

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

BADJI-MOKHTAR-ANNABA UNIVERSITY
UNIVERSITE BADJI-MOKHTAR-ANNABA



جامعة باجي مختار - عنابة

Année : 2017

Faculté des sciences de l'ingénierie

Département de Génie Civil

THÈSE

Présentée en vue de l'obtention du diplôme de DOCTORAT EN SCIENCES

THÈME

**CONTRIBUTION A L'ANALYSE DU COMPORTEMENT DES
COMPOSITES STRATIFIES JUTE/POLYESTER ET
VERRE/POLYESTER SOUS SOLlicitation CYCLIQUE ET
DYNAMIQUE : PRISE EN COMPTE DE VIEILLISSEMENT**

Option:

Matériaux et Structures

Par :

DJEGHADER Djamel

DEVANT LE JURY :

Président	MERZOU D Mouloud	Pr	Université Annaba
Rapporteur	REDJEL Bachir	Pr	Université Annaba
Examineur	KHALFALLAH Salah	Pr	Université Constantine
Examineur	BOUABAZ Mohamed	MCA	Université Skikda
Examineur	GUENFOUD Mohamed	Pr	Université Guelma
Examineur	BEHIM Mourad	Pr	Université Annaba

Remerciements

Je tiens à remercier le Professeur Bachir REDJEL, mon directeur de thèse, pour m'avoir confié ce travail. Sa gentillesse et sa disponibilité tout temps, m'ont permis de réaliser ce travail dans de bonnes conditions. Merci pour ces longues discussions et les précieux conseils et soutiens.

Je remercie, Mr A. MIR M.C, de l'université de Boumerdès pour la fabrication et l'envoi des matériaux utilisés dans ce travail.

Que Monsieur le Président du jury, les membres du jury trouvent ici l'expression de mes profonds respects pour avoir pris la peine d'examiner le document.

Je remercie chaleureusement, Monsieur Yves GROHENS, Directeur Adjoint Laboratoire LIMATB de l'Université de Bretagne Sud à Lorient pour m'avoir accueilli dans ce laboratoire.

Mes remerciements vont aussi à Monsieur, Antoine KERVOELEN, et Monsieur, Anthony MAGUERESSE de Laboratoire LIMATB pour leurs aides et soutiens.

Mes remerciements vont également à tous les membres du Département de Génie Civil et du laboratoire de Génie civil de l'Université de Annaba.

Sommaire :

