



**HAL**  
open science

## Caractérisation de l'endommagement d'un composite tissu de jute/polyester par multi-instrumentation

Adem Alia, Gilbert Fantozzi, Nathalie Godin, Hocine Osmani, Pascal Reynaud

### ► To cite this version:

Adem Alia, Gilbert Fantozzi, Nathalie Godin, Hocine Osmani, Pascal Reynaud. Caractérisation de l'endommagement d'un composite tissu de jute/polyester par multi-instrumentation. 21ème Journées Nationales sur les Composites, École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers (ENSAM) - Bordeaux, Jul 2019, Bordeaux, Talence, France. hal-02420807

**HAL Id: hal-02420807**

**<https://hal.science/hal-02420807>**

Submitted on 20 Dec 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.

## **Caractérisation de l'endommagement d'un composite tissu de jute/polyester par multi-instrumentation**

### *Damage Characterization of a jute fibre reinforced polyester composite by multi-instrumentation*

**A. Alia<sup>1,2</sup>, G. Fantozzi<sup>1</sup>, N. Godin<sup>1</sup>, H. Osmani<sup>2</sup> et P. Reynaud<sup>1</sup>**

1 : INSA-Lyon, MATEIS (UMR5510)  
Université de Lyon, 7 Avenue Jean Capelle, 69621, Villeurbanne  
e-mail : adem.alia@insa-lyon.fr

2 : IOMP, LMNM, Université de Sétif 1, Campus (Ex-travaux publics),  
Avenue Saïd Boukhraïssa, Maabouda 19000 Sétif, Algérie

#### **Résumé**

Le travail concerne l'étude du comportement en traction monotone et en fatigue cyclique d'un composite à matrice polyester et tissu de jute. Deux séquences d'empilement sont considérées:  $[0]_8$  et  $[+45/-45]_{28}$ . La technique d'émission acoustique (EA), les observations microstructurales (microscope électronique à balayage MEB et microscope optique MO) et la tomographie X sont utilisées afin d'identifier les différents mécanismes d'endommagement et leur cinétique d'évolution. Les essais de fatigue cyclique ont été effectués en traction-traction avec une fréquence  $f=1\text{Hz}$  et un rapport de contrainte  $R=0.01$ . Quatre niveaux de charges (50% à 80% de la charge à rupture) sont considérés. Pour les essais de traction monotone, les observations microstructurales post mortem ont permis d'identifier trois mécanismes d'endommagement: fissuration matricielle, décohésion interfaciale (mécanisme prépondérant) et rupture de fibres. Ces résultats ont été confirmés par tomographie X. La classification non supervisée des signaux d'EA a permis de différencier trois classes de signaux. Grace aux observations microstructurales et tomographiques effectuées sur des éprouvettes testées à différents niveaux de charge, une labellisation des classes a pu être effectuée et un scénario d'endommagement a été proposé pour le comportement en traction statique. Pour les essais de fatigue, la même démarche a été suivie pour les différents niveaux de contraintes.

#### **Abstract**

This work concerns the mechanical characterization of a woven jute fabric reinforced polyester composite in both monotonic tensile tests and cyclic fatigue behaviour. Two stacking sequences were considered:  $[0]_8$  and  $[+45/-45]_8$ . Acoustic emission technique (AE), microstructural observations and X-ray tomography were used to characterize the different damage modes and to follow their evolution during tests. Fatigue tests were performed in tension/tension mode with a frequency of 1 Hz and a stress ratio of  $R=0.01$ . Four stress levels (50% to 80% of the ultimate tensile strength) were considered. For the monotonic tensile tests, observations carried out on broken samples allowed to identify three damage modes: matrix cracking, fibre/matrix debonding (preponderant mechanism) and fibre breakage. These results were supported using X-ray tomography. Unsupervised clustering was conducted on AE signals and three classes of signals were obtained for the two types of configuration. Interrupted tensile tests monitored with AE were carried out at different stress levels. The associated microstructural and X-ray observations allowed to assign classes to the corresponding damage mechanisms and to propose a damage scenario. For fatigue tests, the same procedure was followed to analyze results obtained for the different levels of stress.

**Mots Clés :** fibre naturelle, traction, fatigue, émission acoustique, endommagement

**Keywords :** natural fibre, tensile test, fatigue, acoustic emission, composite damage.

## 1. Introduction

Les fibres naturelles sont de plus en plus utilisées ces dernières années comme renforts pour les matériaux composites. En effet ces fibres sont écologiques, présentent de faibles coûts de production et sont biodégradables. De plus, les fibres naturelles possèdent des propriétés spécifiques élevées ce qui en fait un bon candidat pour remplacer les fibres synthétiques [1].

Afin d'optimiser les propriétés mécaniques des composites à fibres naturelles, il est important d'étudier leur comportement mécanique sous sollicitation statique et dynamique. Ainsi, de nombreux travaux ont été menés sur ces matériaux composites dont la majorité concerne les fibres de lin et de chanvre [2-6]. Certains de ces travaux se sont intéressés au comportement en fatigue de ces composites. En effet, Towo et Ansell [7] ont étudié l'effet du traitement chimique de fibres longues de sisal imprégnées respectivement dans une résine époxy et polyester. Ils observent que le traitement des fibres améliore légèrement le comportement en fatigue. Liang [5] a étudié le comportement en fatigue cyclique d'un composite à fibre de lin et à matrice époxy. Quelques années après, De Vasconcellos [6] a étudié le comportement en fatigue avant et après impact d'un composite tissé chanvre/époxy. Parmi tous ces travaux, très peu d'entre eux se sont intéressés aux composites renforcés par des fibres de jute, on peut citer par exemple Alia *et al.* [8] et Dobah *et al.* [9] qui ont étudié le comportement en statique et en fatigue de composites tissés jute/polyester.

