pilotage et l'acquisition se font par ordinateur. La vitesse est maintenue à 5 mm/min tout au long de l'essai.



Figure 2.15. Dispositif expérimental de la flexion trois-points.

### 2.5.3. Éléments théoriques

Considérons la poutre sandwich illustrée en figure 2.16 ci-dessous, soumise à une charge éventuellement répartie  $q(x)$ , à des efforts  $T_x$  et  $N_x$  ainsi qu'à un moment  $M_x$ .

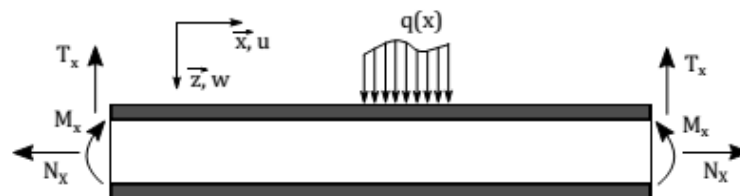


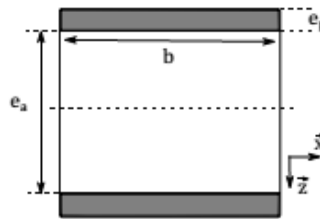
Figure 2.16. Exemples de sollicitations mécaniques d'une poutre sandwich.

Notons  $u$  et  $w$  les déplacements selon  $x$  et  $z$ , les déformations s'écrivent :

$$\epsilon_x = \frac{\partial u}{\partial x} \quad (2.5.a)$$

$$\gamma_{xz} = \frac{\partial u}{\partial z} + \frac{\partial w}{\partial x} \quad (2.5.b)$$

Dans le cas d'une structure sollicitée en flexion, il est possible d'exprimer la rigidité en flexion  $D$  d'une poutre sandwich dont les paramètres de la section sont présentés en figure 2.17.



**Figure 2.17.** Paramètres géométriques de la section d'une poutre sandwich.

En considérant une structure symétrique, avec  $E_p$  et  $E_a$  les modules d'Young respectivement des peaux et de l'âme on peut écrire :

$$D = \iint E z^2 dx dz = \frac{E_p b e_p^3}{6} + \frac{E_a b e_a^3}{12} + \frac{E_p b e_p d^2}{2} \quad (2.6)$$

D'autre part, les rigidités équivalentes en flexion ( $D$ ) et en cisaillement ( $N$ ) d'une structure sandwich sont données par (Eq. (2.7))

$$\frac{w}{Pd} = \frac{d^2}{48D} + \frac{1}{4N} \quad (2.7)$$

Où  $\frac{w}{p}$  est l'inverse de la pente de la courbe charge/déplacement (mm/N), et  $d$  est la distance entre appuis (mm)

Ainsi, en faisant varier la distance entre appuis  $d$ , le tracé de  $(w/Pd)$  en fonction de  $d^2$  permet d'obtenir une droite dont la pente et l'ordonnée à l'origine permettent de déterminer respectivement les rigidités équivalentes en flexion ( $D$ ) et en cisaillement ( $N$ ).

La détermination de la rigidité en cisaillement permet de calculer le module de cisaillement des différentes âmes en liège en utilisant l'équation (2.8) suivante :

$$G_a = N \frac{4e_a}{(h+e_a)^2 b} \quad (2.8)$$

où  $N$  est la rigidité en cisaillement (N),  $e_a$  est l'épaisseur des âmes (mm),  $h$  est la hauteur du sandwich (mm) et  $b$  est la largeur du sandwich (mm).

De même, on peut calculer la contrainte à la rupture par cisaillement de l'âme et la contrainte à la rupture par compression de la peau supérieure respectivement par les équations (2.9.a) et (2.9.b) :

$$\tau_a = \frac{P}{b(h+e_a)} \quad (2.9.a)$$

$$\sigma_p = \frac{Pd}{2be_p(h+e_a)} \quad (2.9.b)$$

où  $P$  est la charge à la rupture.

#### 2.5.4. Résultats expérimentaux

Dans la figure 2.18, nous avons reporté les courbes charge/déplacement en flexion 3 points des trois types de matériau sandwich (SNL10, SNL20 et SNL25) pour différentes distances entre appuis.

Nous remarquons sur la figure 2.18 que le comportement en flexion des sandwichs SNL10, SNL20 et SNL25 est similaire. Il se décompose en 3 phases principales : une première phase correspondant à une augmentation linéaire de la charge appliquée avec le déplacement, suivie d'une seconde phase où le comportement est non linéaire et où la charge maximale est atteinte, et enfin une diminution de la charge dans la dernière partie jusqu'à la rupture de l'échantillon. D'une manière générale, les caractéristiques mécaniques augmentent avec la densité. Les résultats ont montré que le matériau sandwich SNL25 avec une âme  $250 \text{ kg/m}^3$  est plus rigide que les matériaux sandwichs SLN10 et SNL20.

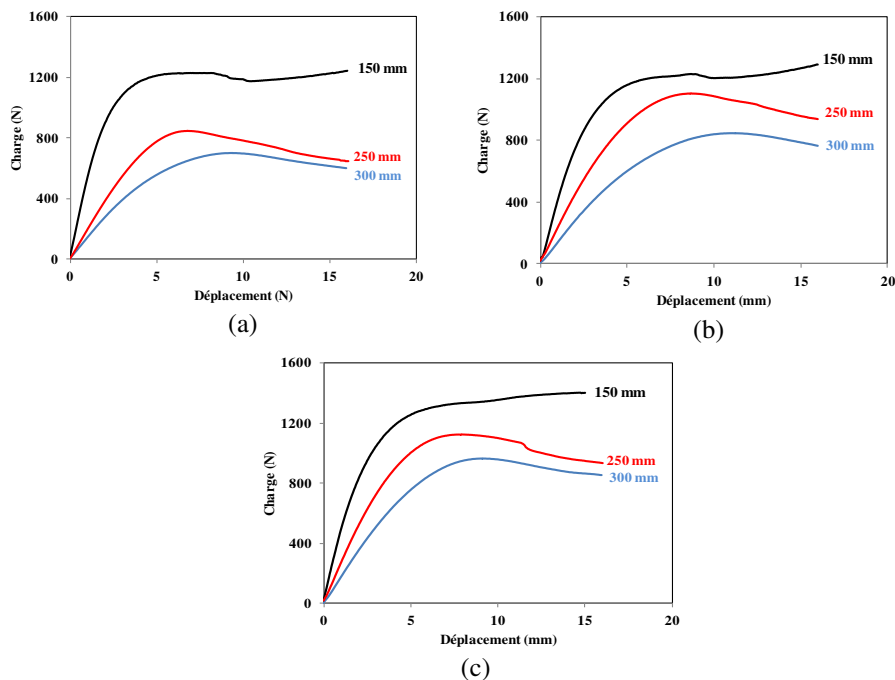


Figure 2.18. Courbes charge/déplacement pour différentes distances entre appuis des matériaux sandwichs:

a) SNL10, b) SNL20 et c) SNL25.



D'autre part, l'évolution des rapports  $W/(Pd)$  en fonction de  $d^2$  est présentée en figure 2.19. Il est à noter que la densité joue un rôle important dans le comportement mécanique des matériaux sandwichs, les points expérimentaux de chaque sandwich sont séparés et alignés. Ces points sont interpolés par une fonction linéaire conformément à l'équation (Eq. 2.7), les pentes et ordonnées à l'origine de ces droites permettent alors de déterminer les rigidités équivalentes en flexion et en cisaillement.

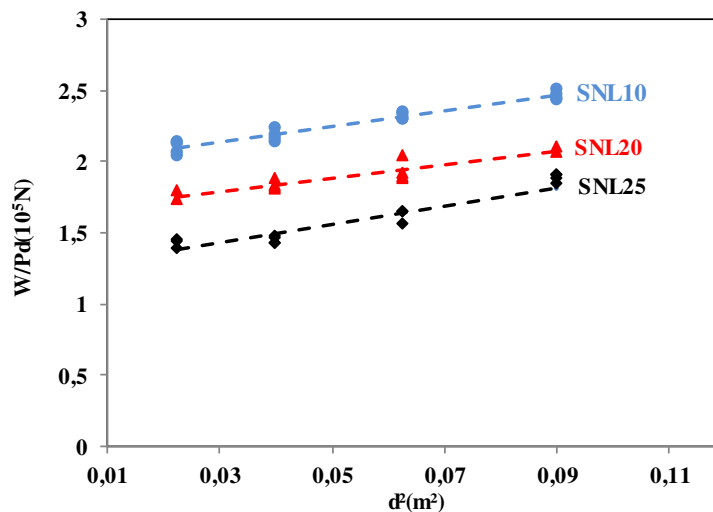


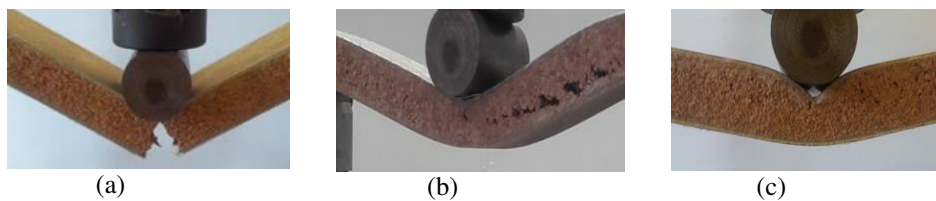
Figure 2.19. Évolution du rapport  $W/(Pd)$  en fonction du carré de la distance entre appuis pour les matériaux sandwichs SNL10, SNL20 et SNL25.

Le tableau 2.8 récapitule les valeurs correspondantes de la contrainte en flexion dans les peaux ( $\sigma_p$ ), la rigidité en flexion ( $D$ ), la rigidité en cisaillement ( $N$ ), le module de cisaillement de l'âme ( $G_a$ ) et la contrainte en cisaillement de l'âme ( $\tau_a$ ) obtenues à partir des équations (2,7 à 2,9). Il ressort du tableau 2.8 que les valeurs maximales des contraintes en cisaillement, du module de cisaillement et de la rigidité en cisaillement des âmes du matériau sandwich SNL25 sont respectivement de 0,45 MPa, 18,4 MPa, 22 kN. Soit un écart de 33%, 40% et 44% respectivement par rapport aux matériaux sandwichs SNL10 et SNL20. Cette différence peut être attribuée à la différence entre la taille des grains constituant les différentes âmes en liège étudiées.

Tableau 2.8. Les valeurs moyennes des propriétés mécaniques en flexion 3 points des sandwichs.

| Sandwichs | $D$ ( $10^6 \cdot N \cdot mm^2$ ) |       | $N$ (kN) |       | $G_a$ (MPa) |       | $\tau_a$ (MPa) |       | $\sigma_p$ (MPa) |       |
|-----------|-----------------------------------|-------|----------|-------|-------------|-------|----------------|-------|------------------|-------|
|           | Moy.                              | Ecar. | Moy.     | Ecar. | Moy.        | Ecar. | Moy.           | Ecar. | Moy.             | Ecar. |
| SNL10     | 380                               | 35,6  | 13       | 1,80  | 10,7        | 1,27  | 0,30           | 0,03  | 20               | 3,25  |
| SNL20     | 370                               | 27,3  | 15       | 0,45  | 12,8        | 1,12  | 0,32           | 0,025 | 24               | 2,75  |
| SNL25     | 235                               | 15,8  | 22       | 1,50  | 18,4        | 1,08  | 0,45           | 0,01  | 27               | 1,41  |

Pendant les essais, trois modes de rupture ont été observés : la rupture complète des matériaux sandwichs, généralement observée pour les matériaux sandwichs SNL25 ; la rupture par cisaillement de l'âme et la rupture par indentation. Notons que le dernier mode de rupture, localisé dans la zone de forte concentration de contraintes, est prépondérant par rapport aux deux autres. Il est produit par le contact entre l'appui central en face de la cellule de charge et les matériaux sandwichs. Quelques cas d'initiation et de propagation de fissures par cisaillement des âmes sont observés, surtout pour la distance entre appuis de 300 mm pour les matériaux sandwichs SNL10 et SNL20. Le phénomène de rupture par cisaillement commence par une petite fissure et se propage à partir de la zone d'application de la charge, suivant la direction du plan médian vers les extrémités du matériau sandwich (Fig. 2.20.b). Ce comportement est similaire aux résultats trouvés pour d'autres types de sandwichs à âme en liège [33,142-144]. Ceci prouve que l'utilisation des matériaux sandwichs à âme en liège présente un avantage considérable par rapport aux matériaux sandwichs classiques à âme en mousse PVC ou tout autre âme synthétique qui présentent une rupture fragile [171-173]. Une des raisons de cette préférence est que les matériaux sandwichs à âme en liège reprennent leur forme initiale après décharge sans que leur âme ne soit complètement endommagée.



**Figure 2.20.** Différents modes de rupture observés lors des essais de flexion trois points : a) rupture de l'âme et de la peau inférieure, b) rupture par cisaillement de l'âme et c) indentation/compression de l'âme/peau supérieure.

### 2.6. Conclusions

Dans ce chapitre, diverses caractérisations expérimentales statiques des matériaux sandwichs et leurs constituants ont été présentées. Tout d'abord, les comportements mécaniques en traction de la résine et des peaux en composites à fibres de lin ont été étudiés. Ensuite le comportement et les caractéristiques mécaniques des âmes en liège ont été étudiés. L'observation microscopique des âmes a pu mettre en évidence la différence entre la taille de grains, les pores et les cellules intra-granulaires. Tous ces éléments ont contribué sur la densité des trois âmes étudiées et ensuite sur leurs propriétés en statiques. Enfin les propriétés

élastiques des différents matériaux sandwichs ont pu être déterminées. Par la suite, la différence des propriétés observées sur les âmes ont conduit à comprendre le comportement très particulier des matériaux sandwichs SNL25 par rapport aux matériaux sandwichs SNL10 et SNL20. Cette comparaison a permis de mettre en évidence une rigidification des âmes en liège du fait de la présence d'une certaine quantité de résine introduite lors de la mise en œuvre. Enfin, une étude de la rupture a été réalisée sur une série de matériaux sandwichs avec différentes distances entre appuis, privilégiant dans certains cas la flexion pure et dans d'autres cas une sollicitation en cisaillement de l'âme. Trois modes de rupture ont principalement été étudiés, la rupture complète des certains échantillons des matériaux sandwichs SNL25, la rupture par cisaillement de l'âme et la rupture par indentation ou poinçonnement des matériaux sandwichs SNL10 et SNL20. Ces résultats nous ont montré que, de par la différence de densité ou de caractéristiques mécaniques existant entre les trois matériaux sandwichs, leur comportement en statique jusqu'à la rupture est tout à fait différent.

### **Chapitre 3. Comportement en fatigue cyclique des sandwichs et leurs constituants**

#### **Résumé**

Ce chapitre est consacré à la caractérisation des propriétés mécaniques en fatigue des matériaux sandwichs, différenciés par leurs densités et leurs constituants. Cette caractérisation est menée en traction pour les peaux, en compression pour les âmes et enfin en flexion 3 points pour les sandwichs. Les essais sont conduits en contrôlant le signal déplacement qui est de type sinusoïdal avec une fréquence de 5 Hz. La charge maximale est suivie en fonction du nombre de cycles. Ensuite, pour chaque type de matériau, les résultats de l'évolution des propriétés mécaniques en fonction du nombre des cycles sont présentés. Deux paramètres ont retenu notre attention, les séquences d'empilement des fibres pour les peaux, la densité pour les âmes et les matériaux sandwichs. Les résultats obtenus ont permis de mettre en évidence l'influence de la séquence d'empilement ainsi que celle de la densité des âmes sur le comportement en fatigue cyclique des peaux et des matériaux sandwichs. Les effets de la séquence d'empilement et de la densité des âmes sur la rigidité, les boucles d'hystérésis ainsi que le facteur de perte des peaux, des âmes et des matériaux sandwichs ont été analysés.

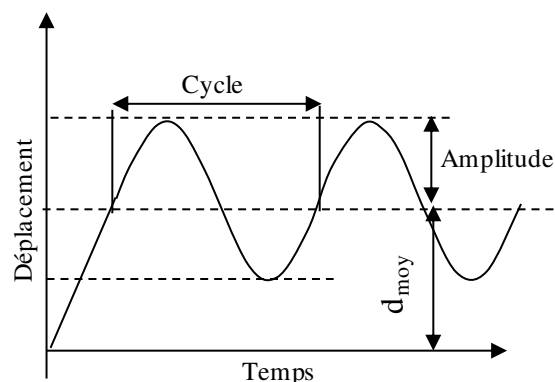
### 3.1. Introduction

La fatigue des matériaux composites résulte de la dégradation progressive de leur intégrité sous l'effet de sollicitations extérieures variables au cours du temps. Des sollicitations d'origine mécanique peuvent considérablement affecter les propriétés mécaniques telles que la rigidité, l'aptitude à pouvoir dissiper de l'énergie et l'amortissement du choc par indentation. La perte de rigidité peut créer une instabilité dans des structures utilisant les matériaux sandwichs tels que : l'aéronautique, le transport,...etc. Dans un souci de mieux répondre aux besoins industriels, le comportement des matériaux éco-composites sandwichs soumis aux essais de fatigue cyclique doit être étudié. En effet, lors d'une sollicitation en fatigue en flexion 3 points d'un matériau sandwich utilisé dans les TGV à deux niveaux, par exemple, les peaux sont sollicitées en traction/compression tandis que l'âme en compression et cisaillement. Alors, pour obtenir une carte complète sur le comportement en fatigue cyclique d'un matériau sandwich, il est nécessaire de mener une étude détaillée sur chacun de ses constituants.

Dans ce contexte, ce chapitre présente une analyse expérimentale du comportement en fatigue en traction des peaux, en comparaison des âmes et en flexion 3 points des matériaux sandwichs étudiés.

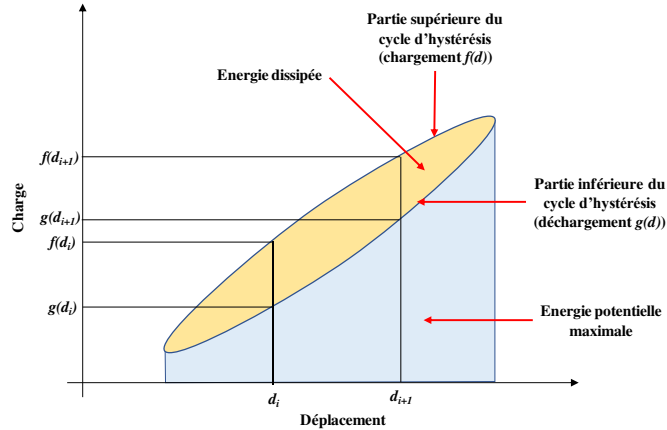
### 3.2. Méthodologie

Les peaux, les âmes, les matériaux sandwichs ont été, respectivement, sollicités en traction, compression et flexion 3-points selon le protocole présenté dans le chapitre 2 des essais statiques. Tous les essais ont été effectués à température ambiante en contrôlant le déplacement. La forme d'onde du signal est sinusoïdale (Fig. 3.1) avec une fréquence constante de 5 Hz.



*Figure 3.1. Exemple typique d'une forme d'onde sinusoïdale pour un essai de fatigue.*

L'initiation et l'évolution d'endommagements en fatigue cyclique dans un matériau composite peuvent être identifiées lors de l'inspection des courbes d'hystérésis (Fig. 3.2) à différents cycles. La zone délimitée par la boucle d'hystérésis correspond à l'énergie dissipée  $E_d$ . L'énergie potentielle maximale stockée  $E_p$  est l'aire sous la partie supérieure (partie de chargement) de la boucle d'hystérésis. 200 points au moins sont enregistrés pour chaque cycle lors des essais de fatigue.



**Figure 3.2.** Représentation d'un cycle d'hystérésis

L'énergie potentielle maximale  $E_p$  et l'énergie dissipée  $E_d$  sont calculées numériquement en utilisant une simple sommation trapézoïdale. Pour tout cycle donné, l'énergie potentielle maximale  $E_p$  et l'énergie dissipée  $E_d$  sont données par (Eq.3.1 et Eq.3.2) :

$$E_d = \frac{1}{2} \sum_{i=1}^n (d_{i+1} - d_i) \{ [(f(d_{i+1}) + f(d_i))] - [(g(d_{i+1}) + g(d_i))] \} \quad (3.1)$$

$$E_p = \frac{1}{2} \sum_{i=1}^n (d_{i+1} - d_i) [(f(d_{i+1}) + f(d_i))] \quad (3.2)$$

D'autre part, la dissipation d'énergie dans les matériaux composites est induite par des processus tels que le comportement viscoélastique de la matrice et de l'âme, l'amortissement à l'interface fibres/matrice et peaux/âme et les défauts de mise en œuvre. Dans les essais de fatigue cyclique, le facteur de perte est le rapport entre l'énergie dissipée par cycle ( $E_d$ ) et l'énergie potentielle maximale stockée par cycle ( $E_p$ ). Ainsi, il peut être déterminé par l'équation (Eq. 3.3) :

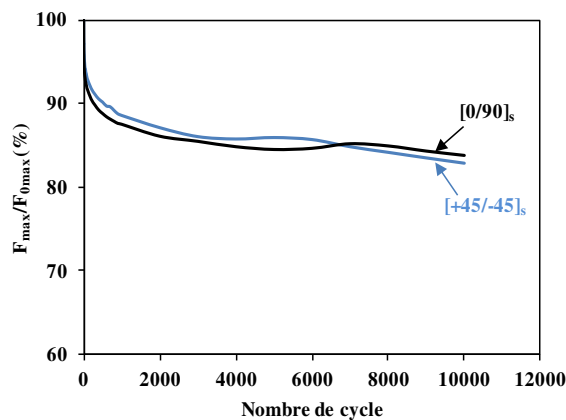
$$\eta = \frac{E_d}{2\pi E_p} \quad (3.3)$$

### 3.3. Analyse du comportement mécanique en fatigue cyclique des peaux

Deux matériaux composites stratifiés  $[0/90]_s$  et  $[+45/-45]_s$  ont été sollicités en fatigue cyclique en traction selon le protocole présenté dans le paragraphe 2.3.2 du chapitre 2. Les essais ont été menés en choisissant un déplacement moyen constant égal à 1 mm et une amplitude de 0.5 mm par rapport au déplacement à la rupture. Au cours des essais, le déplacement et la charge ont été enregistrés jusqu'à 10000 cycles.

#### 3.3.1. Rigidité

L'enregistrement de la rigidité des matériaux composites dans des conditions de charge cyclique est l'une des méthodes les plus couramment utilisées pour étudier la dégradation de l'état du matériau pendant l'essai de fatigue. L'évolution de la charge maximale  $F_{max}$  en fonction du nombre de cycles est enregistrée lors des essais. La charge maximale ( $F_{max}$ ) est rapportée à celle obtenue dans le premier cycle ( $F_{0max}$ ). La figure 3.3 présente la perte de rigidité caractérisée par  $(F_{max}/F_{0max})$  des matériaux composites  $[0/90]_s$  et  $[45/45]_s$  en fonction du nombre de cycles. Ces figures ont été tracées pour la même condition de chargement. Il ressort de cette figure que l'évolution de la perte de rigidité des deux matériaux composites est similaire et comprend trois phases distinctes (Fig. 3.3).



**Figure 3.3.** Évolution de la rigidité ( $F_{max}/F_{0max}$ ) en fonction du nombre de cycles des composites lin/greenpoxy.

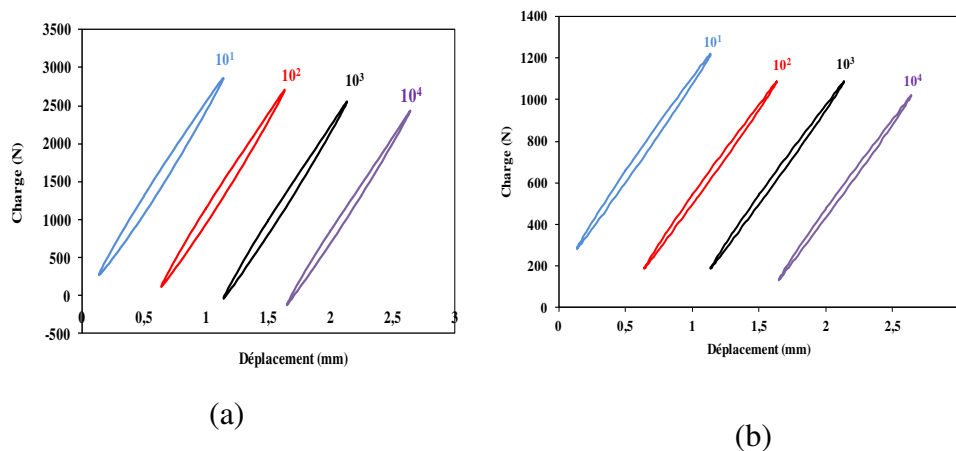
i) Une première phase correspondant à une diminution rapide de la perte de rigidité ( $F_{max}/F_{0max}$ ) pendant les 100 premiers cycles. Elle est de 8% pour les échantillons  $[0/90]_s$  et de 7% pour les échantillons  $[+45/-45]_s$ . Cette phase correspond à la déformation élastique des parois cellulaires des fibres et à l'initiation et à la multiplication des fissures de la résine et des fibres dues principalement à la présence de défauts de fabrication, tels que les porosités et des micro-défauts [33].

ii) Ensuite une faible diminution de la perte de rigidité qui se stabilise à 7 000 cycles pour les échantillons  $[0/90]_s$  et à 6000 cycles pour les échantillons  $[+45/-45]_s$ . À la fin de cette étape, la perte de rigidité atteint 12% pour les échantillons  $[0/90]_s$  et 10% pour les échantillons  $[+45/-45]_s$ . En effet, cette phase correspond à la propagation stable des fissures dans les matériaux.

iii) Enfin une dernière phase de la perte de rigidité qui consiste en une croissance soudaine d'endommagements jusqu'à  $10^4$  cycles conduisant à la perte de rigidité de 16% pour les échantillons  $[0/90]_s$  et de 17% pour les échantillons  $[+45/-45]_s$ .

### 3.3.2. Boucles d'hystérésis

L'initiation et l'évolution d'endommagements en fatigue cyclique dans un matériau composite peuvent être identifiées lors de l'inspection des courbes d'hystérésis à différents cycles. Les données de charge et de déplacement de chaque cycle ont été collectées en temps réel. À titre d'exemple, la figure 3.4 montre les courbes expérimentales charge/déplacement pour les cycles de charge et de décharge à  $10^1$ ,  $10^2$ ,  $10^3$  et  $10^4$  cycles pour des échantillons  $[0/90]_s$  et  $[+45/-45]_s$ .



**Figure 3.4.** Évolution des cycles d'hystérésis des composites lin/greenpoxy :  
a)  $[0/90]_s$ , et b)  $[+45/-45]_s$ .

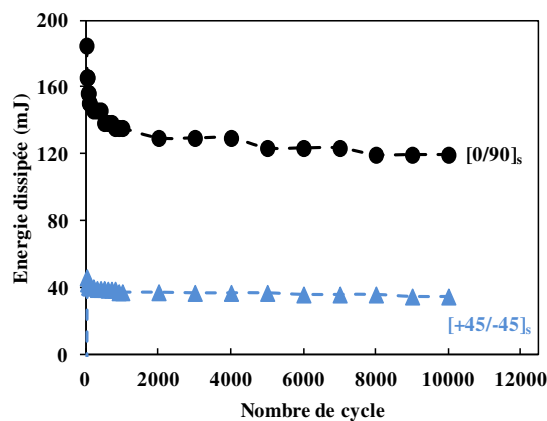
Les courbes de ces figures ont été translatées le long de l'axe de déplacement pour améliorer leur lisibilité. Chaque matériau montre des différents pics de charge sur les courbes d'hystérésis, mais le comportement reste similaire pour les deux matériaux. La surface des courbes d'hystérésis tend à décroître progressivement avec l'augmentation du nombre de cycles de fatigue. On peut aussi voir que les surfaces comprises dans les courbes d'hystérésis et les charges aux pics diminuent quand le nombre de cycles augmente, ce qui traduit une perte de rigidité due à l'endommagement des matériaux.



### 3.3.3. Énergie dissipée

La dissipation d'énergie est l'un des indicateurs utilisés pour décrire le comportement des matériaux composites lors des essais de fatigue cyclique.

La figure 3.5 montre l'évolution de l'énergie dissipée en fonction du nombre de cycles pour les matériaux composites  $[0/90]_s$  et  $[+45/-45]_s$ . Les courbes montrent un comportement similaire, avec deux phases, pour les deux matériaux. La première phase correspond à une diminution rapide jusqu'à environ 700 cycles pour les échantillons  $[0/90]_s$  et 500 cycles pour les échantillons  $[+45/-45]_s$ , tandis que la seconde phase montre une diminution très lente avec une zone plate étendue à un nombre de cycles élevé, liée à la propagation stable des endommagements sans contribution significative de la dissipation d'énergie. L'analyse des résultats obtenus montre que les échantillons  $[0/90]_s$  dissipent 4 fois plus d'énergie que les échantillons  $[+45/-45]_s$  pour le même déplacement moyen imposé. Par exemple, pour les 10 premiers cycles, l'énergie dissipée est de  $188 \text{ mJ/cm}^3$  pour les échantillons  $[0/90]_s$  et de  $44 \text{ mJ/cm}^3$  pour les échantillons  $[+45/-45]_s$ .



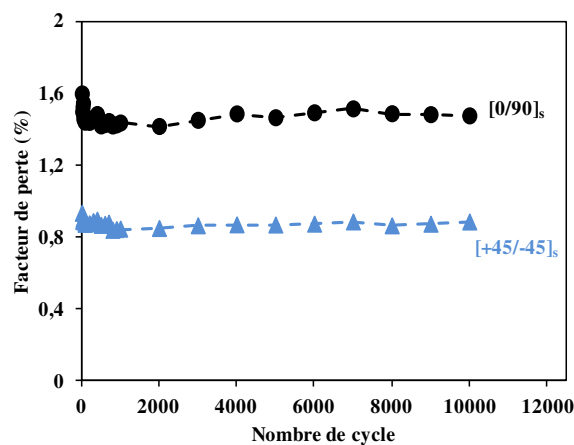
**Figure 3.5.** Évolution des énergies dissipées des composites lin/greenpoxy : a)  $[0/90]_s$  et b)  $[+45/-45]_s$ .

Haggui et al. [151] ont trouvé des résultats similaires pour les composites unidirectionnels  $UD0^\circ$  et croisés  $[0_2/90_2]_s$  à fibres de lin. Le composite unidirectionnel dissipe plus d'énergie que les composites à fibres croisées. Ils ont conclu que cela pourrait s'expliquer par la différence de température relevée lors d'essais de fatigue sur les deux matériaux. La température relevée pour le composite unidirectionnel est deux fois plus grande que pour le composite croisé.

### 3.3.4. Facteur de perte

Le facteur de perte est déduit du rapport entre l'énergie dissipée ( $E_d$ ) et l'énergie potentielle maximale stockée ( $E_p$ ) des résultats précédents par l'équation (Eq. 3.3). La figure 3.6 montre l'évolution du facteur de perte en fonction du nombre de cycles pour les matériaux

composites  $[0/90]_s$  et  $[+45/-45]_s$ . Il ressort de cette figure que le facteur de perte décroît légèrement avec le nombre de cycles pour les premiers cycles et devient constant jusqu'à la fin de l'essai pour les deux matériaux. Par exemple, pour les 10 premiers cycles, les facteurs de perte sont respectivement de 1,59% et 0,92% pour les échantillons  $[0/90]_s$  et  $[+45/-45]_s$  et à  $10^4$  cycles (fin de l'essai), ils sont respectivement de 1,47% et 0,92% pour les échantillons  $[0/90]_s$  et  $[+45/-45]_s$ . En comparant les deux matériaux, nous remarquons que les échantillons  $[0/90]_s$  présentent un facteur de perte plus élevé que les échantillons  $[+45/-45]_s$  probablement à cause des différentes sollicitations qui se produisent dans les deux matériaux et/ou de la différence de leurs déformations à la rupture enregistrées lors des essais statiques.



*Figure 3.6. Evolution des facteurs de perte des composites lin/greenpox :  
a)  $[0/90]_s$  et b)  $[+45/-45]_s$ .*

### 3.4. Analyse du comportement mécanique en fatigue cyclique des âmes

Le comportement en compression statique des âmes en lièges a été étudié dans la section 2.4.2. La figure 3.7 montre une courbe de charge/déplacement obtenue lors d'essais statiques. En fatigue, trois valeurs de niveaux de déplacement moyens appliqués (1,2, 2,5 et 5 mm) ont été choisies pour couvrir toutes les zones actives (développement des dommages) de la courbe charge/déplacement, comme illustré à la figure 3.7, avec une amplitude de déplacement fixe de 0,5 mm. Les âmes NL10, NL20 et NL25 ont été sollicitées en fatigue selon le protocole présenté dans le paragraphe 3.2.

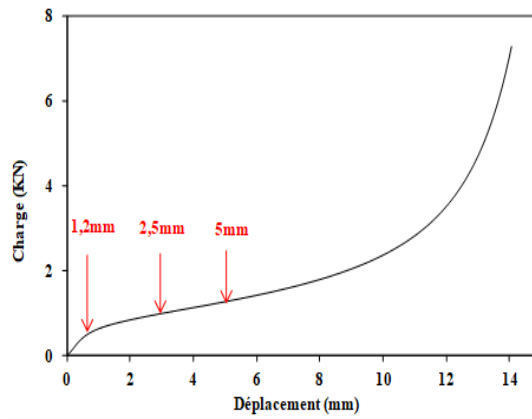


Figure 3.7 : Choix du déplacement moyen à partir d'essais statiques.

### 3.4.1. Rigidité

Les courbes de la rigidité ( $F_{max}/F_{0max}$ ) caractérisée par le rapport de la charge maximale rapportée à celle obtenue dans les premiers cycles en fonction du nombre de cycles pour les âmes de différentes densités sont illustrées dans les figures 3.8 et 3.9.

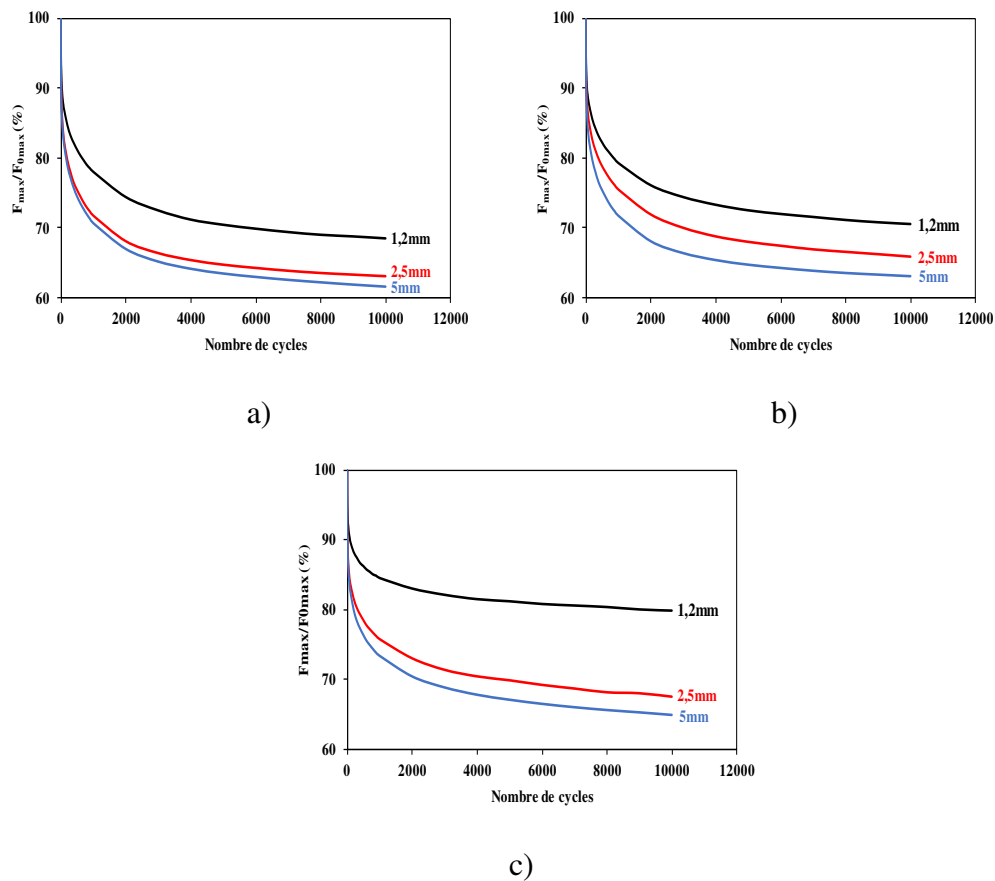
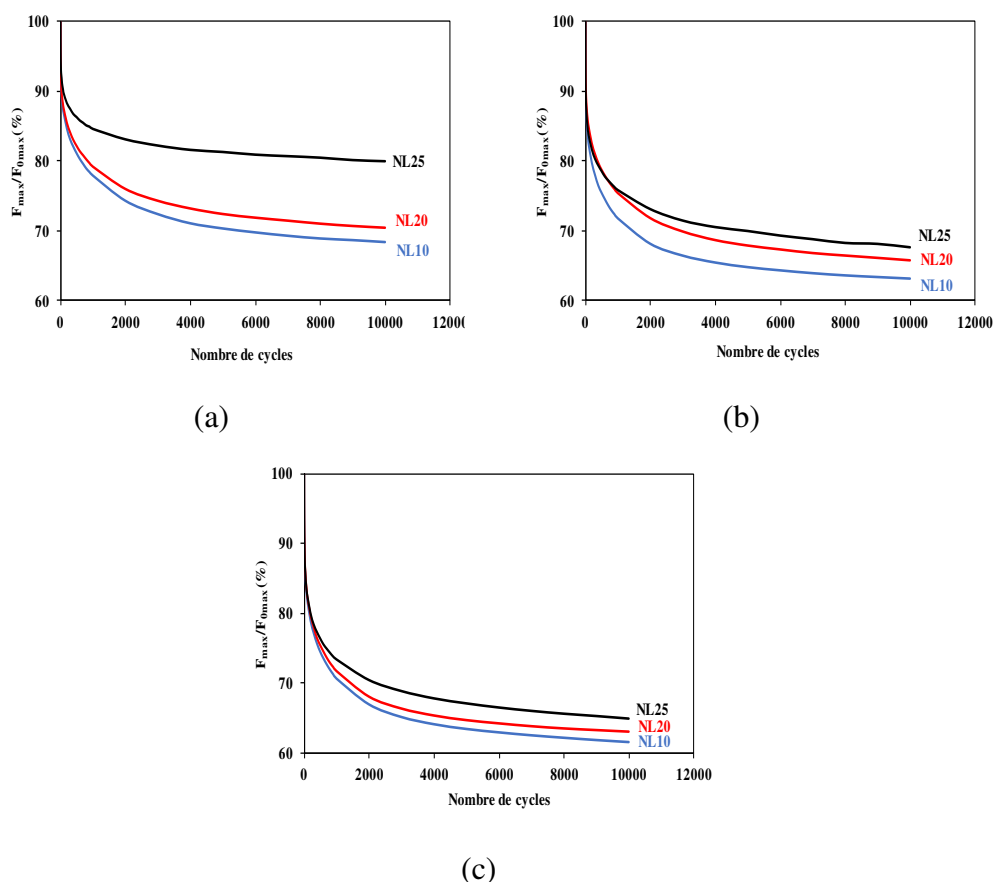


Figure 3.8. Évolution de la rigidité ( $F_{max}/F_{0max}$ ) en fonction du nombre de cycles pour trois déplacements moyens des âmes : a) NL10, b) NL20 et c) NL25.

Ces courbes ont été tracées pour les trois niveaux de déplacement moyen (1,2, 2,5 et 5 mm). Les résultats obtenus montrent que la perte de rigidité augmente avec l'augmentation du

niveau de chargement. Le taux de dégradation du matériau dépend du niveau de déplacement et de la densité de l'âme. On peut voir que pour le niveau de déplacement de 2,5 mm correspondant à la limite du domaine élastique, la diminution de la rigidité pour les trois âmes est presque la même. Alors que pour un niveau de chargement élevé (déplacement moyen de 5 mm) correspondant au plateau, le taux de dégradation de la rigidité présente une différence notable. La figure 3.9 présente l'influence de la densité sur le comportement de l'âme en lièges sollicitée en fatigue à trois niveaux de chargement (1,2, 2,5 et 5 mm). La diminution de la rigidité se déroule en deux étapes distinctes. Dans un premier temps, la rigidité diminue rapidement en quelques centaines de cycles pour atteindre une réduction d'environ 25% pour un faible niveau de déplacement (1,2 mm) et 30% pour un niveau de déplacement élevé (5 mm). Dans la deuxième phase, la rigidité diminue lentement avec le nombre de cycles et se stabilise jusqu'à la fin de l'essai. La diminution de la rigidité augmente lorsque la densité de l'âme diminue.



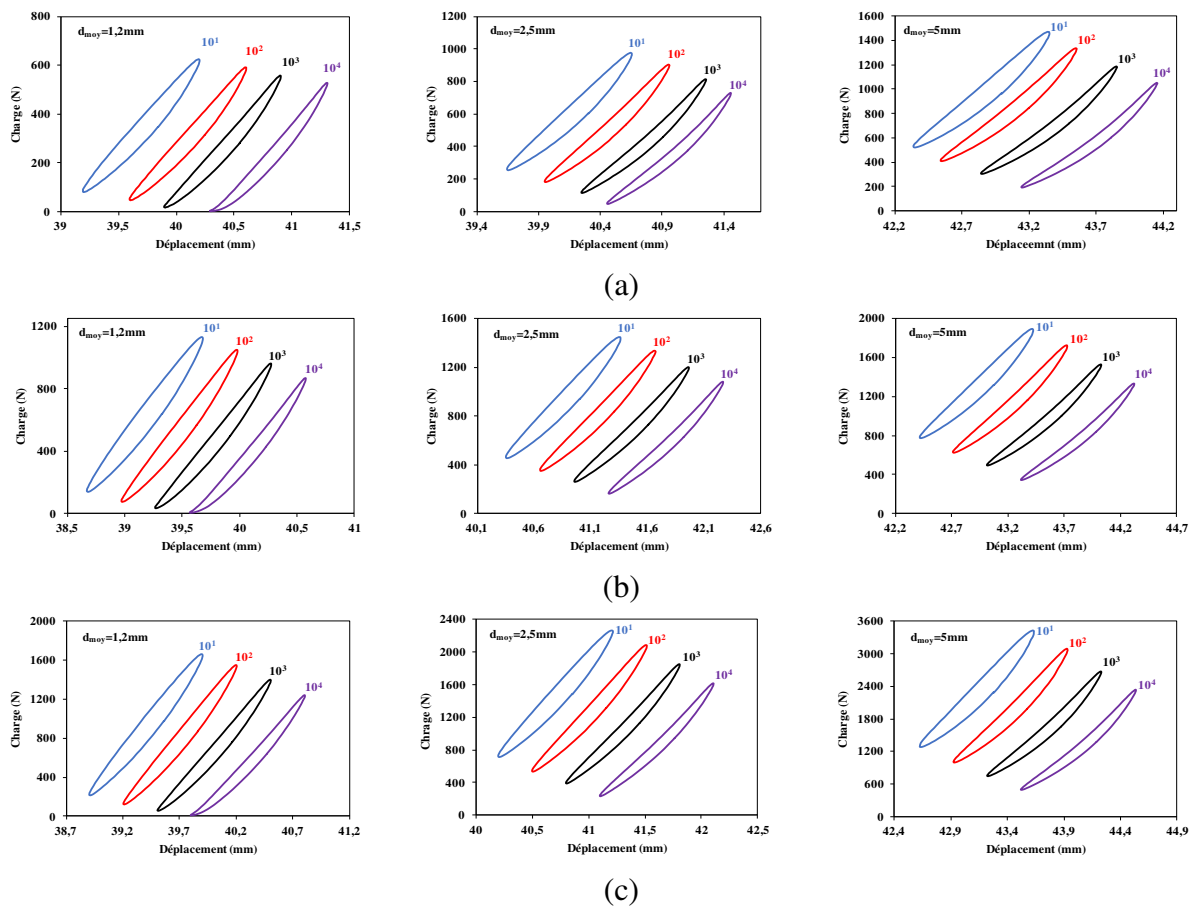
**Figure 3.9.** Comparaison de la rigidité ( $F_{max}/F_{0max}$ ) en fonction du nombre de cycles des âmes NL10, NL20 et NL25 pour les déplacements moyens : a) 1,2 mm, b) 2,5 mm et c) 5mm.

Ce phénomène est attribué, à la fois, à l'effondrement des pores intra-granulaires constituant les âmes et l'affaiblissement des joints entre les grains qui augmente

progressivement avec l'augmentation du nombre de cycles. Bien entendu, la valeur du déplacement moyen initialement choisie a causé des endommagements initiaux dans les âmes, entraînant une dégradation partielle des pores avec l'évolution du nombre de cycles.

### 3.4.2. Boucles d'hystérésis

De la même manière que dans le cas des matériaux stratifiés, nous avons reporté, dans la figure 3.10, les courbes expérimentales charge/déplacement pour les cycles de charge et de décharge à  $10^1$ ,  $10^2$ ,  $10^3$  et  $10^4$  cycles et pour des niveaux de déplacement moyens de 1,2, 2,5 et 5 mm et pour les trois âmes en liège (NL10, NL20 et NL25).



**Figure 3.10.** Évolution des cycles d'hystérésis pour trois déplacements moyens des âmes :

a) NL10, b) NL20 et c) NL25.

Comme précédemment, les boucles d'hystérésis des âmes montrent une variation à la fois en charge et en décharge. Chaque âme de densité différente présente des charges maximales et des courbes d'hystérésis différentes, mais le comportement semble similaire. Pour des faibles valeurs du niveau de chargement (1,2 mm), la charge maximale et la surface des boucles

d'hystérésis sont faibles par rapport à celles obtenues pour des niveaux de chargement élevés (5 mm).

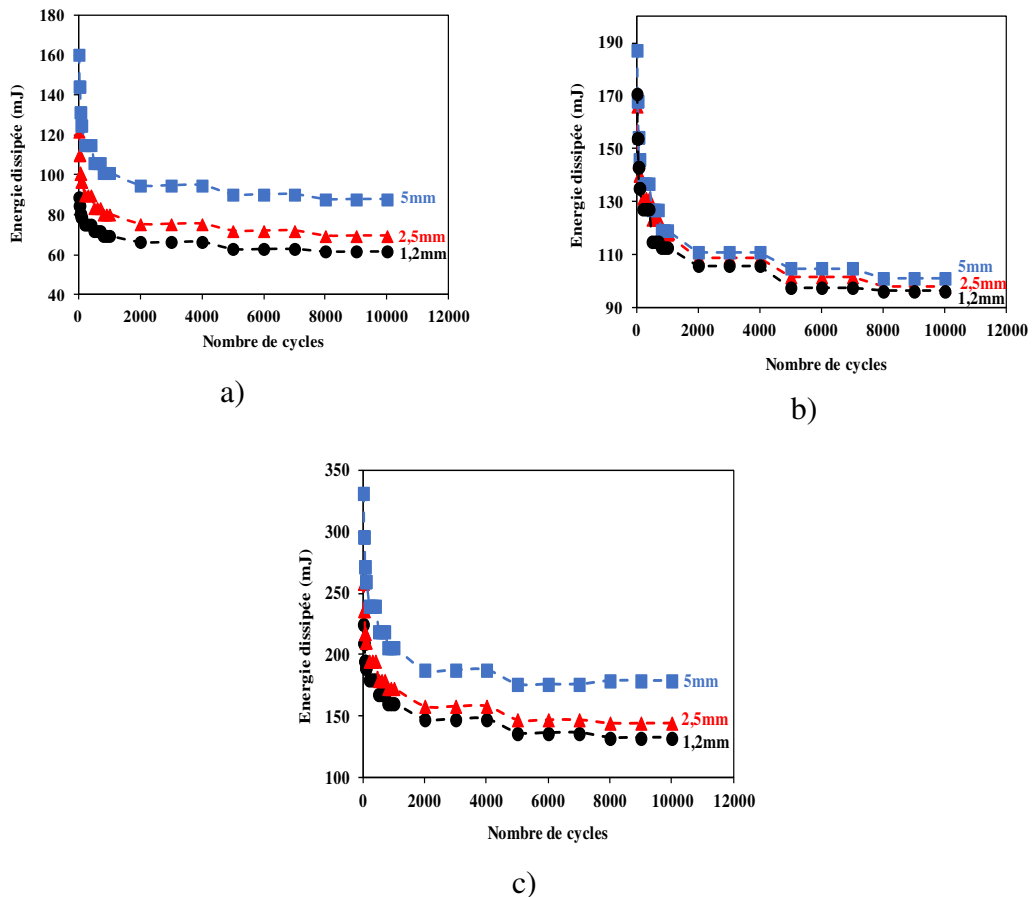
Le pic de la charge dans les premiers cycles est proportionnel au niveau de chargement appliqué et dépend de la densité de l'âme. On peut remarquer aussi que les boucles d'hystérésis des premiers cycles ont une grande surface qui diminue avec l'augmentation du nombre de cycles. La diminution de la surface et du pic des boucles d'hystérésis avec l'augmentation du nombre de cycles est la conséquence du développement des dommages dans les âmes. Bien évidemment les surfaces des boucles d'hystérésis augmentent avec le niveau de chargement et la densité de l'âme.