Sommaire

Liste des symboles

Liste des figures

Liste des tableaux

Résumé

introduction générale

1

Chapitre I : Etude Bibliographique

3

1.1. Matériaux composites

3

1.1.1. Fibres de verre

4

1.1.2. Fibres de jute

4

1.1.3. Matrice

5

1.2. Phénomène de fatigue

5

1.2.1 Essai de fatigue

6

1.2.2. Paramètres de chargement pour les sollicitations périodiques

6

1.2.3 Courbe de Wöhler ou courbe S-N

7

1.2.4. Modèles mathématiques de la courbe S-N

8

1.2.5. Critère de fatigue

9

1.3. Comportement des matériaux composites en fatigue

11

1.3.1. Mécanismes de rupture

12

1.3.1.1. Ruptures des fibres

12

1.3.1.2. Rupture de la matrice

13

1.3.1.3. Décohésion de l'interface fibre/matrice

13

1.3.2. Évolution des dommages

14

1.3.3. Cas de la flexion

15

1.4. Paramètres généraux qui influent sur la tenue en fatigue

16

1.4.1 Nature du matériau

16

1.4.1.1. Matrice

17

1.4.1.2. Renforts

17

1.4.1.3. Interface fibre et matrice

18

1.4.2 Chargement

19

1.4.3 Environnement

21

1.4.3.1. Température

21

1.4.3.2. Humidité	22
1.5. Essai de Choc Charpy	25
1.5.1. Application de la mécanique linéaire de la rupture aux essais de choc	26
1.5.1.1. Mesure de la ténacité en Choc G_{IC}	26
1.5.2. Comportement au choc des matériaux composites	29
1.6. Vieillissement des matériaux composites	30
1.6.1. Vieillissement des composites en milieu humide	31
1.6.2. Vieillissement en milieu marin	33
Chapitre 2 : Matériaux et méthodes expérimentales	36
2.1. Présentation du matériau	36
2.1.1. Renfort	36
2.1.2. Résine	36
2.2. Mise en œuvre	37
2.2.1. Matériaux composite jute polyester	37
2.2.2. Matériaux composites verre polyester	37
2.3. Technique expérimentales	38
2.3.1. Essais statiques	38
2.3.1.1. Essai de traction	39
2.3.1.2. Essai de flexion	40
2.3.2. Essai de fatigue en flexion 3 point	42
2.3.3. Essai de Choc Charpy	44
2.4. Processus de vieillissement	45
Chapitre 3 : Caractérisation des matériaux non vieillis	48
3. 1. Caractérisation en statique	48
3.1.1. Essai de traction	48
3.1.2. Essai de flexion	50
3.2. Essai de fatigue cyclique	52
3.3. Caractérisation en choc	56
Chapitre 4 : Cinétique de diffusion et mouillabilité	63
4.1. Cinétique d'absorption en milieu humide	63
4.1.1. Gain de poids	63

4.1.2. Diffusion d'eau	68
4.2. Cinétique de diffusion	70
4.3. Effet de la nature de renfort sur la diffusion de l'eau douce l'eau de mer	72
4.3.1. Diffusion de l'eau douce	72
4.3.1. Diffusion de l'eau de mer	73
Chapitre 5 : Influence du vieillissement sur le comportement en fatigue	75
5.1. Vieillissement hydrique	75
5.1.1. Composite jute/polyester JP40	76
5.1.2. Composite verre/polyester VP40	81
5.2. Vieillissement marin :	85
5.2.1. Composite jute/polyester JP40	86
5.2.2. Composite verre/polyester JP40	88
5.3. Analyse des Causes de la dispersion	90
Chapitre 6 : Influence de vieillissement hydrique sur le comportement en choc	92
6.1. Taux de restitution d'énergie	92
6.1.1. Composite jute/polyester JP40	93
6.1.2. Composite verre/polyester	95
Conclusion générale	99
Références bibliographiques	101

Liste des symboles :

a	Longueur d'entaille (mm)
C	Complaisance
c	concentration locale en solvant
(D)	coefficient de diffusion ($m^2.s^{-1}$)
D_s	Parametre d'interphase
E	Module d'élasticité (MPa)
E_f	Module de flexion (MPa)
E_{fibre}	Module de Young des fibres (MPa)
$E_{matrice}$	Module de Young de la matrice (MPa)
e_i	Epaisseur de l'interphase (mm)
G	teneur totale en humidité
G_c	Energie de rupture (Joule)
G_{IC}	Ténacité en choc (Taux de restitution d'énergie) (KJ/m^2)
g	accélération de la pesanteur ($m.s^{-2}$)
m_0	Masse initiale de l'échantillon (g)
m_t	Masse après vieillissement (g)
M	Teneur en humidité à l'équilibre(%)
N_f	Nombre de cycles à la rupture
P	Probabilité de défaillance
R	Rapport de charge en fatigue
R^2	Indice de confiance
R_e	limite d'élasticité (MPa)
R_f	Rayon de la fibre(mm)
U	Energie de choc (Joule)

Liste des symboles

U_c	Energie cinétique (Joule)
V_f	Fraction volumique des fibres (%)
σ_a	Contrainte de rupture (MPa)
σ_{\min}	Contrainte minimale en fatigue (MPa)
σ_{\max}	Contrainte maximale en fatigue (MPa)
σ_u	Contrainte ultime (MPa)
σ_{moy}	Contrainte moyenne (MPa)
σ_a	Amplitude de Contrainte (MPa)
σ_D	Limite d'endurance (MPa)
σ_D	Limite d'endurance conventionnelle (MPa)
σ_f	contrainte de rupture (MPa)
σ_m	Contrainte de rupture de la matrice (MPa)
τ_i	Contrainte de cisaillement (MPa)
Φ	facteur de calibration

Liste des figures :