Dans ce cadre, notre travail s'intéresse à l'étude du comportement en fatigue cyclique d'un composite à tissu de jute et à matrice polyester. Deux séquences d'empilement sont étudiées le  $[0]_8$  et  $[+45/-45]_{2S}$ . Tout d'abord une caractérisation mécanique en traction statique est présentée avant de décrire le comportement en fatigue cyclique du matériau. Pour les deux types de sollicitations, la technique de l'émission acoustique, la tomographie X et les observations microstructurales (microscope à balayage et microscope optique) ont été utilisées pour caractériser l'endommagement et son évolution au cours des essais.

## 2. Matériaux et méthodes

### 2.1 Elaboration des matériaux composites

Dans ce travail, le composite étudié est un stratifié à fibre de jute et à matrice polyester. Le renfort est un tissu de jute de type taffetas équilibré, produit par l'entreprise Complexe de jute (Bejaia, Algérie). Il est composé de fils chaîne et trame et il est caractérisé par une densité de  $1460 \text{ Kg/m}^3$ . La matrice utilisée est constituée d'un mélange d'une résine polyester non saturée (PD-6191) et d'un durcisseur octoate de cobalt fournis par l'entreprise Maghreb Pipe (M'ssila, Algérie).

Les plaques composites de  $300 \times 200 \times 8 \text{ mm}^3$  sont fabriquées au laboratoire LMNM à l'Université de Sétif par moulage en contact. Les tissus sont découpés en huit plis et mis dans une étuve à  $110^\circ\text{C}$  avant d'être pressés, puis disposés soigneusement dans un moule en bois selon la configuration désirée. Ensuite ils sont imprégnés de la résine polyester. Les plaques sont réticulées à température ambiante sous pression pendant 24 h puis laissées sous air pendant 10 jours. Pour ce composite, le taux de fibre est de  $28\% \pm 2\%$  et le taux de porosité est d'environ 2%. Deux séquences d'empilement sont considérées :  $[0]_8$  notée [0] et  $[+45/-45]_{2S}$  notée  $[\pm 45]$ . Pour réaliser les essais mécaniques, des éprouvettes haltères et rectangulaires (de dimension  $160 \times 15 \times 8 \text{ mm}^3$ ) sont découpées à partir des plaques fabriquées.

### 2.2 Méthodes d'essai

Les essais mécaniques de traction uniaxiale ont été réalisés au laboratoire MATEIS à l'aide d'une machine hydraulique MTS 810 équipée d'une cellule de force de 100 kN. Tous les tests ont été

effectués à température ambiante. Les essais de traction monotone ont été réalisés avec une vitesse constante de 0,1 mm / min. Les essais de fatigue en mode traction-traction ont été effectués sous contrôle de charge avec un rapport de contrainte  $R = 0,01$  et une fréquence de 1 Hz. Pour les deux types de sollicitations, un extensomètre à couteaux avec une longueur de jauge de 25 mm a été utilisé pour mesurer la déformation longitudinale. Afin d'établir le diagramme de durée de vie du composite, au moins quatre échantillons ont été testés jusqu'à la rupture à quatre niveaux de contrainte  $\sigma_{\max}$  : 50%, 60%, 70% et 80% de la contrainte maximale de traction  $\sigma_R$ .

L'émission acoustique a été enregistrée de manière continue pendant les tests de traction et de fatigue. Un système d'acquisition (PCI 2) fourni par Mistras a été utilisé pour l'acquisition. Les signaux d'EA ont été enregistrés par deux capteurs piézoélectriques résonants Micro-80 possédant une largeur de bande de 100 kHz à 1 MHz et une fréquence de résonance d'environ 300 kHz. Les capteurs ont été placés à la surface des éprouvettes aux extrémités de la longueur de jauge avec un espacement de 70 mm.

Une procédure de cassé de mine a été utilisée pour calibrer le système d'acquisition de données et définir les différents paramètres d'acquisition: PDT (Peak Definition Time) = 10  $\mu$ s, HDT (Hit Définition Time) = 20  $\mu$ s et HLT (Hit Lockout Time) = 1000  $\mu$ s. Le seuil de détection a été fixé à 40 dB afin d'éviter l'acquisition de bruit. En outre, la vitesse des ondes d'EA a également été mesurée pour chaque type d'échantillon et seuls les événements localisés entre les capteurs ont été utilisés pour analyser les données d'EA.

Les données d'EA ont été traitées à l'aide du logiciel MATLAB et d'algorithmes développés au sein du laboratoire MATEIS [10-12]. Le but de cette analyse est d'identifier les signatures acoustiques des différents mécanismes d'endommagement impliqués dans les matériaux composites étudiés en utilisant une méthode de reconnaissance de forme non supervisée et en prenant en compte les caractéristiques à la fois temporelles et fréquentielles. 24 descripteurs ont été considérés, grâce au score Laplacien et au dendrogramme (analyse de corrélation), seuls trois descripteurs pertinents et non corrélés ont été retenus pour la classification : un descripteur temporel (durée) et deux descripteurs fréquents (barycentre fréquentiel et le pic fréquentiel). La classification a ensuite été effectuée sur les descripteurs conservés en combinant l'analyse en composante principale et un algorithme des k-moyennes optimisé par un algorithme génétique [10]. Le nombre optimal de classes  $k$  a été déterminé en utilisant le critère de Davies & Bouldin et l'indice Silhouette [12].