### 3.4.3. Énergie dissipée

Grâce à leur comportement visqueux, les âmes en liège absorbent efficacement de l'énergie, car cette énergie est dissipée dans l'âme lorsque ces matériaux subissent un impact ou une indentation. Dans notre cas, les échantillons de liège sont chargés en compression puis soumis à une fatigue cyclique. Lorsque la charge devient suffisamment importante, supérieure à la limite élastique des âmes, des micro-endommagements sont induits, et les courbes de charge/décharge en fonction du déplacement prennent la forme de boucle, due à l'hystérésis.

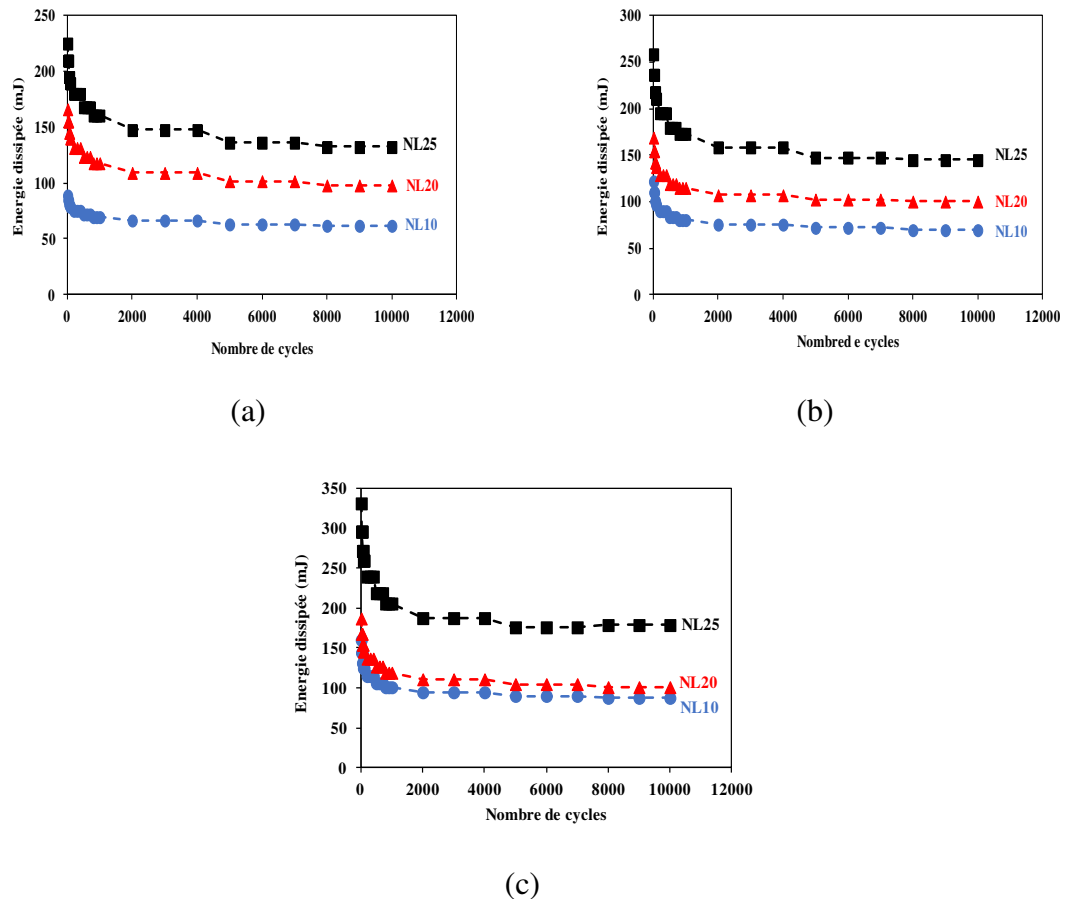
Les figures 3.11 et 3.12 montrent la dissipation d'énergie en fonction du nombre de cycles pour différentes densités des âmes à des niveaux de déplacement moyens de 1,2, 2,5 et 5 mm. Les deux âmes NL10 et NL20 de densités respectives 120 et 200 kg/m<sup>3</sup> dissipent moins d'énergie que l'âme NL25 de densité 250 kg/m<sup>3</sup>, comme le montre la figure 3.11. La dissipation d'énergie est beaucoup plus élevée dans les 10 premiers cycles et, par la suite, elle décroît et se stabilise pour des nombres de cycles élevés.

Il est intéressant de noter que la fatigue présente, de plus, des grandes variations au cours de la première partie de la durée de vie due à la dissipation d'énergie dans les âmes en liège. L'air emprisonné dans les pores des âmes joue un rôle très important dans la dissipation de l'énergie au cours de la fatigue. Il y a également une diminution rapide de la contribution de l'air, emmagasiné dans l'âme, dû à l'endommagement. Ce qui s'explique par la rupture des membranes des pores et/ou des grains permettant un passage plus libre de l'air dans les âmes. Cet effet est dominant dans les premiers cycles mais diminue plus rapidement et se stabilise dans les cycles suivants. Ce phénomène se caractérise par une grande quantité d'énergie dissipée pendant les premiers cycles.



**Figure 3.11.** Évolution des énergies dissipées pour trois déplacements moyens des âmes :  
a) NL10, b) NL20 et c) NL25.

La figure 3.12. compare les énergies dissipées dans les âmes NL10, NL20 et NL25 pour différents niveaux de chargement. Le résultat montre que l'énergie dissipée est sensiblement proportionnelle au déplacement moyen appliqué. Ce qui a été démontré par M.K. Farooq [173] pendant les essais de fatigue en compression effectués sur les mousses en PVC . Pour un déplacement moyen de 1,2 mm, la valeur de l'énergie dissipée est de 225 mJ pour le liège NL25. Cependant, lorsque la valeur du déplacement moyen est fixée à 5 mm, la valeur de l'énergie dissipée croît et atteint 330 mJ. On suppose que l'endommagement dans les âmes dépend fortement du déplacement moyen imposé, car l'augmentation des déplacements moyens fait croître les endommagements initiaux. Il en est de même pour les échantillons des deux autres densités (NL10 et NL20).

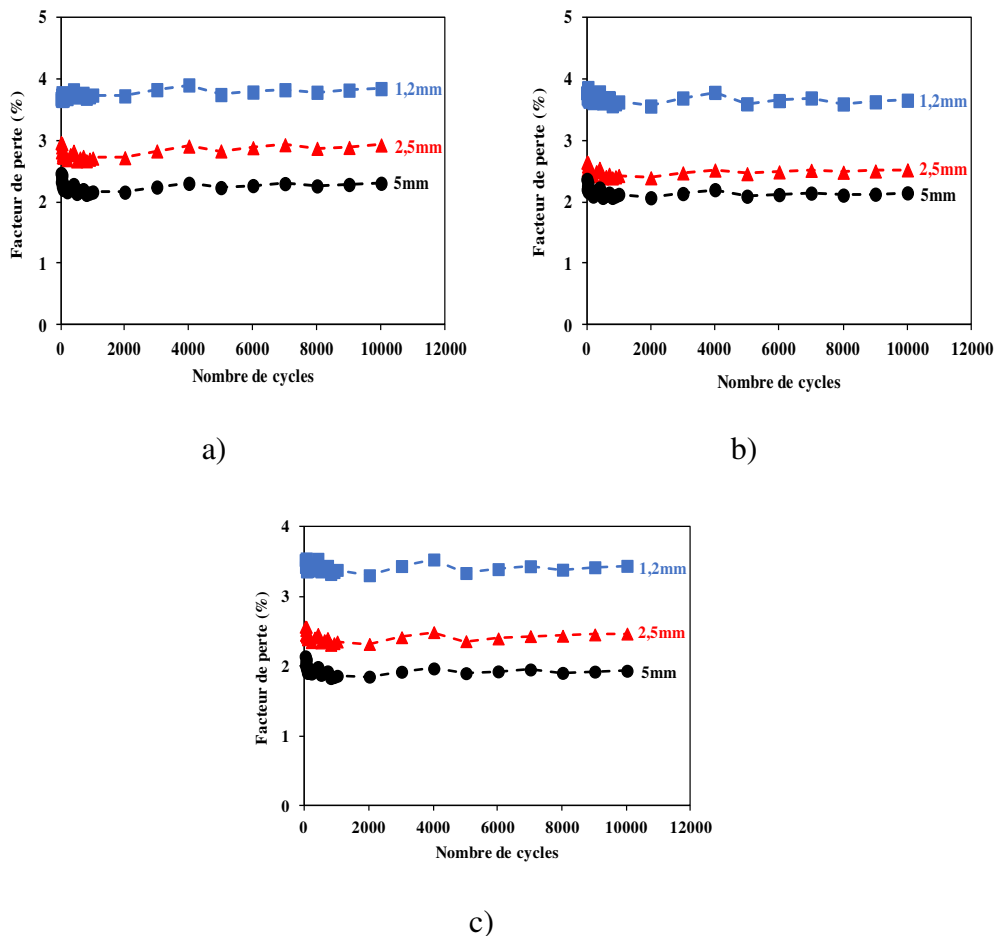


**Figure 3.12.** Comparaison des énergies dissipées des âmes NL10, NL20 et NL25 pour les déplacements moyens : a) 1,2 mm, b) 2,5 mm et c) 5 mm.

### 3.4.4. Facteur de perte

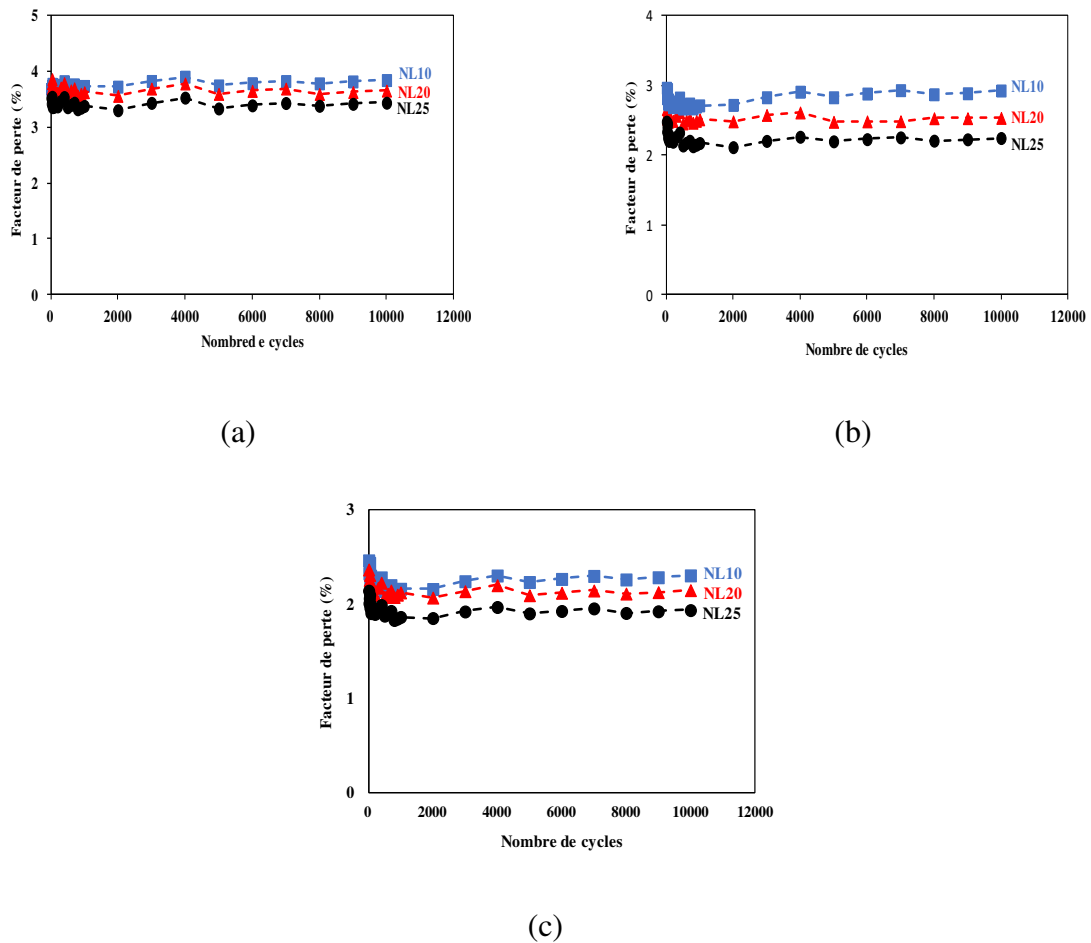
L'évolution des facteurs de perte dans les âmes a été également évaluée et analysée au cours des essais de fatigue. La figure 3.13 présente la variation du facteur perte en fonction du nombre de cycles pour les trois âmes et pour trois déplacements moyens. Les courbes présentent une légère diminution du facteur de perte dans les premiers cycles pour devenir ensuite constant après quelques centaines de cycles. Les facteurs de perte des lièges NL10 et NL20 sont sensiblement égaux et dépassent légèrement celui de NL25. Ceci indique que le facteur de perte diminue quand la densité de l'âme augmente, contrairement au phénomène de dissipation d'énergie.





**Figure 3.13.** Évolution des facteurs de perte en fonction du nombre de cycles pour trois déplacements moyens des âmes : a) NL10, b) NL20 et c) NL25.

D'autre part, le facteur de perte dépend du déplacement moyen appliqué (Fig. 3.14). Nous enregistrons les valeurs de 3,89 %, 3,97% et 3,5% respectivement pour les lièges NL10, NL20 et NL25 pour le déplacement moyen de 1.5 mm. Par contre pour un déplacement moyen de 5 mm, le facteur de perte dans les âmes décroît et devient 2,46% pour NL10, 2,36% pour NL20 et 2.14% pour NL25. Ce résultat montre qu'une partie importante de l'endommagement dans les âmes s'opère pendant l'application du déplacement moyen, car l'augmentation des déplacements moyens augmente l'étendue des endommagements initiaux et par conséquent la réduction du facteur de perte d'autant plus que les âmes sont déjà endommagées.



**Figure 3.14.** Comparaison des facteurs de perte des âmes NL10, NL20 et NL25 pour les déplacements moyens : a) 1,2 mm, b) 2,5 mm et c) 5 mm.

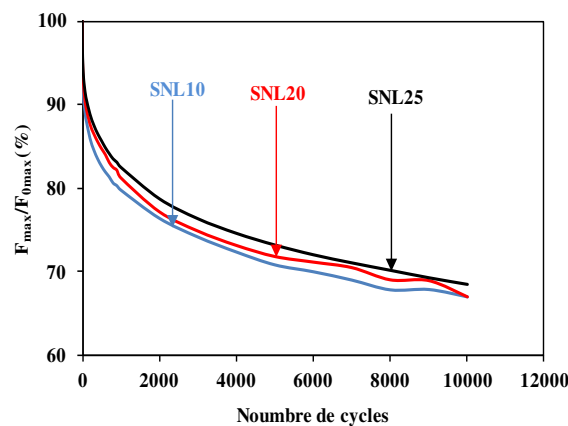
### 3.5. Analyse du comportement mécanique en fatigue cyclique des sandwichs

Les matériaux sandwichs à âmes en liège NL10, NL20 et NL25 et peaux lin/greenpoxy noté respectivement SNL10, SNL20 et SNL25 ont été sollicités en fatigue cyclique en flexion 3-points selon le même protocole qu’au paragraphe 2.5 des essais statiques. Le déplacement moyen est maintenu constant égal à 50% du déplacement à la rupture en statique ( $d_{moy}/d_{rup}=50\%$ ) et une amplitude de 2 mm. Trois à quatre éprouvettes sont testés en fatigue cyclique pour les trois types de matériaux sandwichs jusqu’à 10000 cycles.

#### 3.5.1. Rigidité

Nous avons reporté dans les figures 3.15, l’évolution de la charge maximale ( $F_{max}/F_{0max}$ ) en fonction du nombre de cycles ( $N$ ) pour les trois types de sandwich. Ces résultats montrent que la charge maximale supportée par l’éprouvette en matériau sandwich dépend du nombre de cycles de fatigue et de la masse volumique de l’âme. D’une manière générale, la rigidité

croît avec la densité de l'âme utilisée et diminue avec le nombre de cycles. Comme observé précédemment, la dégradation des éprouvettes en matériau sandwich se déroule en plusieurs phases. Une première phase, où la diminution de la rigidité est rapide dès les premiers cycles. Elle correspond à la dégradation de la résine dans les couches à 90° des peaux et à l'initiation des endommagements à l'interface entre les peaux et l'âme du sandwich. La deuxième phase avec une diminution de la rigidité moins prononcée correspond à la propagation des endommagements à l'interface peau/âme et à la dégradation de la peau autour de l'appui central. Ces phénomènes d'endommagement ont été observés dans les trois matériaux sandwichs.

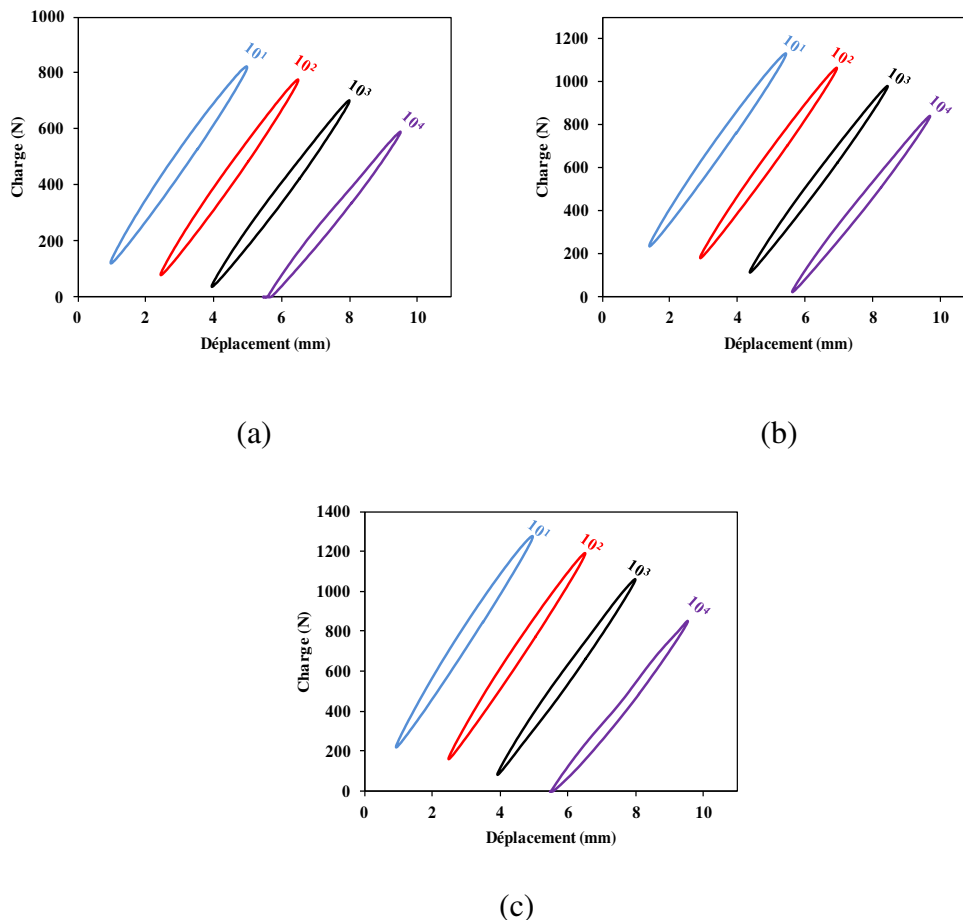


**Figure 3.15.** Évolution de la rigidité ( $F_{max}/F_{0max}$ ) en fonction du nombre de cycles des matériaux sandwichs SNL10, SNL20 et SNL25.

### 3.5.2. Boucles d'hystérésis

Comme précédemment, au cours des essais de fatigue cyclique appliqués au matériau sandwich, nous avons enregistré au moins 200 points expérimentaux pour chaque cycle. Les cycles d'hystérésis sont ensuite obtenus à partir des données expérimentales de la charge et du déplacement en fonction du temps. À titre d'exemple, nous avons reporté dans la figure 3.16, l'évolution du cycle d'hystérésis pour différents nombres cycles et pour les trois matériaux sandwichs (SNL10, SNL20 et SNL25). Pour la clarté des résultats, nous avons translaté les courbes des cycles d'hystérésis suivant l'axe des abscisses. Les résultats obtenus montrent que l'augmentation du nombre de cycles entraîne une diminution de la charge maximale représentée par le pic de la courbe charge/déplacement et une augmentation de l'aire intérieure du cycle d'hystérésis. La diminution de la charge maximale et l'augmentation de l'aire du cycle d'hystérésis avec le nombre de cycles est la conséquence du développement de l'endommagement régié par la dégradation au cours de la fatigue des grains et/ou des pores

formant l'âme du sandwich. Ce phénomène est beaucoup plus marqué dans le sandwich SNL25 avec une âme de  $250 \text{ kg/m}^3$ .



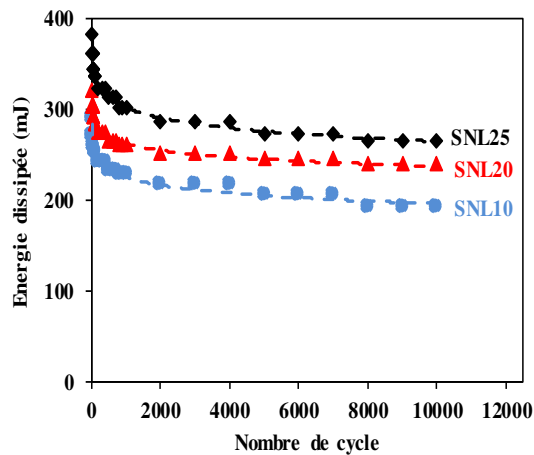
**Figure 3.16.** Évolution des cycles d'hystérésis des matériaux sandwichs :

a) SNL10, b) SNL20 et c) SNL25.

### 3.5.3. Énergie dissipée

L'énergie dissipée est une quantité utile pour l'estimation du comportement en fatigue des matériaux sandwichs avec une âme en mousse cellulaire ou en liège. En effet, l'âme en mousse cellulaire ou en liège sont des excellents absorbeurs d'énergie. Cette énergie est dissipée dans l'âme lorsque ce matériau subit un impact ou une indentation. Lorsque la charge est suffisamment grande, la déformation plastique et les dommages sont induits, et la courbe de la charge en fonction du déplacement est de la forme d'une boucle, due à l'hystérésis, correspondant à la perte de l'énergie dans le matériau. Les énergies dissipées ont été évaluées à partir des résultats expérimentaux par l'équation 3.2, dans les trois matériaux sandwichs au cours des essais de fatigue. La figure 3.17 regroupe leur variation en fonction du nombre de cycles. Le matériau sandwich avec une âme plus dense dissipe plus d'énergie que les autres.

La dissipation d'énergie diminue avec l'augmentation du nombre de cycles. Ces résultats sont la conséquence de l'initiation et l'évolution des différents mécanismes d'endommagement au sein du matériau. Le liège étant un matériau à la fois granulaire et poreux, au même titre que les mousses ou les nids d'abeilles ou le balsa, la diminution initiale de la quantité d'énergie dissipée au cours des premiers cycles peut être attribuée à l'apparition des premiers mécanismes d'endommagement irréversibles, tels que l'écrasement ou la rupture des grains et/ou des parois cellulaires de l'âme. Ces phénomènes peuvent permettre l'évacuation d'une certaine quantité d'air emprisonné dans les pores [179, 180].

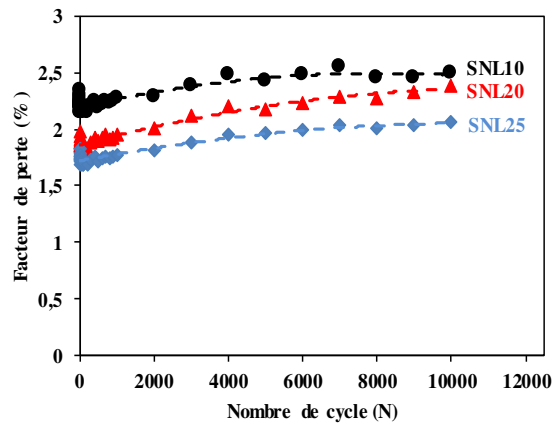


*Figure 3.17. Évolution des énergies dissipées en fonction du nombre des cycles des matériaux sandwichs: a) SNL10, b) SNL20 et c) SNL25.*

### 3.5.4. Facteur de perte

Au vu de ce qui a été signalé au paragraphe précédent, le phénomène de compression/décompression de l'air piégé dans l'âme est en partie responsable de l'amortissement des sandwichs. Ce phénomène peut ainsi expliquer la diminution du facteur de perte observé lors des premiers cycles pour les trois matériaux sandwichs étudiés comme reporté dans la figure 3.18. Par la suite, après un nombre suffisant de cycles, les grains et/ou les pores des âmes à proximité de l'appui supérieur deviennent totalement écrasés. L'âme commence alors à agir localement comme un matériau continu non-poreux. Toutefois, lorsque le nombre de cycles augmente, la quantité de micro-endommagements augmente aussi. Ainsi, sous l'effet accentué des mécanismes de friction, une quantité croissante d'énergie se trouve dissipée par effet Joule, pouvant ainsi expliquer l'augmentation du facteur de perte observée à partir d'un certain nombre de cycles. Une corrélation entre l'évolution du facteur de perte et la quantité d'endommagement dans les sandwichs a en effet été montrée par Ben Ammar et al.

[181] lors d'essais de fatigue suivis par émission acoustique sur des structures sandwiches avec âme en mousse et des peaux en composite Verre/Epoxy.



*Figure 3.18.* Évolution des facteurs de perte des sandwichs matériaux SNL10, SNL20 et SNL25.

### 3.6. Conclusions

Ce chapitre présente les résultats d'études expérimentales réalisées sur les structures sandwiches lin/greenpoxy/liège et sur leurs constituants soumis à des essais de fatigue cyclique.

Dans un premier temps, le comportement en fatigue cyclique des peaux constituées des fibres de lin et la résine greenpoxy sollicitées en traction a été étudié. Deux types de matériaux ont été analysés, afin de déterminer l'effet du sens d'empilement des fibres sur leur comportement en fatigue. L'évolution des propriétés mécaniques de ces peaux a été analysée au moyen la rigidité ( $F_{max}/F_{0max}$ ), des cycles d'hystérésis, des énergies dissipées et des facteurs de perte dans les deux types des matériaux. Les résultats ont montré peu de différence entre les deux matériaux en termes de rigidité. Cela est dû explicitement à la valeur du déplacement moyen imposé et la différence entre la déformation à la rupture entre les deux matériaux. Les échantillons  $[+45/-45]_s$  s'allongent plus que ceux  $[0/90]_s$ . Cet effet a induit un facteur de perte plus important dans les échantillons de ces derniers.

Dans un deuxième temps, les âmes NL10, NL20 et NL25 ont été sollicités en fatigue cyclique en compression. Les mêmes propriétés mécaniques que les peaux ont été étudiées. Les résultats ont montré que les caractéristiques en fatigue des âmes dépendent fortement de leurs densités et ainsi que du niveau de chargement imposé au début des essais.

Finalement, les résultats obtenus dans le cas des âmes ont bien influencé les caractéristiques en fatigue des matériaux sandwichs. Une fois de plus, la densité a joué un rôle

plus ou moins significatif tant dans la dissipation d'énergie que sur les facteurs de perte. D'autre part, en comparant ces résultats à ceux obtenus par d'autres auteurs sur les matériaux sandwichs, nous remarquons que les matériaux sandwichs à âmes en liège et peaux lin/greenpoxy dissipent plus d'énergie et amortissent plus. Soit un amortissement de plus de 2 fois que ceux des matériaux sandwichs verre/époxy/mousse PVC. Ainsi, nous pensons que ce matériau pourrait être privilégié par rapport aux matériaux sandwichs conventionnels dans certaines applications qui requièrent à la fois légèreté, dissipation d'énergie et amortissement.

## Chapitre 4. Comportement vibratoire des sandwichs et leurs constituants

### Résumé

Ce chapitre présente une analyse expérimentale du comportement vibratoire des matériaux sandwichs à âme en liège et peaux lin/greenpoxy. Cette analyse est menée dans le cas de vibration en flexion sur la résine, les composites des différentes séquences d'empilements et orientations des fibres, les âmes et les matériaux sandwichs. La réponse en fréquence à une impulsion, menée à l'aide d'un vibromètre laser a permis de mesurer la fréquence autour de chaque pic de résonance. Ensuite les fréquences obtenues ont permis d'évaluer les propriétés dynamiques de ces matériaux à savoir le module de flexion, le module de cisaillement (des âmes) et le facteur de perte. Une analyse sur l'influence de la séquence d'empilement et de l'orientation des fibres sur le comportement vibratoire des composites a été menée sur différents stratifiés. Enfin, l'analyse de l'évolution des propriétés mécaniques et des amortissements modaux en fonction de la fréquence des matériaux sandwichs à âmes en liège des différentes densités et peaux lin/greenpoxy a été effectuée.



## 4.1. Introduction

Le confort des passagers dans l'industrie de transport s'est accru au fil des années. Pour l'améliorer, des matériaux avec une bonne capacité d'amortissement et d'absorption d'énergie sont actuellement disponibles. Cependant, leurs utilisations impliquent généralement des coûts plus élevés et un poids supplémentaire, entraînant une consommation de carburant supplémentaire. Dans ce contexte, le défi consiste à trouver un équilibre entre la nécessité de réduire la masse, les coûts et la nécessité d'améliorer le confort.

Le liège dont la structure est de nature poreuse fournit un mécanisme de dissipation d'énergie efficace comme il a été démontré dans le chapitre précédent. Son application en support traditionnel antivibratoire est l'un des exemples qu'on peut couramment rencontrer. L'applicabilité du liège dans des plaques sandwichs à peaux métalliques ou composites à fibres de verres/carbone pour améliorer les performances d'amortissement a fait l'objet de plusieurs travaux [182-187]. Dans la perspective d'obtenir des nouveaux matériaux répondant aux exigences environnementales, notre étude s'est orientée vers des matériaux sandwichs, dits écologiques, à âmes en liège de différentes densités et des peaux en lin/greenpoxy. Afin d'effectuer une analyse précise de ces matériaux sandwichs, il est nécessaire de caractériser les propriétés vibratoires de ses constituants à savoir : la résine, les composites lin/greenpoxy et le liège en fonction de la fréquence résonance. Malgré le large domaine d'applications du liège, ses propriétés vibratoires, à savoir son module de flexion, son module de cisaillement et son facteur de perte, sont à peine décrits et indisponibles. Comprendre et étudier le comportement vibratoire d'une structure à base du liège est un atout supplémentaire visant à promouvoir leur utilisation dans diverses applications. On propose, dans un premier temps d'évaluer les propriétés dynamiques de la résine greenpoxy suivi de celles des composites à fibres unidirectionnelles et croisées. Ensuite, d'étudier le comportement vibratoire en flexion et en cisaillement des âmes. Et enfin, étudier le comportement vibratoire des matériaux sandwichs.

## 4.2. Étude théorique sur la vibration en flexion des poutres

### 4.2.1. Modes propres des vibrations non amorties

L'équation de mouvement des vibrations libres en flexion des poutres non amorties est décrite par [172]:

$$\rho_s \frac{\partial^2 w_0}{\partial t^2} + k_s \frac{\partial^4 w_0}{\partial x^4} = q(x, t) \quad (4.1)$$

Où  $w_0$  est le déplacement transverse,  $k_s = \frac{1}{D_{11}^{-1}}$  est la rigidité par unité de surface,  $D_{11}$  est la rigidité en flexion et  $q(x,y)$  est la charge localisée.

L'équation (Eq. 4.1) peut aussi s'écrire sous forme :

$$\left(\frac{EI}{\rho A}\right) \frac{\partial^4 w_0}{\partial x^4} + \frac{\partial^2 w_0}{\partial t^2} = 0 \quad (4.2)$$

avec  $E$  module d'Young de la poutre,  $\rho$  sa masse volumique,  $I$  son moment quadratique et  $A$  est sa section droite.

Pour déterminer les fréquences propres et les déformées modales on procède alors à une recherche de solution aux variables séparées de la forme :

$$w_0(x, t) = X(x)T(t) \quad (4.3)$$

L'équation (4.3) devient :

$$\left(\frac{EI}{\rho A}\right) \frac{X^{(4)}(x)}{X(x)} = -\frac{\ddot{T}(t)}{T(t)} = cste = +\omega^2 \quad (4.4)$$

Il s'agit ici de deux fonctions de variable indépendantes : ces deux fonctions sont égales à une constante. On obtient alors :

$$\ddot{T}(t) + \omega^2 T(t) = 0 \quad (4.5)$$

$$X^{(4)}(x) - \left(\frac{\rho A \omega^2}{EI}\right)^4 X(x) = 0 \quad (4.6)$$

La solution de l'équation (Eq. 4.5) s'écrit :

$$T(t) = a \sin(\omega t) + b \cos(\omega t) \quad (4.7)$$

Et celle de l'équation (4.6) s'écrit :

$$X(x) = c_1 \sin(\beta x) + c_2 \cos(\beta x) + c_3 \sinh(\beta x) + c_4 \cosh(\beta x) \quad (4.8)$$

Avec

$$\beta^4 = (\rho A \omega^2)/(EI) \quad (4.9)$$

Les constantes  $c_1$ ,  $c_2$ ,  $c_3$  et  $c_4$  peuvent être déterminées par les conditions aux limites.

Ces constantes sont telles que : le déplacement transversal et angulaire est nul en  $x = x_0$ , ainsi qu'un moment de flexion et un effort tranchant qui s'annule en  $x = L$ . Ainsi une solution non triviale de cette équation est donnée par :

$$\frac{\cosh(\beta L) + \cos(\beta L)}{\sinh(\beta L) - \sin(\beta L)} = \frac{\sinh(\beta L) + \sin(\beta L)}{\cosh(\beta L) - \cos(\beta L)} \Leftrightarrow \cosh(\beta L) \cos(\beta L) + 1 = 0 \quad (4.10)$$

Les valeurs prises par  $(\beta L)_n$  pour différents modes  $n$  sont présentées dans le tableau 4.1. La réponse de la poutre correspond à la superposition de l'ensemble des modes propres. Ainsi :

$$w_0(x, t) = \sum_{i=1}^{\infty} X_i(x) (A_i \cos \omega_i t + B_i \sin \omega_i t) \quad (4.11)$$

Les constantes  $A_i$  et  $B_i$  dépendent des conditions aux limites.

*Tableau 4.1. Valeurs de  $(\beta L)_n$  pour différents modes  $n$ .*

| $n$           | 1      | 2      | 3      | 4       | 5       | $n > 5$               |
|---------------|--------|--------|--------|---------|---------|-----------------------|
| $(\beta L)_n$ | 1,8751 | 4,6941 | 7,8548 | 10,9955 | 14,1372 | $\frac{(2n-1)\pi}{2}$ |

#### 4.2.2. Modélisation de l'amortissement par frottement en présence de l'amortissement

Dans le cas d'une poutre soumise à une charge transverse  $q$  en présence de frottement visqueux, l'équation (4.1) devient :

$$\rho_s \frac{\partial^2 w_0}{\partial t^2} + c_s \frac{\partial w_0}{\partial t} + k_s \frac{\partial^4 w_0}{\partial x^4} = q(x, t) \quad (4.12)$$

avec  $c_s$  le coefficient d'amortissement visqueux par unité de surface. L'équation (Eq.4.12) s'écrit aussi sous la forme :

$$\frac{\partial^2 w_0}{\partial t^2} + \frac{c_s}{\rho_s} \frac{\partial w_0}{\partial t} + \omega_0^2 \alpha^2 \frac{\partial^4 w_0}{\partial x^4} = p(x, t) \quad (4.13)$$

avec  $p(x, t) = \frac{1}{\rho_s} q(x, t)$  la charge réduite,  $\omega_0 = \frac{1}{\alpha^2} \sqrt{k_s}$  la pulsation propre du système et  $\alpha$  une constante dépendant des conditions aux limites.

La solution de l'équation (Eq. 4.13) peut s'écrire sous la forme :

$$w_0(x, t) = \sum_{i=1}^{\infty} \phi_i(t) X_i(x) \quad (4.14)$$

L'équation (Eq. 4.13) peut s'écrire en coordonnées modales par :

$$\ddot{\phi}_i + 2\xi_i\omega_i\dot{\phi}_i + \omega_i^2\phi_i = p_{mi}(x) \cos \omega t \quad i = 1, 2, \dots, \infty \quad (4.15)$$

où  $\frac{c_s}{\rho_s} = 2\xi_i\omega_i$ ,  $p_i(t) = p_{mi}(x) \cos \omega t$  et  $\xi_i$  est le coefficient d'amortissement modal.

La réponse en régime permanent du mode  $i$  est alors donnée par :

$$\Phi_i(t) = \frac{p_{mi}}{\omega_i^2} k_i(\omega) \left( \left( 1 - \frac{\omega^2}{\omega_i^2} \right) \cos \omega t + 2\xi_i \frac{\omega}{\omega_i} \sin \omega t \right) \quad (4.16)$$

$$k_i(\omega) = \frac{1}{\left( 1 - \frac{\omega^2}{\omega_i^2} \right)^2 + \left( 2\xi_i \frac{\omega}{\omega_i} \right)^2} \quad (4.17)$$

D'autre part, le déplacement transverse est donné par :

$$w_0(x, t) = \sum_{i=1}^{\infty} \frac{p_{mi}}{\omega_i^2} k_i(\omega) X_i(x) \cos(\omega t - \varphi_i) \quad (4.18)$$

$$\text{Avec } \varphi_i(\omega) = \tan^{-1} \frac{2\xi_i \frac{\omega}{\omega_i}}{1 - \frac{\omega^2}{\omega_i^2}} \quad (4.19)$$

Dans le domaine fréquentiel, l'équation (4.13) s'écrit :

$$\Phi_i(\omega) = H_i(\omega) P_i(\omega) \quad (4.20)$$

où  $\Phi_i(\omega)$  et  $P_i(\omega)$  sont les amplitudes complexes associées respectivement à  $\Phi_i(t)$  et  $p_i(t)$ .

où  $H_i(\omega) = \frac{1}{\omega_i^2} H_{ri}(\omega)$  est la fonction de transfert et  $H_{ri}(\omega) = \frac{1}{\left( 1 - \frac{\omega^2}{\omega_i^2} \right)^2 + 2\xi_i \frac{\omega}{\omega_i}}$  la

fonction de transfert réduite.

Dans le cas où la poutre subit une charge concentrée impulsionnelle en un point  $x = x_1$ , on note :

$$q(t) = q(x_1, t) = \delta(x - x_1) q_1(t) \quad (4.21)$$

avec  $\delta(x - x_1)$  la distribution de Dirac localisée en  $x_1$ . Ainsi, la charge réduite peut se mettre sous la forme :

$$p(t) = p_1 \delta(t) \quad (4.22)$$

où  $p_1$  est une constante et  $\delta(t)$  la fonction impulsion de Dirac dont la transformée de Fourier s'écrit :

$$\delta(t) = \int_{-\infty}^{+\infty} e^{i\omega t} d\omega \quad (4.23)$$

Par conséquent, une excitation ponctuelle impulsionnelle génère l'ensemble des fréquences, et pour chacune d'elle l'équation du mouvement s'écrit en coordonnées modales sous la forme :

$$\ddot{\phi}_i + 2\xi_i\omega_i\dot{\phi}_i + \omega_i^2\phi_i = p_1X_i(x_1)\cos\omega t \quad (4.24)$$

On établit le déplacement transverse de la même manière que précédemment

$$w_0(x, t) = \sum_{i=1}^{\infty} X_i(x_1) X_i(x) \frac{1}{\omega_i^2} k_i(\omega) \cos(\omega t - \varphi_i) \quad (4.25)$$

avec :

$$k_i(\omega) = \frac{1}{\left(1 - \frac{\omega^2}{\omega_i^2}\right)^2 + \left(2\xi_i\frac{\omega}{\omega_i}\right)^2} \quad (4.26)$$

$$\varphi_i(\omega) = \tan^{-1} \frac{2\xi_i\frac{\omega}{\omega_i}}{1 - \frac{\omega^2}{\omega_i^2}} \quad (4.27)$$

Pour une poutre vibrant en flexion en configuration encastree-libre, les déformées modales s'écrivent alors :

$$X_i(x) = \cos\left(\kappa_i\frac{x}{a}\right) - \cosh\left(\kappa_i\frac{x}{a}\right) - \gamma_i\left(\sin\left(\kappa_i\frac{x}{a}\right) - \sinh\left(\kappa_i\frac{x}{a}\right)\right) \quad (4.28)$$

Où les valeurs des constantes  $\kappa_i$  et  $\gamma_i$  pour les 7 premiers modes sont données dans le tableau 4.2.

**Tableau 4.2.** Valeurs des constantes  $\kappa_i$  et  $\gamma_i$  pour différents modes  $i$ .

| $i$        | 1      | 2      | 3      | 4      | 5      | 6      | 7      |
|------------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| $\kappa_i$ | 1,8751 | 4,6941 | 7,8548 | 10,995 | 14,137 | 17,279 | 20,420 |
| $\gamma_i$ | 0,7341 | 1,0185 | 0,9992 | 1,000  | 1,000  | 1,000  | 1,000  |

### 4.3. Analyse expérimentale

#### 4.3.1. Matériaux d'étude




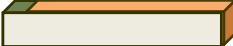

Cinq (5) types des matériaux ont été étudiés dans ce travail :

- la résine greenpoxy coulée,
- les matériaux composites à fibres de lin unidirectionnels et croisés,
- les âmes en liège de différentes densités,
- les sandwichs à âmes en liège et peaux en aluminium,
- les sandwichs à âmes en liège et peaux en composites lin/greenpoxy.

Pour éviter tout endommagement des matériaux sandwichs au moment du serrage de l'encastrement, des blocs métalliques de 50 mm de longueur sont insérés dans la partie encadrée. Pour étudier les propriétés dynamiques des peaux du sandwich, plusieurs configurations de composites stratifiés ont été analysées. Dans chaque cas, les essais d'analyse modale ont été réalisés sur différentes éprouvettes selon la norme ASTM-E756 [188]. Tout d'abord, l'analyse a été effectuée sur des éprouvettes en résine coulée. Afin d'étudier l'influence de l'orientation des fibres sur l'amortissement des composites, différentes éprouvettes ont été découpées, à partir des plaques à fibres unidirectionnelles suivant différentes directions, imposant ainsi des orientations des fibres allant de 0° jusqu'à 90° avec un pas de 15°. Par la suite, des composites stratifiés croisés  $[0/90]_s$  et  $[+45/-45]_s$  ont été testés. Des poutres en liège seul obtenues à partir des panneaux de différentes densités ont été aussi testées dans le but d'étudier l'influence de la densité sur le comportement vibratoire des âmes. Ensuite, afin de déterminer l'amortissement en cisaillement des âmes, des peaux (substrats) en aluminium ont été associées aux âmes en liège de différentes densités et ont été testées. Et pour finir, des poutres sandwichs toutes réalisées avec des peaux stratifiées du type  $[0/90]_s$ , et avec des âmes en liège de différentes densités ont été testées. Pour tous les matériaux et dans chaque configuration, cinq éprouvettes au moins ont été testées, afin de prendre en compte les différentes sources de variabilité des résultats (matériaux, mesures, etc.).

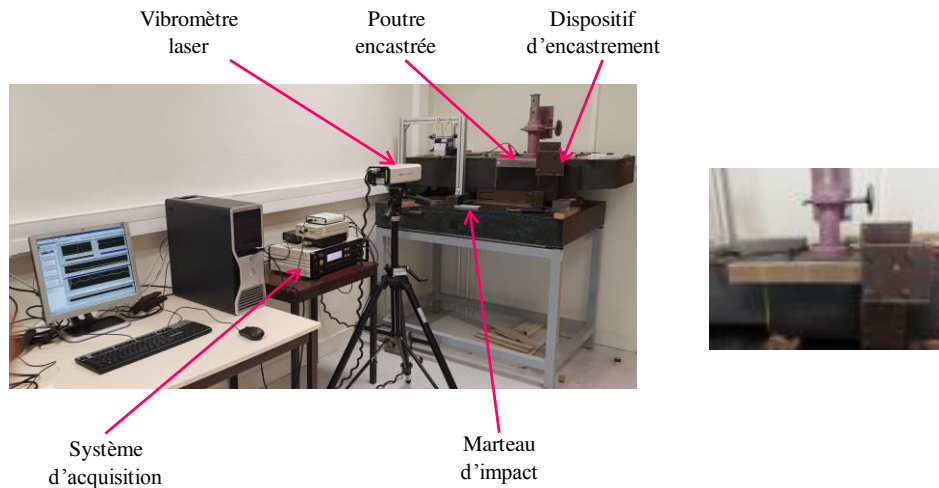
Les dimensions nominales de chaque matériau sont reportées au tableau 4.3.

**Tableau 4.3.** Dimensions nominales des matériaux étudiés.

| Matériaux                  | Dimensions (mm)  |  | Longueur totale | Longueur libre    | Largeur | Épaisseur |
|----------------------------|--|--|-----------------|-------------------|---------|-----------|
|                            |  |  |                 |                   |         |           |
| Résine GPR                 |   |  | 250             | 200<br>170<br>140 | 20      | 3,2       |
| Stratifié GPF              |   |  | 300             | 250<br>220<br>190 | 25      | 2,2       |
| Âme                        |  |  |                 |                   |         |           |
| CNL10                      |  |  |                 | 300               |         |           |
| CNL20                      |   |  | 350             | 250               | 50      | 20        |
| CNL25                      |  |  |                 | 200               |         |           |
| Sandwich à peaux Alu       |  |  |                 |                   |         |           |
| ANL10                      |  |  |                 | 300               |         |           |
| ANL20                      |   |  | 350             | 250               | 50      | 20        |
| ANL25                      |  |  |                 | 200               |         |           |
| Sanwich à peaux composites |  |  |                 |                   |         |           |
| SNL10                      |  |  |                 | 300               |         |           |
| SNL20                      |  |  | 350             | 250               | 50      | 20        |
| SNL25                      |  |  |                 | 200               |         |           |

#### 4.3.2. Dispositif expérimental

Les différentes poutres des différents matériaux ont été testées en configuration encastree-libre au moyen du dispositif expérimental présenté en figure 4.1. L'analyse modale s'effectue en encastrant une longueur de 50 mm de la poutre au moyen d'un support rigide en acier. L'excitation est réalisée au moyen d'un marteau d'impact (PCB084A14) à proximité de l'encastrement, afin d'exciter une bande plus large de fréquences. La vitesse de déplacement de l'extrémité libre est ensuite mesurée au moyen d'un vibromètre laser (OFV 303 Sensor Head). Les signaux d'excitation et de réponse ont été traités par un système de carte d'acquisition et analysés avec NI Labview.



*Figure 4.1. Photographie du dispositif expérimental.*

### 4.3.3. Méthode d'analyse des résultats expérimentaux

Des essais de vibration en configuration encastré/libre ont été réalisés avec le dispositif présenté sur la figure 4.1. Le serrage de l'encastrement est progressivement augmenté jusqu'à ce que la fonction de réponse en fréquence mesurée ne varie plus avec le serrage. Différentes catégories d'éprouvettes ont été préparées. Pour tous les matériaux testés, chaque essai a été répété plusieurs fois et les cinq meilleures acquisitions ont été retenues et moyennées pour tracer la FRF finale. Pour chaque éprouvette testée, la fonction de réponse en fréquence (FRF) a été analysée au moyen d'une routine automatisée développée sous MATLAB. Dans un premier temps, les fréquences des modes de résonance ont été déterminées. Un exemple typique de la réponse fréquentielle correspondant à un matériau sandwich est donné dans la figure 4. 2. a. Dans ce cas, quatre modes de résonance sont distingués.