Chapitre 1. Etude Bibliographique

Figure. 1. 1. Paramètre de charge d'un essai de fatigue	7
Figure 1. 2. Courbe de la fatigue et définition des domaines d'endurance	8
Figure. 1.3. Présentation graphique des théories de Goodman, Söderberg, Gerber et Morrow	11
Figure 1.4. Allure typique d'un comportement en flexion alternée	15
Figure 1.5. Courbe S-N d'un composite unidirectionnel renforcé par fibre de jute	19
Figure 1.6. Courbe S-N pour un composite verre polyester soumis a une force de traction	20
Figure.1.7. Courbe de diffusion de type Fick	24
Figure 1.8. Représentation du mouton-pendule	26
Figure 1.9. Position de l'éprouvette au moment de l'impact avec le couteau du pendule.	26
Figure 1.10. Courbe force - déplacement d'une rupture fragile.	28
Figure 1.11. Rupture ductile.	28
Figure1.12. Observation en MEB d'une éprouvette en polyéthylène pure après l'essai de choc	29
Figure1.13. Observation en MEB d'une éprouvette en polyéthylène avec 20% de fibre de jute après l'essai de choc	29

Chapitre 2. Matériaux et méthodes expérimentales

Figure 2.1. Plaque en composite bidirectionnel jute polyester 40 %	37
Figure 2.2. Plaque en composite multidirectionnel verre polyester 40%	37
Figure 2.3. Plaque en composite multidirectionnel verre polyester 20% et 30%	38
Figure 2.4. Machine de flexion universelle (Zwick Z020).	39
Figure 2.5. Dispositif d'essai de traction.	39
Figure.2.6. Éprouvettes utilisées en traction.	40
Figure 2.7. Dispositif d'essai de flexion 3 points.	41
Figure 2.8. Éprouvettes utilisées en flexion.	41
Figure.2.9. Éprouvette utilisée en fatigue	42
Figure 2.10. Dispositif de l'essai de fatigue en flexion 3 point	43
Figure 2.11 : signal sinusoïdal utilisé.	43
Figure 2.12. Éprouvettes utilisées aux essais de choc Charpy.	44
Figure 2.13. Machine d'essai Charpy avec affichage numérique.	45
Figure 2.14. Éprouvettes vieilles	46
Figure 2. 15. Éprouvettes pesées par une balance OHAUS Adventurer Pro AV8101	47

Chapitre 3. Caractérisation des matériaux non vieillis

Figure 3.1. Courbe de traction d'un composite bidirectionnel jute – polyester.	49
Figure 3.2. Courbe de traction d'un composite multidirectionnel verre – polyester.	50
Figure.3.3. Courbe contrainte – déformation en flexion 3 point d'un composite bidirectionnel jute – polyester	51
Figure.3.4. Courbe contrainte – déformation en flexion 3 points d'un composite industriel multidirectionnel verre – polyester	51
Figure 3.5. Essai de fatigue en flexion 3 points	53
Figure 3.6. Courbe de Wöhler pour le composite JP40	55
Figure 3.7. Courbe de Wöhler pour le composite VP40	55
Figure 3.8. Énergie de rupture totale U en fonction des surfaces rompues $BD\phi$ de la résine polyester P	58
Figure 3.9. Énergie de rupture totale U en fonction des surfaces rompues $BD\phi$ le composite JP40	58
Figure 3.10. Énergie de rupture totale U en fonction des surfaces rompues $BD\phi$ le composite VP40,VP30 et VP20.	59
Figure.3.11. Éprouvettes endommagées par choc	61

Chapitre 4. Cinétique de diffusion et mouillabilité

Figure 4. 1. Courbe de gain du poids en fonction de la durée d'immersion du matériau composite jute/polyester JP40	65
Figure 4.2. Courbe de gain du poids en fonction de la durée d'immersion du matériau composite verre/polyester VP40	67
Figure 4.3 : Courbe de diffusion : ajustement graphique $\text{Log}(M_t/M_m)$ en fonction de $\text{Log}(t)$ de composite jute polyester 40%	69
Figure 4.4 : Courbe de diffusion : 'ajustement graphique $\text{Log}(M_t/M_m)$ en fonction de $\text{Log}(t)$ de composite verre polyester 40%	70
Figure 4.5. Cinétique de gain de poids pour le composite JP40.	71
Figure 4.6. Cinétique de gain de poids pour le composite VP40.	72
Figure. 4.7. Histogramme du gain de poids en fonction de la durée de vieillissement dans l'eau douce des composites JP40 et VP40	73
Figure. 4.8. Histogramme du gain de poids en fonction de la durée de vieillissement dans l'eau de mer des composites JP40 et VP40	74