Afin d'étudier les mécanismes d'endommagement, les faciès de rupture ont été examinés à l'aide d'un MEB Zeiss Supra. De plus, des sections latérales polies extraites d'échantillons [0] et  $[\pm 45]$  après rupture ont également été analysées à l'aide du MEB et d'un MO pour déterminer l'évolution des mécanismes d'endommagement en relation avec le niveau de la contrainte appliquée. Un tomographe à rayons X de laboratoire (v / Tome / X, Phoenix, Allemagne) a été utilisé pour scanner des échantillons sollicités en traction ou en fatigue.

### **3. Résultats et discussion**

#### **3.1 Comportement quasi-statique**

Les courbes contrainte/déformation obtenues pour les deux séquences d'empilement sont présentées sur la fig. 1. Le nombre cumulé d'événements en fonction de la déformation est superposé. Ce paramètre permet de voir la dynamique de l'endommagement durant l'essai de traction.

Pour le composite [0], la courbe montre que le comportement mécanique du matériau est composé principalement de deux parties : une première partie linéaire, à l'aide de laquelle le module d'Young est calculé, est associée au domaine élastique du composite. Aucun événement d'émission acoustique

n'a été enregistré durant cette phase. Cette première partie est suivie d'une phase non linéaire jusqu'à la rupture pour laquelle une accélération de l'activité acoustique peut être observée, indiquant l'initiation et le développement de l'endommagement au sein du composite.

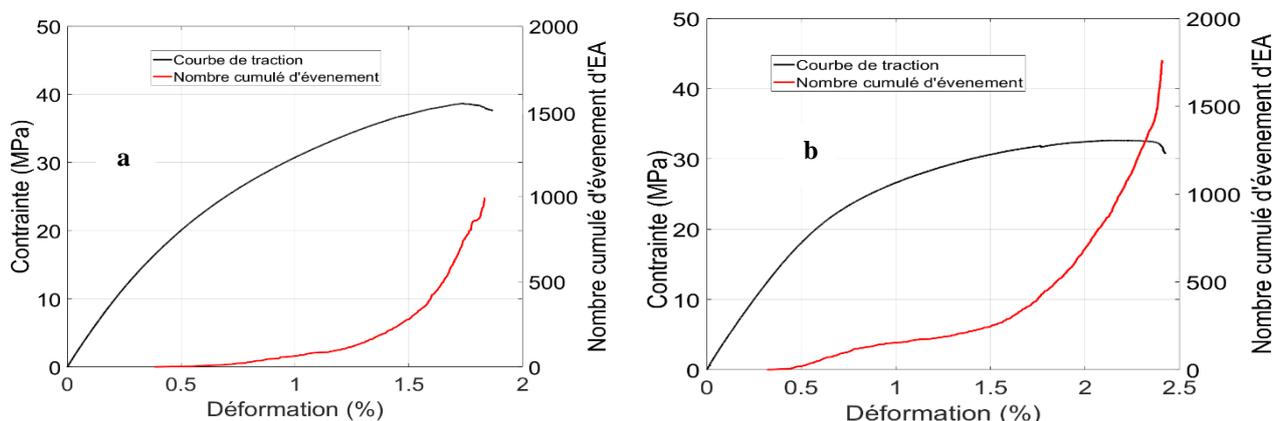


Fig. 1. Courbes de traction avec le nombre cumulé d'évènements. a) [0], b) [±45]

Pour le composite [±45], le second régime non-linéaire est plus prononcé que pour le composite [0] : cela montre, que pour cette orientation, le composite s'endommage plus et se déforme plastiquement de façon importante avant la rupture finale, résultant en un nombre d'évènements plus important. L'activité acoustique évolue progressivement durant l'essai avant de s'accélérer très rapidement vers la fin de l'essai de traction. Les propriétés mécaniques obtenues en traction monotone des deux composites [0] et [±45] sont présentées dans le Tab. 1.

	E (GPa)	$\sigma_R$ (MPa)	$\epsilon_R$ (%)
[0]	$5.9 \pm 0.23$	$42.9 \pm 3.3$	$1.38 \pm 0.08$
[±45]	$3.6 \pm 0.3$	$31.1 \pm 1.1$	$2.70 \pm 0.2$

Tab. 1. Propriétés mécaniques.

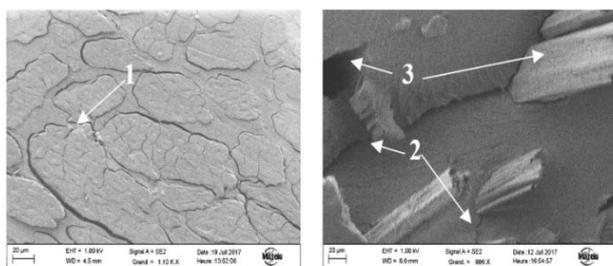


Fig. 2. Image MEB des mécanismes d'endommagement.  
1 : décohésion fibre/matrice, 2 : fissuration matricielle, 3-rupture et déchaussement des fibres

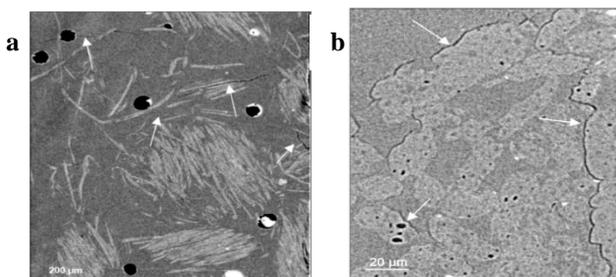


Fig. 3. Image de tomographie X. a) résolution de 6  $\mu\text{m}$ ,  
b) résolution de 0.7  $\mu\text{m}$

Afin d'étudier les principaux mécanismes d'endommagement survenant dans le matériau composite, les faciès de rupture ont été découpés et analysés au MEB. De plus, des sections latérales prélevées dans des éprouvettes rompues (près de la zone de rupture) ont été observées en microscopie optique et en microscopie électronique à balayage. Les résultats sont présentés sur la fig. 2.