Afin d'évaluer les propriétés d'amortissement de ces matériaux, le facteur d'amortissement a été calculé par la méthode de la bande passante connue sous la dénomination de la méthode à (-3 dB) [189-191]. Cette méthode est couramment utilisée pour sa simplicité d'utilisation. Elle consiste à isoler chaque pic de résonance de la *FRF* représentant l'amplitude en fonction de la fréquence. Par la suite, chaque pic de résonance permet de déterminer la fréquence de résonance propre  $f_n$  du mode  $n$  et de calculer son coefficient amortissement correspondant  $\eta_n$ . Cette méthode permet de déterminer le facteur de perte  $\eta_n$  par l'équation (4.29). Cette équation relie le facteur d'amortissement à la bande passante  $\Delta f_n$  pour laquelle l'amplitude à la résonance diminue de 3 dB avec la fréquence de résonance  $f_n$  pour chaque mode (Fig. 4.2. b).



$$\eta_n = \frac{\Delta f_n}{f_n} = \frac{f_2 - f_1}{f_0} \quad (4.29)$$

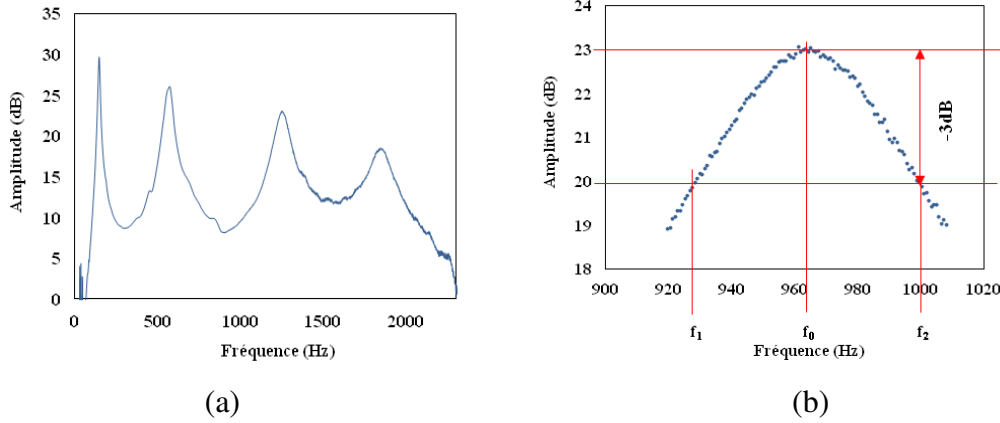


Figure 4.2. Méthode de la bande passante : a) exemple typique d'un FRF, b) mesure à (-3dB).

L'équation (Eq. 4.30) permet par la suite de déterminer les modules de Young des différents matériaux pour chaque mode de vibration.

$$E = 12\rho \frac{L^2 f_n^2}{e^2 C_n^2} \quad (4.30)$$

avec  $\rho$  la densité,  $L$  la longueur des poutres,  $f_n$  la fréquence de résonance moyenne du nième mode de flexion,  $e$  l'épaisseur des poutres et  $C_n$  une constante dépendant de la conditions aux limites pour le nième mode de flexion, avec  $C_1=0,55959$ ,  $C_2=3,5069$ ,  $C_3=9,8194$  et  $C_n=(\pi/2)(n-0.5)^2$  pour  $n>3$ .

Dans le cas des matériaux sandwichs et des matériaux d'âme confinés par des substrats en aluminium, il est alors possible de déduire l'amortissement en cisaillement de l'âme  $\eta_{12}$  et son module de cisaillement  $G_{12}$  à partir des fréquences de résonance et des facteurs d'amortissement modaux des sandwichs et des peaux en aluminium, par :

$$\eta_{12} = \frac{A\eta_s}{((A-B-2(A-B)^2-2A(\eta_s)^2)} \quad (4.31)$$

$$G_{12} = P_1 P_2 \quad (4.32)$$

avec :

$$P_1 = A - B - 2(A - B)^2 - 2(\eta_s)^2 \quad (4.33)$$

$$P_2 = \frac{\frac{2\pi C_n E h_p h_a}{L^2}}{(A-2A+2B)^2+4(A\eta_s)^2} \quad (4.34)$$

$$A = \left(\frac{f_s}{f_n}\right)^2 \left(2 + D \frac{h_p}{h_a}\right) \left(\frac{B}{2}\right) \quad (4.35)$$

$$B = \frac{1}{6\left(1 + \frac{h_p}{h_a}\right)^2} \quad (4.36)$$

où:

$D = \rho_a / \rho_p$ ,  $\rho_a$  et  $\rho_p$  sont respectivement les masses volumiques de l'âme et des peaux en aluminium,  $E$  est le module d'Young des peaux,  $f_n$  la fréquence de résonance du mode  $n$ ,  $f_s$  la fréquence de résonance du matériau sandwich,  $h_a$  l'épaisseur de l'âme,  $h_p$  l'épaisseur d'une peau en aluminium,  $L$  la longueur du matériau sandwich,  $\eta_s$  le facteur de perte du matériau sandwich.

#### 4.4. Comportement vibratoire de la résine

L'évolution du module d'Young en fonction de la fréquence obtenue pour les différentes éprouvettes de résine coulées est présentée en figure 4.3. Ces résultats sont obtenus par l'équation (Eq. 4.30) qui fait intervenir les fréquences de résonance pour chaque mode de vibration. Il ressort de cette figure que, le module d'Young augmente d'un peu plus de 7% sur l'ensemble de la plage fréquentielle étudiée.

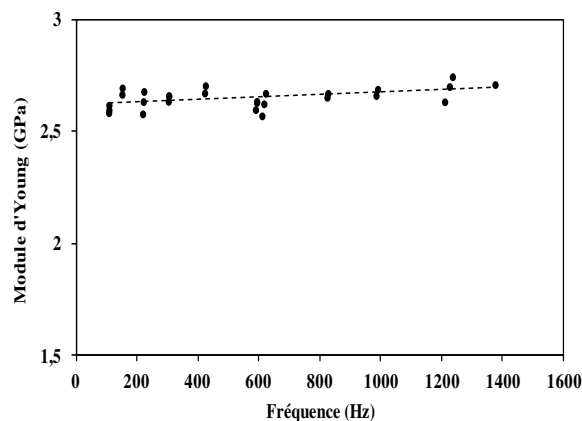


Figure 4.3. Évolution du module d'Young en fonction la fréquence pour la résine coulée.

Contrairement au module d'Young, le facteur de perte donné dans la figure 4.4, qui était de 2% au début a augmenté pour atteindre une valeur de 3%, soit un accroissement de plus de 30% par rapport à la valeur initiale (Tab. 4.4). La résine greenpoxy étant un polymère viscoélastique therm durcissable, son amortissement est un phénomène fortement lié à sa microstructure [192]. En effet l'organisation et la mobilité de sa chaîne moléculaire jouent un rôle essentiel dans les mécanismes intrinsèques de dissipation de l'énergie vibratoire.

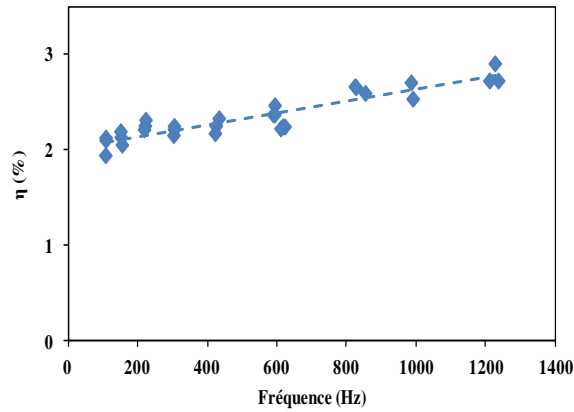


Figure 4.4. Évolution du facteur de perte en fonction de la fréquence pour la résine coulée.

Tableau 4.4. Facteur de perte à différentes fréquences.

| Greenpoxy  | Fréquence (Hz) |      |      |      |      |
|------------|----------------|------|------|------|------|
| $\eta$ (%) | 100            | 300  | 600  | 1000 | 1400 |
|            | 1,94           | 2,15 | 2,46 | 2,75 | 2,97 |

## 4.5. Comportement vibratoire des peaux composites

### 4.5.1. Rigidité

La figure 4.5. présente l'évolution des fréquences propres en fonction de l'orientation des fibres ( $0^\circ$  à  $90^\circ$ ) des cinq premiers modes de vibration en flexion pour des éprouvettes à fibres unidirectionnelles. Cette figure montre que les fréquences diminuent lorsque l'orientation des fibres augmente. En effet, la fréquence propre est proportionnelle à la rigidité du matériau qui diminue avec l'augmentation de l'orientation des fibres. Dans notre cas, des diminutions respectives de 10 Hz et de 1000 Hz de la fréquence du premier et du cinquième mode propre sont constatées entre un stratifié orienté à  $0^\circ$  et celui orienté à  $90^\circ$ .

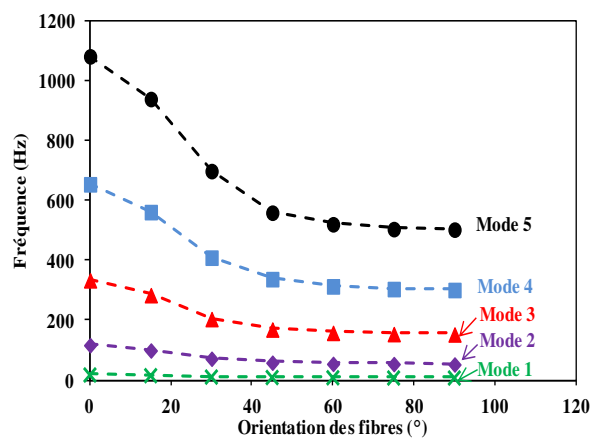
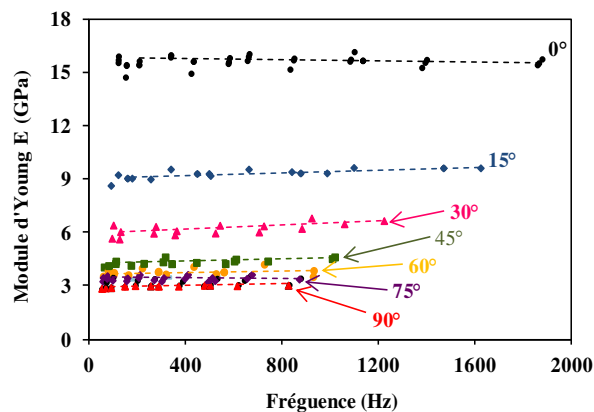


Figure 4.5. Évolution de la fréquence en fonction de l'orientation des fibres pour les cinq premiers modes de vibration.

La figure 4.6. présente l'influence de l'orientation des fibres sur le module d'Young longitudinal en fonction de la fréquence.

En effet, les valeurs des modules d'Young sont presque constantes ou augmente légèrement le long de la plage des fréquences étudiées. On constate aussi que les valeurs des modules diminuent lorsque l'orientation des fibres augmente. À titre d'exemple, le module d'Young est de l'ordre de 17,5 GPa pour un composite dont les fibres sont orientées à  $0^\circ$ , alors, qu'il n'est que de l'ordre de 2,7 GPa pour le composite avec des fibres orientées à  $90^\circ$ . En effet, lorsque la poutre est soumise à la flexion, ses faces sont sollicitées en traction et compression suivant la direction des fibres pour un stratifié à  $[0^\circ]$  et suivant la direction perpendiculaire aux fibres pour un stratifié à  $[90^\circ]$ . Pour un mode de vibration donné, le module de Young longitudinal est proportionnel à la fréquence de vibration qui diminue avec l'augmentation de l'orientation des fibres.



**Figure 4.6.** Influence de l'orientation des fibres sur le module d'Young longitudinal en fonction la fréquence.

Dans la figure 4.7., nous avons reporté et comparé les courbes d'évolution des modules d'Young des composites unidirectionnels dont les fibres sont orientées à  $0^\circ$  et  $90^\circ$  à celles des composites à fibres croisés  $[0/90]_s$  et  $[+45/-45]_s$ . Nous remarquons que :

- le module de Young varie peu avec la fréquence,
- les composites à  $[+45/-45]_s$ , sont un peu plus rigides que les composites  $[90]$ ,
- les composites avec une séquence d'empilement du type  $[0/90]_s$  possèdent un comportement proche de celui des composites à fibres orientées à  $0^\circ$  qui est le plus rigide.

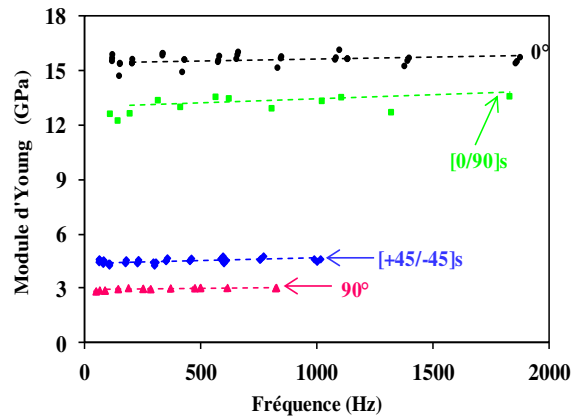


Figure 4.7. Comparaison des modules d'Young longitudinaux des composites unidirectionnels et croisés.

#### 4.5.2. Amortissement

Les résultats obtenus de l'évolution des facteurs de pertes en fonction des fréquences pour les composites unidirectionnels ( $0^\circ$ ,  $15^\circ$ ,  $30^\circ$ ,  $45^\circ$ ,  $60^\circ$ ,  $75^\circ$  et  $90^\circ$ ) et croisés ( $[0/90]_s$  et  $[+45/-45]_s$ ) sont présentés dans la figure 4.8.

Dans tous les cas, les valeurs des facteurs de pertes augmentent lorsque la fréquence augmente. On constate que pour toutes les orientations des fibres, le facteur de pertes est initialement faible (1,3 à 2,44%) puis croît avec l'augmentation des fréquences et atteint une valeur maximale de 3,2% dans le cas du stratifié à  $75^\circ$  pour des valeurs de fréquences élevées. L'augmentation constatée varie de 15 à 45% et dépend de la séquence d'empilement du stratifié.

D'une manière générale, les fibres naturelles de lin possèdent de bonnes propriétés d'amortissement, leur association avec la résine greenpoxy permet d'augmenter considérablement les valeurs de leur facteur de perte. Les valeurs aussi importantes des amortissements modaux peuvent être attribuées, d'une part à la forte friction interne induite par la morphologie des fibres de lin et plus précisément par le frottement entre la cellulose et les hémicelluloses, et d'autre part au comportement viscoélastique de la résine greenpoxy [193-195].

À titre d'exemple, les valeurs des facteurs de pertes déduites de l'analyse expérimentale des composites unidirectionnels et croisés pour plusieurs fréquences sont reportées dans le tableau 4.5.

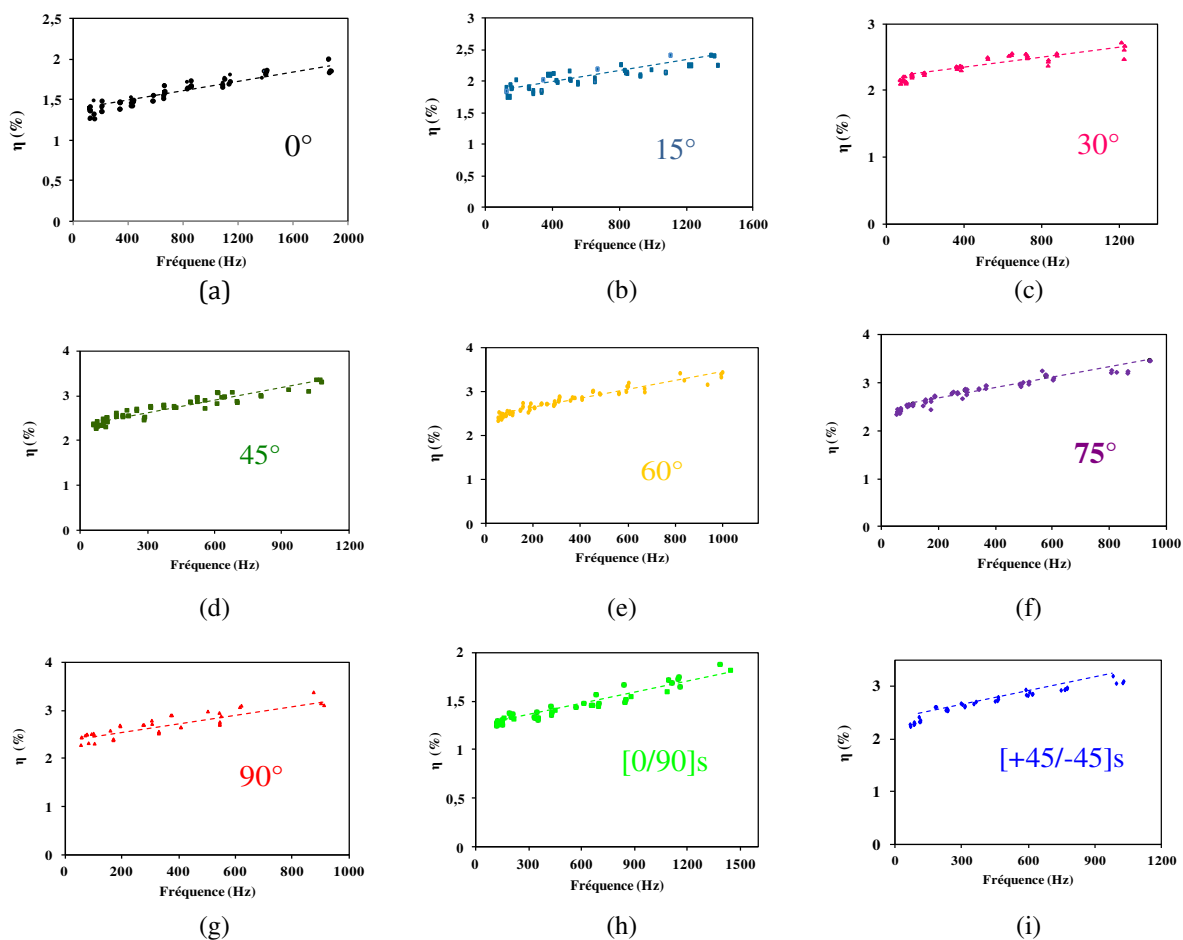


Figure 4.8. Variation des facteurs d'amortissement en fonction des fréquences pour différentes séquences d'empilement : a) 0°, b) 15°, c) 30°, d) 45°, e) 60°, f) 75° et g) 90°, h) [0/90]<sub>s</sub> et i) [+45/-45]<sub>s</sub>.

Tableau 4.5. Facteur de perte ( $\eta$  %) à différentes fréquences pour les différents composites.

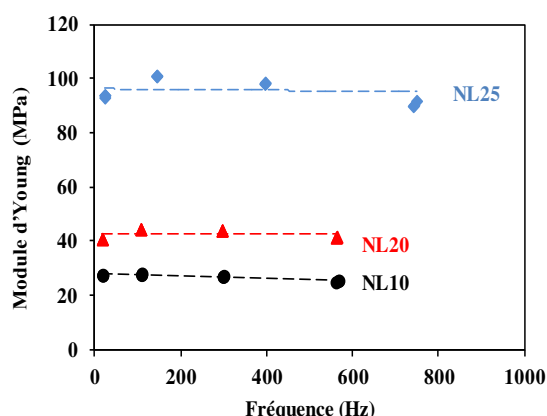
| Matériaux \ Fréquence (Hz) | Fréquence (Hz) |      |      |      |
|----------------------------|----------------|------|------|------|
|                            | 100            | 200  | 400  | 800  |
| [0] <sub>2s</sub>          | 1,20           | 1,36 | 1,43 | 1,56 |
| [90] <sub>2s</sub>         | 2,40           | 2,45 | 2,56 | 2,69 |
| [0/90] <sub>s</sub>        | 1,14           | 1,25 | 1,30 | 1,40 |
| [+45/-45] <sub>s</sub>     | 2,36           | 2,56 | 2,76 | 3,00 |

#### 4.6. Comportement vibratoire des âmes

Afin d'étudier les propriétés vibratoires des âmes en liège de différentes densités, les poutres en liège ont été testées en flexion et en cisaillement avec le même protocole que celui utilisé pour la résine greenpoxy et les matériaux composites des différentes configurations.

#### 4.6.1. Comportement vibratoire en flexion

Les tests en flexion des âmes en liège permettent d'accéder directement à leurs modules de Young longitudinaux ainsi qu'à leurs facteurs de pertes. Les résultats de l'évolution de module d'Young en fonction des fréquences sont présentés en figure 4.9. Tout d'abord, on constate que les valeurs de module de Young des âmes sont fortement affectées par leur densité mais présentent peu de variations. Pour un mode de vibration donné, la fréquence augmente lorsque la masse volumique de l'âme augmente entraînant ainsi l'augmentation du module d'Young. En effet, la fréquence propre est directement liée à la rigidité du matériau qui augmente avec la masse volumique de l'âme.

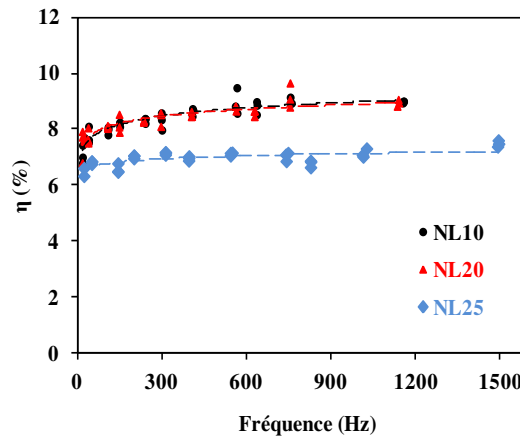


*Figure 4.9. Évolution du module d'Young en fonction de la fréquence pour les âmes en liège des différentes densités.*

La figure 4.10 compare les résultats des facteurs de perte obtenus pour les trois âmes étudiées. Nous constatons que l'amortissement augmente lorsque la fréquence augmente. Nous observons aussi que lorsque la masse volumique du liège augmente le facteur de perte diminue. Ce comportement est attribué à la taille des pores inter-granulaires et intra-granulaire contenant de l'air constituant les lièges. Lorsque la masse volumique est élevée, la taille des pores est faible et donc la quantité de l'air qui y est emprisonnée est faible ce qui entraîne la réduction de l'amortissement lorsque la masse volumique des âmes augmente. Nous remarquons aussi que les lièges NL10 et NL20 avec des morphologies très proches présentent des valeurs des amortissements sensiblement égales. Les valeurs des amortissements déduites de l'analyse expérimentale pour plusieurs fréquences sont reportées sur le tableau 4.6.

**Tableau 4.6.** Facteur de perte ( $\eta$  %) à différentes fréquences pour les lièges NL10, NL20 et NL25.

| Fréquence (Hz) \ Liège | 50   | 150  | 600  | 1000 |
|------------------------|------|------|------|------|
| NL10                   | 7,74 | 8,18 | 8,78 | 9,10 |
| NL20                   | 7,70 | 8,16 | 8,56 | 8,92 |
| NL25                   | 6,80 | 6,80 | 7,10 | 7,30 |

**Figure 4.10.** Évolution du facteur de perte en fonction de la fréquence pour les âmes en liège de différentes densités.

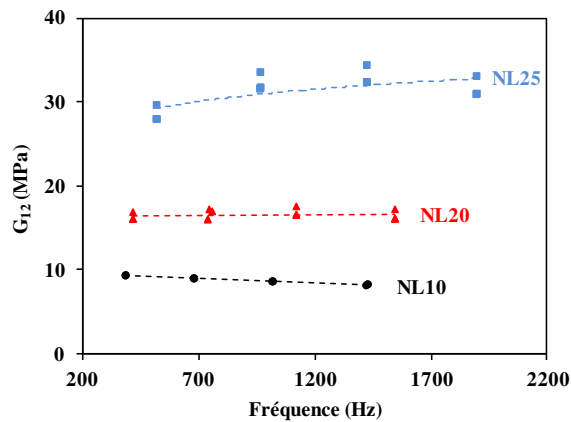
#### 4.6.2. Comportement vibratoire en cisaillement

En raison de sollicitations en cisaillement s'opérant dans les matériaux sandwichs, l'étude sur l'évaluation de leur comportement vibratoire est une priorité. C'est ainsi que la méthode VBT décrite dans la norme ASTM E-756 a été utilisée. Cette méthode consiste à analyser la réponse vibratoire d'une structure sandwich composée d'une âme en liège, dans notre cas, et de deux peaux en aluminium. La résine greenpoxy est utilisée pour effectuer l'assemblage de la structure sandwich.

La figure 4.11 donne l'évolution du module de cisaillement, déduite des équations 4.31 à 4.36, en fonction de la fréquence pour les trois âmes de différentes masses volumiques. Le module de cisaillement des âmes est quasi constant dans le domaine de fréquence étudié pour les lièges NL10 et NL20 mais il augmente légèrement avec la fréquence et présente des variabilités pour le liège NL25. Le phénomène de cisaillement dans les matériaux granulaires est fortement lié à leur densité. Cette dernière est caractérisée par la taille des grains et des pores ainsi que la nature des liaisons existant entre les grains. Ces paramètres influencent directement la valeur du module de cisaillement de nos matériaux et deviennent importants quand la densité augmente. Ainsi, effectuer un test de cisaillement sur un matériau granulaire

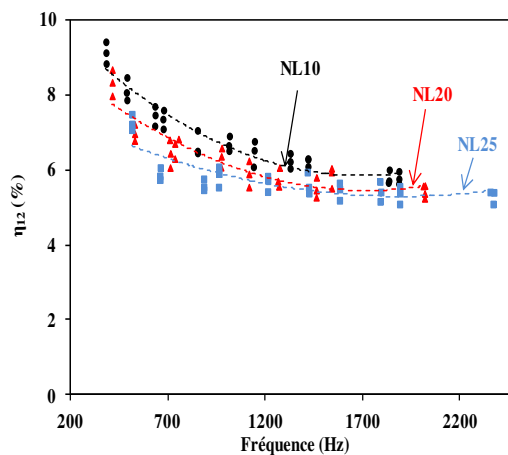


consiste à séparer ses grains en lui appliquant deux charges opposées. Au cours de ces tests, l'effort appliqué est proportionnel à la densité du matériau ainsi que le module de cisaillement. C'est pourquoi le module de cisaillement des âmes a augmenté avec leur densité.



**Figure 4.11.** Évolution du module de cisaillement en fonction de la fréquence pour les âmes en liège NL10, NL20 et NL25.

Les variations du facteur de perte, en cisaillement, en fonction de la fréquence, obtenues par les équations 4.31 à 4.36, pour les trois âmes sont reportées sur la figure 4.12. Nous observons une diminution de l'amortissement en fonction de la fréquence. Ensuite, ce facteur devient pratiquement constant pour des fréquences élevées pour l'ensemble des âmes. On remarque que lorsque la masse volumique de l'âme augmente le facteur de perte diminue.

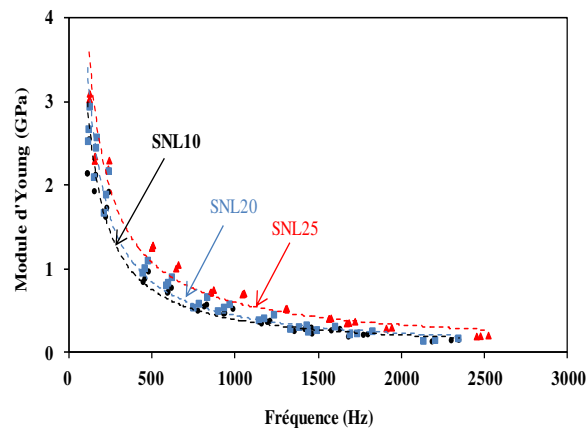


**Figure 4.12.** Évolution du facteur de perte en cisaillement en fonction de la fréquence pour les âmes en liège NL10, NL20 et NL25.

#### 4.7. Comportement vibratoire des sandwichs

Les variations du module d'Young en fonction de la fréquence, obtenues pour les matériaux sandwichs à âmes en liège et peaux lin/greenpoxy, en exploitant l'équation (4.9).

Les résultats obtenus sont reportés sur la figure 4.13. Nous observons une diminution du module d'Young en fonction de la fréquence. Cette diminution est très rapide en basse fréquence, le module devenant quasi constant pour des fréquences élevées pour l'ensemble des sandwichs. Nous observons également que lorsque la masse volumique de l'âme augmente le module d'Young augmente aussi. C'est ce qui a été constaté pour les âmes seules en section 5.1.

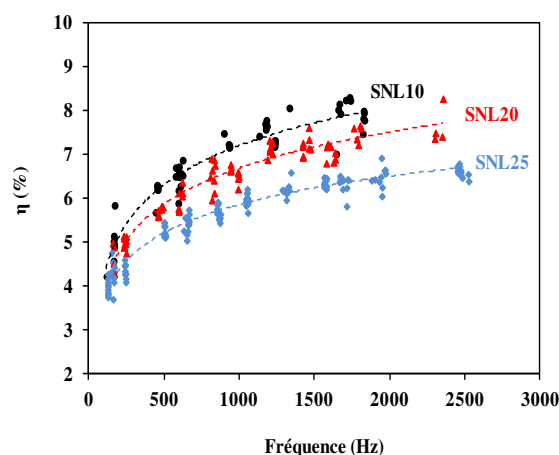


**Figure 4.13.** Évolution du module d' Young en fonction de la fréquence pour les sandwichs à âmes en liège des différentes densités et peaux lin/greenpoxy [0/90]<sub>s</sub>.

La figure 4.14 montre les résultats de l'évolution de facteur de perte en fonction de la fréquence pour les trois matériaux sandwichs à âmes en liège et peaux lin/greenpoxy. Nous constatons une dispersion des résultats pour les trois matériaux sandwichs étudiés. Malgré cette dispersion, il ressort la aussi que le facteur de perte du sandwich diminue quand la masse volumique de l'âme augmente. Ce constat a été fait aussi dans le cas des âmes seules pour les configurations étudiées aux paragraphes 5.1 et 5.2 et confirmé par d'autres études [172,173 ;195]. À titre d'exemple, nous avons reporté les valeurs de facteur de perte déduites de l'analyse expérimentale pour plusieurs fréquences et pour les trois matériaux sandwichs dans le tableau 4.7.

Les phénomènes physiques entraînant l'amortissement résultent de plusieurs mécanismes existant au sein d'un matériau. Premièrement, la résine greenpoxy présente un comportement très viscoélastique qui joue un rôle important dans la réponse globale d'une structure sandwich. À cela s'ajoute le comportement viscoélastique des fibres de lin, du fait de la présence de polymères naturels dans leur composition, comme la cellulose et l'hémicellulose. Dans la même logique, le frottement entre les différentes couches concentriques constitutives des parois, ou encore entre les micro-fibrilles de cellulose et leur matrice d'hémicellulose d'une fibre élémentaire peut considérablement contribuer à l'augmentation de

l'amortissement à l'échelle des fibres. Autres formes de frottements peuvent s'effectuer dans l'interface fibres/matrice, dans les microfissures ou les micro-pores qui seront à l'origine de l'amortissement structural. Ces phénomènes peuvent aussi être responsables de l'amortissement des âmes. Mis à part leur morphologie très poreuse, les lièges sont aussi constitués de polymères naturels expliquant en partie leur comportement très viscoélastique. De plus, le phénomène de compression/décompression de l'air enfermé dans les pores des âmes en liège peut apporter une bonne partie de l'amortissement de l'énergie vibratoire dans les matériaux sandwichs étudiés.



**Figure 4.14.** Évolution du facteur de perte  $\eta$  (%) en fonction de la fréquence pour les sandwichs à âmes en liège des différentes densités et peaux lin/greenpoxy  $[0/90]_s$ .

**Tableau 4.7.** Facteur de perte à différentes fréquences pour les Sandwichs SNL10, SNL20 et SNL25.

| Fréquence (Hz) | Sandwichs |     |      |      |      |
|----------------|-----------|-----|------|------|------|
|                | 100       | 500 | 1000 | 1500 | 2000 |
| SNL10          | 4,2       | 6,7 | 7,5  | 7,6  | 8,1  |
| SNL20          | 3,8       | 5,8 | 7,3  | 7,2  | 7,6  |
| SNL25          | 3,7       | 5,2 | 6,0  | 6,3  | 6,6  |

#### 4.8. Conclusion

Ce chapitre présente l'analyse du comportement vibratoire des matériaux sandwichs et de ses constituants. D'abord, des essais expérimentaux d'analyse modale ont été réalisés sur la résine greenpoxy, sur les peaux, sur les âmes en liège ainsi que sur les matériaux sandwichs complets afin de déterminer leurs propriétés dynamiques (fréquences et amortissements modaux). Des propriétés mécaniques dépendantes de la fréquence ont été mises en évidence. L'étude effectuée a permis de mettre en évidence l'influence de l'orientation des fibres sur le module d'Young ainsi que le facteur de perte. Cette même étude a été menée d'abord sur les âmes seules et ensuite sur les sandwichs à âmes en liège en peaux aluminium afin de mettre

en évidence l'influence de la densité des âmes sur leur comportement vibratoire respectivement en flexion et en cisaillement. Enfin la contribution des matériaux composites et des âmes de différentes densités sur la fréquence de résonance et l'amortissement global des matériaux sandwichs a été étudiée.

**Deuxième partie : vieillissement des sandwichs et leurs  
constituants**

## Chapitre 5. Absorption d'eau des sandwichs et leurs constituants

### Résumé :

Dans ce chapitre, les structures sandwichs constituées des peaux en lin/greenpoxy associées à une âme en liège de différentes densités sont immergées dans de l'eau de robinet. Pour comprendre la contribution de chaque composant matériel, des échantillons de la résine pure, des composites stratifiés, du liège et du matériau sandwich sont examinés. Les courbes d'absorption associées à un modèle simple basé sur la loi de Fick permettent de déterminer le coefficient de diffusion de chaque matériau. Pour examiner plus en détail la précision des coefficients de diffusion calculés, les courbes d'absorption mesurées sont comparées à un modèle analytique utilisant ces coefficients et la valeur de saturation en eau pour prédire la courbe d'absorption.

## 5.1. Introduction

Les matériaux sandwichs peuvent être divisés en cinq composants, à savoir fibre, résine, âme, interface fibre/résine et interface peaux/âme. L'utilisation des matériaux sandwichs dans un milieu humide conduit à l'absorption d'une certaine quantité d'eau qui conduit à la plastification et au gonflement de leurs constituants qui ont pour effet d'abaisser les propriétés physiques telles que la température de transition vitreuse et les propriétés mécaniques. Les défaillances éventuelles associées sont probablement les dommages causés aux matrices et fibres par le gonflement et même l'interface peaux/âme.

En plus, des études ont montré que l'absorption de molécules d'eau dans un réseau réticulé d'un polymère thermodurcible provoque un gonflement et une plastification de la matrice, qui dégradent ses propriétés mécaniques [196,197]. Autrefois, la diffusion d'eau dans les composites stratifiés et la dégradation de l'interface fibre/matrice ont également été quelque peu explorées [196-198]. D'autre part, seules quelques études ont porté sur le comportement d'absorption des âmes en mousse PVC ou en balsa et leurs structures en sandwich [199]. La grande majorité des études sur le comportement hygroscopique des structures en sandwich se concentrent sur la dégradation de l'interface peaux/âme [199, 200].

Ainsi, les différents échantillons utilisés dans ce chapitre sont les mêmes que ceux utilisés dans les chapitres précédents. Le comportement hygroscopique des matériaux sandwichs biosourcés et ses constituants (âmes en liège et peaux lin/greenpoxy) immergés dans l'eau du robinet sera examiné ici. L'absorption des échantillons des composites [0/90]<sub>s</sub> et [+45/-45]<sub>s</sub>, les âmes en liège (NL10, NL20 et NL25) et les structures sandwichs (SNL10, SNL20 et SNL25) sera contrôlée pendant au moins 2 mois et donnera lieu à des courbes d'absorption. Les valeurs des coefficients de diffusion et de la masse d'eau à la saturation de l'ensemble des matériaux seront extraites des courbes expérimentales et seront comparées à un modèle de diffusion de type Fickien.

## 5.2. Matériaux étudiés et protocole expérimental

Les matériaux étudiés dans ce travail sont les mêmes que précédemment : il s'agit des matériaux composites à fibres croisées [0/90]<sub>s</sub> et [+45/-45]<sub>s</sub>, les âmes et les sandwichs à âmes en liège et peaux lin/greenpoxy. Des échantillons d'essai pour l'absorption d'eau ont été immergés dans un récipient contenant l'eau du robinet et exposés à la température ambiante. Pour quantifier l'absorption d'eau, les échantillons présentés dans le tableau 5.1 ont été périodiquement sortis de l'eau (un par un), essuyés avec un chiffon absorbant et

immédiatement pesés avec une balance de type (SARTORIUS) de précision de 0,1 mg. Afin d'éviter la dispersion de mesure pour chaque matériau, cinq pesés ont été prises consécutivement et la valeur moyenne a été enregistrée.

*Tableau 5.1. Dimensions nominales des échantillons utilisés pour la mesure de l'absorption.*

| Matériaux             | Dimension (mm) |         |           |
|-----------------------|----------------|---------|-----------|
|                       | Longueur       | Largeur | Epaisseur |
| Greenpoxy             | 20             | 20      | 3,2       |
| Composites stratifiés | 20             | 20      | 2,2       |
| Ames                  | 20             | 20      | 20        |
| Sandwichs             | 20             | 20      | 25        |

### 5.3. Identification des caractéristiques de diffusion

#### 5.3.1. Introduction

Nous n'abordons le vieillissement hygrométrique que d'une manière générale, afin de faciliter la compréhension des différents processus de dégradation des constituants du composite type sandwich. Au sein d'un matériau composite, l'eau interagit avec les différents composants de ce dernier. D'une part, avec chaque constituant selon tout son volume et selon les lois de la diffusion, d'autre part, avec les zones interfaciales entre les constituants. Deux mécanismes peuvent contribuer au processus de sorption d'eau dans les constituants : la fixation des molécules d'eau sur les sites actifs et la diffusion à travers le volume libre et les microvides. C'est le phénomène d'absorption, qui se manifeste par une prise de poids et par un gonflement avec le temps. La diffusion de l'eau dans le composite se définit comme étant un phénomène de transfert moléculaire dû à un gradient de concentration du solvant vers le matériau. Fick a mis en place les fondements de la cinétique d'absorption de fluides dans les polymères. Il a établi les équations de base par analogie, entre phénomènes de transfert de chaleur par conduction et transfert de masse. Le comportement à long terme d'un matériau en milieu humide dépend essentiellement de trois phénomènes :

- l'absorption d'eau pour parvenir à l'équilibre physique du système polymère/eau,
- la diffusion de l'eau au travers du matériau,
- la réaction matériau /eau.



### 5.3.2. Cinétique de diffusion d'eau

La caractérisation expérimentale liée à l'absorption d'eau des matériaux étudiés est donnée par le pourcentage de masse d'eau absorbée  $M_t$  défini par l'équation (Eq. 5.1):

$$M_t = \frac{W_t - W_0}{W_0} \times 100 (\%) \quad (5.1)$$

Où  $W_0$  est la masse de l'échantillon non immergé à  $t = 0$  et  $W_t$  est la masse des échantillons après une durée d'immersion donnée.

### 5.3.3. Loi de Fick

Selon les théories de diffusion, l'absorption d'eau au sein d'un matériau est gouvernée par deux groupes de grandeurs caractéristiques :

1. la capacité maximale d'absorption  $M_i$  correspondant à la teneur maximale d'eau absorbable par le matériau ;
2. le coefficient de diffusion  $D$  traduisant la vitesse de pénétration dans le milieu.

Le modèle le plus simple permettant de décrire la diffusion dans un matériau solide est la loi de Fick (1855). Cette loi repose sur l'hypothèse que le flux de l'espèce diffusante  $\vec{\varphi}$  est proportionnel au gradient de la concentration  $C$  selon l'équation (Eq. 5.2).

$$\vec{\varphi} = -D \cdot \overrightarrow{\text{grad}}(C) \quad (5.2)$$

où  $D$  est le coefficient de diffusion. En combinant l'équation (Eq. 1.3) et la loi de conservation de la masse, on obtient la seconde loi de Fick (Eq. 5.2).

$$\frac{\partial C}{\partial t} = \text{div}[-D \cdot \overrightarrow{\text{grad}}(C)] \quad (5.2)$$

Lorsqu'on se place dans l'hypothèse d'un matériau isotrope, la diffusivité est indépendante de la direction de diffusion. De même, le coefficient de diffusion est considéré comme indépendant du temps, de la concentration et homogène dans le matériau. Sous ses hypothèses classiquement admises même pour les composites à fibres longues (Perrier [196]), la masse de l'espèce diffusante est donnée par l'équation (Eq. 5.3).

$$\frac{M_t}{M_m} = 1 - \frac{8}{\pi^2} \sum_{n=0}^{\infty} \left[ \frac{1}{(2n+1)^2} \exp\left(-\frac{(2n+1)^2 \pi^2 D t}{h^2}\right) \right] \quad (5.3)$$

où  $h$  est l'épaisseur de diffusion,  $D$  le coefficient de diffusion et  $t$  le temps de diffusion.

où  $M_t$  est la teneur en eau à l'instant  $t$ ,  $M_m$  est la masse maximale d'eau en équilibre.

Si le rapport  $\frac{M_t}{M_m}$  est inférieur à 0,6, l'équation (Eq. 5.3) devient:

$$\frac{M_t}{M_m} = \frac{4}{h} \sqrt{\frac{Dt}{\pi}} \quad (5.4)$$

Si le rapport  $\frac{M_t}{M_m}$  est supérieur à 0,6 l'équation (Eq. 5.3) devient:

$$\frac{M_t}{M_m} = 1 - \exp\left[-7,3 \left(\frac{Dt}{h^2}\right)^{0,75}\right] \quad (5.5)$$

Le coefficient de diffusion  $D$  peut être déduit de l'équation (Eq. 5.4):

$$D = \pi \left(\frac{k}{4M_m}\right)^2 \quad (5.6)$$

où  $k$  est la pente de la partie linéaire de la courbe  $M_t = f(\sqrt{t}/h)$ .

#### 5.4. Phénomènes d'absorption d'eau dans les matériaux

L'objectif de cette partie est de déterminer les paramètres de diffusion de la résine, des matériaux composites, des âmes et des matériaux sandwichs dans différents échantillons dont les dimensions sont résumées au tableau 5.1. Pour chaque type de matériau donné, les paramètres tels que la pente associée à la courbe de la loi de Fick, le coefficient de diffusion (Eq.5.6) et la masse à la saturation seront déterminés.

##### 5.4.1. Absorption d'eau dans la matrice

La figure 5.1 présente l'évolution de la quantité d'eau absorbée en fonction de la racine carrée du temps divisée par l'épaisseur. Cette courbe est obtenue par pesées successives à différents temps d'immersion dans l'eau qui ont permis ensuite de mesurer la prise de masse des éprouvettes et donc l'absorption d'eau relative. On remarque que la courbe d'absorption présente deux parties distinctes : une partie linéaire où la prise en eau de la résine est croissante qui permet de déterminer les paramètres de diffusion liés à l'absorption et une partie constante qui détermine l'absorption d'eau à la saturation. La Figure 5.1. montre que l'absorption des échantillons en résine Greenpoxy atteint une saturation après 32 jours, avec une prise en eau relative de 5,25 %. Contrairement aux autres résines (Epoxy ou Epolane) l'eau pénètre davantage dans la résine partiellement bio-sourcée. La résine Greenpoxy possède donc soit une teneur en groupes hydroxyles plus élevée susceptible de former des liaisons hydrogènes avec les molécules d'eau, soit un volume libre plus important, soit une combinaison des deux phénomènes [196]. Les paramètres de diffusion de la loi de Fick sont présentés dans le Tableau 5.2.

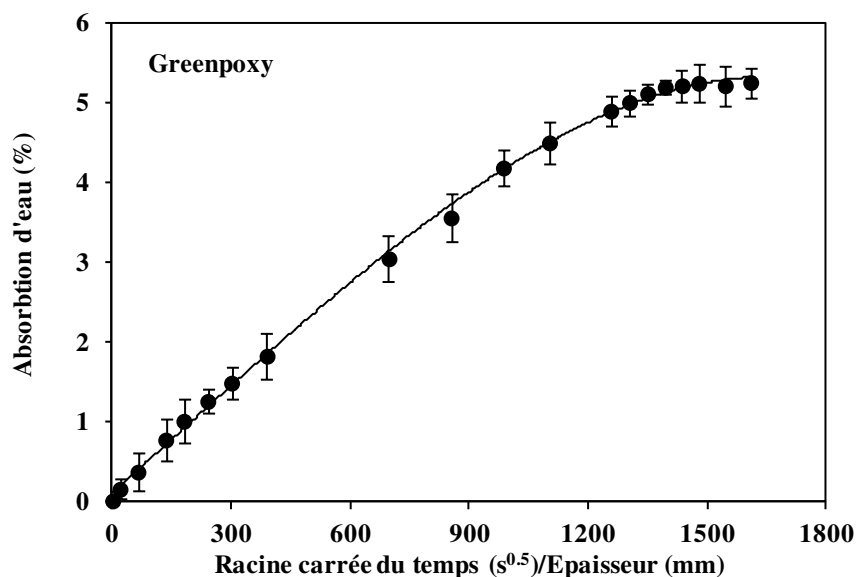


Figure 5.1. Prise d'eau d'échantillons de résine Greenpoxy en immersion dans de l'eau de robinet.

La pente, le coefficient de diffusion et l'absorption d'eau à la saturation permettant de tracer la courbe de la loi de Fick.

Tableau 5.2. Paramètres d'absorption d'eau dans la résine greenpoxy.

| Matériau  | $k$    | $D \times 10^{-7} (mm^2/s)$ | $M_m(\%)$ |
|-----------|--------|-----------------------------|-----------|
| Greenpoxy | 0,0039 | 1,08                        | 5,25      |

La Figure 5.2 représente les points expérimentaux d'absorption de la résine Greenpoxy et la courbe de la Loi de Fick. On remarque que l'absorption d'eau présente globalement un comportement proche de la loi de Fick (Fig. 5.2): une première partie linéaire de la prise de masse par rapport à la racine carrée du temps est suivie par un plateau de saturation.

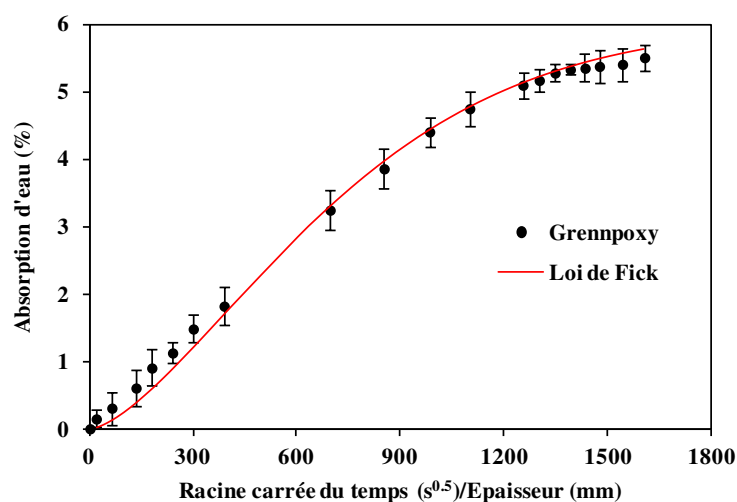


Figure 5.2. Loi de Fick appliquée aux courbes d'absorption des éprouvettes de résine Greenpoxy.

### 5.4.2. Absorption d'eau dans les matériaux composites

Pour évaluer l'influence de l'orientation des fibres sur l'absorption d'eau, la figure 5.3 compare l'absorption d'eau dans des éprouvettes de composite lin/greepoxy. Chaque courbe représente une moyenne de l'absorption de 5 éprouvettes avec des séquences d'empilement du types  $[0/90]_s$  et  $[+45/-45]_s$ . L'absorption à saturation du composite  $[+45/-45]_s$  est supérieure à celle du composite  $[0/90]_s$ . En effet, l'aire de chaque section de fibre unitaire de lin en contact avec l'eau sur les tranches des éprouvettes est plus importante dans les éprouvettes  $[+45/-45]_s$  que dans les éprouvettes  $[0/90]_s$ .

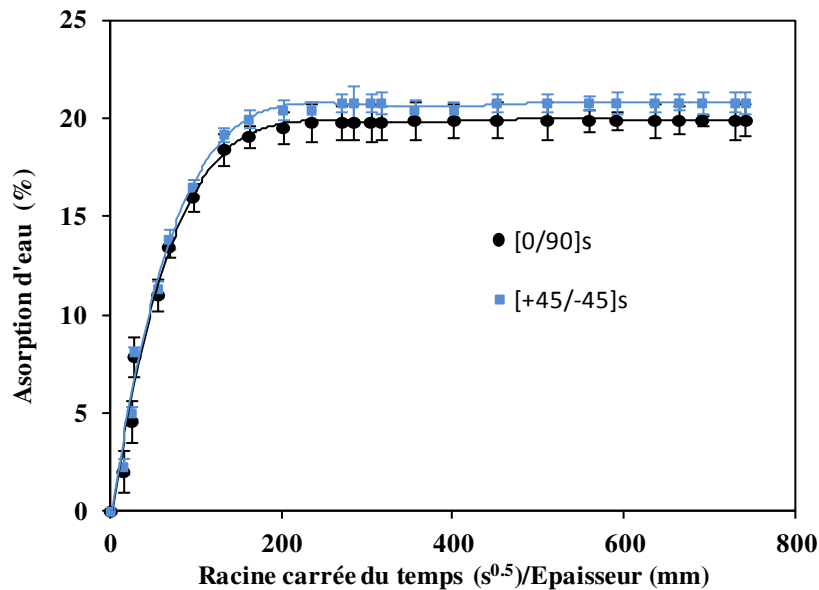


Figure 5.3. Absorption d'eau dans les matériaux composites  $[0/90]_s$  et  $[+45/-45]_s$ .

Ce comportement est le même que celui trouvé par Perrier et al. [104]. Le tableau 5.3 présente les paramètres d'absorption (la pente, le coefficient de diffusion et l'absorption d'eau à la saturation) qui permettent de tracer la courbe de la loi de Fick. L'analyse de ces résultats montre qu'il existe une différence de 3 à 5% de ces paramètres entre les deux matériaux.