Chapitre 5. Influence du vieillissement sur le comportement en fatigue

Figure 5.1. Courbe de Wöhler pour le composite JP40 vieillis dans l'eau douce	77
Figure 5.2. Limite d'endurance en fonction de niveau de chargement de composite JP40 vieilli dans l'eau douce	79
Figure 5.3. Image microscopique des faciès de rupture d'un éprouvette JP40	80
Figure 5.4. Courbe de Wöhler pour le composite VP40 vieilli dans l'eau douce	81
Figure 5.5. Limite d'endurance en fonction de niveau de chargement de composite VP40 vieilli dans l'eau douce	84
Figure.5.6. Image en microscope électronique à balayage de composite Verre/polyester	84
Figure 5.7. Courbe de Wöhler pour le composite JP40 vieillis dans l'eau de mer	86
Figure 5.8. Limite d'endurance en fonction de niveau de chargement de composite JP40 vieilli dans l'eau de mer	88
Figure 5.9. Courbe de Wöhler pour le composite VP40 vieillis dans l'eau de mer	89
Figure 5.10. Limite d'endurance en fonction de niveau de chargement de composite VP40 vieilli dans l'eau de mer	90
Figure 5 .11. Image en Microscope électronique a balayage	91

Chapitre 6. Influence de vieillissement hydrique sur le comportement en choc

Figure 6.1. Énergie de rupture totale U en fonction des surfaces rompues $BD\phi$ de composite JP40 vieilli dans l'eau douce.	94
Figure 6.2. Image en microscope électronique à balayage de faciès de rupture de composite jute/polyester JP40.	95
Figure 6.3. Énergie de rupture totale U en fonction des surfaces rompues $BD\phi$ pour le composite verre/polyester VP20 vieilli dans l'eau douce pour 30 et 90 jours	96
Figure 6.4. Énergie de rupture totale U en fonction des surfaces rompues $BD\phi$ pour le composite verre/polyester VP30 vieilli dans l'eau douce pour 30 et 90 jours	96
Figure 6.5. Histogramme de la ténacité en choc en fonction de la durée de vieillissement dans l'eau douce de composite VP20 et VP30	97
Figure. 6.6 Images en microscope électronique a balayage des surfaces rompues de composite verre polyester	98

Liste des tableaux :

Chapitre 1. Etude Bibliographique

Tableau 1.1. Modèles mathématiques de la courbe S-N	9
---	---

Chapitre 2. Matériaux et méthodes expérimentales

Tableau 2.1. Dimensions des éprouvettes de choc Charpy.	44
---	----

Chapitre 3. Caractérisation des matériaux non vieillis

Tableau 3.1 : Caractéristiques mécaniques en traction	48
---	----

Tableau 3.2 : Caractéristiques mécaniques en flexion 3 points	50
---	----

Tableau 3.3 Durées de vies moyennes des éprouvettes testées pour tous les matériaux ; écart-type entre parenthèses	54
--	----

Tableau 3.4. Paramètres identifiés pour le modèle de Wöhler des composites JP40 et VP40	54
---	----

Tableau 3.5. Énergie totale de rupture et surfaces rompues des composites : Résine polyester <i>P</i> , <i>JP40</i> , <i>VP40</i> , <i>VP30</i> et <i>VP20</i>	57
--	----

Tableau 3.6. Ténacité en choc G_{IC} et énergie cinétique U_c pour différents matériaux testés	60
--	----

Chapitre 4. Cinétique de diffusion et mouillabilité

Tableau 4.1. Gain du poids en fonction du temps d'immersion dans l'eau douce	64
--	----

Tableau 4.2. Valeur de n et K pour les composites JP40 et VP40	68
--	----

Tableau 4.3. Coefficient de diffusion (D) pour les composites JP40 et VP40	71
--	----

Chapitre 5. Influence du vieillissement sur le comportement en fatigue

Tableau 5.1. Durées de vie moyennes de composite jute/polyester JP40 et verre/polyester VP40 vieilli dans l'eau douce	76
---	----

Tableau 5.2. Coefficients A , B et R^2 des courbes de Wöhler de Composite <i>JP40</i> non vieilli et composite <i>JP40</i> vieilli.	78
---	----