Les images montrent de nombreuses décohésions fibres/matrice, ce qui constitue le mécanisme prépondérant pour les deux types de composites. Ces décohésions peuvent être observées soit entre les faisceaux de fibres et la matrice (label 1), soit entre les fibres élémentaires à l'intérieur d'un

faisceau de fibres. Ce dernier phénomène est causé par la rupture de la lamelle moyenne qui maintient les fibres élémentaires entre elles. On peut aussi observer sur les images quelques fissurations matricielles qui apparaissent perpendiculairement au sens de chargement, comme indiqué par le label 2. Certaines de ces fissures matricielles semblent s’amorcer à l’intérieur du fil de jute pour se propager ensuite vers la zone riche en matrice. L’observation des faciès de rupture montre que les fibres de jute rompues sont déchaussées sur une certaine longueur, aucun résidu de matrice n’étant observé sur la surface des fibres (label 3), ce dernier phénomène indique donc que la liaison fibre/matrice est faible pour ces composites. Des séparations longitudinales des fibres de jute élémentaires (plus marqué pour le composite  $[\pm 45]$ ) peuvent aussi être observées sur les faciès de rupture.

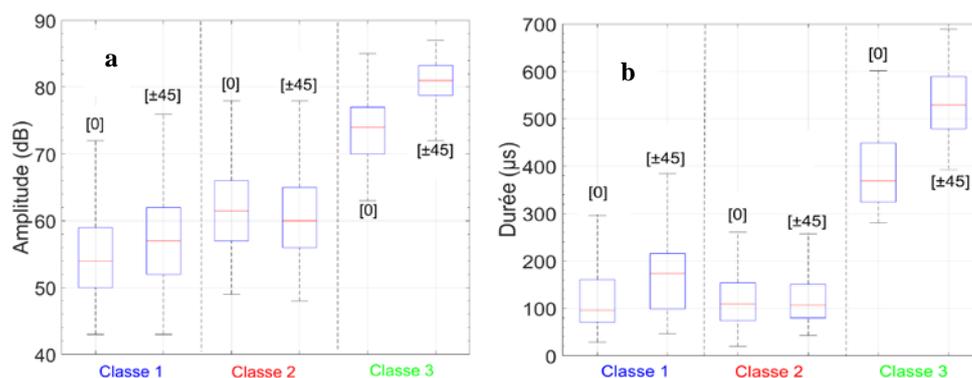
Afin de visualiser plus finement les endommagements, une inspection en volume des échantillons rompus prélevés sur les composites  $[0]$  a été réalisée à l’aide d’un Tomographe X. Deux échantillons ont été découpés près de la zone de rupture, le premier a été observé avec une résolution de  $6\ \mu\text{m}$  et le deuxième avec une résolution de  $0.7\ \mu\text{m}$ . Les résultats sont montrés sur la fig. 3.

La fig. 3a. montre l’image de l’échantillon observé avec une résolution de  $6\ \mu\text{m}$ . Le résultat montre la présence de quelques fissurations matricielles (repérées par les flèches) : elles sont très peu nombreuses, une densité de fissuration matricielle a été calculée à l’aide du logiciel ImageJ et a été trouvée égale à  $7 \times 10^{-4}$ . Ce résultat confirme les observations faites au MEB. Les observations réalisées avec une plus grande résolution ( $0.7\ \mu\text{m}$ ) sont montrées sur la fig. 3b. Plusieurs décohésions de l’interface fibre/matrice sont observées. Tous les résultats obtenus par tomographie X confirment ceux obtenus par les analyses microstructurales.

### 3.2 Classification des signaux d’EA

Les résultats de la classification non supervisée dont la méthodologie est décrite dans la section 2.2 sont présentés dans cette partie. Trois classes de signaux ont été obtenues pour les deux séquences d’empilement. Les caractéristiques médianes de ces classes sont comparées sur la Fig. 4.

La fig. 4 présente les boîtes à moustaches des trois descripteurs retenus pour la classification en plus de l’amplitude. On peut remarquer que les classes obtenues pour l’orientation  $[0]$  présentent des caractéristiques similaires à celles obtenues pour le composite  $[\pm 45]$ . La classe 1 et la classe 2 possèdent des caractéristiques temporelles proches (amplitude et durée), tandis que du point de vue fréquentiel, ces deux classes présentent des différences : la classe 1 a un pic fréquentiel vers  $40\ \text{kHz}$  et un barycentre fréquentiel autour de  $250\ \text{kHz}$ , quant à la classe 2 elle est caractérisée par un pic fréquentiel d’environ  $330\ \text{kHz}$  et un barycentre fréquentiel autour de  $300\ \text{kHz}$ . Ce résultat montre la nécessité de prendre en compte les descripteurs fréquentiels en plus des descripteurs temporels afin d’avoir une bonne segmentation des signaux d’EA. La classe 3, qui présente des différences en ce qui concerne les caractéristiques temporelles (l’amplitude la plus élevée et la plus longue durée), est caractérisée par un barycentre fréquentiel similaire à celui de la classe 1 et un pic fréquentiel similaire à celui de la classe 2.