Tableau 5.3. Les paramètres d'absorption d'eau dans les matériaux composites.

| Matériaux     | $k$   | $D \times 10^{-7} (mm^2/s)$ | $M_m(\%)$ |
|---------------|-------|-----------------------------|-----------|
| $[0/90]_s$    | 0,089 | 38,0                        | 19,8      |
| $[+45/-45]_s$ | 0,092 | 36,2                        | 20,8      |

Des études de la littérature [197-201] ont montré que la plupart des fibres végétales ont des structures et des constituants presque similaires. Cependant, leur sensibilité à l'humidité est considérée comme l'un des principaux problèmes liés à l'utilisation de ces fibres. Comme la cellulose et l'hémicellulose sont les constituants dominants des fibres végétales, il existe

donc des liaisons hydrogène entre les molécules de la paroi cellulaire des fibres. La cellulose et l'hémicellulose consistent en un grand rapport hydroxyle (OH) -carbone (C). La cellulose est également constituée d'une région hautement cristalline et il peut ne pas être possible pour les molécules d'eau d'entrer. C'est ainsi que les molécules d'eau diffusent dans les régions amorphes de la cellulose et de l'hémicellulose et rompent les liaisons hydrogène intermoléculaires. Cela permet d'augmenter la distance intermoléculaire des chaînes de cellulose, ce qui provoque un gonflement des fibres. On sait que la capacité de rétention d'eau est fortement corrélée au volume et à la structure des pores de la paroi de la fibre. L'absorption d'eau a été considérée comme la somme de deux composants : le flux dans les capillaires (absorption des pores) et la pénétration dans les fibres (absorption des fibres). L'absorption des fibres explique l'augmentation de l'épaisseur des fibres lors de la pénétration.

La figure 5.4 illustre l'évolution de l'absorption d'eau des composites  $[0/90]_s$  et  $[+45/-45]_s$  en fonction de la racine carrée du temps de vieillissement suivant l'épaisseur et les courbes de Loi de Fick correspondantes. Les résultats obtenus montrent que les courbes de sorption des deux composites présentent deux zones différentes. Dans la première partie, l'absorption d'eau augmente d'une manière proportionnelle avec la racine carrée du temps d'immersion. Cette zone est quasi-linéaire pour des valeurs d'absorption inférieures 15 %. La deuxième zone est non-linéaire jusqu'à la saturation, signifiant que la prise de masse augmente progressivement jusqu'à l'apparition d'un plateau d'équilibre. Pour les deux matériaux, ce plateau est atteint au bout de 10 jours.

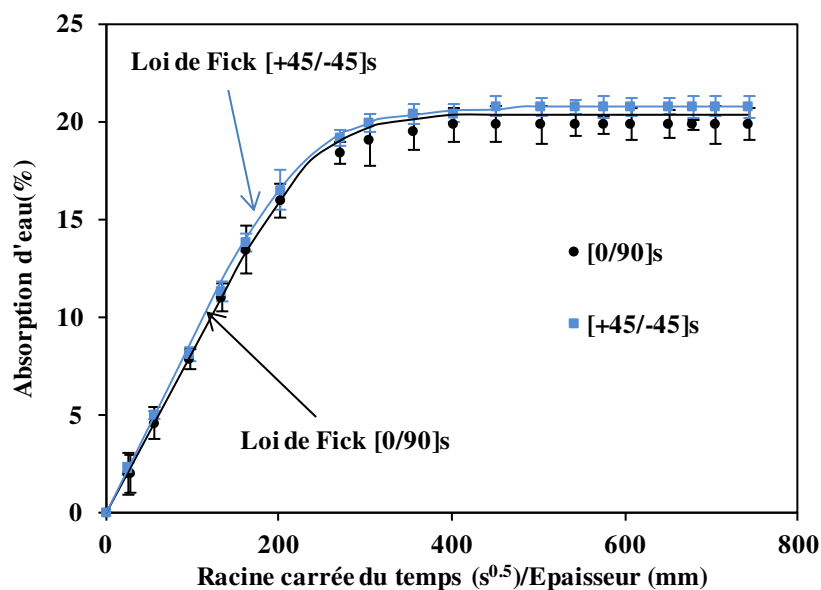


Figure 5.4. Loi de Fick appliquée aux courbes d'absorption des composites  $[0/90]_s$  et  $[+45/-45]_s$ .

### 5.4.3. Absorption d'eau dans les âmes

La figure 5.5 présente les courbes d'absorption d'eau dans les âmes en liège de masses volumiques 120, 200 et 250 kg/m<sup>3</sup> désignées par NL10, NL20 et NL25 en fonction de la racine carrée du temps rapportée à l'épaisseur enregistrée pendant plus de 1000 heures. Les valeurs indiquées sur la figure 5.5 sont des valeurs moyennes et des écarts types basés sur des mesures sur cinq échantillons pour chaque type de matériaux. Il ressort clairement de cette figure que les courbes d'absorption d'eau dans les trois âmes sont similaires et la prise d'eau dépend essentiellement de la masse volumique de l'âme. Dans un premier temps (avant 30 jours), l'absorption d'eau des échantillons du liège NL10 a augmenté rapidement pour atteindre un niveau de saturation assez rapidement par rapport aux lièges NL20 et NL25. Par la suite (après 30 jours), l'absorption d'eau est restée essentiellement constante. Il est à noter que ces niveaux de saturation sont d'environ 150% pour le liège NL10, 90% pour le liège NL20 et 80% pour le liège NL25. Les paramètres de diffusion des âmes obtenus à partir de la figure 5.5 sont résumés au tableau 5.4. Ce tableau donne les valeurs moyennes de la pente de la partie linéaire, du coefficient de diffusion et de l'absorption d'eau à la saturation.

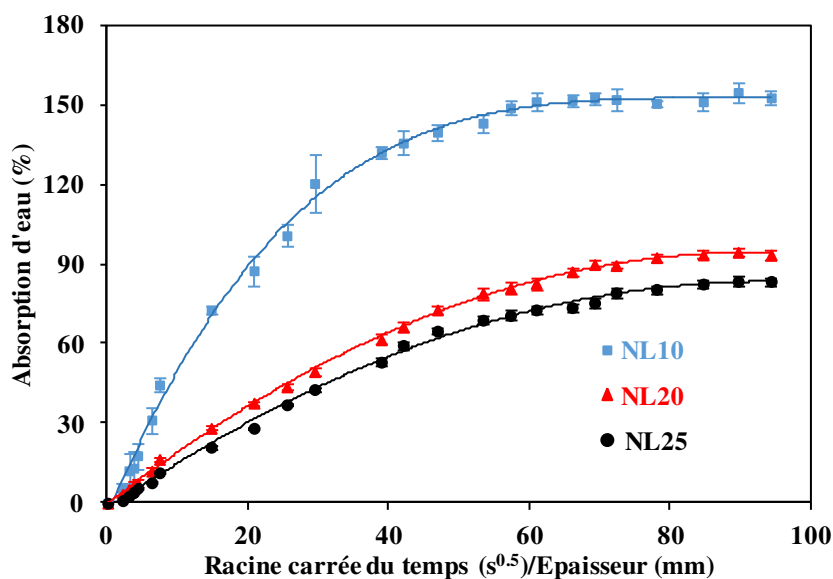


Figure 5.5. Absorption d'eau dans les âmes NL10, NL20 et NL25.

Tableau 5.4. Les paramètres d'absorption d'eau dans des âmes en liège de différentes densités.

| Matériaux | $k$  | $D \times 10^{-7} (mm^2/s)$ | $M_m (%)$ |
|-----------|------|-----------------------------|-----------|
| NL10      | 3,50 | 3,55                        | 150       |
| NL20      | 1,50 | 2,60                        | 90        |
| NL25      | 1,30 | 0,10                        | 80        |

La pénétration de l'eau contenue dans les âmes consiste en une première partie de remplir plusieurs couches des cellules externes et en une seconde partie d'absorber cette eau à l'intérieur des parois cellulaires du liège par un processus de diffusion. Compte tenu du fait que l'âme la moins dense a des cellules plus grandes, les valeurs ci-dessus (Tab. 5.4) prouvent que les données d'absorption d'eau peuvent refléter le fait que la plus grande partie de l'eau absorbée est due au remplissage des cellules dans les âmes. Un examen plus approfondi effectué par Xiaoming Li et *al.* [203] sur les effets de l'eau sur les mousses en PVC a révélé la même tendance. La composante diffusive, qui avance à un rythme beaucoup plus lent, contribue relativement peu à la quantité totale d'eau absorbée par l'âme. Les dispersions dans les valeurs d'absorption d'eau sur la figure 5.5 résultent de la perte de matière due à la rupture des grains constituant les âmes. Cette perte est beaucoup plus marquée dans le cas du liège NL10 (120kg/m<sup>3</sup>). En raison de leur structure granulaire et cellulaire les lièges absorbent l'eau plus que les autres âmes (les mousses en PVC, le balza, ...). Par conséquent elles peuvent être utilisées dans des applications à fort taux d'humidité.

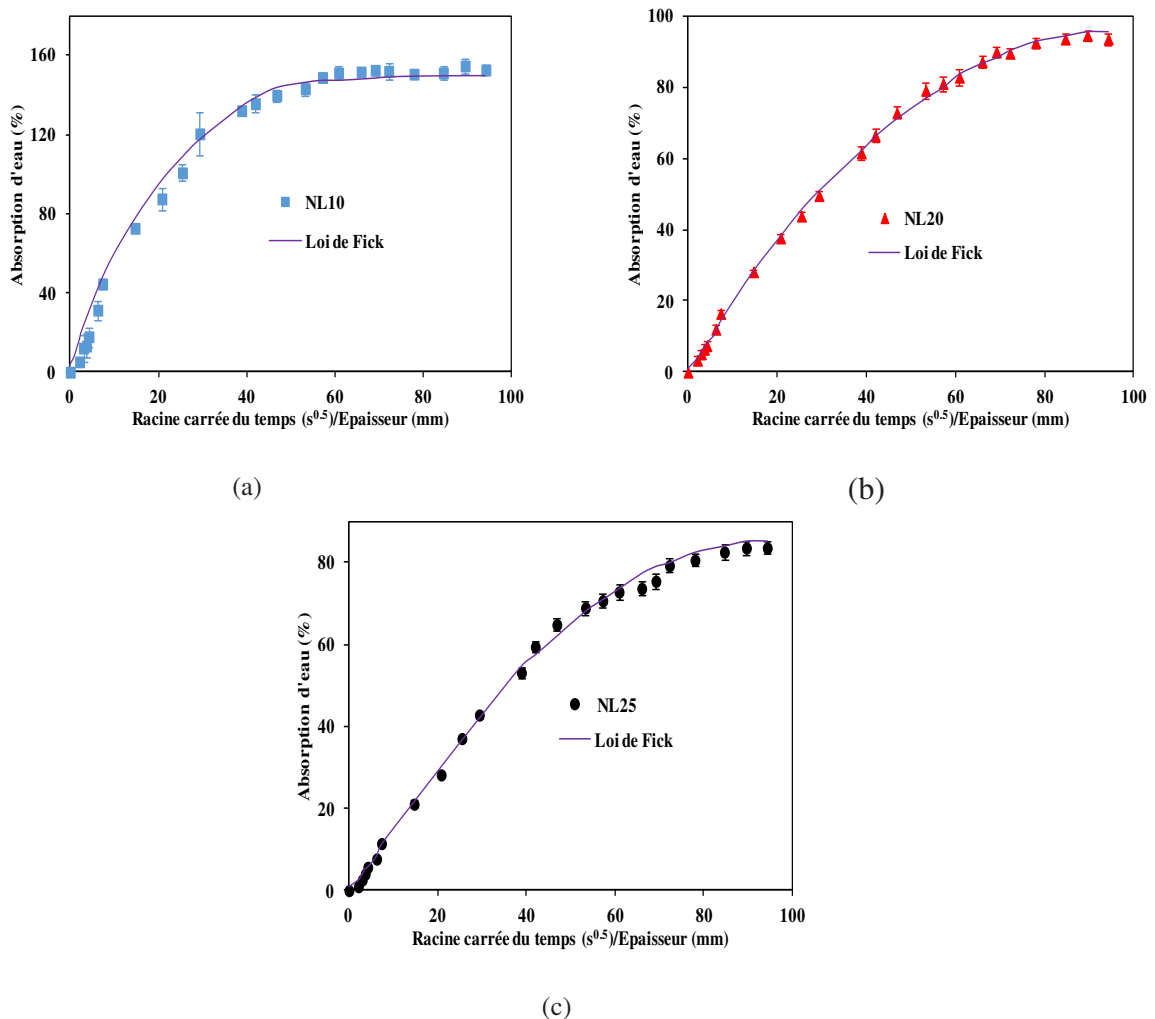


Figure 5.6. Loi de Fick appliquée aux courbes d'absorption des âmes : a) NL10, b) NL20 et c) NL25.

Les points expérimentaux d'absorption d'eau dans les âmes NL10, NL20 et NI25 et les courbes de la Loi de Fick correspondantes sont présentés sur la figure 5.6. Nous remarquons que la courbe de diffusion de la loi de Fick, pour les trois âmes, est initialement linéaire et suivie d'une partie non linéaire (Fig.5.6). On peut constater que l'absorption d'eau des âmes obtenue expérimentalement se rapproche de la diffusion de Fick. L'écart entre les résultats expérimentaux et la loi de diffusion de Fick peut être attribué à la coexistence d'une absorption non fickienne et d'une absorption fickienne qui s'effectuent au sein des âmes.

#### 5.4.4. Absorption d'eau dans les matériaux sandwichs

La figure 5.7 montre les mesures d'absorption d'eau des matériaux sandwichs à âmes en liège des différentes densités et à peaux lin/greenpoxy. Plusieurs échantillons de sandwichs immergés dans de l'eau à température ambiante avaient été pesés pour comparer l'absorption d'eau dans des sandwichs des différentes âmes. Chaque point représente la valeur moyenne obtenue à partir de mesures effectuées sur cinq échantillons. Pour illustrer la courbe de diffusion, l'absorption d'eau a été tracée en fonction de la racine carrée du temps rapportée à l'épaisseur conformément à la théorie de la diffusion d'eau. La figure 5.7 montre que les courbes comprennent 2 parties : une partie linéaire où les paramètres de diffusion d'eau liés à chaque matériau sandwich ont été déterminés et résumés au tableau 5.5. Une deuxième partie constante qui renseigne sur la quantité maximale d'eau absorbée par chaque matériau sandwich.

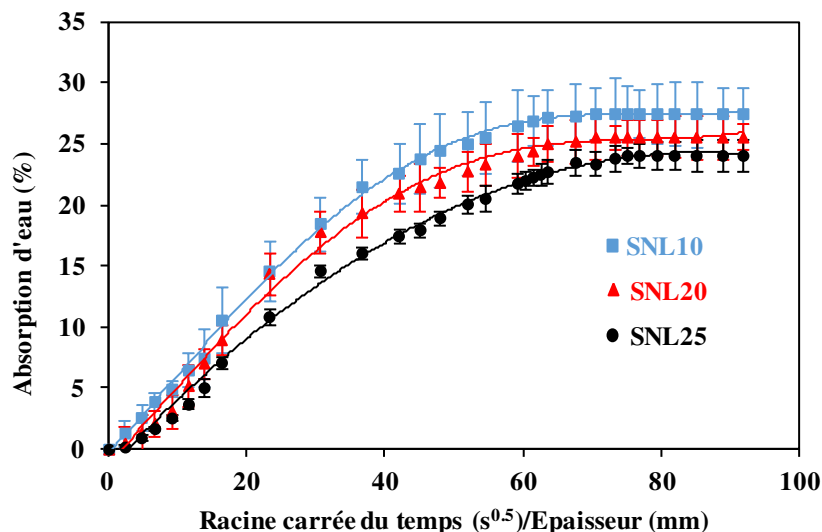


Figure 5.7. Absorption d'eau dans les matériaux sandwichs à âmes en liège et peaux en lin/greenpoxy.



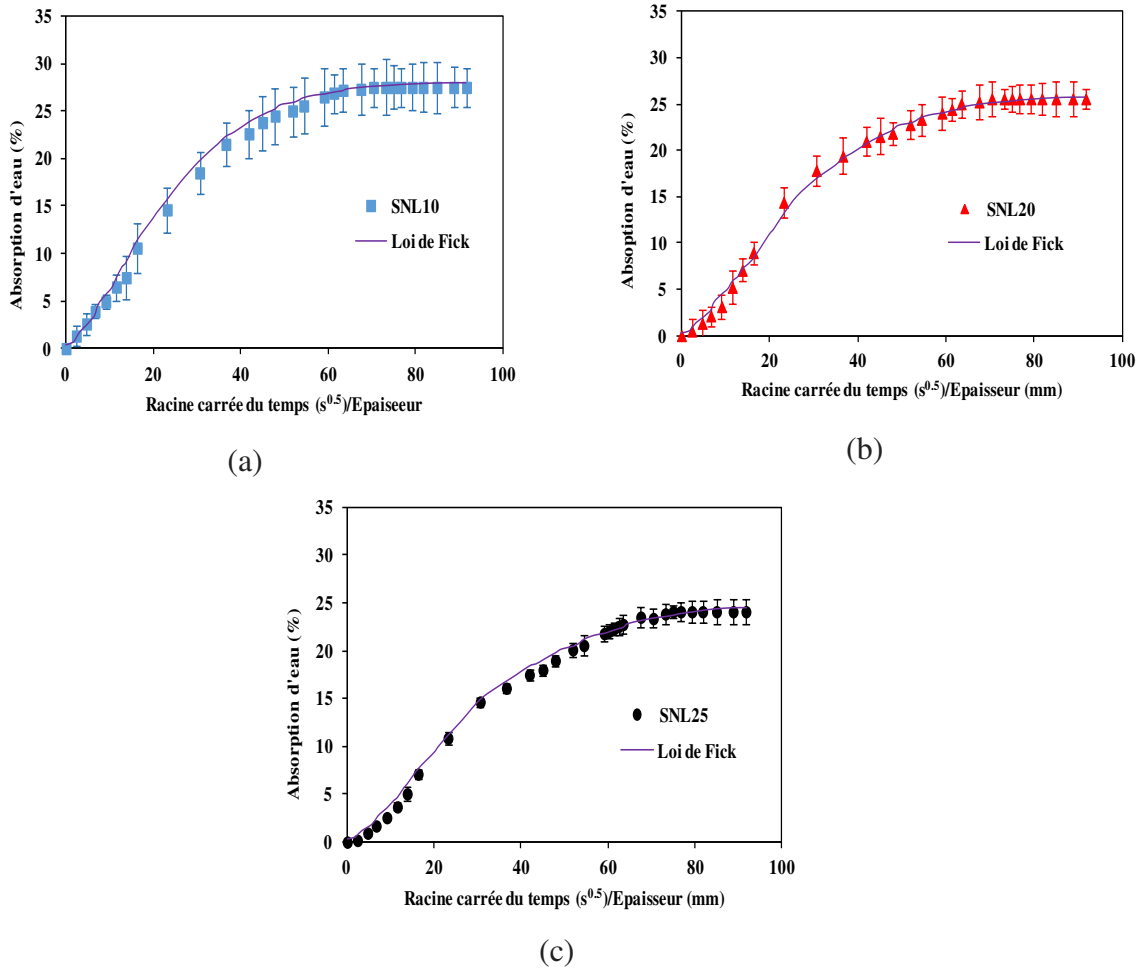
D'après les résultats obtenus, l'absorption d'eau à la saturation dans les échantillons SNL10, SNL20 et NL25 est de 30%, 28% et 25% respectivement. On remarque aussi que le coefficient de diffusion varie avec la densité de l'âme en liège, il diminue lorsque la masse volumique diminue.

**Tableau 5.5.** Les paramètres d'absorption d'eau dans les matériaux sandwichs.

| Matériaux | $k$  | $D \times 10^{-7} (mm^2/s)$ | $M_m(\%)$ |
|-----------|------|-----------------------------|-----------|
| SNL10     | 0,52 | 5,40                        | 30        |
| SNL20     | 0,42 | 4,87                        | 28        |
| SNL25     | 0,40 | 4,30                        | 25        |

Il est à noter là aussi, que les courbes d'absorption d'eau de ces matériaux sandwichs (SNL10, SNL20 et SNL25) augmentent linéairement avec la racine carrée du temps au début du processus d'absorption, ensuite augmentent lentement et se stabilisent à la saturation ce qui correspond bien à la loi de Fick classique. Notons que le comportement d'absorption de l'eau dans les structures sandwichs est la combinaison d'absorption dans les composites constituants les peaux et dans les âmes en liège constituants les âmes. La quantité d'eau absorbée est moins importante que celle absorbée par les âmes mais très proche de celle des composites. Cela prouve le phénomène d'absorption d'eau suivant l'épaisseur des structures sandwichs est plus important que celui suivant les côtés latéraux. En plus, le fait que les bords des échantillons n'étaient pas scellés, peut expliquer en partie le taux d'absorption rapide de l'eau. On ignore quelle quantité d'eau absorbée existe sous forme libre ou liée chimiquement aux constituants.

De la même manière que pour les constituants, les points expérimentaux d'absorption d'eau dans les sandwichs SNL10, SNL20 et SNL25 et les courbes de la Loi de Fick correspondantes sont présentés sur la figure 5.8. Nous remarquons que la courbe de diffusion de la loi de Fick, pour les trois sandwichs, est initialement linéaire et suivie d'une partie non linéaire jusqu'au plateau de la saturation. L'absorption d'une quantité excessive d'eau dans les parois cellulaires des âmes et les fibres de lin peut provoquer un gonflement qui endommage le sandwich et ses constituants. L'étude effectuée par Legrand et *al.* [204] sur l'absorption d'eau du balsa indique que celui-ci peut absorber une grande quantité d'eau qui s'infiltré dans sa structure cellulaire et se lie principalement à des groupes hydroxyle à la surface des fibrilles (par exemple, l'hémicellulose, la cellulose, la lignine). Dans le même ordre d'idée, Sadler et *al.* [205] ont mesuré une augmentation volumétrique allant jusqu'à 18% due au gonflement lorsque le bois de balsa était saturé d'eau.

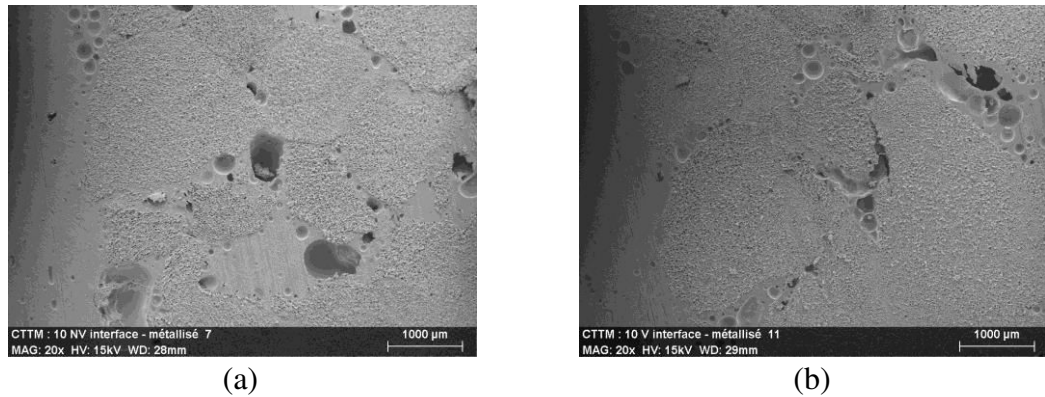


**Figure 5.8.** Loi de Fick appliquée aux courbes d'absorption des matériaux sandwichs :a) SNL10, b) SNL20 et c) SNL25.

À l'interface entre la fibre/matrice et composites/âmes, l'absorption d'eau est aggravée dans le sens de la fibre en raison de la capillarité. Cela provoque une contrainte résiduelle notable en faveur du décollement de la fibre ou de la micro-fissure dans l'interface, ce qui augmente l'absorption d'eau. Quel que soit l'état de l'eau absorbée, il peut favoriser la plastification des matériaux, diminuant ainsi les propriétés mécaniques dans une structure. Cette étude fera l'objet du chapitre suivant.

À titre d'exemple la figure 5.9 illustre l'observation microscopique faite sur les échantillons d'un matériau sandwich non vieillis et vieillis pendant 40 jours. Nous remarquons que la diffusion dans l'interface peaux/âmes a généré quelques contraintes résiduelles substantielles dans les peaux et l'âme en liège et a conduit à un délaminage de l'interface peaux/âmes. En effet, pour les matériaux cellulaires ou granulaires immergés dans l'eau, la matière se détériore à la surface en cas de contact direct prolongé avec de l'eau. Cependant, il convient de mener une étude beaucoup plus approfondie afin d'en tirer une

conclusion sur les âmes en liège, car le comportement d'absorption de l'humidité du liège est complexe.



*Figure 5.9. Observations microscopiques des interfaces peaux/âmes des structures sandwichs : a) non vieilli et b) vieilli pendant 40 jours.*

### 5.6. Conclusions

L'absorption d'eau de robinet des structures en sandwich construites à partir des peaux lin/greenpoxy et d'une âme en liège des différentes densités a été examinée. L'étude est basée sur les caractéristiques d'absorption du sandwich et de ses constituants. En général, les paramètres de diffusion estimés sont sensiblement les mêmes pour les composites. Par contre dans le cas des âmes et des structures sandwichs les paramètres évoluent avec la densité des âmes. Les résultats indiquent également que les peaux empêchent grandement l'entrée d'eau dans les structures sandwichs. Comme prévu, la théorie et les expériences sont en accord. Les résultats obtenus montrent que la diffusion de l'eau dans les âmes conduit également le processus de diffusivité dans l'ensemble de la structure sandwich. Par conséquent, les paramètres de diffusion calculés du liège simple sont supérieurs à ceux du liège incorporé dans une structure sandwich.

## Chapitre 6. Effet du vieillissement sur le comportement statique et dynamique des peaux

### Résumé

Dans ce chapitre est étudié l'effet du vieillissement à l'eau sur le comportement mécanique en statique, en fatigue et en vibration des composites constitués de fibres de lin et de la résine greenpoxy. Deux matériaux composites ont été considérés avec des séquences d'empilement du type  $[0/90]_s$  et  $[+45/-45]_s$ . Les résultats montrent que les caractéristiques mécaniques en statique en fatigue cyclique et en vibration sont sensibles au vieillissement de l'eau.

Dans le cas des essais de traction monotone des composites en fonction de la durée d'immersion, une diminution des propriétés mécaniques est constatée. Cette dégradation est principalement due aux dommages induits par la dégradation des fibres, à l'affaiblissement de l'interface fibre/matrice ainsi que des phénomènes de plasticité causés par l'absorption d'eau.

En fatigue cyclique, le vieillissement à l'eau engendre une diminution rapide de la rigidité des composites. Cette diminution est beaucoup plus marquée dans le cas du composite  $[+45/-45]_s$  que celui du type  $[0/90]_s$ . Ce dernier dissipe plus d'énergie en fatigue que celui orienté à  $45^\circ$ .

Au cours des essais, un suivi des mécanismes d'endommagement par émission acoustique (EA) a été effectué. L'analyse statistique multivariable des signaux d'EA a permis d'identifier quatre mécanismes d'endommagement à partir leur signature acoustique, à savoir la fissuration matricielle, la décohésion fibre/matrice, le délaminage et la rupture de fibres.

Enfin, l'analyse du comportement vibratoire en fonction de la durée de vieillissement, a montré que l'absorption de l'eau a entraîné une diminution des modules de flexion et une augmentation de l'amortissement des composites.

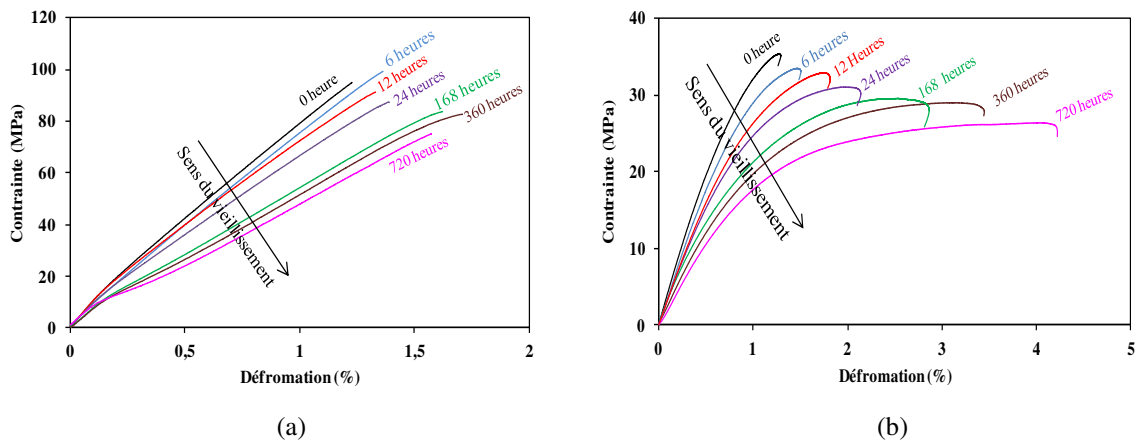
## 6.1. Introduction

De nombreux chercheurs ont récemment mené plusieurs études sur l'effet du vieillissement de l'eau sur le comportement statique et vibratoire de matériaux composites à base de fibres naturelles. Ces dommages sont induits par la séparation des faisceaux de fibres, qui peut être due à la dégradation des composants solubles et au détachement des faisceaux de fibres. Cependant, à notre connaissance, aucune étude n'a été menée pour évaluer l'effet du vieillissement de l'eau sur le comportement en fatigue cyclique des composites en fibres de lin. Connaître la variation de la perte de rigidité, de l'énergie dissipée et du facteur de perte des matériaux composites biosourcés après une période de vieillissement constitue un avantage considérable pour les industries utilisant des composites à base de fibres de lin. L'objectif de ce chapitre est donc d'analyser le comportement statique et dynamique de composites à base de fibres de lin dans un environnement hydrique. Tout d'abord, les caractéristiques liées à l'absorption d'eau des composites sont déterminées. Ensuite, l'effet du vieillissement de l'eau sur les caractéristiques mécaniques en traction statique et en fatigue cyclique comme le module de Young, la résistance, les énergies dissipées et le facteur de perte sont étudiés. En parallèle, le suivi et la classification des mécanismes d'endommagement sont réalisés à l'aide de la technique d'émission acoustique et des observations microscopiques. Enfin, le comportement vibratoire des composites est analysé en fonction de la durée de vieillissement.

## 6.2. Effet du vieillissement sur le comportement mécanique en traction des peaux

Des essais de traction monotone ont été effectués sur des composites avec des séquences d'empilement du type  $[0/90]_s$  et  $[+45/-5]_s$ , selon la procédure expérimentale expliquée au chapitre 2. Les durées d'immersion de 6, 12, 24, 168, 360 et 720 heures ont été choisies pour analyser l'influence du vieillissement de l'eau sur leurs propriétés statiques. Les courbes contrainte-déformation des échantillons de composites  $[0/90]_s$  et  $[+45/-45]_s$  non vieilles et vieilles sont représentées à la figure 6.1. Les résultats obtenus montrent clairement l'effet du vieillissement sur le comportement statique des composites. En effet, les caractéristiques mécaniques ont tendance à baisser avec l'augmentation de la durée du vieillissement. Le comportement en traction correspond aux courbes de traction obtenues par [151-155]. Pour les échantillons  $[0/90]_s$ , il existe deux parties linéaires séparées par un domaine non linéaire (Fig. 6.1.a). La première zone linéaire correspond à la charge globale de la fibre. La deuxième partie est interprétée comme la manifestation d'une déformation visco-élasto-plastique de la fibre de lin. Il correspond à un alignement progressif des microfibrilles avec l'axe de la charge

et à un réarrangement des parties amorphes dans les parois cellulaires. La dernière partie linéaire correspond à la réponse élastique de la fibre dans sa nouvelle organisation microfibrillaire. Les courbes de traction typiques des éprouvettes non vieilles et vieilles  $[+45/-45]_s$  sont tracées dans la figure 6.1.b. Ils ont un comportement de forme non linéaire qui empêche la visibilité du comportement linéaire. Les résultats obtenus pour ce type d'empilement sont cohérents avec ceux obtenus par Zhou et al. [156]. Les différents comportements de ces matériaux sont liés à la direction de la charge qui leur est appliquée. De plus, pour les deux types de matériaux, l'absorption d'eau affecte le comportement des échantillons vieillis (Fig. 6.1).



**Figure 6.1.** Courbes contrainte-déformation déduites des essais de traction effectués sur les échantillons non vieillis et vieillis : a)  $[0/90]_s$  et b)  $[+45/-45]_s$ .

L'évolution du module de Young, de la résistance à la traction et de la déformation à la rupture en fonction du temps d'immersion des deux matériaux est illustrée à la figure 6.2. Cette figure a été réalisée afin de déterminer l'effet du vieillissement de l'eau sur leurs propriétés mécaniques en traction. Les résultats montrent qu'après 24 heures (1 jour) de vieillissement, le module d'Young des composites diminue de 12,5% pour les échantillons  $[0/90]_s$  et de 21,5% pour les échantillons  $[+45/-45]_s$ , ce qui correspond à 12% d'absorption d'eau (Fig. 6.2. a). Par conséquent, à 168 heures (7 jours) d'immersion, la teneur en eau dans les matériaux est d'environ 18%, et a conduit à une chute du module d'Young de 25% et 30% pour les échantillons  $[0/90]_s$  et  $[+45/-45]_s$  respectivement. Le module d'Young des composites diminue progressivement pour atteindre 26% pour les échantillons  $[0/90]_s$  et 46% pour les échantillons  $[+45/-45]_s$  après 720 heures (30 jours) de vieillissement, ce qui correspond sensiblement à 20% d'absorption d'eau. Dans le même ordre d'idée, l'évolution de la résistance à la traction en fonction de la durée de vieillissement et du taux absorption d'eau est illustrée à la figure 6.2.b. En effet, l'évolution de la résistance à la traction suit la même

tendance que celle du module d'Young, avec une diminution de 5% pour les deux matériaux après 24 heures de vieillissement à l'eau. La valeur de la résistance atteint respectivement 12% et 13% pour les matériaux  $[0/90]_s$  et  $[+45/-45]_s$  après 168 heures d'immersion. Après 720 heures de vieillissement, la diminution de la résistance à la traction est d'environ 14% pour les échantillons  $[0/90]_s$  et de 27% pour les échantillons  $[45/45]_s$ . Contrairement au module d'Young et à la résistance à la traction, on constate que la déformation à la rupture augmente avec le temps d'immersion. Après 24 heures d'immersion, la déformation à la rupture augmente et devient 6% pour les échantillons  $[0/90]_s$  et 26% pour les échantillons  $[+45/-45]_s$ . À 720 heures d'immersion, correspondant à la saturation, nous observons une augmentation d'environ 11% pour les échantillons  $[0/90]_s$  et jusqu'à 200% pour ceux  $[+45/-45]_s$  (Fig. 6.2.c).

- La diminution du module d'Young et de la résistance à la traction avec le vieillissement est attribuée à la dégradation de la fibre de lin et à l'affaiblissement de l'interface fibre-matrice. En effet, plusieurs auteurs ont également montré que l'absorption d'eau dans les matériaux composites s'effectue suivant leur épaisseur. Ce comportement implique que les propriétés mécaniques de ces matériaux sont proportionnelles à leur teneur en eau. Il est donc évident que la répartition de l'eau n'est pas homogène dans l'épaisseur après 24 Heures (avant saturation) et que la variation du module d'Young et des résistances à la rupture des deux matériaux sont importantes. Par ailleurs, après la saturation, la distribution devient constante et peut être considérée comme homogène à travers l'épaisseur. C'est pourquoi la variation du module d'Young des deux matériaux ainsi que de leurs résistances à la traction est faible.

- En ce qui concerne la déformation à la rupture, son augmentation est due à la plastification des constituants des matériaux composites provoquée par l'infiltration des molécules d'eau dans ceux-ci. De plus, la ductilité des fibres de lin résultant de la dégradation de la structure de la cellulose après le processus de vieillissement joue un rôle très important tout en faisant varier leur volume (gonflement). L'effet plastifiant de l'eau sur la résine a également entraîné une augmentation de la déformation à rupture des matériaux composites après le vieillissement.

## Effet du vieillissement sur le comportement mécanique des peaux

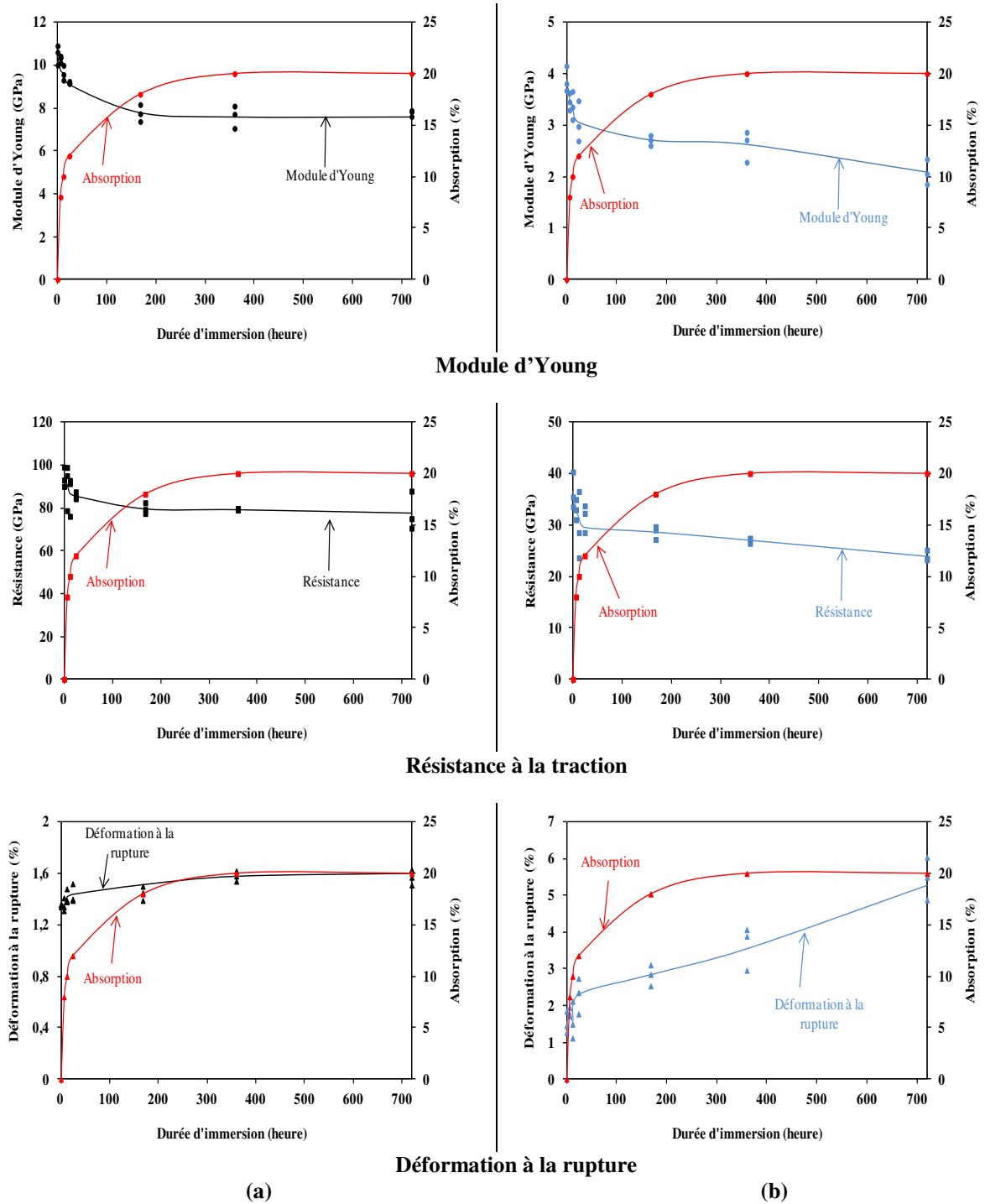


Figure 6.2. Évolution des propriétés élastiques et à la rupture en fonction du temps d'immersion dans l'eau des stratifiés : a)  $[0/90]_s$  et b)  $[+45/-45]_s$ .



Le tableau 6.1 résume les valeurs moyennes des caractéristiques mécaniques et l'écart type des deux matériaux composites.

**Tableau 6.1.** Caractéristiques mécaniques en fonction du temps d'immersion et de la teneur en eau (%).

| Temps en heures | Absorption d'eau (%) | Module d'Young (GPa) |        |                        |        | Résistance (MPa)    |        |                        |        | Déformation à la rupture (%) |        |                        |        |
|-----------------|----------------------|----------------------|--------|------------------------|--------|---------------------|--------|------------------------|--------|------------------------------|--------|------------------------|--------|
|                 |                      | [0/90] <sub>s</sub>  |        | [+45/-45] <sub>s</sub> |        | [0/90] <sub>s</sub> |        | [+45/-45] <sub>s</sub> |        | [0/90] <sub>s</sub>          |        | [+45/-45] <sub>s</sub> |        |
|                 |                      | Moy.                 | Ecart. | Moy.                   | Ecart. | Moy.                | Ecart. | Moy.                   | Ecart. | Moy.                         | Ecart. | Moy.                   | Ecart. |
| 0               | 0                    | 10,5                 | 0,37   | 3,9                    | 0,20   | 90                  | 8,75   | 33,0                   | 1,60   | 1,35                         | 0,04   | 1,80                   | 0,10   |
| 24              | 12                   | 9,2                  | 0,04   | 3,0                    | 0,32   | 85                  | 1,37   | 31,5                   | 2,19   | 1,45                         | 0,06   | 2,30                   | 0,24   |
| 168             | 18                   | 7,8                  | 0,55   | 2,7                    | 0,08   | 80                  | 2,06   | 29                     | 1,05   | 1,50                         | 0,13   | 2,85                   | 0,23   |
| 360             | 20                   | 7,6                  | 0,43   | 2,6                    | 0,25   | 79                  | 0,30   | 27,0                   | 0,44   | 1,60                         | 0,03   | 3,55                   | 0,33   |
| 720             | 20                   | 7,8                  | 0,12   | 2,0                    | 0,20   | 78                  | 7,31   | 24,0                   | 0,82   | 1,50                         | 0,06   | 5,30                   | 0,40   |

### 6.3. Effet du vieillissement sur le comportement en fatigue cyclique des peaux

#### 6.3.1. Effet du vieillissement sur la rigidité en fatigue

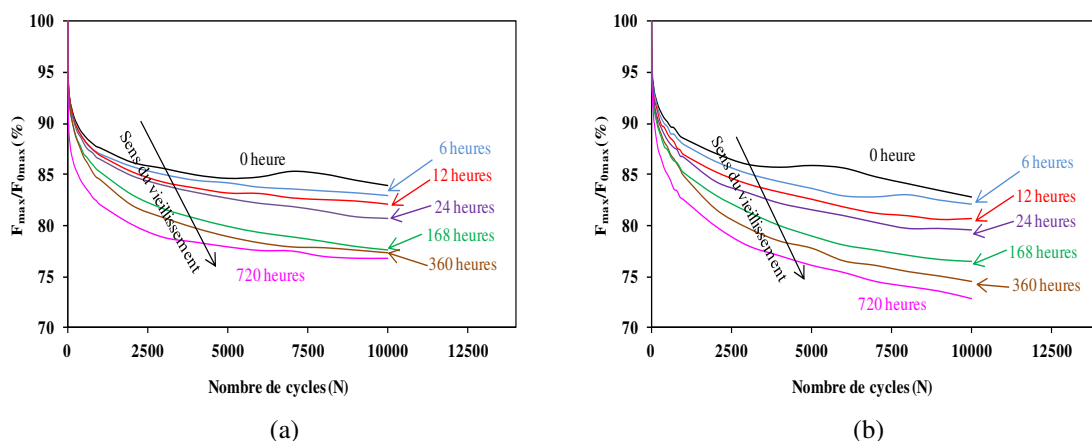
Pour analyser l'effet du vieillissement sur la dégradation des propriétés mécaniques en dynamique, des essais de fatigue ont été effectués sur les matériaux vieillis et non vieillis selon la procédure expérimentale expliquée au paragraphe 2 du chapitre 3.

L'enregistrement de la modification de la rigidité dans les matériaux composites dans des conditions de chargement cycliques est l'une des méthodes les plus couramment utilisées pour étudier l'évolution des dommages en cas de fatigue. Pendant les tests, l'évolution de la charge maximale  $F_{max}$  en fonction du nombre de cycles est enregistrée. La charge maximale  $F_{max}$  est appelée  $F_{0max}$  en tant que charge maximale du premier cycle. La dégradation de la rigidité caractérisée par  $(F_{max}/F_{0max})$  en fonction du nombre de cycles pour les composites [0/90]<sub>s</sub> et [+45/-45]<sub>s</sub> non vieillis et vieillis est représentée à la figure 6.3. Ces courbes ont été tracées pour le même niveau de déplacement moyen de 1 mm et avec la même amplitude de déplacement de 0,5 mm. Il ressort de ces figures que, pour les deux matériaux composites, la dégradation de la rigidité semble suivre trois étapes distinctes (Fig. 6.3) :

- i) Une diminution rapide initiale de la dégradation de la rigidité  $(F_{max}/F_{0max})$  apparaît pendant les 100 premiers cycles. Dans le cas d'échantillons non vieillis, la dégradation de la rigidité était de 8% pour [0/90]<sub>s</sub> et de 7% pour [+45/-45]<sub>s</sub>. Cependant, avec le vieillissement (720 heures correspondant à 20% de la teneur en eau), la dégradation de la rigidité est d'environ 9% pour les échantillons [0/90]<sub>s</sub> et de 10% pour les échantillons [+45/-45]<sub>s</sub>. Cette étape correspond à la déformation élastique des parois cellulaires des fibres au début de l'essai et à la multiplication

des fissures de la résine et de fibres dues principalement à la présence de défauts de fabrication, tels que des vides et des micro-défauts [33].

- ii) Une diminution progressive de la rigidité qui se stabilise ensuite à  $7.10^3$  cycles pour les échantillons  $[0/90]_s$  non vieillis et à  $6.10^3$  cycles pour les échantillons  $[+45/-45]_s$  non vieillis. À la fin de cette étape, la dégradation de la rigidité atteint 12% pour les échantillons non vieillis  $[0/90]_s$  et 10% pour les échantillons non vieillis  $[+45/-45]_s$ . En revanche, pour les échantillons vieillis (720 heures), la dégradation de la rigidité diminue jusqu'à  $10^4$  cycles et atteint 24% pour les échantillons  $[0/90]_s$  et 27% pour les échantillons  $[45/45]_s$ . En fait, cette étape correspond à la propagation stable des fissures dans les matériaux.
- iii) Pour les matériaux non vieillis, ce stade de dégradation de la rigidité consistant en une augmentation soudaine des dommages jusqu'à  $10^4$  cycles conduisant à la rupture des fibres ; à ce stade, la dégradation de la rigidité est de 16% pour les échantillons  $[0/90]_s$  et de 17% pour les échantillons  $[45/45]_s$ . Pour les matériaux vieillis, cette diminution peut atteindre les valeurs de 25% et 27% dans les composites du type  $[0/90]_s$  et  $[45/45]_s$  respectivement dans le cas d'une durée de 720 heures de vieillissement.



**Figure 6.3.** Évolution de la charge ( $F_{max}/F_{0max}$ ) en fonction du nombre de cycles des matériaux composites non vieillis et vieillis : a)  $[0/90]_s$  et b)  $[+45/-45]_s$ .

La figure 6.4 montre la variation de la rigidité ( $F_{max}/F_{0max}$ ) en fonction du temps d'immersion des deux matériaux pour différents nombres de cycles de fatigue ( $10^1$ ,  $10^2$ ,  $10^3$  et  $10^4$  cycles). Il est à noter que, pour un nombre de cycles donné, la dégradation de la rigidité diminue avec la durée d'immersion. La dégradation de la rigidité des matériaux dépend fortement du nombre de cycles fatigue mais légèrement affectée par le temps d'immersion. Par exemple à  $10^3$  cycles, on peut constater que la dégradation de la rigidité pour les deux

matériaux composites pour les échantillons non vieillis et vieillis à 24, 168 et 360 heures correspondant respectivement à 12%, 18% et 20% de la teneur en eau est du même ordre de grandeur. Au cours des premiers cycles (1 à 10), la dégradation de la rigidité des matériaux vieillis à 24, 168, 360 et 720 heures est respectivement de 4,65%, 4,75%, 4,85%, 4,90% et 5,30% pour les échantillons  $[0/90]_s$  et 3,65%, 4,20%, 5,15%, 5,15% et 5,40% pour les échantillons de  $[+45/-45]_s$ . Cependant, à  $10^4$  cycles et pour toutes les durées d'immersion, les deux matériaux composites présentent un comportement différent. Par exemple, pour les échantillons non vieillis et vieillis à 24, 168, 360 et 720 heures, la diminution de la rigidité est de 16,15%, 19,25%, 22,35%, 22,60% et 24% pour les échantillons  $[0/90]_s$  respectivement et de 17%, 21%, 21,2%, 24% et 27% pour les échantillons  $[+45/-45]_s$  respectivement. Ce comportement prouve que la plasticité due à l'absorption d'eau des constituants de ces matériaux est plus importante pour les échantillons  $[+45/-45]_s$  ce qui conduit à la décohésion fibre/matrice et au délaminage. Encore une fois, cela est principalement dû aux phénomènes de plastification, plus prononcés dans la résine greenpoxy. La diminution de la rigidité est également accentuée par l'absorption d'eau et la présence de molécules d'eau à différentes échelles des matériaux composites. Bien entendu, la teneur en eau dans l'épaisseur des matériaux dépend essentiellement du temps d'exposition des matériaux composites dans l'eau. En fait, lorsque l'interface fibre/matrice est accessible par l'eau, les fibres de lin ont tendance à gonfler. Cela se traduit par le développement d'une contrainte de cisaillement à l'interface qui conduit au décollement ultime des fibres. Une immersion dans l'eau peut conduire à un décollement rapide, à un délaminage et à une perte d'intégrité structurelle beaucoup plus marquée dans les échantillons  $[+45/-45]_s$ . Ainsi, la rigidité en fatigue des composites est affectée par la durée d'immersion dans l'eau.