Tableau 5.3. Coefficients A , B et R^2 des courbes de Wöhler de Composite <i>VP40</i> non vieilli et composite <i>VP40</i> vieilli.	82
---	----

Tableau 5.4. Durées de vie moyennes de composite jute/polyester JP40 et verre/polyester VP40 vieillis dans l'eau de mer 85

Tableau 5.5. Coefficients A, B et R^2 des courbes de Wöhler de Composite JP40 non vieilli et composite JP40 vieilli dans l'eau de mer. 87

Tableau 5.6. Coefficients A, B et R^2 des courbes de Wöhler de Composite JP40 non vieilli et composite VP40 vieilli dans l'eau de mer. 89

Chapitre 6. Influence de vieillissement hydrique sur le comportement en choc

Le tableau 6.1. Résultats de l'essai de choc Charpy de composite jute/polyester et verre/polyester. 93

Résumé :

Dans la présente étude, une caractérisation en statique, en fatigue et en choc des composites jute/polyester et verre/polyester a été étudiée expérimentalement à fin qu'ils subissent un vieillissement hydrique et marin. L'essai de traction uni-axiale et de flexion 3 points montrent le comportement des matériaux à partir de l'analyse des contraintes en fonction des déformations. L'analyse du comportement en fatigue a été expliquée par l'établissement des courbes d'endurance basées sur l'équation de Wöhler. L'essai de choc Charpy permet de déterminer l'énergie de choc ainsi que le taux de restitution d'énergie des matériaux composites, l'interprétation des résultats a été faite par la méthode de complaisance proposée par Williams à partir des lois de la mécanique de la rupture. L'immersion des composites jute/polyester et verre/polyester dans l'eau douce et dans l'eau de mer provoque une dégradation des propriétés mécaniques en fatigue et en choc dynamique.

Abstract:

In this study, a static, fatigue and impact characterization of composite material jute/polyester and glass/polyester has been studied experimentally and are ageing under freshwater and seawater. The test of tensile and 3 points bending show the behavior of composites from stress analysis based on strain. The analysis of the fatigue behavior was explained by the establishment of endurance curves based on the Wöhler equation. The Charpy impact test determines the impact energy and the rate of energy release of composite materials; interpretation of results was made by the compliance method proposed by Williams from the laws of mechanics of the break. The immersion of the composite jute/polyester and glass/polyester in freshwater and seawater causes a degradation of the mechanical fatigue properties and dynamic impact.

ملخص

هذه الدراسة تتطرق للتحليل التجريبي للخصائص الثابتة والخصائص عند التعب وفي حالة الصدمات للمواد المركبة جوت/بوليستر وزجاج/بوليستر وبعدها تتعرض هذه المواد للشيخوخة في الماء العذب وماء البحر. نتائج اختبار الشد أحادي المحور والانحناء 3 نقاط تظهر سلوك المواد من تحليل الإجهاد على أساس تشوه. منحنيات التحمل على أساس معادلة وولر استعملت لتحليل سلوك التعب. اختبار الصدمة لشاربي يحدد تأثير الطاقة ومعدل إطلاق الطاقة من المواد المركبة، تم تفسير النتائج وفقا لطريقة الراحة التي كتبها وليامز المقترحة من قوانين الميكانيكا. الغمر في المياه العذبة ومياه البحر للمواد المركبة جوت/بوليستر وزجاج/بوليستر يؤدي إلى تدهور الخصائص الميكانيكية في حالة التعب والصدمة الديناميكية.

Introduction générale :

Les matériaux composites à fibres sont de plus en plus utilisés dans des applications aéronautiques, les constructions navales et dans la fabrication de composants de série pour les automobiles, les équipements domestiques, les industries de loisir et pales d'éoliennes. Ils offrent plusieurs propriétés souhaitables, y compris la haute résistance à la flexion, haute rigidité spécifique, légèreté et l'anisotropie contrôlée. En dépit de ces avantages par rapport aux matériaux de construction conventionnels tels que les métaux, les composites sont sensibles à la chaleur et l'humidité lors du fonctionnement en dur et des conditions environnementales changeantes. Lorsqu'ils sont exposés à des environnements humides (verre/polyester, jute/polyester) absorbent l'humidité et subissent une expansion volumétrique.