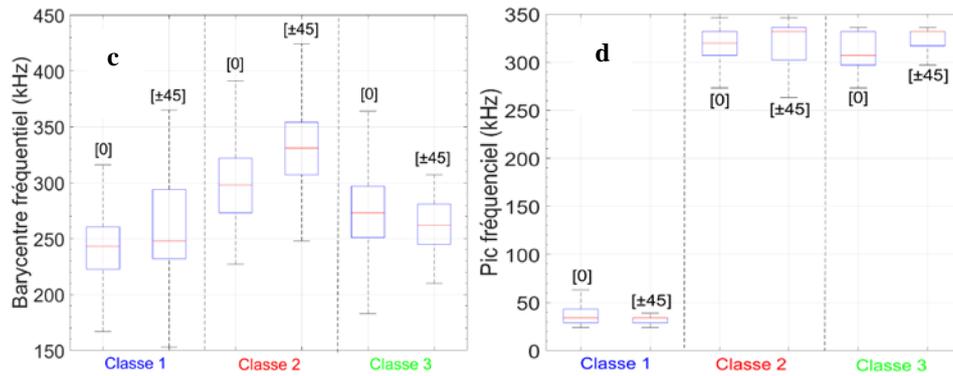


Fig. 4. Diagramme en boîte des différents descripteurs, a) amplitude, b) durée, c) barycentre fréquentiel, d) pic fréquentiel.

La fig. 5 présente la cinétique d'évolution des différentes classes au cours de l'essai de traction. Pour les deux séquences d'empilement, la classe 2 qui contient le plus grand nombre d'événements apparaît très tôt au cours de l'essai de traction (pour une déformation d'environ 0,4%), suivie de l'apparition de la classe 1. La classe 3, qui contient le plus petit nombre d'événements apparaît vers la moitié de l'essai de traction pour les échantillons [0], tandis que, pour l'échantillon [±45], elle apparaît juste avant la rupture finale de l'éprouvette.

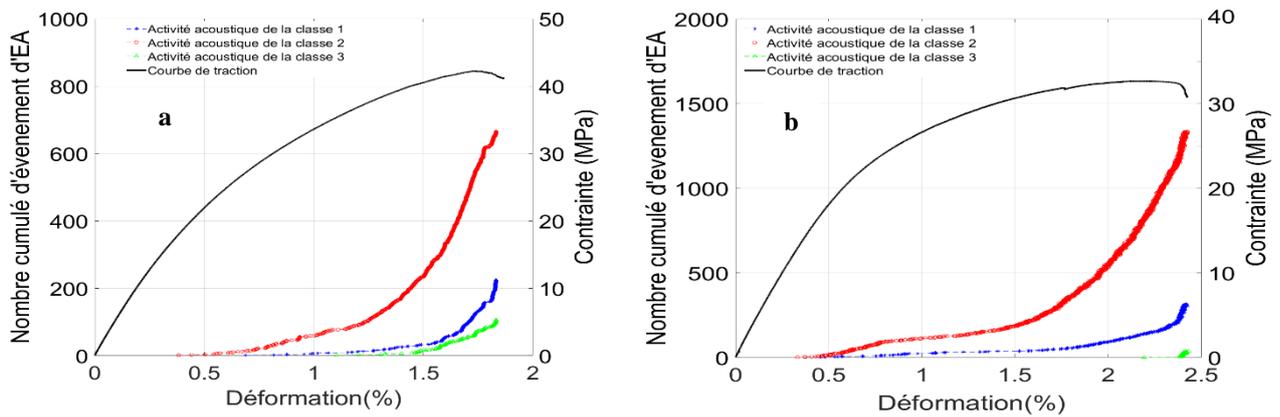


Fig. 5. Cinétique d'évolution des trois classes. a) [0], b) [±45].

Afin d'associer les classes obtenues aux mécanismes sources, une campagne d'essais de traction interrompue a été effectuée sur des éprouvettes du composite [0], les niveaux de charges ont été déterminés selon la chronologie d'apparition des classes. Ainsi, deux essais ont été menés à deux niveaux de contrainte : le premier à 60% de  $\sigma_R$  correspond à l'apparition de la classe 2 (rouge), et le second, effectué à 75% de  $\sigma_R$ , correspond à l'accélération de la classe 2 et à l'apparition des signaux de la classe 1 (bleu). Ensuite, des échantillons découpés à partir de ces éprouvettes ont été analysés à la fois au MEB et au tomographie X. Les résultats sont montrés sur la fig. 6.

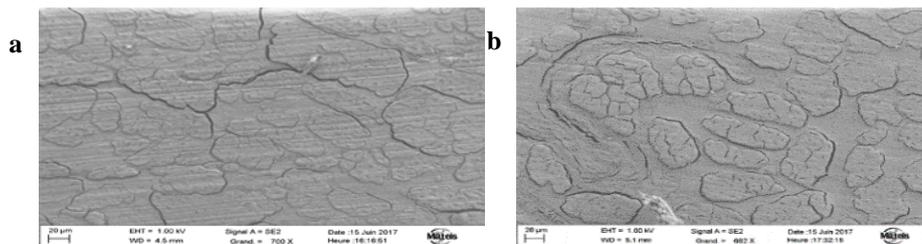


Fig. 6. Image MEB des essais interrompus. a) 60%, b) 75%

Pour l'essai effectué à 60% de  $\sigma_R$ , les images (fig. 6a) montrent de nombreuses décohésions fibres/matrice mais aucune fissuration matricielle n'a été observée. Afin de s'assurer du résultat, l'échantillon a été analysé par tomographie X et aucune fissuration matricielle n'a été observée. Ceci montre qu'à ce niveau de charge, il n'y a que les décohésions fibres/matrice qui se développent. Ce résultat permet d'associer la classe 2, la classe majoritaire, aux décohésions fibres/matrice (mécanisme prépondérant). Pour l'essai effectué à 75% de  $\sigma_R$ , l'image (fig. 6b) montre que les décohésions fibres matrice se sont plus développées. Les observations effectuées avec le tomographe n'ont révélé aucune fissuration matricielle, indiquant que ces dernières commencent à apparaître à partir de ce niveau de contrainte. Cependant, les signaux de la classe 1 peuvent être associés aux fissurations matricielles. En ce qui concerne la classe 3, classe minoritaire, dont les signaux sont les plus énergétiques et de plus haute amplitude (fig. 5) et dont l'activité se déclenche vers la fin de l'essai (juste avant la rupture finale pour le composite  $[\pm 45]$  (fig. 5), elle peut être associée aux ruptures et aux déchaussements des fibres de jute.