## Effet du vieillissement sur le comportement mécanique des peaux

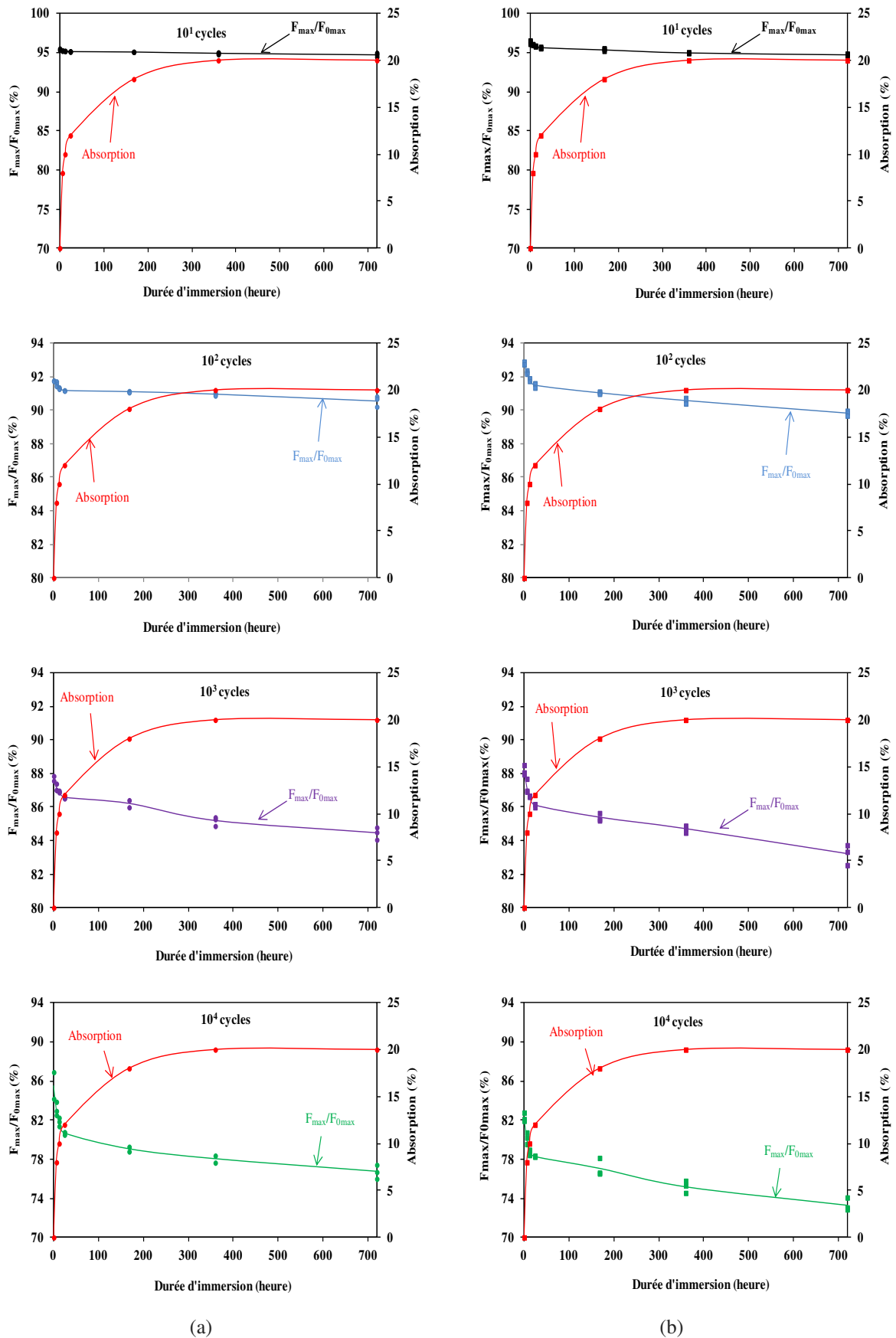


Figure 6.4. Dégradation de la rigidité ( $F_{max}/F_{0max}$ ) en fonction de la durée d'immersion des matériaux, à différents cycles, des composites non vieillis et vieillis: a)[0/90]<sub>s</sub> et b)[+45/-45]<sub>s</sub>.

### 6.3.2. Effet du vieillissement sur les boucles d'hystérésis

L'initiation et l'évolution des dommages de fatigue cyclique dans un matériau composite peuvent être identifiées lors de l'inspection des courbes d'hystérésis à différents cycles.

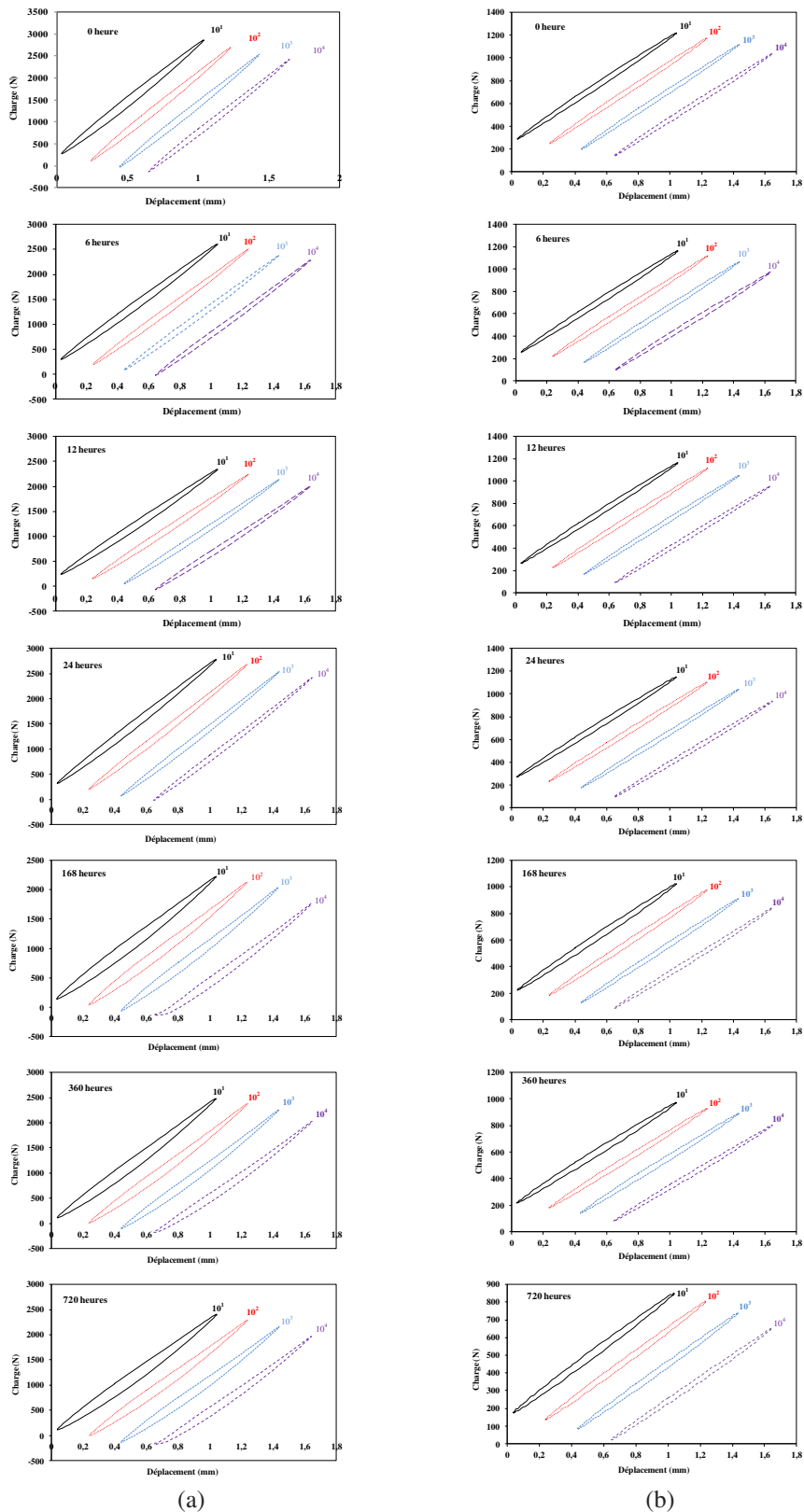


Figure 6.5. Courbes d'hystérésis, pour différents nombres de cycles, des composites : a) [0/90]s et b) [+45/-45]s.

Dans notre cas, 200 points expérimentaux sont enregistrés pour chaque cycle au cours des tests. Les données de la charge et du déplacement ont été collectées en temps réel à chaque cycle. Par exemple, la figure 6.5 montre les courbes expérimentales charge/déplacement pour les cycles de charge/décharge à  $10^1$ ,  $10^2$ ,  $10^3$  et  $10^4$  cycles pour des échantillons du types  $[0/90]_s$  et  $[+45/-45]_s$  non vieillis et vieillis à 6, 12, 24, 168, 360 et 720 heures. Les courbes de ces figures ont été translatées le long de l'axe de déplacement pour améliorer la clarté de la lecture. Chaque matériau présente des pics de charge différents sur les courbes d'hystérésis, mais le comportement est similaire. La surface des courbes d'hystérésis tend à diminuer progressivement avec l'augmentation du nombre de cycles de fatigue mais augmente avec la durée d'immersion. À titre d'exemple et dans le cas d'un nombre de fatigue de 10 cycles, on observe une diminution moyenne du pic de 15% et 18% pour les échantillons  $[0/90]_s$  non vieillis et vieillis à 720 heures respectivement et 12% et 16% pour les échantillons  $[+45/-45]_s$  non vieillis et vieillis à 720 heures respectivement. Pour les matériaux vieillis à 720 heures (30 jours), les pics de charge des courbes d'hystérésis sont faibles comparés aux échantillons non vieillis.

### 6.3.3. Effet du vieillissement sur l'énergie dissipée

La figure 6.6 montre l'évolution de l'énergie dissipée en fonction du nombre de cycles pour les matériaux composites  $[0/90]_s$  et  $[+45/-45]_s$  non vieillis et vieillis à 6, 12, 24, 168, 360 et 720 heures. Le calcul des valeurs des énergies dissipées est fait en utilisant l'équation 3.1 développée au paragraphe 2 du chapitre 3. La réduction de l'énergie dissipée augmente avec l'augmentation de la durée d'immersion en raison des dommages causés par le vieillissement. On remarque sur la figure 6.6 que la variation de l'énergie dissipée en fonction du nombre de cycles des matériaux se produit en deux étapes et montre une tendance similaire pour les différentes durées d'immersion étudiées. Une première étape où la diminution de l'énergie dissipée est très prononcée allant jusqu'à un nombre de cycles de l'ordre 700 cycles pour des échantillons avec une séquence d'empilement de  $[0/90]_s$  et 500 cycles pour des échantillons de  $[+45/-45]_s$ . Une seconde étape où la diminution de cette énergie varie très lentement voire quelque fois constante, en raison de la stabilité de la propagation des fissures sans perte significative d'énergie. Il est intéressant de noter que le comportement à la fatigue présente de fortes variations au cours de la première partie de la durée de vie en fatigue en raison de la dissipation d'énergie des échantillons non vieillis et vieillis. Les résultats obtenus montrent aussi que les échantillons  $[0/90]_s$  dissipent 4 fois plus d'énergie que les échantillons  $[+45/-45]_s$  dans les mêmes condition d'essais. A titre d'exemple, pour les 10 premiers cycles, une valeur

maximale d'énergie dissipée de  $188 \text{ mJ/cm}^3$  et  $137 \text{ mJ/m}^3$  est observée pour des échantillons  $[0/90]_s$  non vieillis et vieillis à 720 heures ; alors que, la dissipation d'énergie est de  $44 \text{ mJ/cm}^3$  et de  $27 \text{ mJ/m}^3$  pour les échantillons  $[+45/-45]_s$  non vieillis et vieillis à 720 heures respectivement. Il est intéressant de noter que les mécanismes de dissipation d'énergie se produisent davantage dans les composites  $[0/90]_s$  que dans les composites  $[+45/-45]_s$ . Haggui et al. [151] ont trouvé des résultats similaires pour les composites unidirectionnels ( $UD0^\circ$ ) et croisés  $[0_2/90_2]_s$  avec des fibres de lin. Le composite unidirectionnel dissipe plus d'énergie que le composite à fibres croisées. Ils ont conclu que cette dissipation pouvait s'expliquer par la différence de température constatée lors des essais de fatigue sur les deux matériaux. La température enregistrée pour le  $UD0^\circ$  est deux fois supérieure à celle du pli croisé  $[0_2/90_2]_s$ . Dans notre cas, les composites  $[0/90]_s$  sont plus rigides que ceux  $[+45/-45]_s$ . Par conséquent, ils dissipent plus d'énergie que leurs homologues.

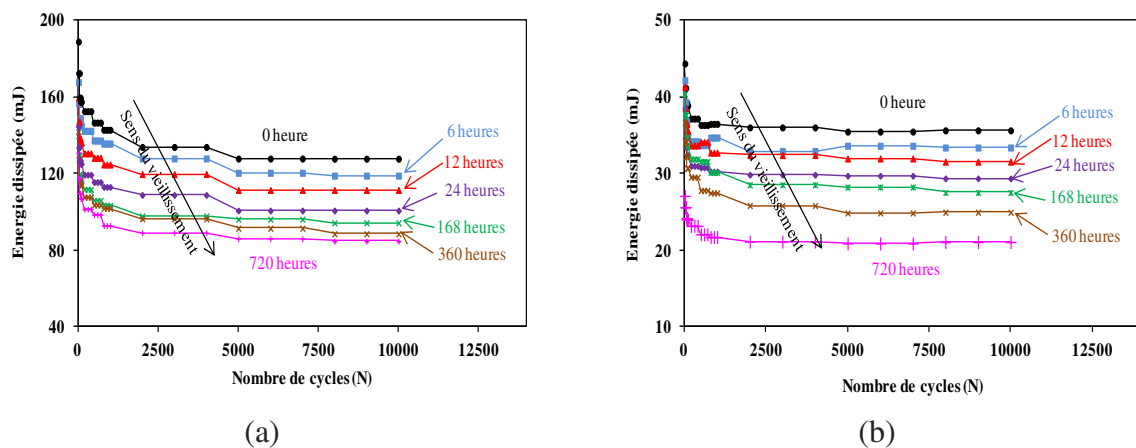


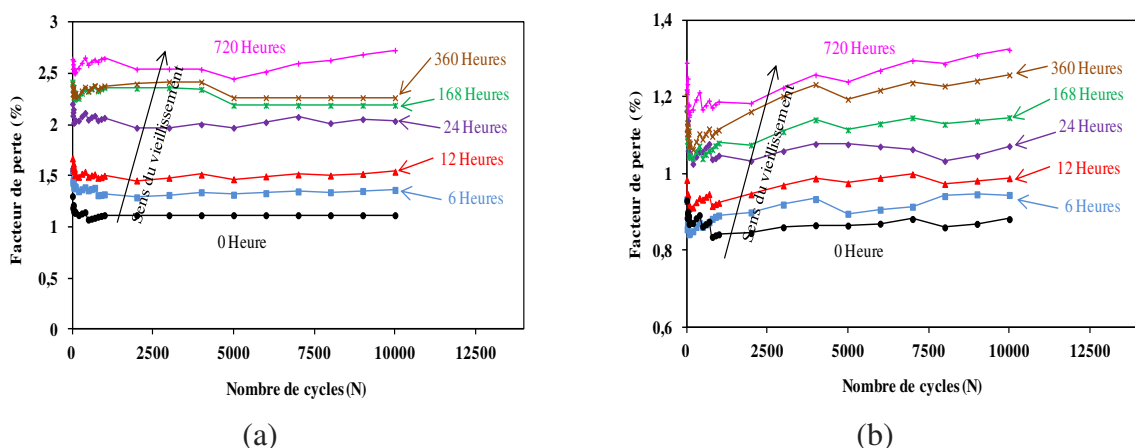
Figure 6.6. Dissipation d'énergie en fonction du nombre de cycles des composites de lin non vieillis et vieillis : a)  $[0/90]_s$  et b)  $[+45/-45]_s$ .

### 6.3.4. Effet du vieillissement sur le facteur de perte

La dissipation d'énergie dans les matériaux composites est induite par des processus tels que le comportement viscoélastique de la matrice, l'amortissement à l'interface fibre/matrice et les défauts de fabrication. En général, le facteur de perte des matériaux non vieillis est faible car ils ont peu de défauts et les interfaces fibre/matrice ne sont pas encore dégradées. Dans les essais de fatigue cyclique, le facteur de perte est le rapport entre l'énergie dissipée par cycle ( $Ed$ ) et l'énergie potentielle maximale stockée par cycle ( $Ep$ ). Les détails du calcul des facteurs de perte sont présentés au paragraphe 2 du chapitre 3.

La figure 6.7 montre l'évolution du facteur de perte en fonction du nombre de cycles pour les matériaux composites  $[0/90]_s$  et  $[+45/-45]_s$  non vieillis et vieillis pendant 6, 12, 24, 168, 360 et 720 heures correspondant respectivement à 6%, 10%, 12%, 18 %, 20% et 20% de la teneur en eau . Il ressort de ces résultats que :

- pour les deux composites non vieillis, au début de l'essai le facteur de perte diminue légèrement avec le nombre de cycles et se stabilise par la suite jusqu'à la fin de l'essai. À titre d'exemple, à 10 cycles, les facteurs de perte sont de l'ordre 1,6% et 0,9%, alors qu'ils sont l'ordre de 1,5% et 0,92 à  $10^4$  cycles de fatigue des composites  $[0/90]_s$  et  $[+45/-45]_s$  respectivement ;
- pour les deux composites vieillis, après une légère diminution au début de l'essai, le facteur de perte augmente avec le nombre de cycles de fatigue. Cette augmentation est plus marquée dans le cas du composite  $[+45/-45]_s$  et pour une durée d'immersion élevée (720 heures). À titre exemple, après 30 jours d'immersion (720 heures), les facteurs de perte sont de l'ordre 2,2% et 1,24%, alors qu'ils sont l'ordre de 2,23% et 1,35 à  $10^4$  cycles de fatigue des composites  $[0/90]_s$  et  $[+45/-45]_s$  respectivement ;
- le facteur de perte en fatigue du composite  $[0/90]_s$  est plus élevé que celui du composite  $[+45/-45]_s$  en raison des sollicitations des constituants des composites. En effet, les fibres avec un pouvoir d'amortissement plus élevé que la matrice sont plus sollicitées dans le cas d'une séquence d'empilement à  $[0/90]_s$  que celle à  $[+45/-45]_s$ .



**Figure 6.7.** Évolution du facteur de perte en fonction du nombre de cycles des composites de lin non vieillis et vieillis : a)  $[0/90]_s$  et b)  $[+45/-45]_s$ .

La figure 6.8 montre l'évolution du facteur de perte en fonction du temps d'immersion pour différents nombres de cycles de fatigue ( $10^1$ ,  $10^2$ ,  $10^3$  et  $10^4$  cycles).



## Effet du vieillissement sur le comportement mécanique des peaux

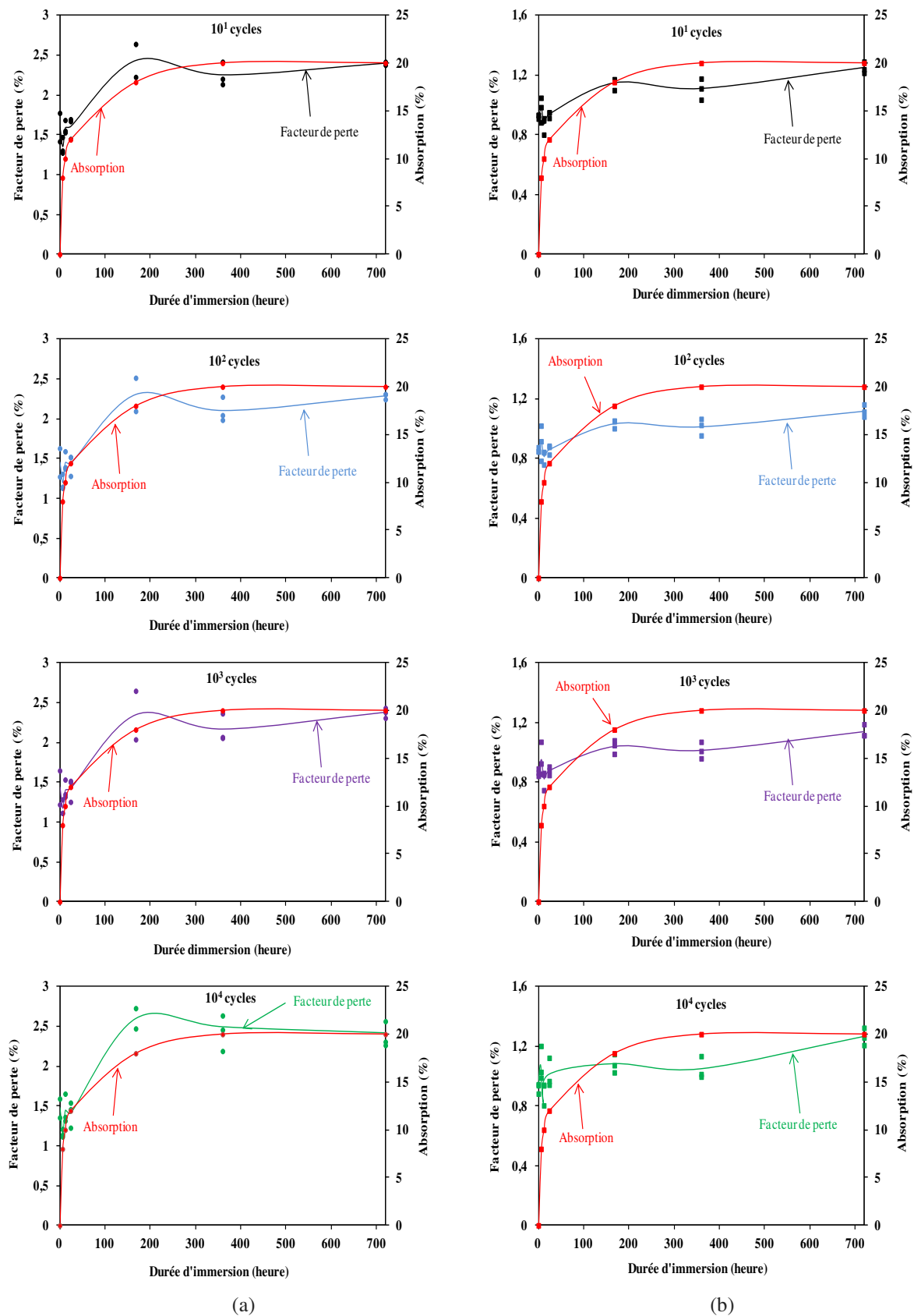


Figure 6.8. Évolution du facteur de perte en fonction du temps d'immersion pour différents nombres de cycles de composites : a)  $[0/90]_s$  et b)  $[+45/-45]_s$ .

La variation du facteur de perte en fonction du temps d'immersion des matériaux composites se produit en deux étapes. Après 24 heures d'immersion (phase d'absorption d'eau), le facteur de perte augmente rapidement pour les deux matériaux et varie peu pour les autres durées d'immersion (dans la zone de saturation). Par exemple, pour tous les cycles et après un 24 heures d'immersion, le facteur de perte est de 1,6% et 0,93% pour les composites  $[0/90]_s$  et  $[+45/-45]_s$  respectivement et après 168 heures (7 jours) d'immersion, le facteur de perte augmente et atteint sensiblement 2,5% et 1,14% pour les échantillons de  $[0/90]_s$  et de  $[+45/-45]_s$  respectivement. Ces valeurs restent presque constantes ou varient peu après 30 jours d'immersion.

### **6.4. Effet du vieillissement sur les mécanismes d'endommagement**

#### **6.4.1. Technique d'émission acoustique**

La technique de l'émission acoustique (EA) est une méthode de contrôle non destructif essentiellement utilisée pour l'étude des mécanismes d'endommagement des matériaux soumis à des sollicitations mécaniques. Lorsqu'un matériau est mis sous contrainte, divers mécanismes d'endommagement peuvent se créer et se développer engendrant ainsi des ondes élastiques transitoires de nature et de fréquence diverses. Elles se propagent ensuite au sein du matériau pour atteindre la surface et être recueillies par des capteurs piézo-électriques sous forme de signaux d'émission acoustique ou de salves d'allure sinusoïdale amortie.

Les principaux paramètres enregistrés en temps réel sont les suivants (Fig. 6.9) :

- l'amplitude : c'est l'amplitude maximale du signal exprimée en décibels,
- la durée : elle correspond au temps qui sépare le premier et le dernier dépassement de seuil. Elle s'exprime en microsecondes,
- l'énergie : elle correspond au contenu spectral du signal,
- le nombre de coups : il correspond au nombre de pics qui dépassent le seuil pendant la durée de la salve,
- le temps de montée : il est exprimé en microsecondes et il correspond au temps qui sépare le premier dépassement de seuil et l'amplitude maximale du signal,
- le nombre de coups au pic : il correspond au nombre de pics qui dépassent le seuil entre le premier dépassement et l'amplitude maximale.

D'autre part, un réglage est effectué sur les paramètres d'acquisition de salves. Ces paramètres sont : les PDT (Peak Definition Time), HDT (Hit Definition Time) et HLT (Hit Lockout Time). Ces paramètres constituent des fenêtres temporelles qui régissent la manière avec laquelle seront calculés les paramètres des signaux et dépendent en particulier des

propriétés du matériau [206]. Les valeurs de ces trois paramètres utilisés dans notre cas sont : 30, 200 et 300, respectivement. Pour éliminer les signaux provenant des bruits, le paramètre « seuil » est fixé à 38 dB.

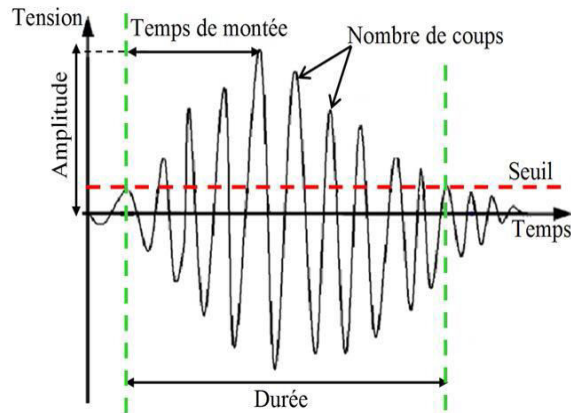


Figure 6.9. Principaux paramètres mesurés en temps réel sur une salve d'émission acoustique

Dans un premier temps, tous les paramètres des données d'émission acoustique ont été normés pour pouvoir être comparés. Pour ce faire, la transformation suivante (Eq. 7.1) a été appliquée à l'ensemble des signaux :

$$\forall i \in \Omega_p, p \in \Delta: Z_i = \frac{x_i - m_{xp}}{\sigma_{xp}} \quad (6.1)$$

Où  $x_i$  est le signal correspondant à l'événement  $i$ ,  $m$  correspond à la moyenne et  $\sigma$  est l'écart type  $\Omega$  est l'ensemble des données et  $\Delta$  est l'ensemble des classificateurs.

Ensuite, un algorithme  $K$ -moyens peut être appliqué. Il consiste à une première classification aléatoire en utilisant une distance euclidienne bien choisie [207-208].

Dans un deuxième temps, l'algorithme doit être appliqué plusieurs fois avec des séquences de 1000 itérations, tout en faisant varier le nombre de classes de 2 à 7. A chaque itération, le coefficient de Davies et Boudin est calculé par :

$$R_{ij}(DB) = \sum_{k=1}^n \max_i \left( \frac{d_i + d_j}{d_{ij}} \right) \quad (6.2)$$

Avec  $k$  est le nombre de classes imposé,  $d_i$  et  $d_j$  sont respectivement les distances moyennes dans les classes  $i$  et  $j$  et  $d_{ij}$  est la distance moyenne entre les classes  $i$  et  $j$ .

Pour finir, le nombre de classe final est celui aboutissant à la valeur minimale du coefficient  $R_{ij}(DB)$ .

Cette méthodologie de classification a été appliquée pour aboutir à 3, 4 ou 5 classes selon la configuration et la séquence d'empilement utilisées. Dans le cas des composites biosourcés à fibres naturelles, plusieurs analyses ont été menées dans le but d'identifier les

différentes classes selon leurs propriétés acoustiques [195]. Le tableau 6.2 résume les caractéristiques acoustiques des principaux mécanismes d'endommagements dans les composites à fibres naturelles de lin. Dans le cas des études récentes effectuées au laboratoire,

Daoud et al. [193] et Monti et al. [195] ont présenté une distribution des propriétés des différentes classes d'EA selon les amplitudes des signaux acoustiques et la séquence d'empilement des éprouvettes testées sur des composites constitués d'une résine Elium de la société Arkema et d'une résine Greenpoxy, respectivement, renforcées par des fibres de lin.

*Tableau 6.2. Propriétés acoustiques des principaux mécanismes d'endommagements pour les composites à fibres naturelles de lin. [193,195]*

| Mécanisme d'endommagement  | Matériau  | Amplitude (dB) |
|----------------------------|-----------|----------------|
| Fissuration matricielle    | Lin/LPET  | 40-50          |
|                            | Lin/Epoxy | 42-60          |
|                            | Lin/Elium | 40-55          |
| Frottement matrice/matrice | Lin/LPET  | 40-55          |
| Décohésion fibre/matrice   | Lin/LPET  | 45-60          |
|                            | Lin/Epoxy | 60-70          |
|                            | Lin/Elium | 40-70          |
| Frottement fibre/matrice   | Lin/LPET  | 55-85          |
| Déchaussement des fibres   | Lin/LPET  | 60-80          |
|                            | Lin/Elium | 50-85          |
| Délaminage                 | Lin/Elium | 45-75          |
| Rupture des fibres         | Lin/LPET  | 80-96          |
|                            | Lin/Epoxy | 70-100         |
|                            | Lin/Elium | 70-100         |

## **6.4.2. Analyse des mécanismes d'endommagement des composites non vieillis et vieillis**

### **6.4.2.1. Mécanismes d'endommagement en statique**

L'objectif de cette section est d'identifier les différents mécanismes d'endommagement des matériaux composites  $[0/90]_s$  et  $[+45/-45]_s$ . L'analyse décrite précédemment a été appliquée dans un premier temps aux matériaux non vieillis, ensuite aux matériaux vieillis. À titre d'exemple, seuls les résultats obtenus au début (6 heures) et à la fin du vieillissement (720 heures c'est-à-dire 30 jours) sont présentés. La figure 6.10 représente la distribution en amplitude des signaux d'EA en fonction du temps de l'essai de traction pour les échantillons  $[0/90]_s$  et  $[+45/-45]_s$  non vieillis et vieillis. Les matériaux composites non vieillis et vieillis présentent pratiquement la même tendance. L'analyse de ces résultats a permis d'identifier quatre mécanismes d'endommagement à partir de leur signature acoustique :

- 1- la fissuration de la matrice (classe A),
- 2- la décohésion fibres-matrice (classe B),
- 3- le délaminage et/ou le déchaussement (classe C),
- 4- la rupture des fibres (classe D).

Ces figures montrent que la fissuration matricielle (Classe A) qui présente environ 50% de l'ensemble d'endommagement des deux matériaux composites est le mécanisme le plus dominant. Ces signaux sont caractérisés par de faibles amplitudes comprises entre 40 et 60dB. Pour les matériaux non vieillis et vieillis, la décohésion fibres/matrice (Classe B) dont l'amplitude est comprise entre 45 et 70 dB est observée sur les figures 6.10.a et 6.10.b. Elle apparaît juste après la fissuration matricielle et augmente jusqu'à la fin de l'essai. La troisième classe d'endommagement (Classe C) comprend des signaux d'amplitudes variant entre 55 et 75 dB. D'après le tableau 6.2 cette classe correspond soit à un délaminage entre deux couches superposées de fibres de lin, soit au déchaussement des fibres ou les deux phénomènes à la fois. La rupture de fibres (Classe D) est principalement localisée par les signaux d'amplitudes entre 40 et 80 dB pour les échantillons  $[0/90]_s$  et  $[+45/-45]_s$ .

Les résultats des observations microscopiques sont présentés dans la figure 6.11. Cette analyse a été réalisée afin d'identifier les principaux dommages préexistants et dominants induit par le vieillissement. Ces figures montrent que l'endommagement des deux matériaux composites, non vieillis et vieillis, est principalement lié à la fissuration matricielle et la décohésion fibre/matrice et le déchaussement des fibres.

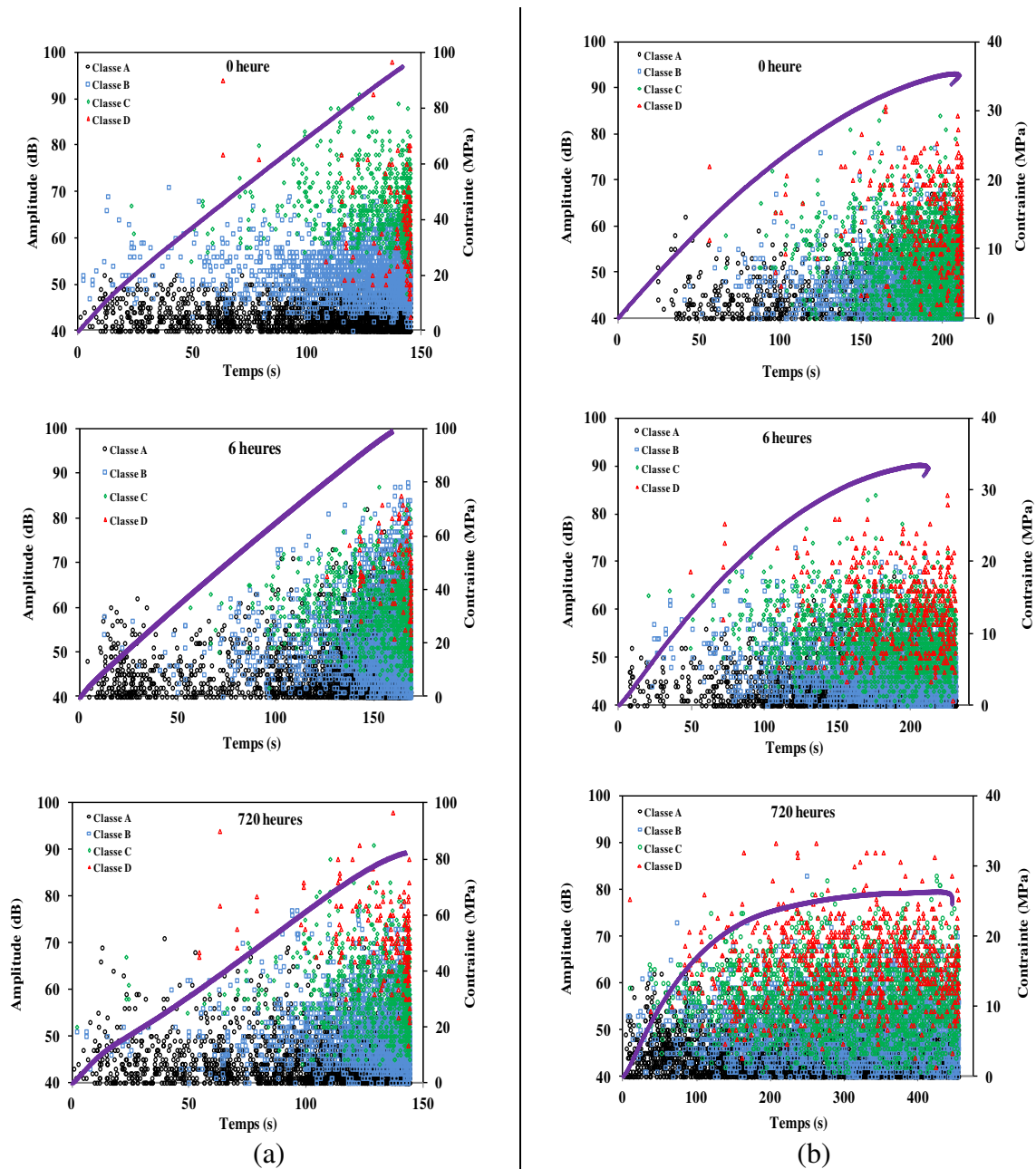
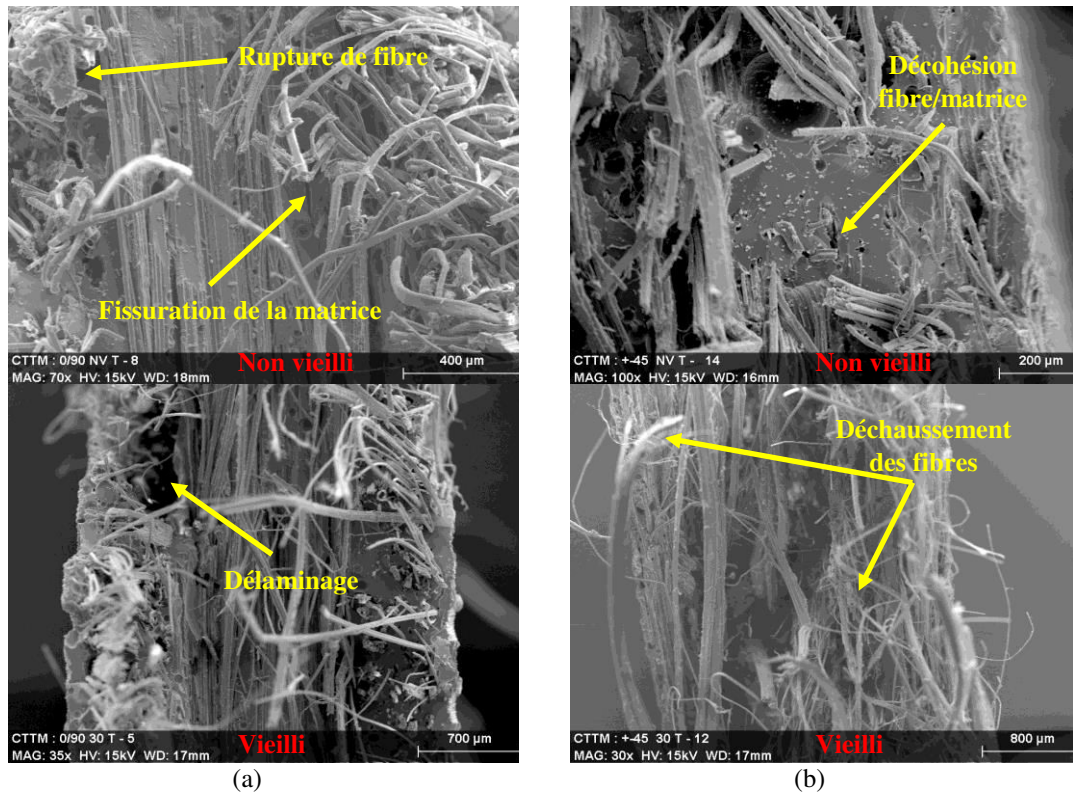


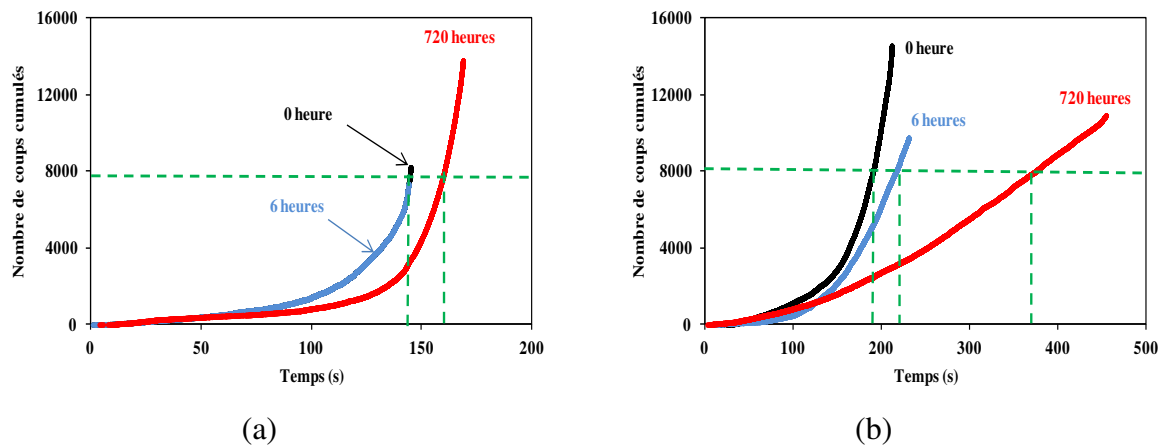
Figure 6.10 : Distribution en amplitude des signaux d'EA en fonction du temps à différentes durées d'immersion des composites : a)  $[0/90]_s$  et b)  $[+45/-45]_s$



**Figure 6.11 :** Micrographies des faciès de rupture des deux matériaux composites non vieillis et vieillis à 720 heures (30 jours): a) [0/90]<sub>s</sub>, et b) [+45/-45]<sub>s</sub>.

La figure 6.12 représente l'effet du vieillissement sur les coups cumulés des deux matériaux à différentes durées d'immersions (0, 6 et 720 heures) lors des essais de traction. Elle montre que l'évolution structurale des mécanismes d'endommagement entre les matériaux non vieillis et vieillis est différente. En effet, dans le cas des composites avec la séquence d'empilement [0/90]<sub>s</sub>, non vieillis et vieillis à 6 heures, les événements acoustiques sont confondus et ceci jusqu'à la rupture totale des échantillons. Après à 720 heures (30 jours), la prise d'eau ayant atteint la saturation, les données d'EA montre que le nombre de coups cumulés des composites vieillis est pratiquement le double de celui des non ou peu vieillis (6 heures). Ces résultats montrent également que, pour une même durée d'essai, le nombre de coups cumulés diminue avec la durée de vieillissement, ce qui signifie que les deux matériaux composites sont préalablement endommagés par l'eau et donc génèrent peu d'événements acoustiques. Dans le cas des composites avec une séquence d'empilement [+45/-45]<sub>s</sub>, les résultats montrent que le nombre de coups cumulés des trois durées de vieillissement (0, 6 et 720 heures) sont différents contrairement aux composites [0/90]<sub>s</sub>. Le nombre de coups cumulés obtenus dans les matériaux non vieillis est largement supérieur à ceux vieillis et le maximum est obtenu pour une durée d'essai plus courte. Par conséquent, les

échantillons des matériaux composites  $[+45/-45]_s$  sont plus affectés par l'absorption d'eau que les échantillons des matériaux composites  $[0/90]_s$ .



**Figure 6.12 :** Nombre de coups cumulés en fonction du temps à différentes périodes de vieillissement des matériaux composites : a)  $[0/90]_s$  et b)  $[+45/-45]_s$ .

#### 6.4.2.2. Mécanismes d'endommagement en fatigue cyclique

Comme dans le cas des essais en statique, une analyse et un suivi de l'endommagement par émission acoustique ont été réalisés, à titre d'exemple, sur les matériaux non vieillis et vieillis pendant 720 Heures (30 jours). Les résultats de cette analyse sont présentés en figure 6.13. Il ressort de cette analyse que pour les deux types des matériaux  $[0/90]_s$  et  $[+45/-45]_s$  non vieillis et vieillis, l'endommagement se fait en trois classes. Premièrement, les signaux de Classe A apparaissent dans la plage d'amplitude comprise entre 40 et 45dB pour les composites non vieillis. Ces signaux sont attribués à la fissuration matricielle. De plus, les matériaux vieillis fournissent peu d'événements liés à la fissuration matricielle à cause de la dégradation de la matrice due à l'eau. Il s'en suit les signaux de Classe B dont l'amplitude varie entre 45 et 50dB qui peuvent être attribués à la décohésion fibres/matrice. Cette classe d'endommagement est plus marquée dans le matériau  $[+45/-45]_s$  où cet endommagement est très favorisé par la séquence d'empilement. Les amplitudes des signaux induits par les matériaux non vieillis sont centrées autour de valeurs plus faibles que celles des composites vieillis. Ces différences sont principalement liées aux frottements qui génèrent des signaux dans les matériaux vieillis avec des amplitudes légèrement supérieures à celles des matériaux non vieillis. Les signaux de la troisième classe (Classe C) présentent des amplitudes élevées autour de 80dB. Ainsi nous pouvons supposer que ces signaux sont principalement associés au déchaussement des fibres de lin.



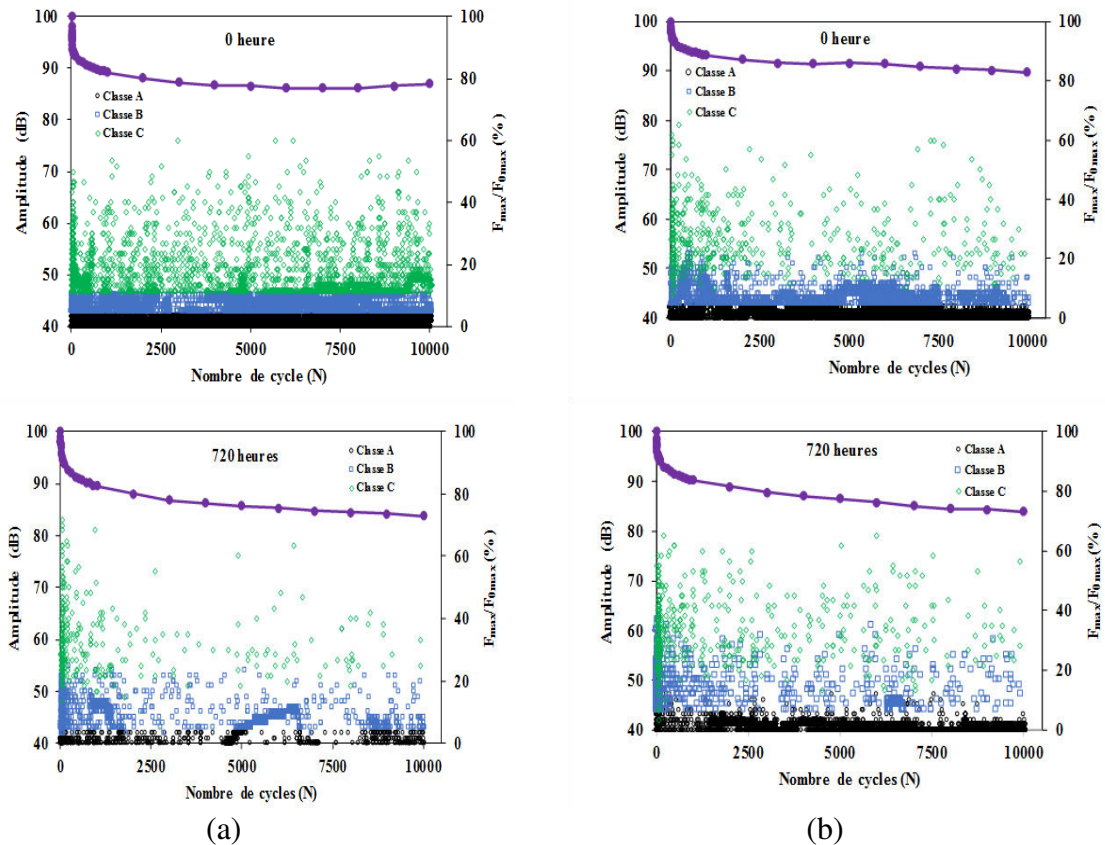


Figure 6.13 : Distribution en amplitude des signaux d'EA et évolution de la force maximale en fonction du nombre de cycles des composites non vieillis et vieillis à 720 heures (30 jours) : a) [0/90]<sub>s</sub> et b) [+45/-45]<sub>s</sub>

## 6.5. Effet du vieillissement sur le comportement vibratoire des peaux

### 6.5.1. Effet du vieillissement sur le module de flexion

L'objectif de cette partie est d'analyser l'effet du vieillissement hydrique sur les caractéristiques dynamiques et le comportement vibratoire des composites [0/90]<sub>s</sub> et [+45/-45]<sub>s</sub>.