### 3.3 Comportement en fatigue

Les durées de vie moyennes obtenues pour les différents niveaux de charge et pour les deux types d'orientations sont présentées dans le Tab. 2. Les valeurs entre parenthèses présentent l'écart type.

	50% de $\sigma_R$	60% de $\sigma_R$	70% de $\sigma_R$	80% de $\sigma_R$
$N_R[0]$	263 727 (128 856)	48 863 (26 732)	24 294 (9 570)	4 292 (1 530)
$N_R[\pm 45]$	172 591 (84 442)	30 852 (4 554)	4 877 (1 118)	1 079 (310)

Tab. 2. Durée de vie moyenne avec l'écart type entre parenthèse.  $N_R$  représente le nombre de cycle à rupture

Afin de modéliser le diagramme de durée de vie, le modèle développé par D'Amore [13] a été utilisé, c'est une loi de puissance qui s'écrit sous la forme :

$$N_R = \left[ 1 + \frac{1}{\alpha(1-R)} \left( \frac{\sigma_R}{\sigma_{max}} - 1 \right) \right]^{\frac{1}{\beta}} \quad (\text{Eq. 1})$$

où  $\sigma_R$  représente la contrainte maximale de traction, R le rapport de charge,  $\alpha$  et  $\beta$  représentent des paramètres phénoménologiques.

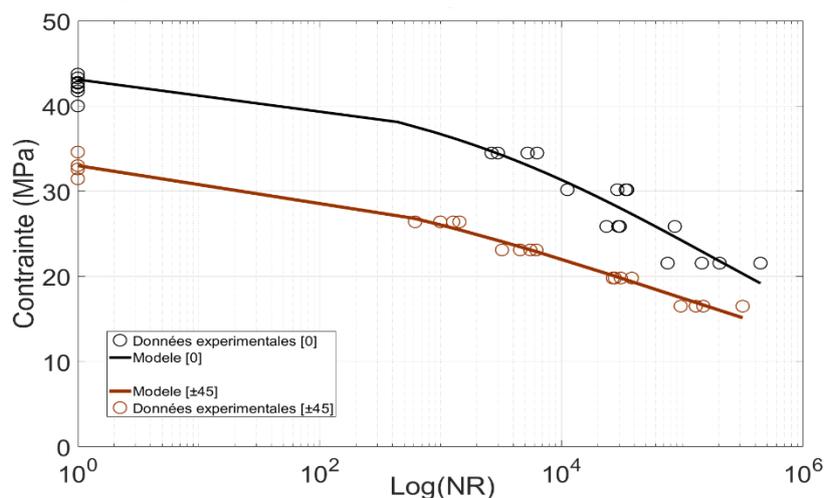


Fig. 7. Diagramme de durée de vie

La fig. 7 présente le digramme de durées de vie avec une modélisation par la loi de puissance de D'Amore où la durée de vie est tracée en fonction de la contrainte maximale pour les deux

orientations. Le modèle de D'Amore (présenté par les traits pleins sur la figure) est en bon accord avec les données expérimentales: coefficient de corrélation  $r^2 = 0,945$  pour l'orientation [0] et  $r^2 = 0,982$  pour  $[\pm 45]$ . Les paramètres  $\alpha$  et  $\beta$  ont été déterminés pour chaque séquence d'empilement :  $\alpha = 0,0244$  et  $\beta = 0,3074$  pour les stratifiés [0], et  $\alpha = 0,0706$  et  $\beta = 0,2277$  pour les composites  $[\pm 45]$ . On peut observer que les composites [0] présentent une diminution plus forte de la résistance à la fatigue en fonction du nombre de cycles à rupture.

### 3.4 Analyse de l'endommagement

Au cours des essais de fatigue, quatre paramètres mécaniques ont été déterminés pour chaque cycle : le module sécant (pente de l'axe de la boucle d'hystérésis), l'énergie dissipée (correspondant à l'aire de la boucle d'hystérésis), la déformation maximale et la déformation minimale. Seule l'évolution du module sera présentée dans cet article.

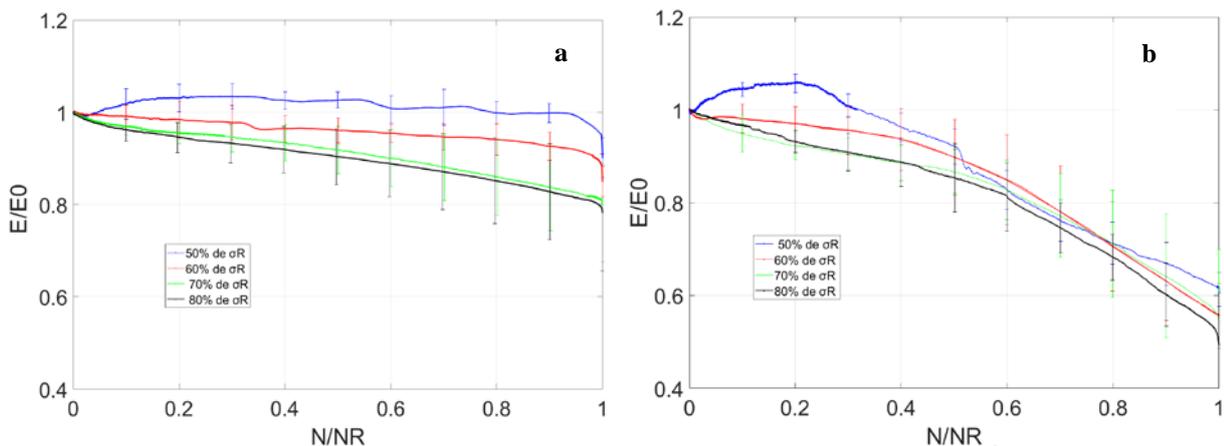


Fig.8. Evolution du module élastique sécant normalisé. a) [0], b)  $[\pm 45]$

La fig. 8 montre l'évolution du module sécant normalisé par le module mesuré au cours du premier cycle ( $E_0$ ) pour chaque niveau de contrainte et pour les deux séquences d'empilement. Chaque courbe représente la moyenne du module à un niveau de charge donné et les barres d'écart-type intègrent les 4 essais réalisés pour la même sollicitation.

Pour le composite [0] (fig. 8a.), on peut voir que la diminution du module dépend essentiellement du niveau de contrainte. Pour les niveaux de contrainte élevés (80% et 70% de  $\sigma_R$ ), le module élastique sécant décroît avec une tendance linéaire pendant la majeure partie de la durée de vie des échantillons, reflétant l'évolution des endommagements. Vers la fin de l'essai, une forte accélération de la diminution peut être observée, jusqu'à la rupture finale des échantillons. Pour les tests effectués à 60% de  $\sigma_R$ , le module élastique est presque constant lors de l'essai de fatigue, avec une diminution significative à la fin de l'essai. Pour les échantillons sollicités à 50% de  $\sigma_R$ , une augmentation du module est tout d'abord observée au début de l'essai de fatigue, puis diminue légèrement avec quelques fluctuations jusqu'à la fin de l'essai où elle chute drastiquement. L'augmentation et la fluctuation du module pour les faibles niveaux de contrainte sont peut-être dues à l'effet de rigidification des composites provoqué par la réorientation des microfibrilles dans les fibres de jute ou par la cristallisation de la cellulose amorphe [5]. Cet effet est plus visible lorsque le niveau de charge est faible, car les endommagements sont moins étendus que lorsque le niveau de charge est élevé.

Pour les composites  $[\pm 45]$ , la diminution du module est plus significative que celle du composite [0]. De plus, la variation du module ne dépend pas du niveau de contrainte. Des résultats similaires ont été observés sur le composite lin / époxy [5] montrant que le comportement des composites hors axe, l'endommagement est plus sensible à l'influence de la matrice.

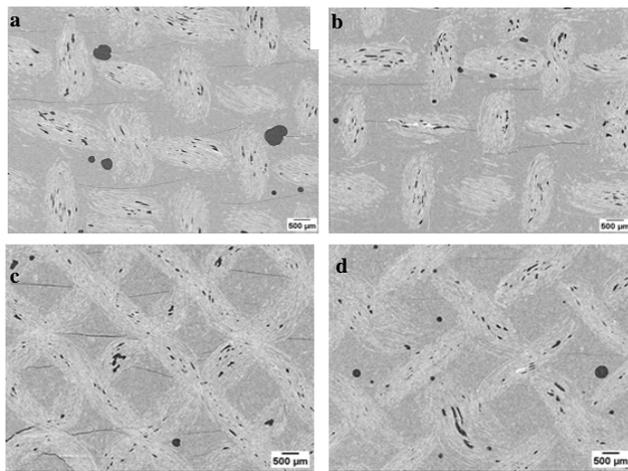


Fig. 9. Images de tomographie. a) [0]-60%, b) [0]-80%, c) [+45]-60%, d) [+45]-80%

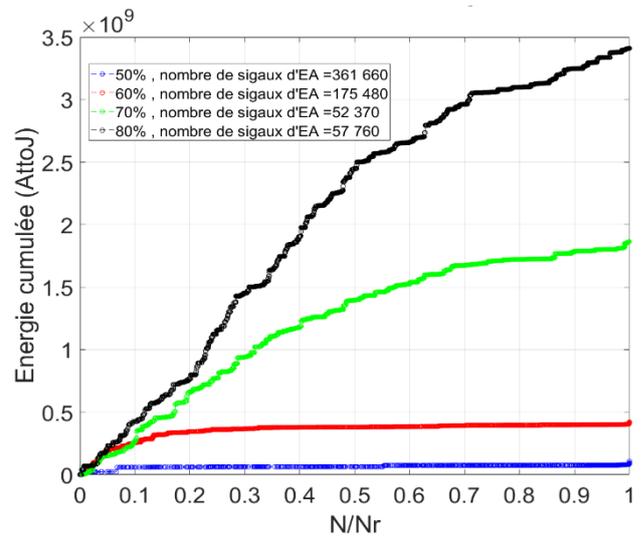


Fig. 10. Energie d'EA cumulée pour les différents niveaux de charge pour le composite [0]