La figure 6.14 représente l'évolution du module de flexion des composites de différentes séquences d'empilement en fonction de la fréquence de vibration, après différents périodes d'immersion dans l'eau. Les valeurs des modules de flexion des composites ont été déterminées en utilisant l'équation (4.30) définie au paragraphe (4.3) du chapitre 4. De ce fait le protocole utilisé est le même que celui décrit au chapitre 3. Les résultats obtenus font apparaître que les modules de flexion des composites vieillis sont considérablement affectés par le vieillissement, en particulier durant les vingt quatre premières heures d'immersion dans l'eau. Pour une durée de vieillissement donnée, le module de flexion du composite [0/90]<sub>s</sub> reste constant ou varie peu avec la fréquence, alors qu'il augmente avec la fréquence pour le composite [+45/-45]<sub>s</sub>.

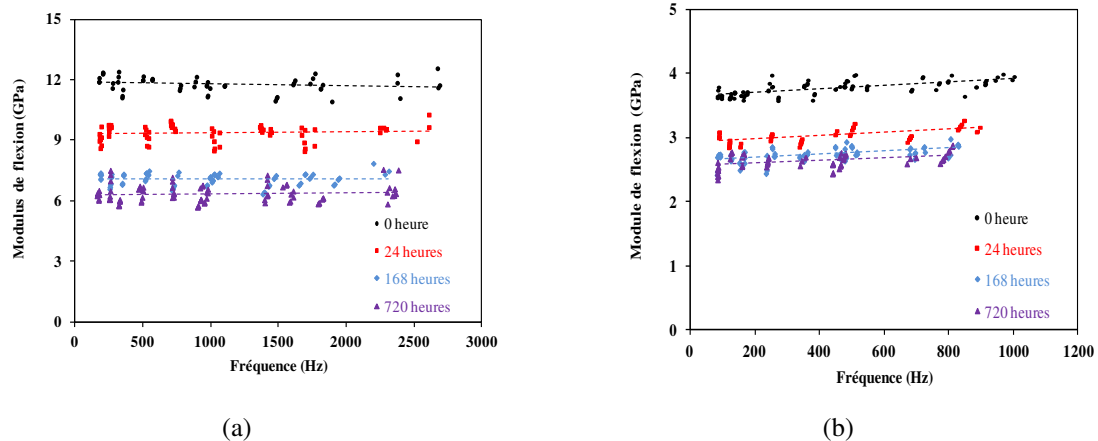


Figure 6.14 : Évolution des modules de flexion en fonction de la fréquence des matériaux composites vieillis et non-vieillis a)  $[0/90]_s$  et b)  $[+45/-45]_s$ .

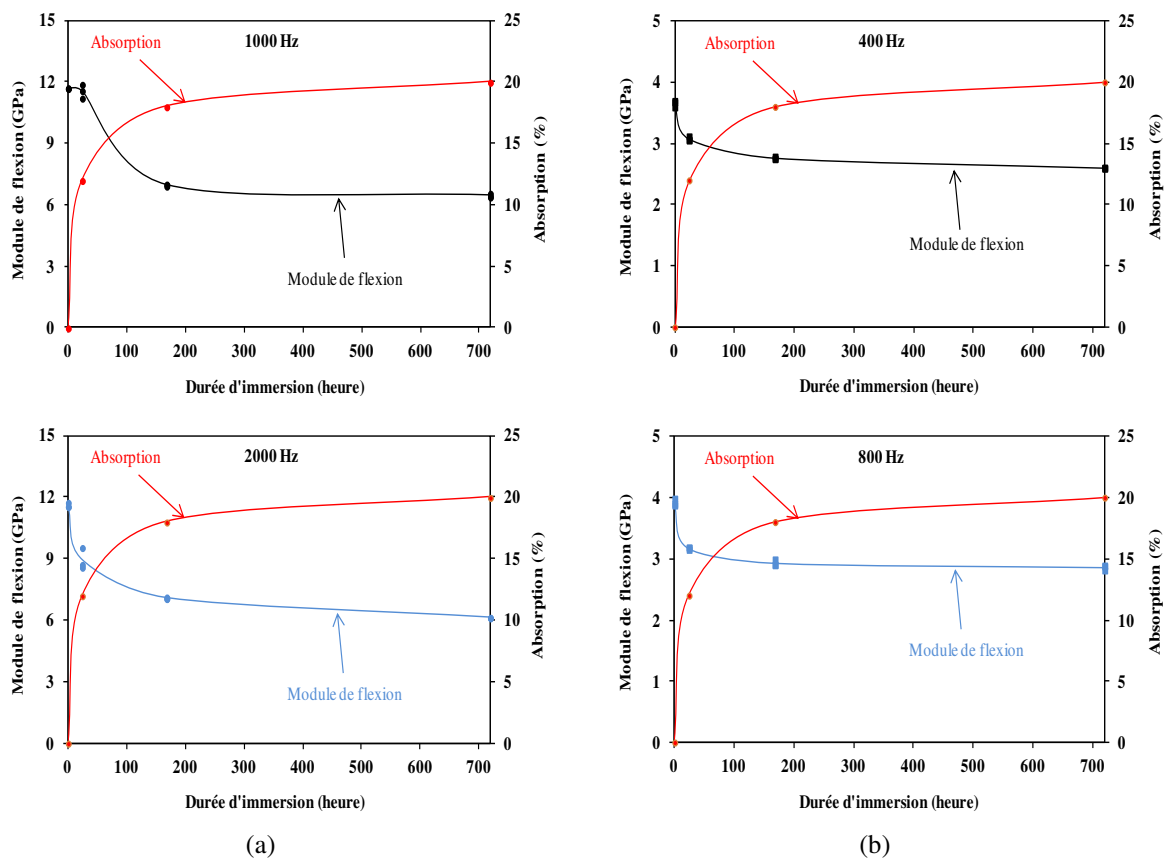


Figure 6.15. Évolution du module de flexion en fonction de la durée d'immersion, pour différentes fréquences, des matériaux composites : a)  $[0/90]_s$  et b)  $[+45/-45]_s$ .

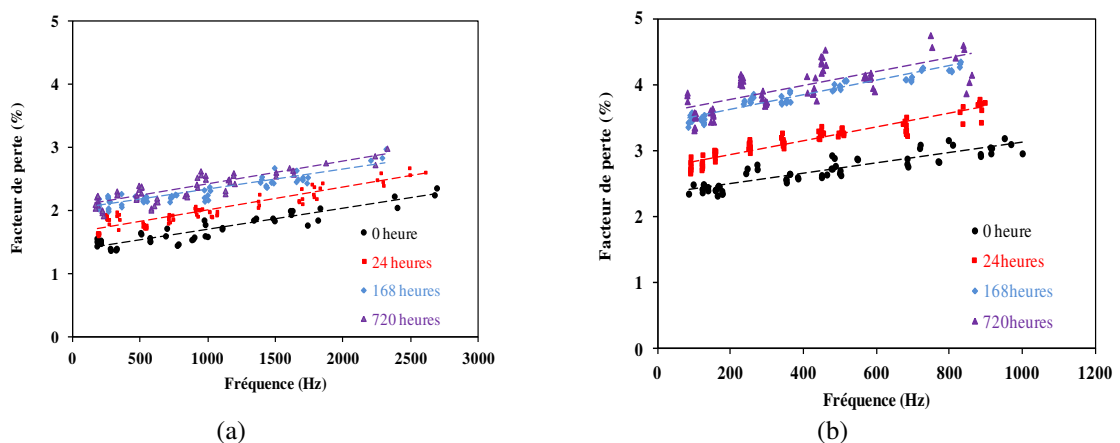
Pour mieux illustrer l'effet de l'absorption d'eau sur les propriétés dynamiques des composites, une comparaison des résultats pour différentes durées d'immersion du module de flexion est représentée sur la figure 6.15. Les résultats obtenus sont similaires à ceux obtenus dans les cas d'essai de traction statique. Après 24 heures du vieillissement, le module de Young des composites diminue de 13% pour les échantillons  $[0/90]_s$  et de 22% pour les

échantillons  $[+45/-45]_s$ . Par conséquent, à 168 heures (7 jours) d'immersion, le module de flexion chute de 25% et 30% pour les échantillons  $[0/90]_s$  et  $[+45/-45]_s$  respectivement. Après 720 heures (30 jours) de vieillissement, le module de flexion des composites diminue progressivement pour atteindre 26% pour les échantillons  $[0/90]_s$  et 46,5% pour échantillons  $[+45/-45]_s$ . La baisse du module de flexion des composites à fibres de lin avec la durée d'immersion lors d'essais de vibration a été également constatée par Cheour et al. [124].

En effet, la diminution du module de flexion des composites en fonction de la durée du vieillissement est due à la dégradation de la fibre de lin, d'une part, et d'autre part à l'affaiblissement de l'interface à l'échelle de la fibre élémentaire et du composite (interface fibre/matrice). D'autre part, la structure et la morphologie de la fibre de lin offre plusieurs interfaces et zones de transition entre les composantes de celle-ci. Plusieurs auteurs [104-110] ont montré que l'eau peut affecter directement les composantes hydrophiles, telles que la cellulose, l'hémicellulose, la pectine et la cire, ce qui peut affaiblir les différentes interfaces. Cette fragilisation interfaciale se traduit ensuite par de mauvaises propriétés mécaniques au niveau du composite. L'absorption d'eau par la fibre de lin entraîne également des variations de son volume, ce qui induit des concentrations de contraintes au niveau de l'interface fibre/matrice, à l'origine de l'apparition de microfissures.

### 6.5.2. Effet du vieillissement sur l'amortissement

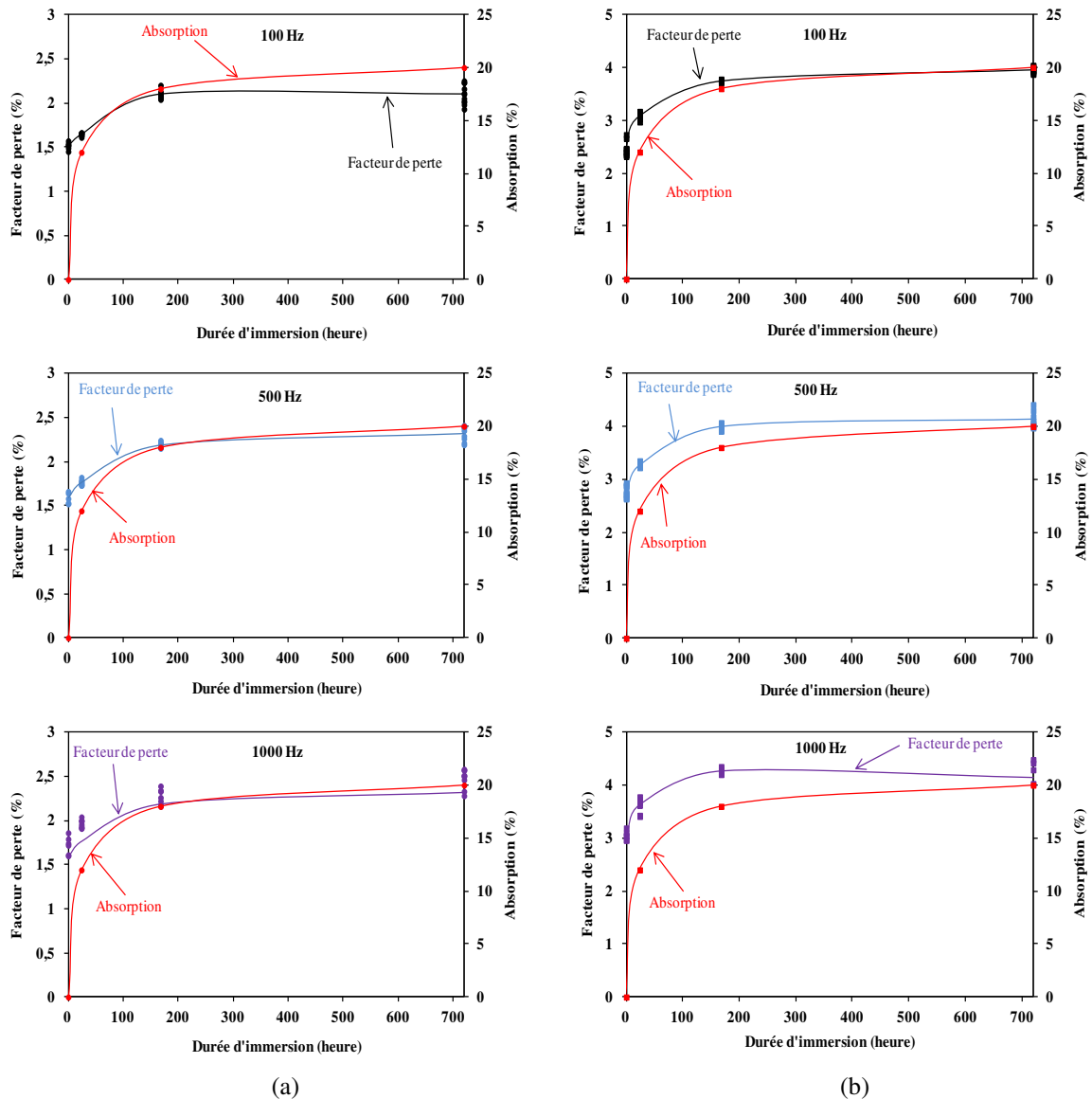
Les résultats déduits de l'analyse modale expérimentale pour les composites  $[0/90]_s$  et  $[+45/-45]_s$  non vieillis et vieillis sont présentés dans la figure 6.16.



**Figure 6.16.** Évolution de l'amortissement en fonction de la fréquence pour les matériaux non-vieillis et vieillis : (a)  $[0/90]_s$  et (b)  $[+45/-45]_s$ .

La figure 6.16 montre que les coefficients d'amortissement augmentent lorsque la durée de vieillissement croît, en particulier durant les premières heures d'immersion (phase

d'absorption). Après seulement vingt quatre heures de vieillissement, le facteur de perte augmente d'environ 30% et 40% pour les composites  $[0/90]_s$  et  $[+45/-45]_s$ , respectivement. Contrairement aux résultats obtenus pour le module de flexion, la variation de l'amortissement des échantillons  $[+45/-45]_s$  est supérieure à celle des échantillons  $[0/90]_s$ .



**Figure 6.17 :** Évolution du facteur de perte en fonction du temps d'immersion pour différentes fréquences de des matériaux composites: a)  $[0/90]_s$  et b)  $[+45/-45]_s$ .

D'une manière générale, l'amortissement des matériaux composites est généralement attribué à plusieurs mécanismes de dissipation d'énergie, comme le comportement viscoélastique de la matrice, l'amortissement dû à l'interphase et l'amortissement dû à l'endommagement [209]. De plus, des études effectuées par Idriss et al. [180] et Ben Ammar et al. [181] ont montré que les matériaux endommagés amortissent plus que les matériaux sains. Par conséquent, l'eau affecte considérablement les différents constituants des

composites à savoir la résine, les fibres ainsi que l'interface fibre/matrice en créant des dommages supplémentaires aux autres défauts existants, comme les microfissures ou la structure cellulaire des fibres de lin, et contribue fortement à l'amortissement des composites vieillissants. En plus, pour illustrer l'effet de vieillissement sur la variation du facteur de perte avec la fréquence nous avons présenté sur la figure 6.17 l'évolution du facteur de perte en fonction de la durée d'immersion pour trois fréquences (100, 500 et 1000 Hz). Une fois de plus, la variation du facteur de perte en fonction de la durée d'immersion des matériaux composites se produit en deux étapes. Après 24 heures d'immersion (phase d'absorption d'eau), le facteur de perte augmente rapidement pour les deux matériaux et reste constant ou varie peu lorsque la durée d'immersion augmente pour les autres durées d'immersion notamment dans la zone de saturation.

### 6.6. Conclusions

Les effets du vieillissement sur le comportement mécanique et vibratoire des composites en fibres de lin et de la résine greenpoxy à l'aide d'essais de traction et fatigue cyclique et des tests vibratoires ont été étudiés. Les résultats des essais de traction ont montré une diminution de la rigidité et de la résistance à la traction et une augmentation de la déformation à la rupture avec le vieillissement. Cette dégradation est due aux dommages microstructuraux et aux phénomènes de plasticité causés par l'absorption d'eau. Les essais de fatigue ont montré que la rigidité, le cycle d'hystérésis, l'énergie dissipée ainsi que le facteur de perte sont sensibles à l'absorption d'eau. Lorsque le matériau composite absorbe l'eau, les fibres de lin ont tendance à gonfler. Cela se traduit par le développement d'une contrainte de cisaillement à l'interface qui conduit au décollement ultime des fibres.

L'analyse statistique multivariable des signaux d'EA a permis d'identifier quatre mécanismes d'endommagement à partir de leurs signatures acoustiques, à savoir la fissuration matricielle, la décohésion fibre/matrice et la rupture de fibres lors des essais statique. La rupture des fibres n'a pas été constatée en fatigue cyclique.

En ce qui concerne le comportement vibratoire, le vieillissement des fibres de lin, la matrice et l'interface fibre/matrice a entraîné une diminution des modules de flexion et une augmentation des propriétés d'amortissement.

Ces résultats ont mis en évidence que l'eau peut affecter directement les composantes hydrophiles, telles que la cellulose, l'hémicellulose, la pectine et la cire, ce qui entraîne l'affaiblissement des constituants et des différentes interfaces. Cette fragilisation conduit à des dommages et se traduit ensuite par de mauvaises propriétés mécaniques des composites.

## Chapitre 7. Effet du vieillissement sur le comportement statique et dynamique des sandwichs

### Résumé

Le présent chapitre est consacré à l'étude de l'effet du vieillissement sur le comportement en statique et en dynamique des matériaux sandwichs. Cette étude est menée à partir des essais de flexion 3-points et des tests vibratoires sur des poutres en matériaux sandwichs constitués de peaux en lin/greenpoxy et d'âme en liège. La première partie porte sur l'effet du vieillissement sur le comportement en statique des matériaux sandwichs. Les courbes charge/déplacement obtenues au moyen des essais de flexion 3-points ont été dépouillées afin d'en extraire les charges maximales et les pentes. Ces résultats ont ensuite permis de déterminer les contraintes de traction dans les peaux et celles de cisaillement dans les âmes ainsi que la rigidité en flexion en fonction de la durée d'immersion. La deuxième partie du chapitre est consacrée à l'analyse du comportement en fatigue cyclique des matériaux sandwichs. Les essais de fatigue sont conduits en contrôlant le signal déplacement qui est de type sinusoïdal avec une fréquence de 5 Hz. La perte de rigidité en fatigue, l'énergie dissipée et le facteur de perte sont calculés, à partir des données expérimentales de la charge et du déplacement pour chaque cycle en fonction de la durée d'immersion. Enfin, nous avons mené une analyse expérimentale dans le cas de vibration en flexion des poutres sandwichs. La réponse en fréquence à une impulsion, mesurée à l'aide d'un vibromètre laser, a permis de mesurer la fréquence autour de chaque pic de résonance. Les valeurs de fréquence obtenues et les courbes de réponse ont conduit à la détermination du module de flexion et du facteur de perte des matériaux sandwichs en fonction de la durée d'immersion et la quantité d'eau absorbée.

### 7.1. Introduction

Lorsque les structures sandwichs sont exposées à l'eau, elles absorbent une certaine quantité d'eau qui peut engendrer une chute de leurs propriétés mécaniques conduisant à leur endommagement précoce. Cet endommagement se manifeste par la décohésion fibres/matrice ou peaux/âme, le délaminage des peaux, la rupture des grains ou des cellules constituant l'âme. Les propriétés mécaniques de ces matériaux peuvent être sévèrement dégradées par la présence de cet endommagement. De ce fait, il peut se créer des répercussions dans la stabilité des structures. C'est ainsi, dans ce chapitre nous nous intéressons à l'étude de l'effet du vieillissement à eau sur le comportement mécanique en statique, en fatigue cyclique et en vibration des matériaux sandwichs. Dans un premier temps, nous proposons d'évaluer l'effet du vieillissement d'eau sur les caractéristiques mécaniques en statique des structures sandwichs. Des essais de flexion trois points sont conduits sur des éprouvettes de ces matériaux à plusieurs durées de vieillissement, jusqu'à la rupture. Les contraintes de traction des peaux ainsi que celles de cisaillement des âmes et la rigidité sont déterminées et analysées en fonction de la durée d'immersion. Nous proposons dans un deuxième temps de faire une analyse de l'effet de la durée d'immersion sur le comportement en fatigue cyclique des matériaux sandwichs. La rigidité, les cycles d'hystérésis ainsi que le facteur de perte sont déterminés pour chaque durée du vieillissement au cours de la fatigue cyclique des matériaux sandwichs. Enfin, nous menons une étude expérimentale de vibration en flexion des poutres sandwichs pour mettre en évidence l'influence de la durée d'immersion sur les fréquences de résonance, les modules de flexion ainsi que le facteur de perte des structures sandwichs.

### 7.2. Matériaux et procédure expérimentale

Dans ce chapitre, des échantillons des matériaux sandwichs (SNL10, SNL20 et SNL25) d'épaisseur 25 mm et de largeur 50 mm et différentes longueurs sont utilisés dans le but d'évaluer l'effet de l'absorption d'eau sur leurs performances mécaniques. Les essais de flexion trois points en statique ont été effectués avec une vitesse de déplacement de 5 mm/min sur des éprouvettes avec une distance entre appuis de 200 mm. Les essais de fatigue ont été menés en contrôlant le signal déplacement qui est de forme sinusoïdale avec une fréquence de 5 Hz. Ces essais ont été menés jusqu'à 10000 cycles avec un déplacement moyen de 2 mm (correspondant à 50% de la valeur à la limite élastique) et une amplitude de 1 mm (correspondant à un déplacement maximum de 75% de déplacement élastique). La configuration encastrée-libre du dispositif expérimental présenté au paragraphe 4.3.2 du chapitre 4 a été utilisée pour les tests de vibration. Les matériaux sandwichs ont été encastrés

sur une surface de 50x40 mm<sup>2</sup> au moyen d'un support rigide en acier. Les mesures ont été effectuées sur des longueurs libres allant de 200 à 300 mm.

### **7.3.Effet du vieillissement sur le comportement statique des sandwichs**

L'étude du comportement en statique des matériaux sandwichs non vieillis a été détaillée au paragraphe 2.5 du chapitre 2. Dans cette section, nous avons mené les essais de flexion 3-points, jusqu'à la rupture, sur des échantillons des trois matériaux sandwichs (SNL10, SNL20 et SNL25) vieillis et non vieillis. Nous avons reporté dans la figure 7.1 les courbes de charge/déplacement pour les échantillons non vieillis et vieillis à 2, 4, 24, 50, 120, 216 et 312 heures. Les résultats montrent que, dans tous les cas, les courbes charge/déplacement sont composées de trois parties : i) Une première partie linéaire où la charge augmente linéairement avec le déplacement. Cette partie correspond au comportement élastique du matériau permettant de déterminer les caractéristiques élastiques des matériaux. ii) Une deuxième partie non linéaire où la charge augmente progressivement avec le déplacement jusqu'à une valeur maximale. Cette partie correspond à l'initiation et l'accumulation des endommagements dans les matériaux sandwichs. iii) Enfin, une troisième partie où la charge reste pratiquement constante quelque soit le déplacement, correspondant à la propagation stable des endommagements jusqu'à la rupture totale des éprouvettes. Il est à noter que la pente de la partie linéaire ainsi que la charge maximale diminue avec l'augmentation de la durée de vieillissement. D'autre part, à partir des résultats obtenus, nous avons pu relever les rigidités (pentes de la partie linéaire) et les charges maximales pour chaque matériau sandwich à différentes périodes du vieillissement. Ensuite, nous avons calculé les contraintes de traction dans les peaux et de cisaillement dans les âmes en utilisant les équations (2.9.a) et (2.9.b) respectivement. Les résultats obtenus sont reportés dans la figure 7.2. Ils montrent que l'évolution des raideurs, des contraintes dans les peaux et dans les âmes se déroule en comprend trois phases : une diminution rapide avec la durée d'immersion jusqu'aux 4 premières heures d'absorption pour les trois matériaux sandwichs. Cette partie très courte est suivie d'une diminution lente et progressive jusqu'à 50 heures, dans le cas des matériaux sandwichs SNL10 et SNL20 et 120 heures pour le matériau sandwich SNL25. Enfin, une dernière phase où ces paramètres gardent des valeurs constantes quelque soit la durée d'immersion.



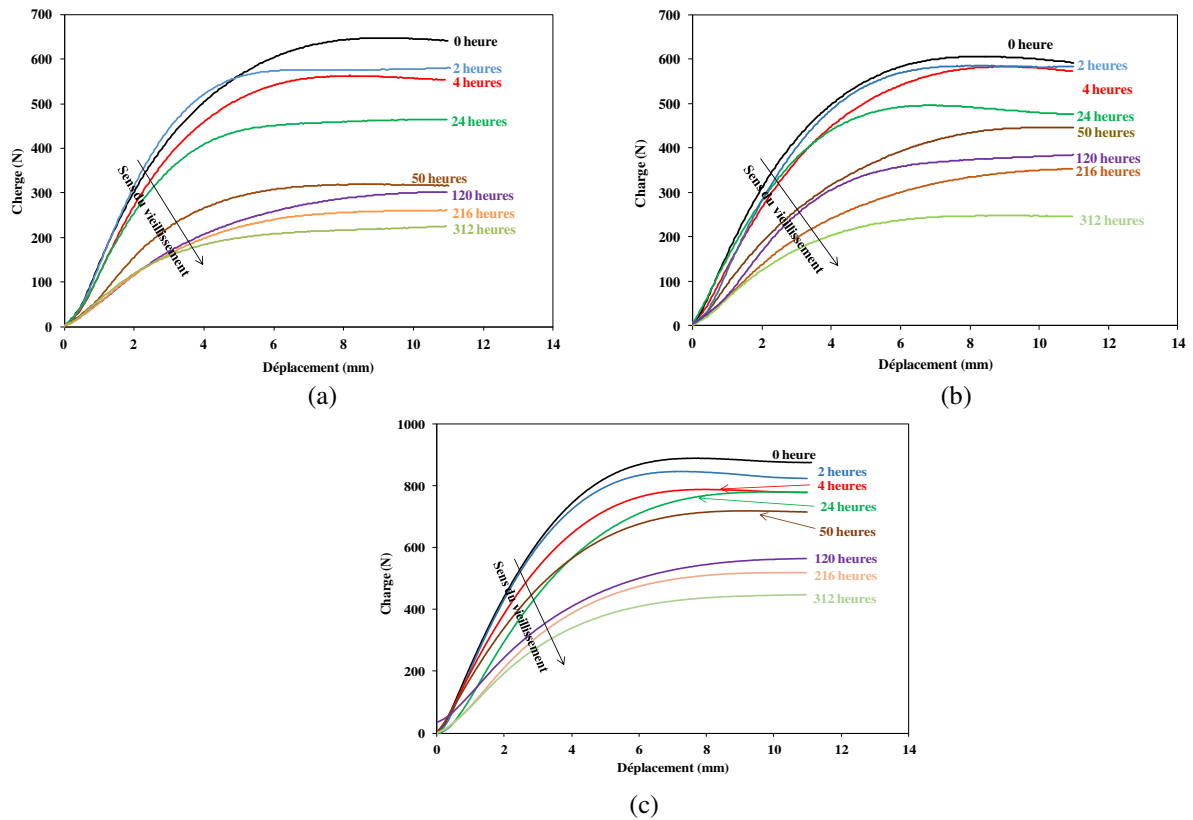


Figure 7.1. Courbes charge/déplacement pour différentes durées d'immersion des matériaux sandwichs : a) SNL10, b) SNL20 et c) SNL25.

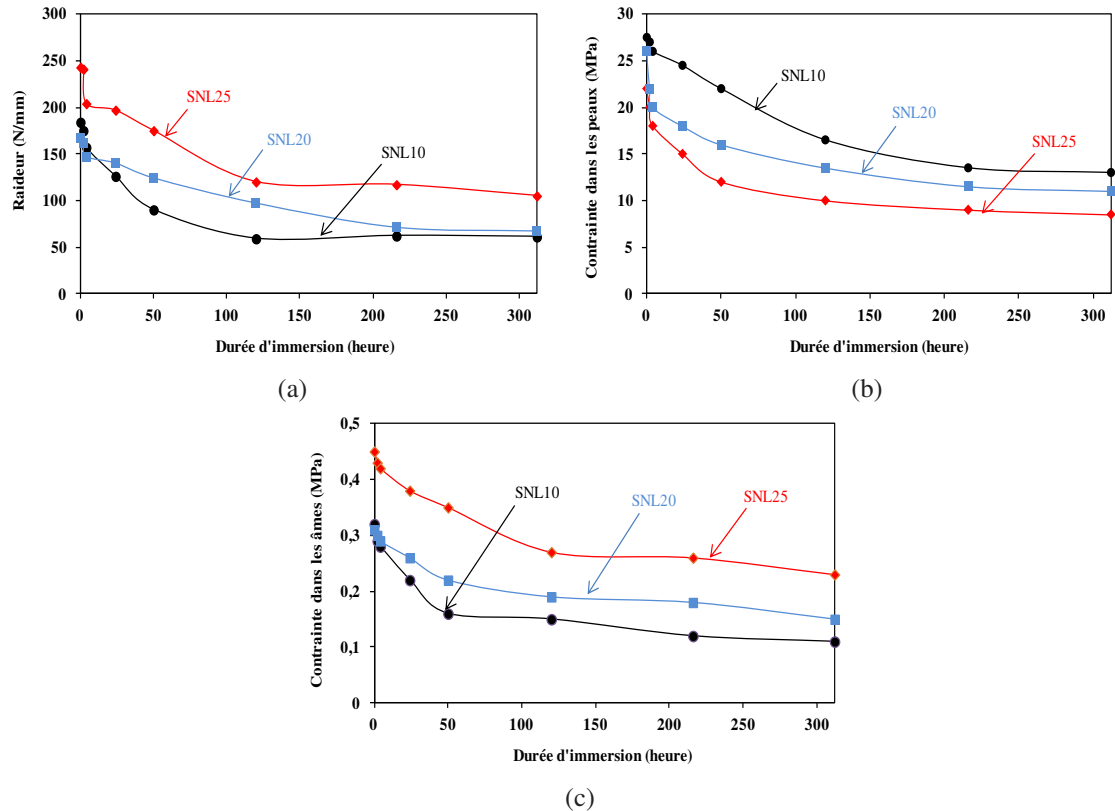


Figure 7.2. Évolution des caractéristiques mécaniques des matériaux sandwichs SNL10 SNL20 et SNL25 en fonction de la durée d'immersion : a) raideur, b) contraintes dans les peaux et c) contrainte dans les âmes.

Ce résultat montre que le comportement en statique des matériaux sandwichs est affecté par la quantité d'eau absorbée. A titre d'exemple, les contraintes dans les peaux et dans les âmes chutent de 9% et 60% pour 4 heures et 312 heures, respectivement, pour le matériau sandwich SNL10. Les autres valeurs sont reportées dans le Tableau 7.1. La chute des caractéristiques mécaniques est due du fait que les molécules d'eau ont plastifié les peaux et les âmes en liège tout en ayant un effet néfaste sur la résistance de l'interface peaux/âme entraînant ainsi le cumul des dommages microstructuraux à l'échelle de la résine, des fibres, des âmes, des interfaces fibres/matrice et peaux/âme. La plastification des constituants et le cumul des dommages entraînent à leur tour une rupture précoce des éprouvettes des matériaux sandwichs.

*Tableau 7.1. Caractéristiques mécaniques en fonction de la durée d'immersion*

| Durée d'immersion (heure) | Raideur (N/mm) |       |       | Contrainte dans les peaux (MPa) |       |       | Contrainte dans les âmes (MPa) |       |       |
|---------------------------|----------------|-------|-------|---------------------------------|-------|-------|--------------------------------|-------|-------|
|                           | SNL10          | SNL20 | SNL25 | SNL10                           | SNL20 | SNL25 | SNL10                          | SNL20 | SNL25 |
| 0                         | 184            | 167   | 243   | 22                              | 26    | 27,5  | 0,32                           | 0,31  | 0,45  |
| 2                         | 175            | 162   | 241   | 20                              | 22    | 27    | 0,29                           | 0,3   | 0,43  |
| 4                         | 157            | 127   | 204   | 18                              | 20    | 26    | 0,28                           | 0,29  | 0,42  |
| 24                        | 146            | 140   | 197   | 15                              | 18    | 24,5  | 0,22                           | 0,26  | 0,38  |
| 50                        | 90             | 124   | 175   | 12                              | 16    | 22    | 0,16                           | 0,24  | 0,35  |
| 120                       | 59             | 97    | 120   | 10                              | 13,5  | 16,5  | 0,15                           | 0,19  | 0,27  |
| 216                       | 62             | 71    | 117   | 9                               | 11,5  | 11,5  | 0,12                           | 0,18  | 0,26  |
| 312                       | 61             | 67    | 105   | 8,5                             | 11    | 11    | 0,11                           | 0,15  | 0,23  |

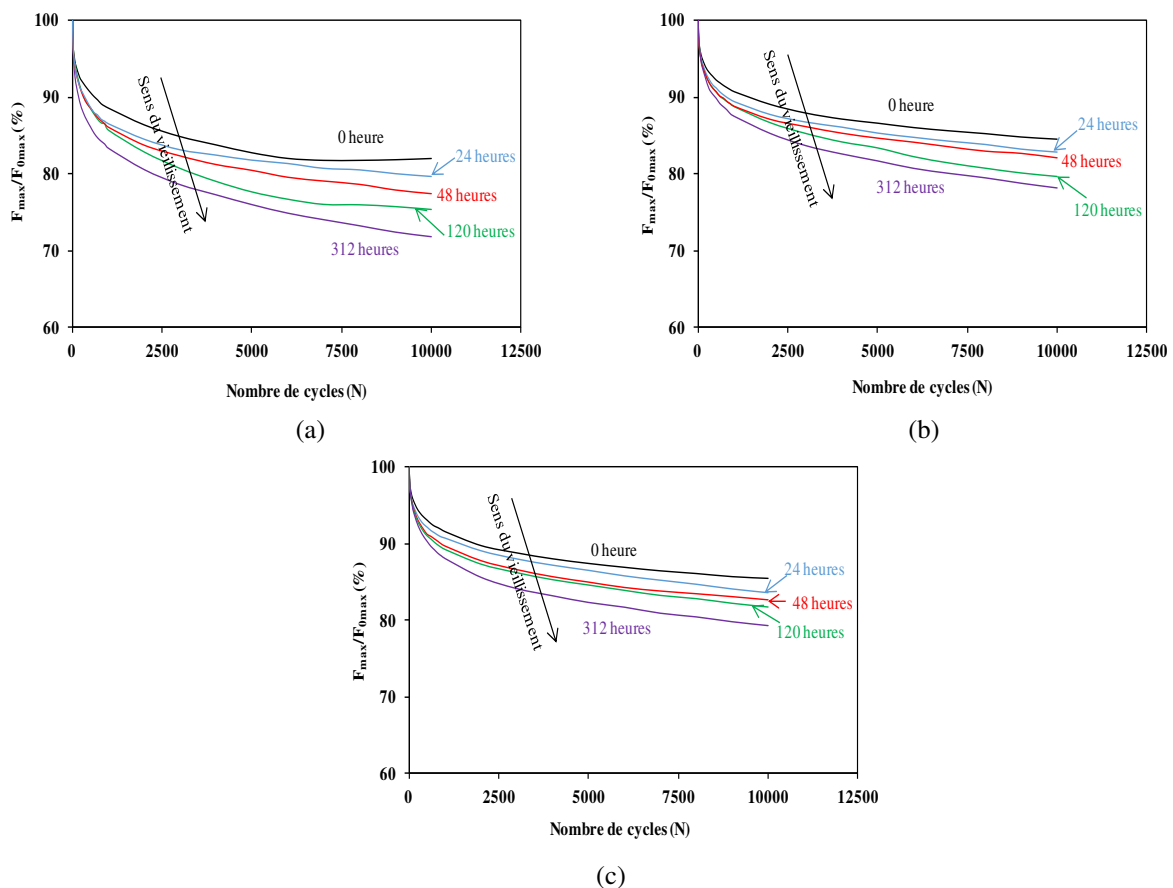
#### 7.4. Effet du vieillissement sur le comportement en fatigue cyclique des sandwichs

##### 7.4.1. Effet du vieillissement sur la rigidité en fatigue

L'étude de la perte de rigidité des matériaux sandwichs non vieillis tout au long du cyclage a été discutée et détaillée au paragraphe 3.5 du chapitre 3. Dans cette partie, nous menons une étude comparative de la perte de rigidité entre les matériaux sandwichs SNL10, SNL20 et SNL25 non vieillis et vieillis à 24, 48, 120 et 312 heures. Nous avons reporté dans la figure 7.3, l'évolution de la rigidité caractérisée par le rapport  $F_{max}/F_{0max}$  (la charge maximale  $F_{max}$  pour chaque cycle rapporté à la charge maximale initiale  $F_{0max}$ ) en fonction du nombre de cycles  $N$  pour différentes périodes de vieillissement et pour les trois types de sandwich. Les courbes montrent que l'évolution de la perte de rigidité des matériaux sandwichs dépend du nombre de cycles de fatigue, de la durée d'immersion et de la masse

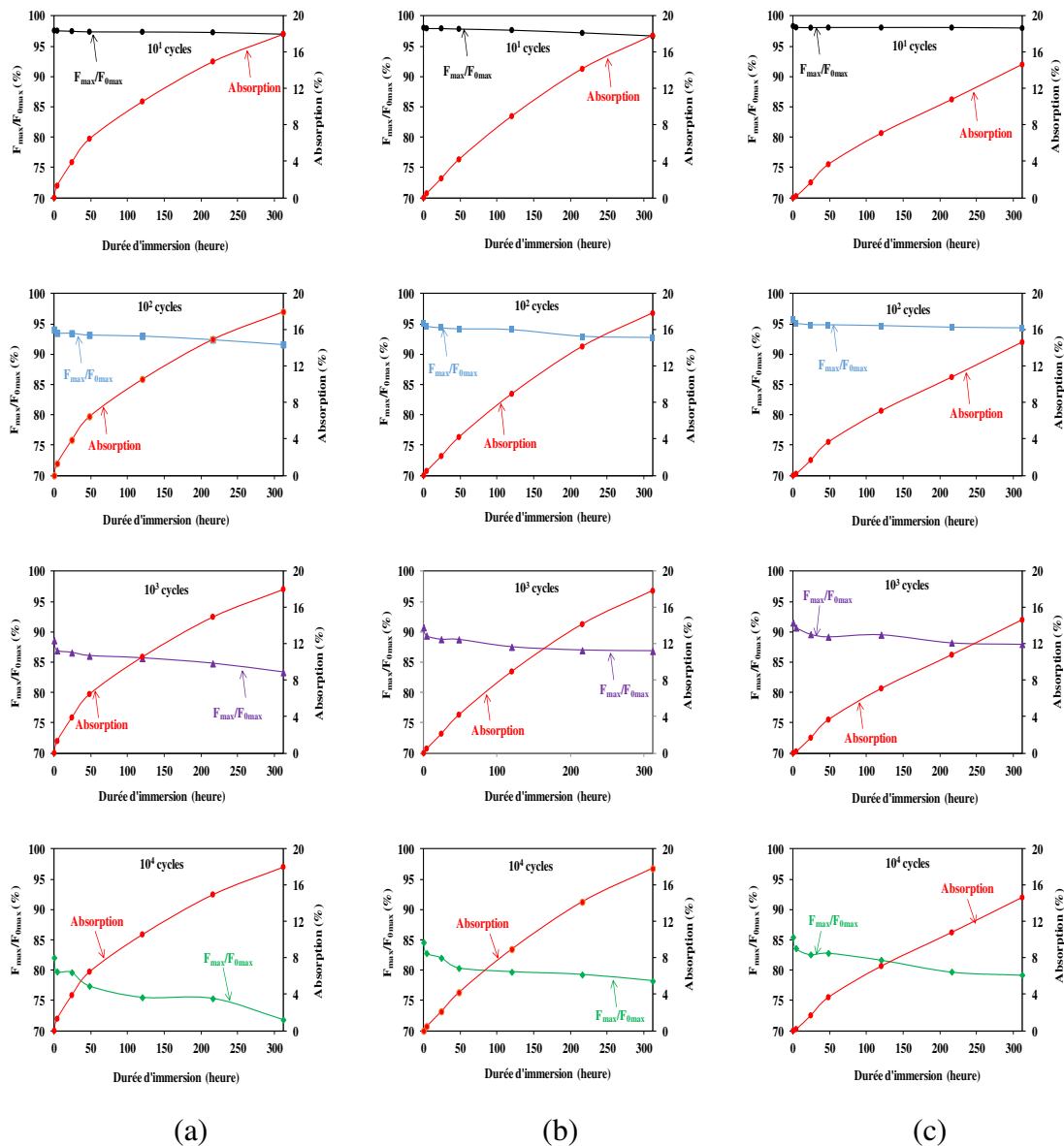
volumique de l'âme. D'une manière générale, la rigidité en fatigue diminue avec l'augmentation de la quantité d'eau absorbée et du nombre de cycles.

Au début de la fatigue (une dizaine de cycles), la perte de rigidité est d'environ 2,4%, 2,05% et 1,68% dans le cas des matériaux sandwichs SNL10, SNL20 et SNL25 non vieillis respectivement. Par contre, pour une durée de vieillissement de 24 heures la perte de rigidité atteint 3%, 2,7% et 2,14% pour les matériaux sandwichs vieillis SNL10, SNL20 et SNL25 respectivement (Fig. 7.3.a). Cette chute de rigidité s'explique par l'effet néfaste de l'absorption d'eau sur la réponse globale en fatigue des structures sandwichs qui peut être attribuée à la pénétration d'eau dans leur épaisseur, comme dans le cas des peaux. Ceci entraîne une perte de la résistance au cisaillement de l'âme, ainsi que l'affaiblissement de l'interface fibre/matrice, conduisant à la réduction de la résistance en fatigue des peaux et peaux/âme entraînant la rupture du sandwich.



**Figure 7.3.** Évolution de la rigidité ( $F_{max}/F_{0max}$ ) en fonction du nombre de cycles des matériaux sandwichs non vieillis et vieillis : a) SNL10, b) SNL20 et c) SNL25.

La figure 7.4 permet de montrer et comparer la dégradation de la rigidité ( $F_{max}/F_{0max}$ ) et de l'absorption d'eau en fonction de la durée d'immersion des matériaux sandwichs SNL10, SNL20 et SNL25 pour différents nombres de cycles ( $10^1$ ,  $10^2$ ,  $10^3$  et  $10^4$  cycles).



**Figure 7.4.** Perte de rigidité ( $F_{max}/F_{0max}$ ), à différents cycles, en fonction de la durée d'immersion des matériaux sandwichs non vieillis et vieillis: a) SNL10, b) SNL20 et c) SNL25.

Les courbes montrent que la rigidité des trois matériaux sandwichs diminue à la fois avec l'absorption d'eau et le nombre de cycles. Au cours des premiers cycles de fatigue (1 à 10 cycles), la perte de rigidité des matériaux sandwichs vieillis à 24, 120 et 312 heures est respectivement de 2,5%, 2,60% et 4% pour SNL10, de 2%, 2,30%, et 3,25% pour SNL20 et de 1,91%, 1,94% et 2% pour SNL25. A  $10^3$  cycles, on peut constater que la rigidité du matériau sandwich SNL10 non vieillis et vieillis à 24, 120 et 312 heures correspondant respectivement à 4%, 11% et 18% d'absorption d'eau est presque identique. Pour un nombre de cycles élevé ( $10^4$  cycles) et pour les mêmes durées d'immersion et d'absorption d'eau, la rigidité des trois matériaux sandwichs est considérablement affectée. Par exemple, pour les matériaux sandwichs non vieillis et vieillis à 24, 120 et 312 heures, la perte de rigidité pour

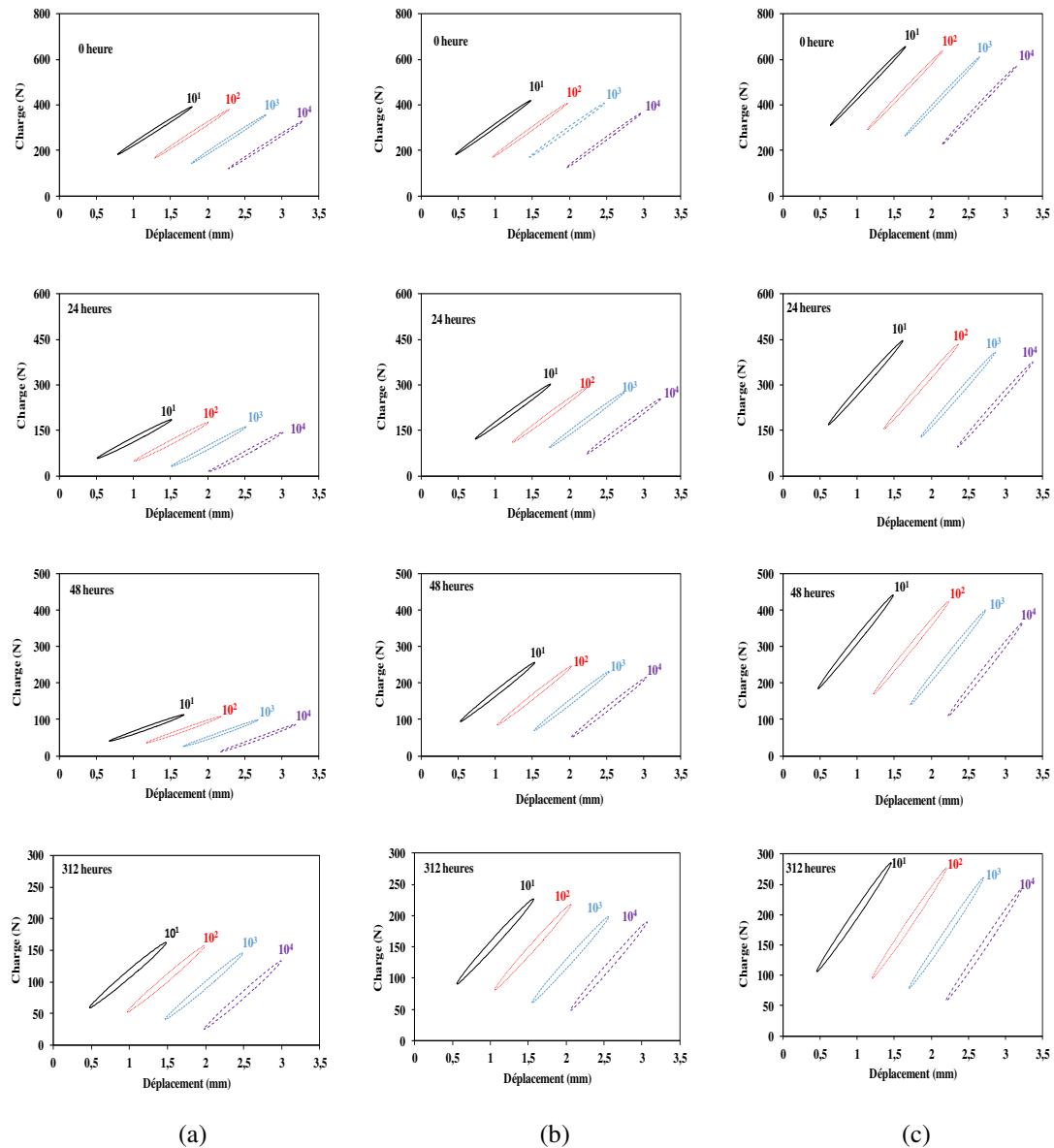
SNL10 est de 18%, 20%, 24% et 28% respectivement. Pour le matériau sandwich SNL20, elle est de 15%, 20%, 24% et 21% respectivement.

Notons que la perte de rigidité des deux matériaux sandwichs SNL20 et SNL25 sont presque identiques. Ce comportement prouve que la plastification des constituants des matériaux sandwichs due à l'eau est nettement fonction de la densité de l'âme en liège utilisée. En effet, le liège, étant de nature poreux, absorbe les molécules d'eau se trouvant d'abord à la surface, sur les sites hydrophiles, qui sont probablement des groupements hydroxyles ou méthoxyles. Ensuite, l'adsorption d'eau se poursuit par la formation de clusters autour de ces sites hydrophiles puis, à plus forte pression, l'eau s'absorbe par condensation capillaire entre les fibres de polymères du liège, ce qui conduit au gonflement du matériau. Il se produit ensuite un changement dans la structure moléculaire qui provoque des changements, habituellement défavorables en nature, de toutes les propriétés physiques ou chimiques des constituants des matériaux sandwichs. Ces changements accélèrent, à leur tour, la perte de rigidité structurale des matériaux sandwichs.

### **7.4.2. Effet du vieillissement sur les boucles d'hystérésis**

Au cours des essais de fatigue, 200 points expérimentaux au moins sont enregistrés pour chaque cycle. Les cycles d'hystérésis sont ensuite obtenus à partir des données expérimentales de la charge et du déplacement en fonction du temps. Nous avons reporté, à titre d'exemple, dans les figures 7.5, l'évolution du cycle d'hystérésis en fonction du nombre de cycles pour les trois types des matériaux sandwichs (SNL10, SNL20 et SNL25) non vieillis et vieillis à 24, 48 et 312 heures d'immersion. Pour la clarté de la présentation des figures, ces courbes ont été translatées suivant l'axe des abscisses. Les résultats obtenus montrent que tous les cycles d'hystérésis présentent une topologie elliptique.