Afin d'analyser les endommagements pour les différents essais de fatigue, un échantillon pour chaque niveau de charge a été analysé après rupture par tomographie X. Les résultats sont présentés sur la fig. 9. Les faibles niveaux de charge présentent plus de fissurations matricielles que les forts niveaux de charge. Pour les bas niveaux de charge, la durée de vie est plus longue, le nombre de signaux d'EA est plus important et le matériau s'endommage davantage. La fig. 10 montre l'évolution de l'énergie acoustique cumulée pour les différents niveaux de charge pour le composite [0]. Comme pour le module, chaque courbe présente l'énergie acoustique moyenne calculée à partir de tous les essais pour un niveau de charge donné. Ce résultat montre que pour les forts niveaux de charge, l'énergie d'EA est plus importante malgré une durée de vie beaucoup plus faible et un nombre de signaux d'EA également plus faible. De plus, l'énergie évolue d'une manière continue durant l'essai de fatigue. Ce résultat montre que pour les composites [0], la chute importante du module pour les forts niveaux de charge est une conséquence de la rupture des fibres. Pour les faibles niveaux de charge, l'énergie d'EA est plus faible, et évolue en trois phases. Ce résultat, et celui obtenu par tomographie X, montrent que pour les forts niveaux de charge, les composites s'endommagent moins par rapport aux faibles niveaux de charge (moins de fissurations matricielles) mais que cet endommagement est plus sévère. Les fibres sont rompues tout au long de l'essai, ce qui provoque la diminution continue du module élastique sécant, entraînant la rupture plus ou moins précoce du composite.

#### 4. Conclusion

Une caractérisation du comportement mécanique en traction monotone d'un composite polyester renforcé par des tissus de jute a tout d'abord été réalisée pour deux types de stratifiés:  $[0]_8$  et  $[+45/-45]_{2s}$ . Les analyses microstructurales et la tomographie X ont permis de caractériser les différents modes d'endommagement : fissuration de la matrice, décohésion fibres/matrice et rupture des fibres. La technique d'EA a permis d'identifier leurs signatures acoustiques ainsi que leur cinétique d'évolution pour les deux orientations : les décohésions fibres/matrice qui se développent en premier, suivies par l'apparition des fissurations matricielles et la rupture des fibres vers la fin de l'essai. Le comportement en fatigue cyclique a été étudié pour les deux séquences d'empilement. Des tests effectués à différents niveaux de charge ont permis de déterminer la courbe de Wöhler pour les composites étudiés. Afin de suivre l'évolution des endommagements au cours des essais, le module élastique sécant, calculé à partir des boucles d'hystérésis, a été mesuré pour chaque cycle. Les résultats ont montré qu'il existe un effet de rigidification pour les faibles niveaux de contrainte. Les observations effectuées sous tomographe ont montré que pour les faibles niveaux de contrainte, la fissuration matricielle est plus importante que pour les forts niveaux de charge, et que pour

l'orientation [0], le comportement est plutôt gouverné par les fibres. Une classification des données d'EA des essais de fatigue permettra d'établir un scénario d'endommagement pour chaque niveau de charge.

## Références

- [1] P. Wambua, J. Ivens, I. Verpoest, Natural fibres: can they replace glass in fibre reinforced plastics?, *Compos Sci Technol*, Vol. 63, pp. 1259–1264, 2003.
- [2] C. Baley, F. Busnel, Y. Grohens, O. Sire. Influence of chemical treatments on surface properties and adhesion of flax fibre-polyester resin. *Composites Part A*, Vol. 37, pp.1626-1637, 2006.
- [3] K. Charlet, A.Béakou. Mechanical properties of interfaces within a flax bundle- Part I: Experimental analysis. *Int J Adhes Adhes*, Vol. 31, pp. 875-881, 2011.
- [4] E. Ramasso, V.Placet, ML. Boubakar. Unsupervised consensus clustering of acoustic emission time-series for robust damage sequence estimation in composites. *IEEE Trans Instrum Meas*, Vol. 64, pp.3297-3307, 2015.
- [5] S. Liang, PB. Gning, L. Guillaumat, Properties evaluation of flax/epoxy composites under fatigue loading, *Int J Fatigue*, Vol. 63, pp. 36-45, 2014
- [6] DS. De Vasconcellos, F. Touchard, L.Chocinski-Arnault, Tension-tension fatigue behavior of woven hemp fibre reinforced epoxy composite : A multi-instrumented damage analysis, *Int J fatigue*, Vol. 59, pp. 159-69, 2014 .
- [7] AN. Towo, MP. Ansell, Fatigue evaluation and dynamic mechanical thermal analysis of sisal fibre–thermosetting resin composites, *Compos Sci Technol*, Vol. 68, pp. 925–932, 2008.
- [8] A. Alia, G. Fantozzi, N.Godin, H.Osmani, P.Reynaud, Mechanical behaviour of jute fibre-reinforced polyester composites: Characterization of damage mechanisms using acoustic emission and microstructural observations, *J Compos Mater* 2019 accepted for publication.
- [9] Y. Dobah, M. Burchak, A. Bezazi, A. Belaadi, F.Scarpa, Multi-axial mechanical characterization of jute fiber/polyester composite materials. *Compos: Part B*, Vol. 90, pp. 450-456, 2016.
- [10] A. Sibil, N. Godin, M. R'Mili et al. Optimisation of acoustic emission data clustering by a genetic algorithm method. *J Nondestruct Eval*, Vol. 31, pp. 169-180, 2012.
- [11] M. Moevus, D. Rouby, N. Godin et al. . Analysis of damage mechanisms and associated acoustic emission in two SiC/[Si-B-C] composites exhibiting different tensile behaviours: Part II: Unsupervised acoustic emission data clustering. *Compos Sci Technol*, Vol. 68, pp. 1250-1265, 2008.
- [12] N. Godin, P. Reynaud, G. Fantozzi, Acoustic emission and durability of composite materials. *In Materials science series*. New York: Wiley-ISTE editions; 2018.
- [13] A. D'Amore, G. Caprino, P. Stupak, J. Zhou, L. Nicolais, Efect of stress ratio on the flexural fatigue bahaviour of continuous stand mat reinforced plastics, *Sci Eng Compos Mater*, Vol. 5, pp 1-8, 1996.