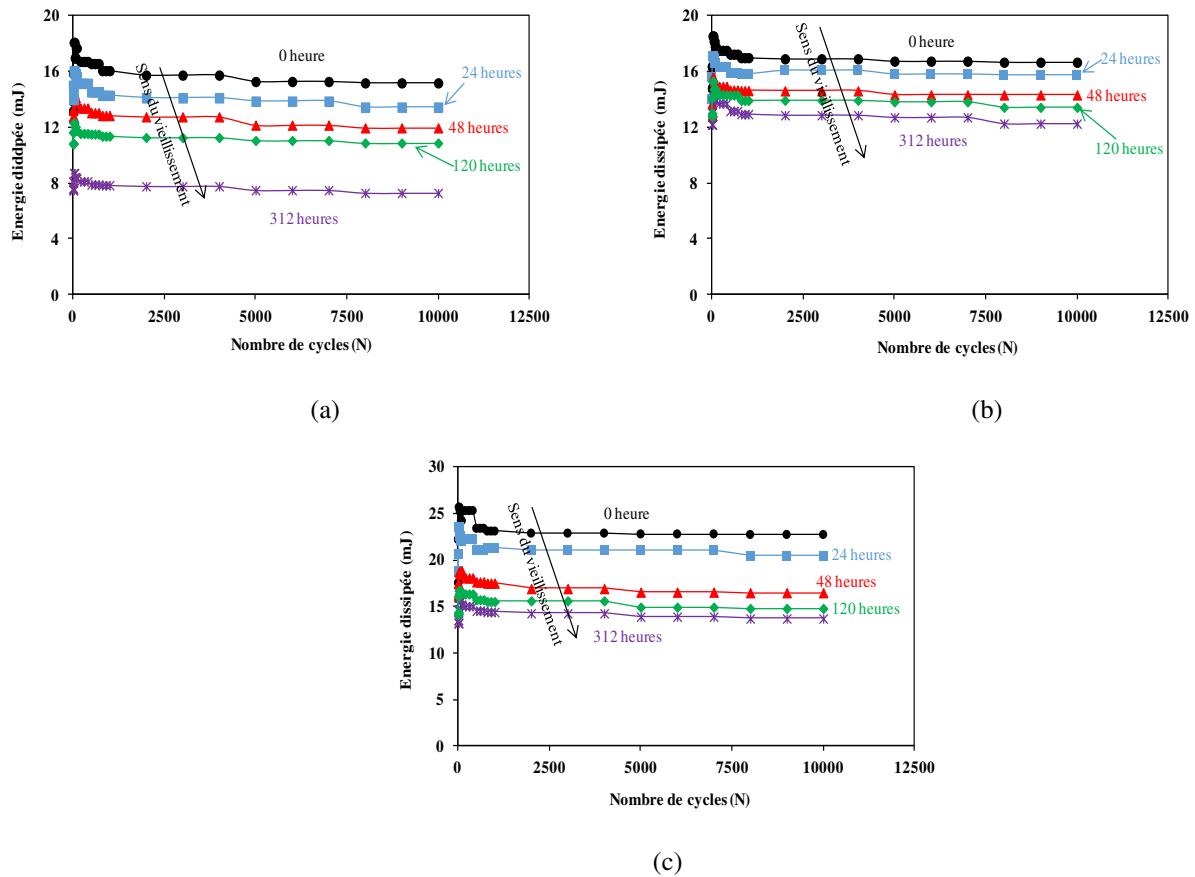
L'évolution du cycle d'hystérésis en fonction du nombre de cycles semble similaire pour les trois matériaux. La charge maximale représentée par le pic de la courbe charge/déplacement diminue lorsque le nombre de cycles augmente, alors que l'aire intérieure du cycle d'hystérésis augmente avec l'augmentation du nombre de cycles. La diminution de la charge maximale et l'augmentation de l'aire du cycle d'hystérésis avec le nombre de cycles est la conséquence du développement de l'endommagement régie par la dégradation, au cours de la fatigue, des pores et/ou des grains formant l'âme des matériaux sandwichs. Pour un nombre de cycles donné, l'aire intérieure du cycle d'hystérésis augmente avec la durée d'immersion.



**Figure 7.5.** Boucles d'hystérésis pour différents nombres de cycles et à différentes périodes du vieillissement des matériaux sandwichs: a) SNL10, b) SNL20 et c) SNL25.

### 7.4.3. Effet du vieillissement sur l'énergie dissipée

La figure 7.6 présente l'évolution de l'énergie dissipée en fonction du nombre de cycles des trois matériaux sandwichs et pour différentes périodes du vieillissement (0, 24, 48, 120 et 312 heures). Les résultats montrent que, pour tous les matériaux sandwichs, l'énergie dissipée diminue lorsque le nombre de cycles augmente. Cette diminution est beaucoup plus marquée dans les premiers cycles et devient pratiquement constante pour un nombre de cycles élevé.

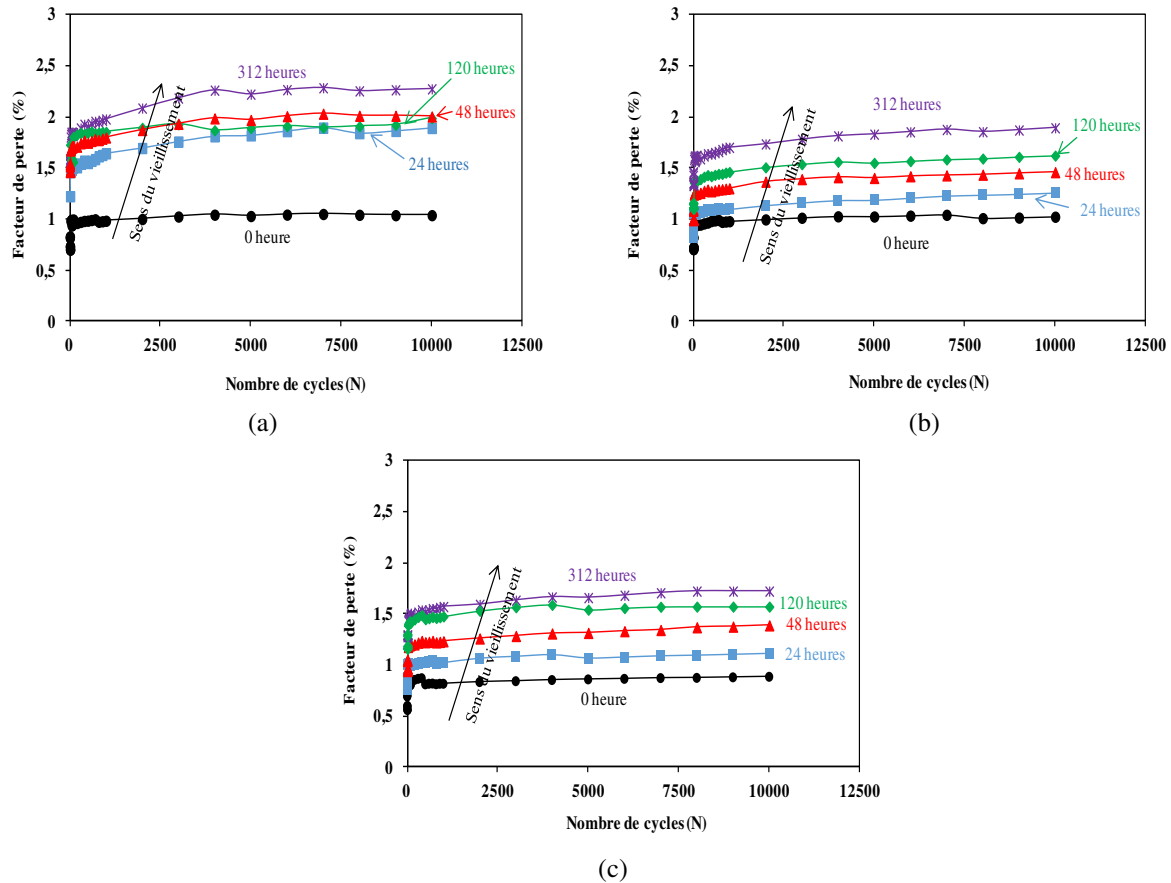


**Figure 7.6.** Dissipation d'énergie en fonction du nombre de cycles des matériaux sandwichs non vieillis et vieillis: a) SNL10, SNL20 et c) SNL25.

En effet, au début du cyclage, la déformation des micropores contenus dans les granulés de l'âme à l'interface peaux/âme du sandwich se fait de manière réversible, ensuite les granulés commencent à s'endommager permettant ainsi l'évacuation de l'air enfermée à l'intérieur des micropores. Au bout de quelques centaines de cycles, les micropores à l'interface sont complètement écrasés. Ce qui entraîne la déformation des granulés et donc la dégradation de l'âme du sandwich à cet endroit s'accroît. L'énergie dissipée dépend aussi de la densité de l'âme du sandwich. Par exemple, pour un nombre de cycles donné, l'énergie dissipée par le matériau sandwich SNL25 est plus élevée que celle des matériaux sandwichs SNL10 et SNL20. La diminution de l'énergie dissipée au début du cyclage est beaucoup plus visible dans le matériau sandwich SNL10. Au bout de quelques dizaines de cycles, l'énergie dissipée est devenue pratiquement constante pour les trois sandwichs. L'absorption d'eau induit des micro endommagements dans les sandwichs et réduit par la suite leur rigidité. Ce phénomène a pour conséquence la réduction de l'énergie dissipée beaucoup plus marquée dans le cas sandwichs à faible densité.

#### 7.4.4. Effet du vieillissement sur le facteur de perte

La figure 7.7 illustre l'évolution du facteur de perte en fonction du nombre de cycles dans les trois matériaux sandwichs pour 0, 24, 48, 120 et 312 heures d'immersion.



**Figure 7.7.** Évolution du facteur de perte en fonction du nombre de cycles des matériaux sandwichs non vieillis et vieillis: a) SNL10, b) SNL20 et c) SNL25.

Nous remarquons que le facteur de perte augmente à la fois avec le nombre de cycle et la durée d'immersion et donc l'absorption d'eau. Pour une durée d'immersion donnée, le facteur de perte augmente au début du cyclage jusqu'à la fin des cycles de fatigue. En effet, au bout de quelques milliers de cycles, les granulés de l'âme sont complètement écrasés et donc la déformation des pores contenus dans ces granulés à l'interface peaux/âme du sandwich se fait de manière irréversible.

Dans la figure 7.8, nous avons porté l'évolution du facteur de perte et de l'absorption d'eau en fonction de la durée d'immersion pour différents nombres cycles ( $10^1$ ,  $10^2$ ,  $10^3$  et  $10^4$ ). Il ressort de cette figure que l'évolution du facteur de perte augmente avec la durée d'immersion dans les trois matériaux sandwichs et se décompose en deux phases distinctes. Dans la première phase (0 à 48 heures), nous observons une forte augmentation d'environ



100% du facteur de perte. Tandis que dans la deuxième partie (48 à 312 heures) le facteur de perte des matériaux sandwichs est constant ou varie très peu.

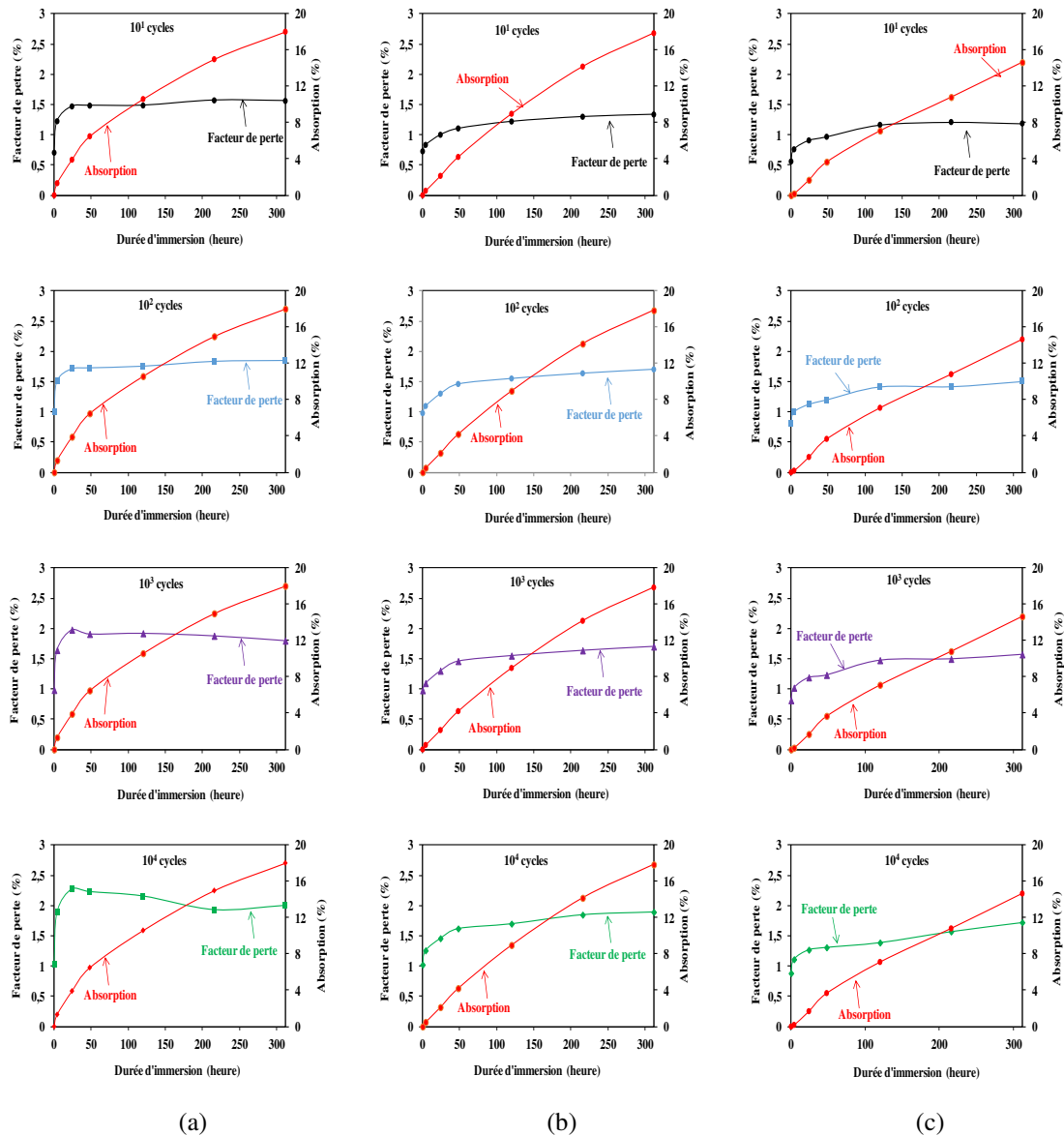


Figure 7.8. Évolution du facteur de perte en fonction de la durée d'immersion pour différents nombres de cycles des matériaux sandwichs : a) SNL10, b) SNL20 et c) SNL25.

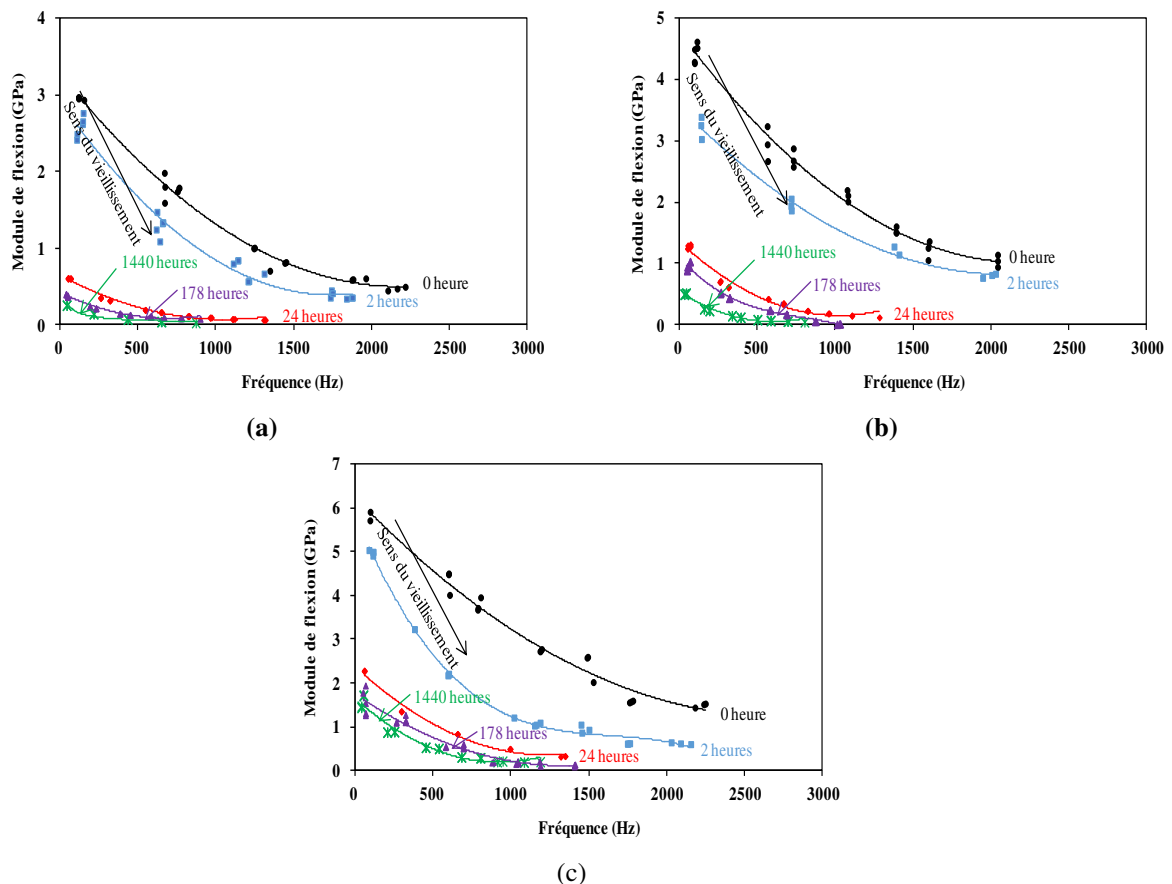
En plus, pour une durée d'immersion et un nombre de cycles donnés, le facteur de perte dépend aussi de la densité de l'âme du sandwich. Le facteur de perte du matériau sandwich SNL10 est plus élevé que celui des matériaux sandwichs SNL20 et SNL25. La variation du facteur de perte en fonction du nombre de cycles est plus marquée dans le cas du sandwich SNL10. A  $10^4$  cycles le facteur de perte est de 1,03%, 1,02% et 0,88% pour les matériaux sandwichs non vieillis SNL10, SNL20 et SNL25 respectivement. Alors que pour une durée d'immersion de 312 heures, le facteur de perte est de 2%, 1,89% et 1,72% pour les matériaux

sandwichs SNL10, SNL20 et SNL25 respectivement. Le facteur de perte augmente avec la quantité d'eau absorbée par les matériaux. En effet, l'absorption d'une quantité excessive d'eau dans les granulés du liège peut provoquer un gonflement qui endommage et force les grains à se séparer. En plus, quelques débris constitués des petits grains de liège et des micro-fibrilles provenant des sandwichs ont été détectés, ce qui montre que la lignine, la cellulose et la subérine se décomposent puis se détachent du liège. Ce processus d'hydrolyse expliquerait la diminution de la rigidité du sandwich et entraîne l'augmentation du facteur de perte à la suite d'une exposition prolongée dans l'eau.

## 7.5. Effet du vieillissement sur le comportement vibratoire des matériaux sandwichs

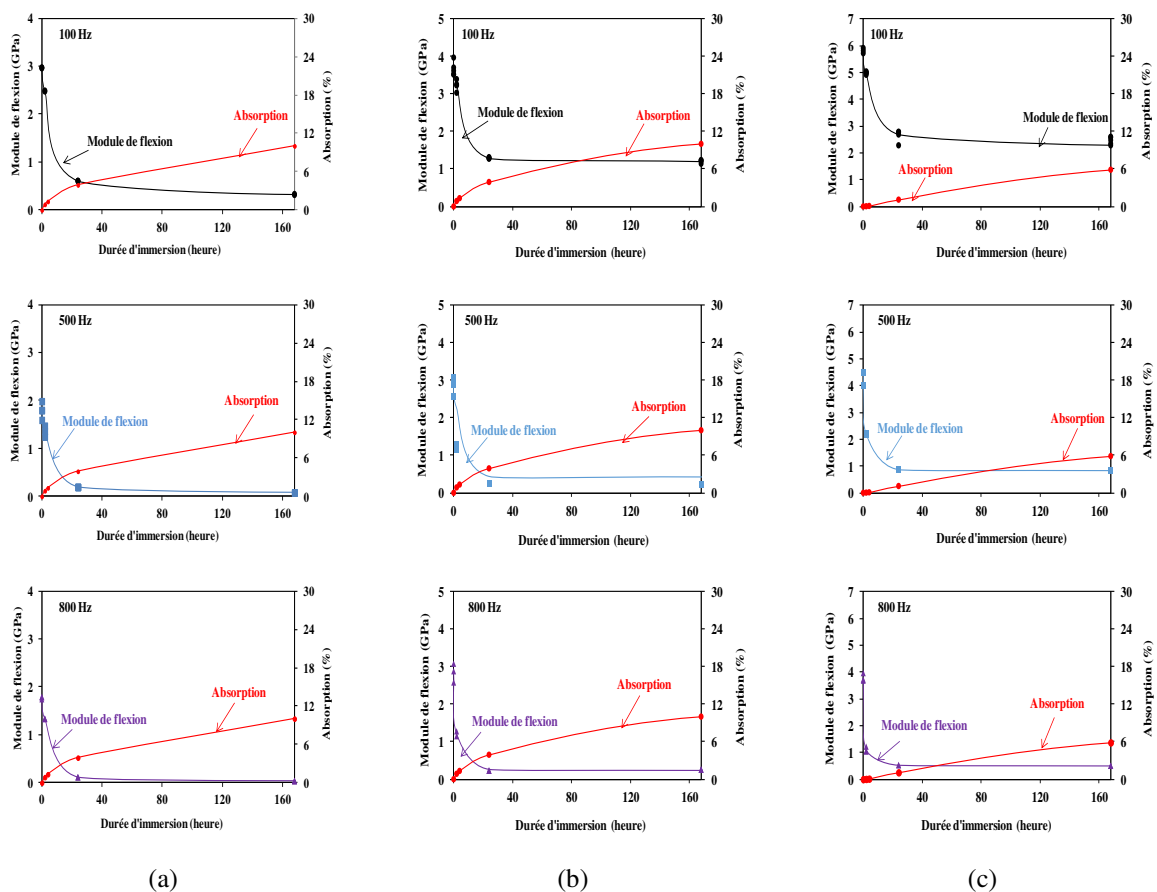
### 7.5.1. Effet du vieillissement sur le module de flexion des matériaux sandwichs

La figure 7.9 représente, à titre d'exemple, l'évolution du module de flexion des matériaux sandwichs SNL10, SNL20 et SNL25 pour 0, 2, 24, 178, 1440 heures d'immersion dans l'eau. Les valeurs des modules de flexion des matériaux sandwichs ont été déterminées en utilisant l'équation (4.30) défini au paragraphe (4.3) du chapitre 4.



**Figure 7.9 :** Évolution des modules de flexion en fonction de la fréquence des matériaux sandwichs vieillissants et non-vieillis a) SNL10, b) SNL20 et c) SNL25.

L'examen des courbes montre que le module de flexion des matériaux sandwichs décroît quand la fréquence augmente. Nous remarquons aussi que le module de flexion des trois sandwichs est considérablement affecté par l'absorption d'eau. Pour tous les matériaux sandwichs étudiés, nous observons une forte diminution du module de flexion juste après 24 heures d'immersion. A bases fréquences, nous enregistrons une baisse de 77%, 62% et 53% pour les matériaux sandwichs SNL10, SNL20 et SNL25 respectivement, après 24 heures d'immersion. Pour ce faire et afin de mieux illustrer l'effet du vieillissement sur la rigidité des matériaux sandwichs, nous avons présenté dans la figure 7.10 les courbes d'absorption d'eau et du module de flexion en fonction de la durée d'immersion pour trois fréquences (100, 500, et 800 Hz).



**Figure 7.10.** Évolution du module de flexion et de l'absorption d'eau en fonction de la durée d'immersion pour les fréquences de 100, 500 et 800Hz des matériaux sandwichs: a) SNL10, b) SNL20 et c) SNL25.

Pour les trois valeurs de fréquence choisies, l'évolution du module de flexion en fonction de la durée d'immersion comprend deux parties : une première partie, comprise entre 0 et 24 heures d'immersion, caractérisée par une chute rapide du module de flexion et une deuxième partie, après 24 heures, où la valeur du module de flexion est quasi constante ou varie très

peu. A titre d'exemple, à une fréquence de 100 Hz et pour 24 heures d'impression dans l'eau, le module de flexion diminue de 80%, 65% et 51% pour les matériaux sandwichs SNL10, SNL20 et SNL25 respectivement. Par contre, pour cette même valeur de fréquence et pour 168 heures (7 jours) d'immersion, le module de flexion chute de 90%, 67% et 60% pour les matériaux sandwichs SNL10, SNL20 et SNL25 respectivement. Ces valeurs restent presque constantes jusqu'à la fin du processus du vieillissement et pour tous les matériaux sandwichs. Ainsi, pour 1440 heures (60 jours) d'immersion, le module de flexion diminue progressivement pour atteindre 91%, 92% et 70% des matériaux sandwichs SNL10, SNL20 et SNL25 respectivement.

### **7.5.2. Effet du vieillissement sur les facteurs de perte des matériaux sandwichs**

Les changements de température extrêmes et les taux d'humidité peuvent dégrader de manière significative la rigidité et par la suite augmenter le facteur de perte des âmes dans une structure sandwich, ce qui dégrade en interne ses performances dans son ensemble [209-211]. De ce fait, nous avons reporté dans la figure 7.11 le facteur de perte déduit de l'analyse modale expérimentale pour les trois matériaux sandwichs non vieillis et vieillis pendant 2, 4, 24, 128 et 1440 heures d'immersion. Cette figure montre que, pour les trois matériaux sandwichs non vieillis et vieillis, le facteur de perte augmente à la fois avec la durée d'immersion et la fréquence. Après 2 heures de vieillissement, le facteur de perte augmente d'environ 45%, 30% et 10% pour les matériaux sandwichs SNL10, SNL20 et SNL25 respectivement. Cependant, pour 1440 heures d'immersion le facteur de perte des matériaux sandwichs augmente et atteint 55%, 50% et 30% pour SNL10, SNL20 et SNL25 respectivement.

En effet, l'amortissement des matériaux sandwichs est la contribution du comportement viscoélastique de la matrice, de l'amortissement dû aux interphases fibres/matrice et peaux/âme et du comportement poreux des âmes. Dans un milieu où les matériaux sandwichs sont soumis à l'absorption d'eau, des interactions entre les molécules d'eau et les constituants des peaux (fibres de lin et résine greenpoxy) d'une part et celles entre les molécules d'eau, la subérine, la lignine et les polysaccharides (cellulose et hémicellulose) du liège, d'autre part, peuvent exister. Ces interactions participent considérablement le comportement visqueux des structures sandwichs en faisant augmenter leur facteur de perte.

# Effet du vieillissement sur le comportement mécanique des sandwichs

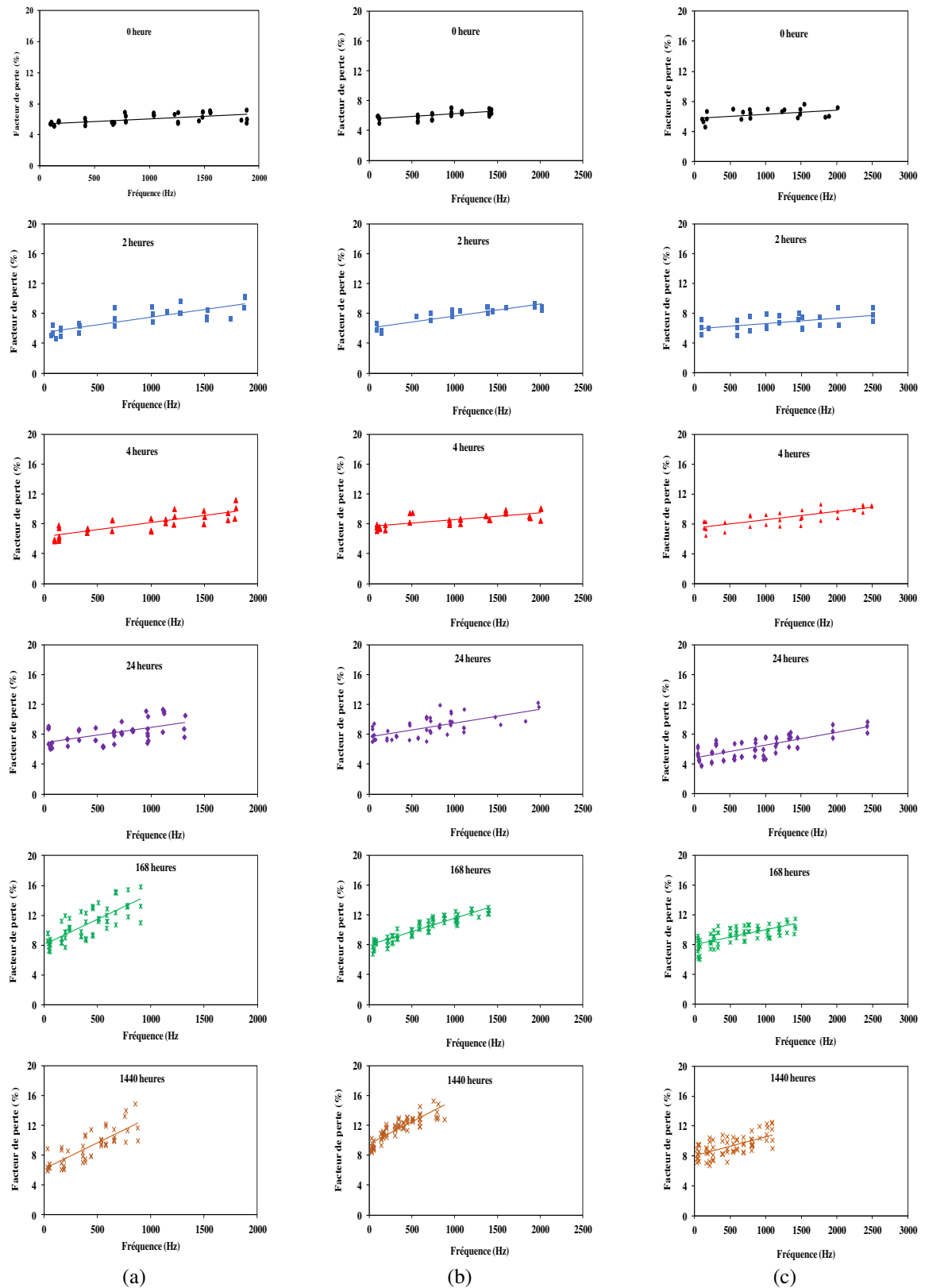
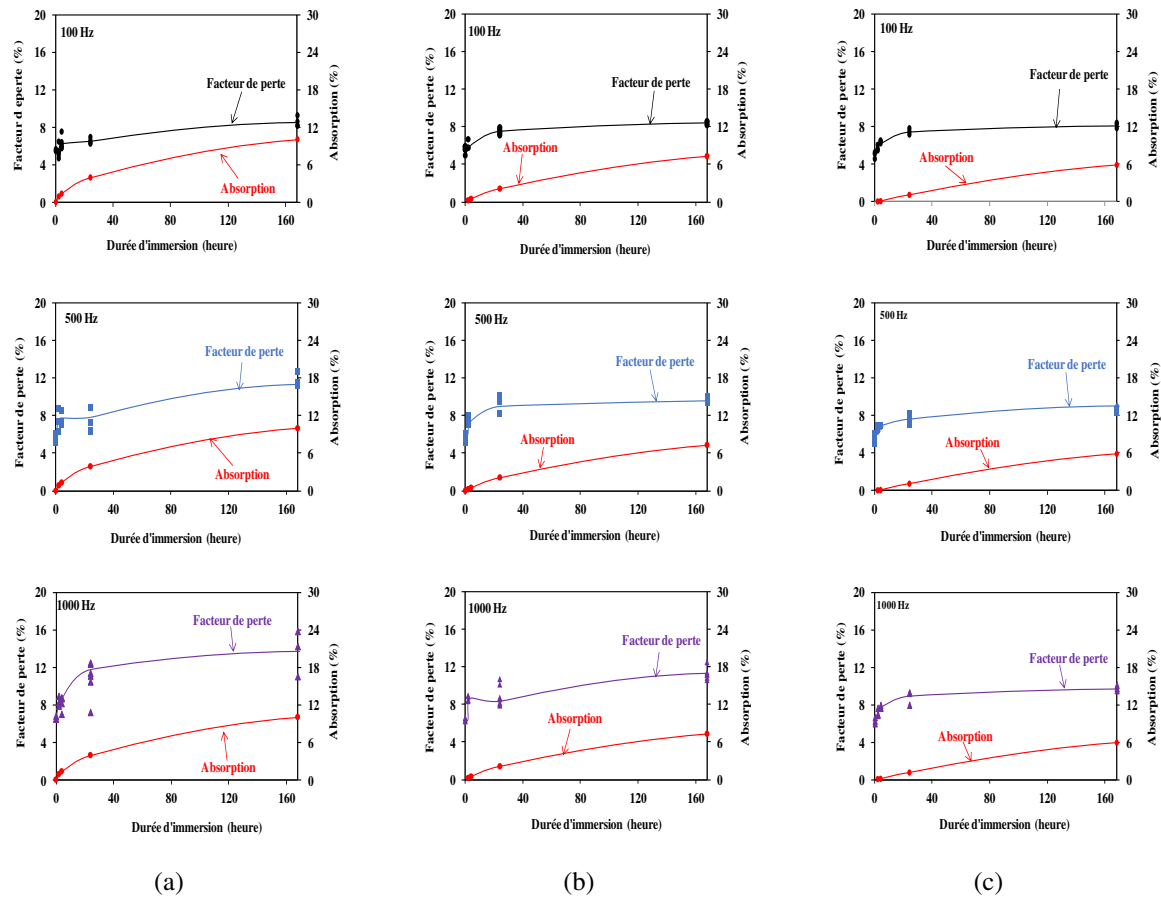


Figure 7.11 : Évolution du facteur de perte en fonction de la fréquence pour les matériaux Sandwichs non-vieillis et vieillis : (a) SNL10, (b) SNL20 et SNL25.

La figure 7.12 montre l'évolution du facteur de perte et de l'absorption d'eau des matériaux sandwichs en fonction de la durée d'immersion pour les fréquences de 100, 500 et 1000 Hz.



**Figure 7.12 :** Évolution du facteur de perte et de l'absorption d'eau en fonction de la durée d'immersion à 100, 500 et 1000 Hz des matériaux sandwichs: a) SNL10, b) SNL20, et c) SNL25.

**Tableau 7.2.** Facteur de perte à différentes durées d'immersion et absorption d'eau (%) pour les trois matériaux sandwichs à 100, 500, et 1000 Hz.

| Fréquence (Hz) | Matériaux      | SNL10 | SNL20 | SNL25 | SNL10 | SNL20 | SNL25 | SNL10 | SNL20 | SNL25 |
|----------------|----------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
|                | Durée (heure)  | 0     |       |       | 24    |       |       | 1440  |       |       |
|                | Absorption (%) | 0     | 0     | 0     | 4     | 2     | 1,08  | 28,5  | 27,52 | 25,52 |
| 100            |                | 5,5   | 5,16  | 4,96  | 7,52  | 7,41  | 6,5   | 10,34 | 8,8   | 8,67  |
| 500            |                | 6,07  | 5,66  | 5,55  | 9,01  | 7,8   | 7,62  | 12,8  | 12,18 | 9,23  |
| 1000           |                | 6,73  | 6,66  | 6,23  | 11,76 | 8,91  | 8,34  | 13,7  | 12,8  | 10,91 |

Comme précédemment, nous remarquons que la variation du facteur de perte en fonction de la durée d'immersion des trois matériaux sandwichs comprend deux zones : une zone de variation rapide jusqu'à 24 heures d'immersion qui correspond à la phase d'absorption d'eau et une deuxième zone où le facteur de perte est quasi constant jusqu'à 1440 heures d'immersion correspondant à la saturation d'eau dans les matériaux sandwichs. À titre d'exemple, nous avons comparé les valeurs de facteur de perte des trois matériaux sandwichs non vieillis et vieillis à 24 heures et 1440 heures pour 100, 500 et 1000 Hz. Le tableau 7.2 regroupe quelques valeurs du facteur de perte et d'absorption d'eau des trois matériaux sandwichs pour les trois fréquences.

### **7.6. Conclusions**

Dans ce chapitre nous nous sommes intéressés à l'étude de l'effet du vieillissement hydrique sur le comportement en statique et en fatigue cyclique en flexion 3-points d'une part et du comportement vibratoire, d'autre part, des matériaux sandwichs à âme en liège de différentes densités et peaux lin/greenpoxy. Des courbes charges/déplacements ont été d'abord tracées pour chaque matériau sandwich et pour différentes périodes du vieillissement. Le relevé des pentes et celui des charges maximales atteintes a permis d'évaluer l'effet de l'absorption d'eau sur la raideur et les contraintes de traction des peaux et de cisaillement des âmes. L'analyse des résultats des essais de fatigue des matériaux sandwichs non vieillis et vieillis a permis de mettre en évidence l'effet du vieillissement sur la perte de rigidité et l'énergie dissipée calculée à partir des données expérimentales de la charge et du déplacement. Le facteur de perte est ensuite calculé à partir de l'énergie dissipée et l'énergie potentielle maximale. L'analyse des résultats obtenus a montré que la rigidité, les cycles d'hystérésis et le facteur de perte sont sensibles à la quantité d'eau absorbée et au nombre de cycles de fatigue et peuvent être proposés en tant qu'indicateurs d'endommagement pour le suivi de l'état de santé de ce matériau au cours de la fatigue. La moindre quantité d'eau se trouvant dans l'un des constituants des structures sandwichs réduit rigoureusement leur résistance de même que leur durée de vie. Les essais expérimentaux d'analyse modale réalisés sur les structures sandwichs ont permis de quantifier l'influence de l'absorption d'eau sur leurs propriétés dynamiques (fréquences et amortissements modaux). Ce résultat montre aussi que l'eau a la facilité de pénétrer dans les âmes les moins denses. La profondeur d'eau dans les matériaux sandwichs varie donc d'une âme à l'autre. Ainsi la dégradation des propriétés mécaniques en raison de la pénétration d'eau est principalement observée pour les deux matériaux sandwichs SNL10 et SNL20.

### Conclusion générale et perspectives

L'objectif fixé dans ce mémoire est l'étude du comportement en statique, en fatigue cyclique et en vibration des composites stratifiés et des matériaux sandwichs dans un environnement hydrique. Les matériaux utilisés dans ce travail sont constitués de stratifiés à fibres de lin et de résine greenpoxy pour les peaux avec différentes orientations et séquences d'empilement associés à une âme en liège des différentes densités (120, 200 et 250 k.g.m<sup>-3</sup>) pour les matériaux sandwichs (SNL10, SNL20 et SNL25).

Dans la première partie, diverses caractérisations expérimentales statiques et dynamiques des matériaux sandwichs et leurs constituants ont été effectuées. Tout d'abord, les comportements mécaniques en traction de la résine et des peaux en composites à fibres de lin ont été étudiés. Ensuite le comportement et les caractéristiques mécaniques des âmes en liège ont été effectués. L'observation microscopique des âmes a pu mettre en évidence la différence entre la taille de grains, les pores et les cellules intra-granulaires. Tous ces éléments ont contribué sur la densité des trois âmes étudiées et ensuite sur leurs propriétés en statiques. Par la suite, la différence des propriétés observées sur les âmes a conduit à comprendre le comportement très particulier des matériaux sandwichs avec une âme plus dense (SNL25) par rapport aux matériaux sandwichs avec une âme moins dense (SNL10 et SNL20). Cette comparaison a permis de mettre en évidence une rigidification des âmes en liège du fait de la présence d'une certaine quantité de résine introduite lors de la mise en œuvre. Une étude de la rupture a été réalisée sur une série de matériaux sandwichs et leurs constituants. Elle a mis en évidence trois principaux modes de rupture, la rupture complète des certains échantillons des matériaux sandwichs SNL25, la rupture par cisaillement de l'âme et la rupture par indentation ou poinçonnement des matériaux sandwichs SNL10 et SNL20. Ces résultats nous ont montré aussi que, de par la différence de densité ou de caractéristiques mécaniques existant entre les trois matériaux sandwichs, leur comportement en statique jusqu'à la rupture est tout à fait différent.

Le comportement en fatigue cyclique des peaux, âmes et sandwichs sollicités respectivement en traction, compression et flexion a été analysé. L'évolution des propriétés mécaniques des trois types des matériaux (peaux, âmes et sandwichs) a été analysée au moyen la rigidité ( $F_{max}/F_{0max}$ ), des cycles d'hystérésis, des énergies dissipées et des facteurs de perte. Les résultats ont montré que les caractéristiques en fatigue des âmes (NL10, NL20 et NL25) dépendent fortement de leurs densités et ainsi que du niveau de chargement imposé au début des essais. Ces résultats ont bien influencé les caractéristiques en fatigue des matériaux sandwichs. Une fois de plus, la densité a joué un rôle plus ou moins significatif tant dans la



dissipation d'énergie que sur les facteurs de perte. D'autre part, en comparant ces résultats à ceux obtenus par d'autres auteurs sur les matériaux sandwichs, les matériaux sandwichs à âmes en liège et peaux lin/greenpoxy dissipent plus d'énergie et amortissent plus. Soit un amortissement de plus de 2 fois que ceux des matériaux sandwichs verre/époxy/mousse PVC. Ainsi, nous pensons que ce matériau pourrait être privilégié par rapport aux matériaux sandwichs conventionnels dans certaines applications qui requièrent à la fois légèreté, dissipation d'énergie et amortissement. En outre, les tests vibratoires réalisés sur la résine greenpoxy, sur les peaux, sur les âmes en liège ainsi que sur les matériaux sandwichs complets ont permis de déterminer leurs propriétés dynamiques (fréquences et amortissements modaux). L'étude effectuée a permis de mettre en évidence l'influence de l'orientation des fibres sur le module d'Young ainsi que le facteur de perte. Cette même étude a été menée d'abord sur les âmes seules et ensuite sur les sandwichs à âmes en liège en peaux aluminium afin de mettre en évidence l'influence de la densité des âmes sur leur comportement vibratoire respectivement en flexion et en cisaillement. Enfin la contribution des matériaux composites et des âmes de différentes densités sur la fréquence de résonance et l'amortissement global des matériaux sandwichs a été étudiée. Nous constatons une dispersion des résultats pour les trois matériaux sandwichs étudiés. Malgré cette dispersion il ressort là aussi que le facteur de perte du sandwich diminue quand la masse volumique de l'âme augmente. Les phénomènes physiques entraînant l'amortissement résultent de plusieurs mécanismes existant au sein d'un matériau. Premièrement, la résine greenpoxy présente un comportement très viscoélastique qui joue un rôle important dans la réponse globale d'une structure sandwich. A cela s'ajoute le comportement viscoélastique des fibres de lin, du fait de la présence de polymères naturels dans leur composition, comme la cellulose et l'hémicellulose. Dans la même logique, le frottement entre les différentes couches concentriques constitutives des parois, ou encore entre les micro-fibrilles de cellulose et leur matrice d'hémicellulose d'une fibre élémentaire, peut considérablement contribuer à l'augmentation de l'amortissement à l'échelle des fibres. D'autres formes de frottements peuvent s'effectuer dans l'interface fibres/matrice, dans les micro-fissures ou les micro-pores qui seront à l'origine de l'amortissement structural. Ces phénomènes peuvent aussi être responsables de l'amortissement des âmes. Mis à part leur morphologie très poreuse, les lièges sont aussi constitués de polymères naturels expliquant en partie leur comportement très viscoélastique. De plus, le phénomène de compression/décompression de l'air enfermé dans les pores des âmes en liège peut apporter une bonne partie de l'amortissement de l'énergie vibratoire dans les matériaux sandwichs étudiés.

La deuxième partie de ce travail est consacrée à l'étude de l'absorption d'eau de robinet des peaux, des âmes et des sandwichs suivie de l'analyse de l'effet de l'absorption d'eau sur le comportement statique et dynamique des peaux ainsi que les sandwichs. L'étude de l'absorption des composites a montré que les paramètres de diffusion estimés sont sensiblement les mêmes pour les différentes séquences d'empilement. Par contre dans le cas des âmes et des structures sandwichs les paramètres évoluent avec la densité des âmes. Les résultats indiquent également que les peaux empêchent grandement l'entrée d'eau dans les structures sandwichs. Les résultats obtenus montrent que la diffusion de l'eau dans les âmes conduit également le processus de diffusivité dans l'ensemble de la structure sandwich. Par conséquent, les paramètres de diffusion calculés du liège seul sont supérieurs à ceux du liège incorporé dans une structure sandwich. Les essais de traction effectués sur les stratifiés ont montré que le vieillissement de l'eau provoque une dégradation de leurs propriétés mécaniques. Cette variation est principalement due aux dommages induits par la dégradation des fibres, par l'affaiblissement de l'interface fibre/matrice et par des vides créés lors de la mise en œuvre. En fatigue cyclique, les essais ont montré que, pour les deux matériaux ( $[0/90]_s$  et  $[+45/-45]_s$ ), la dégradation de la rigidité semble suivre trois étapes distinctes pour les échantillons non vieillis et deux étapes pour les matériaux vieillis. Cela signifie que la deuxième étape qui correspond à la propagation stable des fissures dans les matériaux dure plus longtemps pour les échantillons vieillis que les échantillons non vieillis. Le phénomène de dégradation de la rigidité est plus observé dans les échantillons vieillis  $[+45/-45]_s$  que dans les échantillons  $[0/90]_s$  vieillis. Cette différence signifie que la dissipation d'énergie dépend de la séquence d'empilement des fibres et du niveau de chargement. C'est pourquoi les échantillons  $[0/90]_s$  ont dissipé plus d'énergie que les échantillons  $[+45/-45]_s$ . Les résultats montrent que les caractéristiques mécaniques en statique et fatigue cyclique sont sensibles au vieillissement de l'eau. En termes d'étude des mécanismes d'endommagement, l'émission acoustique et l'analyse statistique multivariable des signaux d'EA ont permis d'identifier quatre mécanismes d'endommagement à partir de leur signature acoustique, à savoir la fissuration matricielle, la décohésion fibre/matrice, le délaminage et la rupture de fibres lors des essais statiques. La rupture des fibres en fatigue n'a pas été constatée. En vibration, le vieillissement des fibres de lin a entraîné une diminution des modules de flexion et une augmentation des propriétés d'amortissement.

Les résultats de l'effet du vieillissement hydrique sur le comportement en statique et en fatigue cyclique en flexion 3-points des matériaux sandwichs ont été présentés sous forme des courbes charges/déplacements. Le relevé des charges maximales atteintes et des pentes

dans la partie élastique dans le cas des essais jusqu'à la rupture ont permis d'évaluer l'effet de l'absorption d'eau sur les contraintes de traction des peaux et de cisaillement des âmes ainsi que sur la rigidité des matériaux sandwichs. Une baisse des caractéristiques mécaniques avec la teneur en eau est constatée. En effet, le liège absorbe les molécules d'eau se trouvant à la surface, sur les sites hydrophiles, qui sont probablement des groupements hydroxyles ou méthoxyles. Ensuite, l'adsorption d'eau se poursuit par la formation de clusters autour de ces sites hydrophiles puis, à plus forte pression, l'eau s'absorbe par condensation capillaire entre les fibres de polymères du liège, ce qui conduit au gonflement du matériau. Il se produit ensuite un changement dans la structure moléculaire qui provoque des changements, habituellement défavorables en nature, de toutes les propriétés physiques ou chimiques des constituants des matériaux sandwichs. Ces changements accélèrent, à leur tour, la perte de rigidité structurale des matériaux sandwichs. L'analyse des résultats d'essais de fatigue sur les matériaux sandwichs non vieillis et vieillis a permis de mettre en évidence l'effet du vieillissement sur la perte de la rigidité, l'énergie dissipée, la charge et du déplacement. L'amortissement est ensuite calculé à partir de l'énergie dissipée et l'énergie potentielle maximale. L'analyse des résultats obtenus a montré que la rigidité, les cycles d'hystérésis et l'amortissement sont sensibles à la quantité d'eau absorbée et au nombre de cycles de fatigue et peuvent être proposés en tant qu'indicateurs d'endommagement pour le suivi de l'état de santé pour ce type de matériau au cours de la fatigue. Ceci s'explique par le cumul des dommages microstructuraux à l'échelle de la résine, des fibres, des âmes, des interfaces fibres/matrice et peaux/âme. Enfin, les essais expérimentaux d'analyse modale réalisés sur les structures sandwichs ont permis de quantifier l'influence de l'absorption d'eau sur leurs propriétés dynamiques (fréquences et amortissements modaux). Les résultats obtenus ont montré là aussi une dégradation des propriétés mécaniques et une augmentation de l'amortissement en fonction de la quantité d'eau absorbée par le matériau sandwich et ses constituants. Ce phénomène est plus accentué pour les deux matériaux sandwichs avec une âme de faible densité (SNL10 et SNL20).

Dans un milieu où les matériaux sandwichs sont soumis à l'absorption d'eau, des interactions entre les molécules d'eau et les constituants des peaux (fibres de lin et résine greenpoxy) d'une part et celles entre les molécules d'eau, la subérine, la lignine et les polysaccharides (cellulose et hémicellulose) du liège, d'autre part, peuvent exister. Ces interactions favorisent considérablement le comportement visqueux des structures sandwichs en faisant augmenter leur facteur de perte.

Les résultats obtenus dans ce travail de thèse peuvent ouvrir plusieurs pistes afin d'améliorer et comprendre le comportement des structures sandwichs à constituants naturels évoluant dans un milieu agressif.

- Tout d'abord, il faut explorer d'autres moyens de mise en œuvre tels que l'infusion ou la thermocompression ;
- colmater les échantillons et utiliser des vernis de protection afin d'élargir le vieillissement sur une longue durée ;
- associer la température et étudier ses effets sur le comportement mécanique des matériaux ;
- utiliser d'autres moyens d'essais tels que l'impact, la vibration non linéaire, le fluage... ;
- effectuer une modélisation par éléments finis afin d'étendre l'étude à des structures de forme complexe proches des structures industrielles.

**Bibliographie**

- [1] N. El Hajj, R.M. Dheilily, A. Goullieux, “Innovant agromaterials formulated with flax shaves and proteinic binder: process and characterization”, *Composites Part B*, 43(2012), pp: 81–90.
- [2] A. Macia, F.J. Baeza, J-M. Saval, S. Ivorra, “Mechanical properties of boards made in biocomposites reinforced with wood and *Posidonia oceanica* fibers”, *Composites Part B*, 104 (2016), pp: 1–8.
- [3] H. Ku, H. Wang, N. Pattarachaiyakoo, M. Trada, “A review on the tensile properties of natural fiber reinforced polymer composites”, *Composites Part B*, 42 (2011), pp: 56–73.
- [4] A. Shalwan, B.F. Yousif, “In state of art: mechanical and tribological behaviour of polymeric composites based on natural fibers”, *Mater Des*, 48 (2012), pp: 14–24.
- [5] M.M. Kabir, H. Wang, K.T. Lau, “Mechanical properties of chemically treated hemp fibre reinforced sandwich composites”, *Composites Part B*, 43 (2012), pp: 59–69.
- [6] Y. Du, N. Yan, M.T. Kortschot, “Light weight honeycomb core sandwich panels containing biofiber reinforced thermoset polymer composite skins: fabrication and evaluation”, *Composites Part B*, 43 (2012), pp: 75–82.
- [7] E. Gallo, B. Schartel, D. Acierno, “Tailoring the flame retardant and mechanical performances of natural fiber reinforced bio-polymer by multicomponent laminate”, *Composites Part B*, 44 (2013), pp: 2–9.
- [8] A.Le Duigou, J.M. Deux, P. Davies, C. Baley, “PLA/flax mat/balsa bio-sandwich manufacture and mechanical properties”, *Appl Compos Mater*, 18 (2011), pp: 21–38.
- [9] M. Patel, C. Bastioili, L. Marini, E.Wurdinger, “Environmental assessment of bio-based polymers and natural fibers”, *Netherlands: Utrecht University*; 2002.
- [10] M.-L. Gall, P. Davies, N. Martin, C. Baley, “Recommended Flax Fiber Composite Properties for Industrial Crops and Products”, *Industrial Crops and Products*, 114 (2018), pp: 52–58.
- [11] A. Bourmaud, A. Le Duigou, C. Gourier, C. Baley, “Influence of processing temperature on mechanical performance of unidirectional polyamide 11-flax fiber composite”, *Industrial Crops and Products*, 84 (2016), pp: 151-165.
- [12] A. Le Duigou, P. Davies, C. Baley, “Interfacial bonding of flax fiber/poly (l-lactide) bicomposites”, *Composites Science and Technology*, 70 (2) (2010), pp: 231–239.
- [13] D. Perremans, I. Verpoest, C. Dupont-Gillain, A.-W. Van Vuure, “Investigation of the tensile behavior of treated flax fibre bio-composites at ambient humidity”, *Composites Science and Technology*, 159 (2018), pp: 119–126.

- [14] L. Yan, N. Chouw, K. Jayaraman, “Flax fiber and its composites - a review”, *Composites Part B*, 56 (2014), pp: 296–317.
- [15] J. Summerscales, N.P.J. Dissanayake, A.-S. Virk, W. Hall, “A Review of Bast Fibers and Their Composites. Part 1 - Fibers as reinforcements”, *Composites Part A*, 41 (2010), pp: 29–35.
- [16] K. Charlet, J.P. Jernot, S. Eve, “Multi-scale morphological characterization of flax: from the stem to the fibrils”, *Carbohydr Polym*, 82 (2010), pp: 54–61.
- [17] K. Charlet, C. Baley, C. Morvan, “Characteristics of Hermes flax fibers as a function of their location in the stem and properties of the derived unidirectional composites”, *Composites Part A*, 38 (2007), pp: 1912–1921.
- [18] F. Bensadoun, I. Verpoest, J. Baets, “Impregnated fiber bundle test for natural fibers used in composites”, *J Reinf Plast Comp*, 36 (2017), pp: 942–957.
- [19] A. Bourmaud, C. Morvan, A. Bouali, “Relationships between micro-fibrillar angle, mechanical properties and biochemical composition of flax fibers”, *Industrial Crops and Products*, 44 (2013), pp: 343–351.
- [20] C. Baley, “Analysis of the flax fibres tensile behaviour and analysis of the tensile stiffness increase”, *Composites Part A*, 33 (2002), pp: 939–948.
- [21] H.L. Bos, M.J.A. Van den Oever and O.C.J.J. Peters, “Tensile and compressive properties of flax fibres for natural fiber reinforced composites”, *J Mater Sci*, 37 (2002), pp: 1683–1692.
- [22] A. Celino, S Freour, Jacquemin F, “The hygroscopic behavior of plant fibers: a review”, *Front Chem*, 1 (2014), pp: 1–12.
- [23] A. Komuraiah, N.S. Kumar and B.D. Prasad. “Chemical composition of natural fibers and its influence on their mechanical properties”, *Mech Compos Mater*, 50 (2014), pp: 359–376.
- [24] X.S. Huang and A. Netravali, “Characterization of flax fiber reinforced soy protein resin based green composites modified with nano-clay particles”, *Composites Science and Technology*, 67 (2007), pp: 2005–2014.
- [25] D.N. Saheb and J.P. Jog, “Natural fiber polymer composites: A review”, *Adv Polym Technol*, 18(4) (1999), pp: 351–63.
- [26] L. Rebenfeld, “Encyclopedia of polymer science and engineering Wiley”, *New York* (1986), pp : 647–733.
- [27] V.V. Salnikov, M.V. Ageeva, V.N. Yumashev, V.V. Lozovaya, “Ultra-structural analysis of bast fibres Russ Plant Physiol”, 40 (1993), pp : 416–421.

- [28] A.K. Bledzki, A.A. Mamun, M. Lucka-Gabor, V.S. Gutowski, “The effects of acetylation on properties of flax fiber and its polypropylene composites”, *Exp Polym Lett*, 2 (6) (2008), pp : 413–422.
- [29] G. Cristaldi, A. Latteri, G. Recca, “Composites based on natural fiber fabrics. In: Dubrovski PD (ed.)”, *Woven fabric engineering. Rijeka: InTech*, (2010), pp: 317–342.
- [30] M.J. John and S.Thomas, “Biofibres and biocomposites”, *Carbohydr Polym*, 71(2008), pp: 343–364.
- [31] K.G. Satyanarayana, K.K. Ravikumar, K. Sukumaran, “Structure and properties of some vegetable fibers. Part 3: Talipot and palmyrah fibers”, *J Mater Sci*, 21(1986), pp: 57–63.
- [32] V.K. Thakur and M.K. Thakur, “Processing and characterization of natural cellulose fibers/thermoset polymer composites”, *Carbohydr Polym*, 109 (2014), pp: 102–117.
- [33] L. Gil, “Cortiça: produção, tecnologia e aplicação”, *Lisbon, INETI*, (1998).
- [34] A. Barberis, Dettori S., Filigheddu M.R., “Management problems in Mediterranean cork oak forests”, post-fire recovery. *J Arid Environ*, 54 (2003), pp: 565–569,
- [35] A. Costa, H. Pereira, A. Oliveira, “Variability of radial growth in cork oak adult trees under cork production”, *For. Ecol. Manage.* 175 (2003), pp: 239–246,
- [36] H.Pereira, “Boletim do Instituto dos Produtos Florestais/Cortiça”, 545 (1984), pp: 99–112,
- [37] M. I. d. F. Carrasquinho, “A qualidade da cortiça. *Boletim do Instituto dos Productos Florestais-Cortiça*”, 583: 17-18, Lisboa.
- [38] [S. P. Silva](#) [M. A. Sabino](#), [E. M. Fernandes](#) et al., “Cork: Properties, capabilities and applications”, *International Materials Reviews*, 50 (6) (2005), pp: 345–365.
- [39] [M. El Maâtaoui](#), [H. Espagnac](#), [N. MICHAUX-FERRIÈRE](#), “Histology of Callogenesis and Somatic Embryogenesis Induced in Stem Fragments of Cork Oak (*Quercus suber*) Cultured In Vitro”, *Annals of Botany* , 66(2)(1990), pp: 183–190
- [40] B. Groh, C. Hübner, K. Lenzian, “Water and oxygen permeance of phellem isolated from trees: The role of waxes and lenticels”, *Planta*, 215 (2002), pp: 794–801.
- [41] H. Pereira, “Chemical composition and variability of cork from *Quercus suber* L”, *Wood Sci. Technol*, 22 (1988), pp: 211–218
- [42] M.F. Bento, H. Pereira, M.A. Cunha, “[Fragmentation of suberin and composition of aliphatic monomers released by methanolysis of cork from \*Quercus suber\* L., analysed by GC-MS, SEC and MALDI-MS](#)”, *Holzforschung*, 55 (5), pp: 487–493
- [43] K. G. J. Nierop, “Temporal and Vertical Organic Matter Differentiation along a Vegetation Succession as Revealed by Pyrolysis and Thermally Assisted Hydrolysis and Methylation,” *J. Anal. Appl. Pyrol.* 61 (2001), pp: 111–132.

- [44] L. Yafang, J. Ting, S. Xiaozhou, “chemical composition of cork from *quercus variabilis*”, *Wood and Fiber Science*, 44(2) (2012), pp: 214–219.
- [45] Hooke, R., Ed. (1664). *Micrographia*. London, The Royal Society.
- [46] L. J. Gibson, K. E. Easterling, and M. F. Ashby, “The structure and mechanics of cork”, *Proceeding of the Royal Society of London A*, 377 (1981), pp: 99–117.
- [47] H. Pereira, M.E. Rosa, M.A. Fortes, “The cellular structure of cork from *Quercus suber* L.”, *IAWA Bull*, 8(3) (1987), pp: 213–218,
- [48] H. Pereira, “Trabeculae in the cork cells of *Quercus suber* L.”, *IAWA Bulletin*, 10(2) (1989), pp: 209–211.
- [49] L. J. Gibson, “Biomechanics of cellular solids”, *Journal of Biomechanics*, 38 (2005), pp: 377–399.
- [50] H. Pereira, J. Graca and C. Baptista, “The effect of growth-rate on the structure and compressive properties of cork”, *IAWA Bull*, 13 (4) (1992): 389–396.
- [51] C. Osvaldo, M. José, T.D. Silva, S. Arlindo, G. Luís, “Cork agglomerates as an ideal core material in lightweight structures”, *Materials and Design*, 31 (2010), pp: 425–432.
- [52] J. S. Silva and D. Rodrigues, “Application of Cork Compounds in Sandwich Structures for Vibration Damping”, *Journal of Sandwich Structures and Materials Online First*, published on June 24, (2009).
- [53] L. Reis and A. Silva, “Mechanical behavior of sandwich structures using natural cork agglomerates as core materials”, *Journal of Sandwich Structures and Materials Online First*, published on June 5, (2009).
- [54] G.A. Testoni, “In situ long-term durability analysis of biocomposites in the marine environment”, *Thèse de doctorat*, École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2015.
- [55] A. Regazzi, “Contribution à l’étude du vieillissement couplé thermo/hydro/mécanique de biocomposite PLA/lin”, *Thèse de doctorat*, École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2013.
- [56] Z.N. Azwa, B.F. Yousif, A.C. Manalo, W. Karunasena, “A review on the degradability of polymeric composites based on natural fibres”, *Materials and Design*, 47(2013), pp: 424–442.
- [57] R. Girault, F. Bert, C. Rihouey, A. Jauneau, C. Morvan, M. Jarvis, “Galactans and cellulose in flax fibres : putative contributions to tensile strength”, *Int J Bio Macromol*, 21(1997), pp: 179–188.



- [58] G. Camino, M.P. Luda, A. Polishchuck, “Kinetic aspects of water sorption in polyester resin/glass fiber composites”, *Composites Science and Technology*, 57 (14) (1997), pp : 69–82.
- [59] T. Morii, N. Ikuta, K. Kiyosumi, H. Hamada, “Weight-change analysis of the interphase in hygrothermally aged FRP: consideration of debonding”, *Composites Science and Technology*, 57 (9) (1997), pp: 85–90.
- [60] A.C. de Albuquerque, J. Kuruvilla, “Effect of wettability and ageing conditions on the physical and mechanical properties of uniaxially oriented jute-roving-reinforced polyester composites”, *Composites Science and Technology*, 60 (8) (2000), pp : 33–44.
- [61] D. Zhang, N.R. Milanovic, Y. Zhang, “Effects of humidity conditions at fabrication on the interfacial shear strength of flax/unsaturated polyester composites”, *Composites Part B*, 60 (1) (2014), pp: 86–92.
- [62] M. Assarar, D. Scida, A. El Mahi, “Influence of water ageing on mechanical properties and damage events of two reinforced composite materials: flax fibers and glass fibers”, *Mater Des*, 32 (2) (2011), pp: 88–95.
- [63] R.H. Newman, A. Thumm, E.C. Clauss, “Improving hygrothermal erformance in epoxy-biofibre composites”, *Adv Mater Res*, 29-30 (2) (2007), pp: 87–90.
- [64] K.S. Ahmed, S. Vijayarangan, “Experimental characterization of woven jutefabric-reinforced isophthalic polyester composites”, *J Appl Polym Sci*, 104 (26) (2007), pp: 50–62.
- [65] K. Al-Kaabi, A. Al-Khanbashi, A. Hammami, “Date palm fibers as polymeric matrix reinforcement: PDF/polyester composite products”, *Polym Compos*, 26 (6) (2005), pp: 04–13.
- [66] C.A. Boynard, J.R.M D’Almeida, “Water absorption by sponge gourd (*Luffa cylindrica*)-polyester composite materials”, *J Mater Sci Lett*, 18 (17) (1999), pp: 89–91.
- [67] L.U. Devi, K. Joseph, K.C.M. Nair, “Ageing studies of pineapple leaf fibre reinforced polyester composites”, *J Appl Polym Sci*, 94 (5) (2004), pp: 3–10.
- [68] H.N. Dhakal, Z.Y. Zhang, M.O.W. Richardson, “Effect of water absorption on the mechanical properties of hemp fibre reinforced unsaturated polyester composites”, *Composites Science and Technology*, 67 (7–8) (2007), pp: 74–83.
- [69] A.N. Fraga, E. Frulloni, O. del la Osa, “Relationship between water absorption and dielectric behaviour of natural fibre composite materials”, *Polym Test*, 25 (18) (2006), pp:1–7.

- [70] J. Gassan and A.K. Bledzki., “Effect of cyclic moisture adsorption desorption on the mechanical properties of silanized jute-epoxy composites”, *Polym Compos*, 20 (60) (1999), pp: 4–11.
- [71] L. Hua, P. Zadorecki, P. Flodin, “Cellulose fibre-polyester composites with reduced water sensitivity (1)-chemical treatment and mechanical properties”, *Polym Compos*, 8 (1987), pp:199–202.
- [72] Z. Leman, S.M. Sapuan, A.M. Saifol, “Moisture absorption behavior of sugar palm fibre reinforced epoxy composites”, *Mater Des*, 29 (16) (2008), pp: 66–70.
- [73] J.E. Ricciari, L.H. De Carvalho, A. Vazquez, “Interfacial properties and initial step of the water sorption in unidirectional unsaturated polyester/vegetable fiber composites”, *Polym Compos*, 20 (1999), pp: 29–37.
- [74] D. Rouison, M. Couturier, M. Sain, “Water absorption of hemp fibre/unsaturated polyester composites”, *Polym Compos*, 26 (5) (2005), pp : 09–25.
- [75] J. Rout, M. Misra, S.S. Tripathy et al., “The influence of fibre treatment on the performance of coir-polyester composites”, *Composites Science and Technology*, 61 (13) (2001), pp:03–10.
- [76] P.A. Sreekumar, K. Joseph, G. Unnikrishnan, “A comparative study on mechanical properties of sisal-leaf fibre-reinforced polyester composites prepared by resin transfer and compression moulding techniques”, *Composites Science and Technology*, 67 (4) (2007), pp: 53–61.
- [77] H. Alamri and I.M. Low, “Effect of water absorption on the mechanical properties of n-SiC filled recycled cellulose fibre reinforced epoxy eco-nanocomposites”, *Polym Test*, 31(6) (2012), pp: 0–8.
- [78] H. Alamri, I.M. Low, “Mechanical properties and water absorption behaviour of recycled cellulose fibre reinforced epoxy composites”, *Polym Test*, 31(5) (2012), pp: 0–8.
- [79] F. Gouanve, S. Marais, A. Bessadok, “Study of water sorption in modified flax fibers”, *J Appl Polym Sci*, 101(6) (2006), pp: 1–9.
- [80] H.J. Kim and D.W. Seo, “Effect of water absorption fatigue on mechanical properties of sisal textile-reinforced composites”, *Int J Fatigue*, 28 (10) (2006), pp:07–14.
- [81] R. Qiu, X. Ren, K. Li, “Effect of fiber modification with a novel compatibilizer on the mechanical properties and water absorption of hemp fiber reinforced unsaturated polyester composites”, *Polym Eng Sci*, 52 (6) (2012), pp:2–7.
- [82] W. Wang, M. Sain, P. Cooper, “Study of moisture absorption in natural fibre plastic composites”, *Composites Science and Technology*, 66 (3) (2006), pp: 79–86.

- [83] M.S. Islam, K.L. Pickering, N.J. Foreman, “Influence of accelerated ageing on the physico-mechanical properties of alkali-treated industrial hemp fiber reinforced poly (lactic acid) (PLA) composites”, *Polym Degrad Stab*, 95 (1) (2010), pp: 59–65.
- [84] A. L. Duigou, P. Davies, C. Baley, “Seawater aging of flax/PLLA biocomposite”, *Polym Degrad Stab*, 94 (11) (2009), pp:51–62.
- [85] G.H. Yew, A.M.M. Yusof, Z.A.M. Ishak, “Water absorption and enzymatic degradation of poly (lactic acid)/rice starch composites”, *Polym Degrad Stab*, 90 (3) (2005), pp: 488–500.
- [86] N. Marcovich, M. Reboredo, M. Aranguren, “Moisture diffusion in polyester–wood flour composites”, *Polymer*, 40 (26) (1999), pp: 13–20.
- [87] R.H. Newman, “Auto-accelerative water damage in an epoxy composite reinforced with plain-weave flax fabric”, *Composites Part A*, 40 (10) (2009), pp:1615–20.
- [88] N. Stark, “Influence of moisture absorption on mechanical properties of wood floor–polypropylene composites”, *J Thermoplast Compos Mater*, 14 (5) (2001), pp: 21–32.
- [89] S.K. Ramamoorthy, Q. Di, K. Adekunle, “Effect of water absorption on mechanical properties of soybean oil thermosets reinforced with natural fibers”, *J Reinf Plast Compos*, 31 (18) (2012), pp:191–200.
- [90] E. Aquino, L. Sarmiento, W. Oliveira, “Moisture effect on degradation of jute/glass hybrid composites”, *J Reinf Plast Compos*, 26 (2) (2007), pp: 19–33.
- [91] A. Bessadok, S. Marais, S. Roudesli, “M. Influence of chemical modifications on water-sorption and mechanical properties of Agave fibers”, *Composites Part A*, 39 (1) (2008), pp: 29–45.
- [92] C. Hill and M. Hughes, “Natural fiber reinforced composites opportunities and challenges”, *J Biobas Mater Bioenergy*, 4 (2) (2010), pp: 48–58.
- [93] Y.H. Ma, F.D. Lin, B.G. Wang, “The mechanical properties of natural fiber”, *Adv Mater Res*, 478 (2012), pp: 29–32.
- [94] M.A. Sawpan, K.L. Pickering, A. Fernyhough, “Effect of fiber treatments on interfacial shear strength of hemp fiber reinforced polylactide and unsaturated polyester composites”, *Composites Part A*, 42 (9) (2012), pp: 89–96.
- [95] V.C.A. Cruz, M.M.S. Nobrega, W.P.D. Silva, “An experimental study of water absorption in polyester composites reinforced with macambira natural fiber”, *Materialwiss Werkstofftech*, 42 (11) (2011), pp : 979–84.
- [96] C.A.S. Hill, A. Norton, G. Newman, “The water vapor sorption behavior of natural fibers”, *J Appl Polym Sci*, 112 (3) (2009), pp: 24–37.

- [97] M.M.S. Nobrega, W.S. Cavalcanti, L.H. Carvalho et al., “Water absorption in unsaturated polyester composites reinforced with caroa fiber fabrics: modeling and simulation”, *Materialwiss Werkstofftech*, 41 (5) (2010), pp: 0–5.
- [98] J.T. Kim and A.N. Netravali, “Mechanical, thermal, and interfacial properties of green composites with ramie fibre and soy resins”, *J Agric Food Chem*, 58 (9) (2010), pp: 1–7.
- [99] H. Chen, M. Miao, X. Ding, “Chemical treatments of bamboo to modify its moisture absorption and adhesion to vinyl ester resin in humid environment”, *J Compos Mater*, 45 (15) (2011), pp: 33–42.
- [100] H. Chen, M. Miao, X. Ding, “Influence of moisture absorption on the interfacial strength of bamboo/vinyl ester composites”, *Composites Part A*, 40 (2009), pp: 3–9.
- [101] A.A.J.M Pejis, H.G.H.Van Melick, S.K. Garkhail, “Natural fiber mat reinforced thermoplastics based on upgraded flax fibers for improved moisture resistance”, *Proc of the 8th Europ Conf on Compos Mater (ECCM-8) Sci Technol Appli. Cambridge, UK: Woodhead*, (1998), pp: 119–26.
- [102] Z.N. Azwa, B.F. Yousif, A.C. Manalo, “A review on the degradability of polymeric composites based on natural fibres”, *Mater Design*, 43 (47) (2013), pp : 424–442.
- [103] Khouloud CHEOUR, “Analyse du comportement en vibration des matériaux composites à fibres végétales”, *thèse de doctorat*, (2017), Université de Reims.
- [104] A. Perrier. F. Touchard, L.-C. Arnault, D. Mellier, “Quantitative analysis by micro-CT of damage during tensile test in a woven hemp/epoxy composite after water ageing”, *Composites Part A*, 102 (2017), pp. 18–27.
- [105] A. Chilali, W. Zouari, M. Assarar, H. Kebir, R. Ayad, “Effect of water ageing on the load-unload cyclic behaviour of flax fibre-reinforced thermoplastic and thermosetting composites”, *Composite structures*, 183 (2018), pp. 309–319.
- [106] H.N. Dhakal, Z.Y. Zhang, N. Bennett, “Effects of water immersion ageing on the mechanical properties of flax and jute fibre biocomposites evaluated by nanoindentation and flexural testing”, *J Compos Mater*, 48 (2014), pp : 1399–1406.
- [107] M. Berges, R. Leger, V. Placet, “Influence of moisture uptake on the static, cyclic and dynamic behaviour of unidirectional flax fibre-reinforced epoxy laminates”, *Composites Part A*, 88 (2016), pp: 165–177.
- [108] A. Le Duigou, A. Bourmaud, P. Davies, C. Baley, “Long term immersion in natural seawater of Flax/PLA biocomposite”, *Ocean Engineering*, 90 (2014), pp. 140–148.

- [109] K. Joseph, S. Thomas, C. Pavithran, “Effect of ageing on the physical and mechanical properties of sisal fiber reinforced polyethylene composites”, *Composites Science and Technology*, 53 (1) (1995), pp: 99–100.
- [110] M.M. Thwe and K. Liao, “Effects of environmental aging on the mechanical properties of bamboo-glass fiber reinforced polymer matrix hybrid composites”, *Composites Part A*, 33 (1) (2002), pp:43–52.
- [111] E. Bodros, I. Pillin, N. Montrelay, “Could biopolymers reinforced by randomly scattered flax fibre be used in structural applications?”, *Composites Science and Technology*, 67 (2007), p : 62–70.
- [112] P. Wambua, J. Ivens, I. Verpoest, “Natural fibers: can they replace glass in fibre reinforced plastics?”, *Composites Science and Technology*, 63 (12) (2003), pp: 59–64.
- [113] G.D. Bella, V. Fiore, A. Valenza, “ Effect of a real weight and chemical treatment on the mechanical properties of bidirectional flax fabrics reinforced composites”, *Mater Des*, 31 (2010), pp : 98–103.
- [114] L. Yan and N. Chouw, “ Crashworthiness characteristics of flax fibre reinforced epoxy tubes for energy absorption application”, *Mater Des*, 51 (6) (2013), pp : 29–40.
- [115] S. Mishra, A.K. Mohanty, L.T. Drzal, “A review on pineapple leaf fibres, sisal fibres and their biocomposites”, *Macromol Mater Eng*, 289 (9) (2004), pp :55–74.
- [116] W. Liu, M. Misra, P. Askeland, et al., “Green composites from soy based plastic and pineapple leaf fiber: fabrication and properties evaluation”, *Polymer* 46 (27) (2005) pp:10–21.
- [117] S. Haghdan and G.D. Smith, “Natural fibre reinforced polyester composites : a literature review”, *J Reinf Plast Compos*, 34 (14) (2015), pp :79–90.
- [118] A.K. Mohanty, P. Tummala, W. Liu, “Injection molded biocomposites from soy protein based bioplastic and short industrial hemp fibre”, *J Polym Environ*, 13 (2) (2005), pp : 79–85.
- [119] M.S. Huda, L.T. Drzal, M. Misra, et al., “Study on biocomposite from recycled news paper fibre and poly (lactic acid) ”, *Ind Eng Chem Res*, 44 (5) (2005), pp : 593–601.
- [120] V.P. Cyras, C. Vallo, J.M. Kenny, et al., “ Effect of chemical treatment on the mechanical properties of starch-based blends reinforced with sisal fiber”, *J Compos Mater*, 38 (13) (2004), pp :87–99.
- [121] W.J. Liu, A.K. Mohanty, P. Askeland., “Influence of fibre surface treatment on properties of Indian grass fibre reinforced soy protein based biocomposites”, *Polymer*, 45 (75) (2004), pp : 89–96.

- [122] M. Shibata, K. Ozawa, N. Teramoto, “Biocomposites made from short abaca fibre and biodegradable polyesters”, *Macromol Mater Eng*, 88 (2003), pp : 35–43.
- [123] A.C. Wibowo, A.K. Mohanty, M. Misra, et al., “Chopped industrial hemp fibre reinforced cellulosic plastic biocomposites: thermomechanical and morphological properties”, *Ind Eng Chem Res*, 43 (2004), pp:3–8.
- [124] K. Cheour, M. Assarar, D. Scida,, “Effect of water ageing on the mechanical and damping properties of flax-fibre reinforced composite materials”, *Composite Structures*, 152 (2016), pp : 259–266.
- [125] A. Ding, J. Wang, A. Ni, “Assessment on the ageing of sandwich composites with vinylester-based composite faces and PVC foam core in various harsh environments”, *Composite Structures*, 213 (2019), pp:71–81.
- [126] T. Scalici, V. Fiore, A. Valenza, “Experimental assessment of the shield-to-salt-fog properties of basalt and glass fiber reinforced composites in cork core sandwich panels applications”, *Composites Part B: Engineering*, 144 (2018), pp:1359–8368.
- [127] R. Hoto, G. Furundarena, J.P. Torres, “Flexural behavior and water absorption of asymmetrical sandwich composites from natural fibers and cork agglomerate core”, *Materials Letters*, 127 (2014), pp: 48–52.
- [128] C. Vilela, A. F. Sousa, C. S.R. Freire, “Novel sustainable composites prepared from cork residues and biopolymers”, *Biomass and Bioenergy*, 55 (2013), pp: 148–155.
- [129] M. Styles, P. Compston, S. Kalyanasundaram, “The effect of core thickness on the flexural behaviour of aluminium foam sandwich structures”, *Composite Structures*, 80 (4) (2007), pp: 532–538.
- [130] S. Prabhakaran, V. Krishnaraj, M. Senthilkumar, “Effect of water absorption on the flexural strength of a green sandwich composite”, 61 (4) (2019).
- [131] M. Najafi , A. Darvizeh and R. Ansari, “Characterization of moisture effects on novel agglomerated cork core sandwich composites with fiber metal laminate face sheets”, *Journal of Sandwich Structures & Materials*, 0(0), pp: 1–34
- [132] K. Oksman, “High quality flax fiber composites manufactured by the resin transfer moulding process”, *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 20 (2001), pp : 621–627.
- [133] J. Baets, D. Plastria, J. Ivens, I. Verpoest, “Determination of the optimal flax fibre preparation for use in unidirectional flax/epoxy composites”, *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 33 (5) (2014), pp: 493–502.

- [134] D. Scida, M. Assarar, C. Poilâne “Influence of hygrothermal ageing on the damage mechanisms of flax/fiber reinforced epoxy composite”, *Composites Part B*, 48 (2013) pp: 51–58.
- [135] A. Regazzi, S. Corn, P. Ienny, et al., “Reversible and irreversible changes in physical and mechanical properties of biocomposites during hydrothermal aging”, *Industrial Crops and Products*, 84 (2016), pp: 358–365.
- [136] J. Baets, D. Plastria, J. Ivens, I. Verpoest “Determination of the optimal flax fiber preparation for use in unidirectional flax–epoxy composites”, *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 33 (5) (2014), pp: 493–502.
- [137] B. A. Muralidhar, V. R. Giridev, K. Raghunathan “Flexural and impact properties of flax woven, knitted and sequentially stacked knitted/woven preform reinforced epoxy composites”, *Journal of reinforced plastics and composites*, 31 (6) (2012), pp: 397–388.
- [138] T- Hoang, F. Lagattu, J. Brillaud, “Natural fiber-reinforced recycled polypropylene: microstructural and mechanical properties”, *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 29 (2010), pp: 209–217.
- [139] F. Gehring, V. Bouchart, F. Dinzart, P. Chevrier, “Microstructure mechanical behaviour, damage mechanisms of polypropylene/short hemp fiber composites: Experimental investigations” *Journal of Reinforced Plastics and Composites* 31 (22) (2012),pp: 1576-1585.
- [140] F. Z. Arrakhiz, M. Elachaby, R. Bouhfid, et al., “Mechanical and thermal properties of polypropylene reinforced with Alfa fiber under different chemical treatment”, *Materials and Design*, 35 (2012), pp: 318–322.
- [141] L.A. Carlsson and G.A. Kardomateas, “Structural and Failure Mechanics of Sandwich Composites”, *In series: Solid Mechanics and its Applications 121 Springer Science* (2011)
- [142] N. Lakreb, B. Bezzazi, H. Pereira, “Mechanical behavior of multilayered sandwich panels of wood veneer and a core of cork agglomerates”, *Materials and Design*, 65 (2015), pp: 627–636.
- [143] L. Gil, “Cork composites: A review”, *Materials*. 2 (3) (2009), pp: 776–789.
- [144] O. Castro, J.M. Silva, T. Devezas, A. Silva, L. Gil, “Cork agglomerates as an ideal core material in lightweight structures”, *Materials and Design*, 31 (1) (2010), pp: 425–432.
- [145] R.A.S. Moreira, F.J.Q. De Melo, J.F. Dias, “Static and dynamic characterization of composition cork for sandwich beam cores”, *Journal of Material Science*, 45 (12) (2010), pp: 3350–3366.

- [146] J. Sargianis, H. Kim, J. Suhr, “Natural cork agglomerate employed as an environmentally friendly solution for quiet sandwich composites”, *Scientific Reports*, 2 (2012).
- [147] J. Sousa-Martins, D. Kakogiannis, F. Coghe, et al., “Behaviour of sandwich structures with cork compound cores subjected to blast waves”, *Engineering Structures*, 46 (2013), pp: 140–146.
- [148] <http://www.amorimcorkcomposites.com/>
- [149] C. Poilâne, Z.E. Cherif, F. Richard, A. Vivet, et al., “Polymer reinforced by flax fibers as a viscoelastoplastic material”, *Composite Structures*, 112(1) (2014), pp :100–112.
- [150] Sicomin Composites, Fiche technique Greenpoxy 56, (2013).
- [151] M. Haggui, A. El Mahi, Z. Jendli, A. Akrouf, M. Haddar, “[Static and fatigue characterization of flax fiber reinforced thermoplastic composites by acoustic emission](#)”, *Applied Acoustics*, In press, corrected proof, Available online 15 March 2018
- [152] A. Monti, A. El Mahi, Z. Jendli, L. Guillaumat, “[Mechanical behaviour and damage mechanisms analysis of a flax-fiber reinforced composite by acoustic emission](#)”, *Composites Part A*, 90 (2016), pp: 100–110.
- [153] C. Baley, Y. Perrot, F. Busnel, H. Guezenoc, P. Davies “Transverse tensile behaviour of unidirectional plies reinforced with flax fibers”, *Materials Letters*, 60 (2006), pp: 2984–2987.
- [154] C. Gourier, A.-L. Duigou, A. Bourmaud, C. Baley, “[Mechanical analysis of elementary flax fiber tensile properties after different thermal cycles](#)”, *Composites Part A*, 64 (2014), pp: 159–166 .
- [155] A. Lefeuvre, A. Bourmaud, C. Baley, “[Optimization of the mechanical performance of UD flax/epoxy composites by selection of fibres along the stem](#)”, *Composites Part A*, 77 (2015), pp: 204–208.
- [156] G. Zhou, G.A.O. Davies, “[Characterization of thick glass woven roving/polyester laminates: 1 Tension, compression and shear](#)”, *Composites*, 26 (1995), pp: 579–586.
- [157] J. Varna, L. Rozite, R. Joffe, “Non-linear behaviour of PLA based flax composites”, *Plastics, Rubber and Composites*, 41 (2012), pp: 49–60.
- [158] L. Gil, C. Moiteiro, “Ullmann’s Encyclopedia of Chemical Technology”, 6th ed. Wiley-VCH; Verlag, Germany: 2003. Cork.
- [159] [www.amorimfrance.fr/](http://www.amorimfrance.fr/)
- [160] M. E. Rosa, M. A. Fortes, “Rate effects on the compression and recovery of dimensions of cork”, *Journal of Materials Science*, 23(3) (1988), pp: 879–885.



- [161] O. Anjos, H. Pereira, M.E. Rosa, “Effect of quality; porosity and density on the compression properties of cork”, *Holz Roh Werkst*, 66 (4) (2008), pp: 295–301.
- [162] S. James, K. Hyung-ick, S. Jonghwan, “Natural cork agglomerate employed as an environmentally friendly solution for quiet sandwich composites”, *Scientific Reports*, 403(2) (2012), pp:1–6.
- [163] M. E. Rosa, H. Pereira, M. A. Fortes, “Effects of hot water treatment on the structure and properties of cork”, *Wood Fiber Sci*, 22 (2) (1990), pp :149–164.
- [168] N. Pinto, L. Reis, A. Silva, “Investigação da Aplicabilidade de Derivados de Cortiça em Aplicações Sujeitas a Esforços de Corte”, (2007) Tese de Mestrado, IST/UTL, Lisboa
- [169] J. Lopes, “Estudo Sobre a Aplicabilidade de Aglomerados de Cortiça em Estruturas Sandwich”, (2007), Tese de Mestrado, IST/UTL, Lisboa.
- [170] B. Soares, A. Silva, L. Reis, “Estruturas Sandwich com Utilização de Núcleos de Cortiça”, (2007), Tese de Mestrado, IST/UTL, Lisboa.
- [171] S. Pedram, H. Dimo, W. Laura, “[Flexural behavior of sandwich panels made of frp composites: synthetic and natural fibers](#)”, Resilient Infrastructure, CSCE Annual conference London Convention Center, Jun, 1–4, (2016).
- [172] M. Assarar, “Étude expérimentale et modélisation du comportement dynamique des composites stratifiés et sandwichs”, *Thèse de doctorat*, (2007), Université du Maine.
- [173] M.K. Farooq, “Comportement mécanique des composites sandwichs en statique et fatigue cyclique”, *Thèse de doctorat*, (2003), Université du Maine.
- [174] M. Idriss, “Analyse expérimentale et par éléments finis du comportement statique et vibratoire des matériaux composites sandwichs sains et endommagés”, *Thèse de doctorat*, (2013), Université du Maine.
- [175] A. Bezazi, F. Scarpa, “[Tensile fatigue of conventional and negative Poisson’s ratio open cell PU foams](#)”, *International Journal of Fatigue*, 31 (2009), pp: 488–494.
- [176] A. Belaadi, A. Bezazi, M. Maache, F. Scarpa, “[Fatigue in Sisal Fiber Reinforced Polyester Composites: Hysteresis and Energy Dissipation](#)”, *Procedia Engineering*, 74 (2014), pp: 325–328.
- [177] M. Mejri, L. Toubal, J.-C. Cuillière, V. François, “Hygrothermal aging effects on mechanical and fatigue behaviors of a short- natural-fiber-reinforced composite”, *International Journal of Fatigue*, 108 (2018), pp: 96–108.
- [178] E.-G. Koricho, G. Belingardi, A. T. Beyene, “[Bending fatigue behavior of twill fabric E-glass/epoxy composite](#)”, *Composite Structures*, 111 (2014), pp: 169–178.

- [179] W. Boukharouba, A. Bezazi, and Fabrizio Scarpa, “Identification and prediction of cyclic fatigue behaviour in sandwich panels”, *Measurement*, 53 (2014), pp:161– 170.
- [180] M. Idriss, A. El Mahi, M. Assarar, and R. El Guerjouma, “Damping analysis in cyclic fatigue loading of sandwich beams with debonding”, *Composites Part B*, 44(1) (2013), pp :597– 603.
- [181] I. Ben Ammar, C. Karra, A. El Mahi, R. El Guerjouma, and M. Haddar. “Mechanical behavior and acoustic emission technique for detecting damage in sandwich structures”, *Applied Acoustics*, 86 (2014), pp :106–117.
- [182] J.M. Silva, M. Piriz, P.V. Gamboa, “A Passive Approach to the Development of High-Performance Composite Laminates with Improved Damping Properties”, *Proceedings of the 11th international conference on computational structures technology*, Dubrovnik, 4–7 September 2012, pp. 837–847. Civil-Comp Press -UK.
- [183] E.R. Fotsing, M. Sola, A. Ross and E. Ruiz, “Lightweight damping of composite sandwich beams: experimental analysis”, *Journal of Composite Materials*, 47 (2013), pp: 1501–1511.
- [184] R. A. S. Moreira, F. J. Q. de Melo, J. F. Dias Rodrigues, “Static and dynamic characterization of composition cork for sandwich beam cores”, *Journal of composite Materials Sciences*, 45 (2010), pp: 3350–3366.
- [185] J. Walsh, H. Kim, J. Suhr, “Low velocity impact resistance and energy absorption of environmentally friendly expanded cork core-carbon fiber sandwich composites”, *Composites Part A*, 101 (2017), pp: 290–296,
- [186] T. Kizaki, T. Fujii, M. Iwama, et al., “Design of a CFRP-elastomer composite with high stiffness and damping capability”, *CIRP Annals*, 67 (2018), pp: 413–418.
- [187] S. Havaldar and U. N. Chate, “Estimation of Modal Damping Ratio from Specific Shear Modulus for Monolithic Materials and Hybrid Cored Multilayer Composites”, *Procedia Materials Science*, 10 (2015), pp: 124–138.
- [188] ASTM E756-98: Standard Test Method for Measuring Vibration Damping Properties of Materials.
- [189] H. Daoud, J.L. Rebière, A. Makni, “Numerical and experimental characterization of the dynamic properties of flax fiber reinforced composites”, *International Journal of Applied Mechanics*, 8(5) (2016), pp: 1–16.
- [190] M. Ben Ameer, A. El Mahi, J.-L. Rebière, “Damping Analysis of Unidirectional Carbon/Flax Fiber Hybrid Composites”, *International Journal of Applied Mechanics*, 10(5) (2018), pp: 1–16.

- [191] M. Hammami, A. El Mahi, C. Karra, “Experimental analysis of the linear and nonlinear behaviour of composites with delaminations”, *Applied Acoustics*, 108 (2016), pp: 31–39.
- [192] J.S. Dupuy, “Identification des propriétés mécaniques de matériaux composites par analyse vibratoire”, *Thèse de doctorat*, (2009), Université Montpellier II.
- [193] H. Daoud, “Contribution à l'étude du comportement mécanique et vibratoire des composites biosourcés incorporant des matériaux fonctionnels”, *Thèse de doctorat*, (2018), Université du Maine.
- [194] A. Monti, A. El Mahi, Z. Jendli, L. Guillaumat, “Experimental and finite elements analysis of the vibration behaviour of a bio-based composite sandwich beam”, *Composites Part B*, 110 (2017), pp: 466–475.
- [195] A. Monti, “Élaboration et caractérisation mécanique d'une structure composite sandwich à base de constituants naturels”, *Thèse de doctorat*, (2016), Université du Maine.
- [196] A. Perrier, “Influence du vieillissement hydrique sur le comportement mécanique de l'interface fil/matrice dans les composites chanvre/époxy”, *Thèse de doctorat*, (2016) Université Poitiers.
- [197] A. Moudood, A. Rahman, A. Ochsner, “Flax fiber and its composites: An overview of water and moisture absorption impact on their performance”, *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 0(0) (2018), pp:1–17.
- [198] M. Abida, F. Gehring, J. Mars, A. Vivet, F. Dammak, M. Haddar, “Effect of hygroscopy on non-impregnated quasi-unidirectional flax reinforcement behavior”, *Industrial Crops and Products*, 128 (2019), pp: 315–322.
- [199] S. S. Bhangu, “Effect of Moisture Absorption on the Mechanical Properties of Balsa Wood” *University New South Wales, Canberra*, 6 (2012), pp: 1–13.
- [200] E.T. Englund, L.G. Thygesen, S. Svensson, C.A.S. Hill “A critical discussion of the physics of wood-water interactions”, *Wood Sci Technol*, 47 (2013), pp: 141–161.
- [201] A. Chilali, M. Assarar, W. Zouari, “Analysis of the hydro-mechanical behaviour of flax fibre-reinforced composites: Assessment of hygroscopic expansion and its impact on internal stress”, *Composite Structures*, 206 (2018), pp: 177–184.
- [202] A. Le Duigou, A. Bourmaud, C. Baley, “In-situ evaluation of flax fibre degradation during water ageing”, *Industrial Crops and Products*, 70 (2015), pp: 204–210.
- [203] L. Xiaoming and Y. J. Weitsman, “Sea-water effects on foam-cored composite sandwich lay-ups”, *Composites Part B*, 35 (8) (2004), pp: 451–459.

- [204] V. Legrand, L. Tranvan, F. Jacquemin, “Moisture-uptake induced internal stress in balsa core sandwich composite plat: Modeling and experimental”, *Composite Structures*, 119 (2015), pp: 355–364.
- [205] R. Sadler, M. Sharpe, R. Panduranga “Water immersion effect on swelling and compression properties of Eco-core, PVC foam and balsa wood”, *Composite Structures*, 90 (30) (2009), pp: 330–336.
- [206] Huguet S. Application de classificateurs aux données d’émission acoustique : identification de la signature acoustique des mécanismes d’endommagement dans les composites à matrice polymère. *Thèse de doctorat*, (2002), INSA de Lyon.
- [207] N. software, Advanced acoustic emission data analysis pattern recognition and neural Networks software, 2004.
- [208] A. Likas, N. Classis et J. Verbeek, “The global k-mean clustering algorithm”, *Pattern Recognition Letters*, 36 (2003), pp : 451–461.
- [209] A. Muc, P. Zuchara, “Buckling and failure analysis of FRP faced sandwich plates”, *Composite Structures*, (2000), pp : 145–150.
- [210] I. Merdas, F. Thominette, A. Tcharkhtchi, “Factors governing water absorption by composite matrices”, *Composites Science and Technology*, 62 (2002), pp : 487–492.
- [211] S. Charca, B. Shafiq, S. Gonzalez, “Fatigue lifetime assessment of foam core sandwich composites”, *J Adv. Mater.* 42 (2010), pp : 56–64.

---

**Titre : Analyse des mécanismes d'endommagement et du comportement vibratoire d'un composite à constituants naturels dans un environnement hydrique**

**Mots clés :** Bio-Composite, Absorption, Vieillissement, Statique, Dynamique, Endommagement

**Résumé :** Durant les dernières décennies, les composites polymères renforcés par des fibres végétales ont reçu une attention importante de la part des scientifiques. L'utilisation de fibres végétales de renfort permet en effet d'améliorer les performances environnementales de ces matériaux tout en atteignant des propriétés spécifiques plus élevées. Néanmoins, un verrou majeur freine encore le développement de ces matériaux. En effet, la sensibilité des éco-composites au vieillissement hydrique, due au caractère hydrophile des fibres végétales, restreint leur utilisation. Dans ce contexte, nous proposons, dans le cadre de cette thèse, d'analyser l'effet du vieillissement hydrique sur le comportement statique et dynamique (fatigue et vibration), d'identifier et suivre les mécanismes d'endommagement d'une structure sandwich biosourcée et ses constituants. Les composites utilisés sont constitués d'une résine verte communément appelée greenpoxy associée à des fibres de lin et à une âme en liège de différentes densités pour les matériaux sandwichs.

Dans la première partie de ce travail, nous avons étudié le comportement en statique, en fatigue et en vibration de la résine, du composite avec différentes orientations des fibres, des âmes et des structures sandwichs. Cette étude a conduit d'une part à la détermination des caractéristiques mécaniques et à l'identification et le suivi des mécanismes d'endommagement par émission acoustique et observations microscopiques et d'autre part à la détermination des caractéristiques dynamiques en fatigue et en vibration. Dans la deuxième partie, nous avons analysé d'abord la cinétique de diffusion d'eau dans la résine, les peaux, les âmes et les sandwichs par identification de leurs paramètres de diffusion par l'approche basée sur le modèle de Fick. Par la suite, Nous sommes intéressés à l'impact du vieillissement hydrique sur le comportement et les propriétés mécaniques en statique, en fatigue et en vibration ainsi que le suivi des mécanismes d'endommagement du matériau sandwich et ses constituants.

---

**Title : Analysis of damage mechanisms and vibration behavior of a composite with natural constituents in water environment**

**Keywords :** Bio-Composite, Uptake, Ageing, Static, Dynamic, Damage

**Abstract:** In recent decades, polymer composites reinforced with plant fibers have received significant attention from scientists. The use of reinforcing vegetable fibers makes it possible to improve the environmental performance of these materials reaching higher specific properties. Nevertheless, a major lock still hinders the development of these materials. Indeed, the sensitivity of eco-composites to water ageing, due to the hydrophilic nature of plant fibers, restricts their use. In this context, we propose, as part of this thesis, to analyze the effect of water ageing on static and dynamic behavior (fatigue and vibration), to identify and monitoring the damage mechanisms of a sandwich structure biobased and its constituents. The composites used consist of a green resin commonly called greenpoxy associated with flax fibers and a cork core of different densities for sandwich materials. In the first part of this work, we studied the static behavior, fatigue and vibration of the resin, the composite with different orientations of the fibers, cores and sandwich structures.

This study led on the one hand to the determination of the mechanical characteristics and to the identification and the follow-up of the mechanisms of damage by acoustic emission and microscopic observations and on the other hand to the determination of the dynamic characteristics in fatigue and in vibration. In the second part, we first analyzed the kinetics of water diffusion in resin, skins, cores and sandwichs by identification of their diffusion parameters by the Fick model approach. Then, we are interested in the impact of water ageing on the behavior and mechanical properties in static, fatigue and vibration as well as the monitoring of damage mechanisms of the sandwich material and its constituents.