Les composites à matrice thermodurcissable renforcés par fibre naturelle telle que le jute, sont utilisés actuellement pour produire des panneaux isolants et des composants automobiles, des garnitures de portes et des garnitures latérales, des plaques de protection et des coffres arrière. La mutation a déjà eu lieu avec succès dans de nombreux cas de figure. Elle est à l'ordre du jour pour des applications de plus en plus exigeantes sur le plan de la fiabilité, mais elle ne pourra s'opérer que si la durabilité des matériaux composites est mieux connue. Cette méconnaissance est en partie liée à la complexité des mécanismes de vieillissement sous différents environnements, et d'endommagement d'origine mécanique. L'utilisation des matériaux composites renforcés par des fibres de verre dans les diverses applications structurales telles que l'industrie aéronautique, l'industrie automobile, les réservoirs de stockage, la construction préoccupent de plus en plus les concepteurs quant aux effets critiques des fissures et des défauts sur leur comportement dans les différents environnements envisagés tel que l'humidité et l'eau de mer.

Cependant, ces matériaux restent beaucoup moins fiables que les matériaux métalliques, notamment lorsqu'ils sont soumis à des sollicitations cycliques telles que la fatigue et les sollicitations dynamiques telles que les forces de choc. Ainsi, des études sur les évolutions et les modélisations des dommages provoqués par des charges répétées durant la durée de vie des structures et des matériaux composites s'avèrent d'une nécessité importante est utile pour la prévision de leur comportement.

Les mécanismes de vieillissement des matériaux composites sont très divers et peuvent varier en fonction de pourcentage des fibres, des conditions de vieillissement et la structure des matériaux (géométrie). De tels matériaux sont très sensibles à des contraintes environnementales (humidité, température) et mécaniques qui peuvent créer des dégradations irréversibles et rendre une pièce inutilisable.

L'humidité et les contraintes liées à l'expansion de l'humidité induite peuvent entraîner une faible tolérance aux dommages, avec un effet négatif sur la durabilité structurelle à long terme

des matériaux. L'expansion volumétrique différentielle de la matrice et les fibres est observée en raison de l'absorption d'humidité, ce qui conduit encore à la génération de contraintes et de déformations localisées, en particulier pour les matériaux composites à matrice thermodurcissable.

L'objectif principal de ce travail est d'étudier le comportement à long terme en statique (essai de fatigue cyclique par flexion 3 points) et en dynamique (essai de choc Charpy) des matériaux composites verre/polyester et jute/polyester sous différentes conditions environnementales (l'eau douce et l'eau de mer).

La recherche se basera en premier temps sur la caractérisation en statique des matériaux composites dans le but de déduire la charge de rupture en flexion 3 points afin de construire la courbe de fatigue en flexion cyclique. Puis, une caractérisation en choc des éprouvettes pré fissurées en utilisant la méthode de compliance pour déduire la ténacité en choc dynamique.

Par la suite, une analyse des phénomènes de diffusion et de l'absorption d'eau pour plusieurs périodes de vieillissement chimique des composites jute/polyester et verre/polyester en utilisant la loi de Fick. Ensuite, nous sommes intéressés à l'analyse et l'interprétation de la fatigue et de la rupture des matériaux par l'établissement de la courbe de Wohler avec la prise en compte de l'effet de vieillissement hydrique et vieillissement marin.

Enfin, les performances mécaniques en choc dynamique des composites vieillis dans l'eau douce seront comparées à des composites non vieillis en utilisant les principes de la mécanique linéaire élastique de la rupture.

Chapitre 1 : Etude bibliographique

Ce chapitre présente une revue bibliographique sur les matériaux composites à base des matrices thermodurcissables (à renfort de verre et de jute), la réponse mécanique sous chargement de fatigue cyclique, les différentes approches d'analyse la courbe de Wohler et les mécanismes d'endommagement. Puis, une identification des différents paramètres influe sur la tenue en fatigue des composites jutes/polyester et verre/polyester. Par la suite , une présentation détaillée de l'essai de choc Charpy, l'application de la mécanique linéaire élastique de la rupture au calcul de la ténacité en choc dynamique des composites. enfin, une étude sur l'effet de l'absorption d'eau et le vieillissement chimique sur le comportement en choc des matériaux composites

1.1. Matériaux composites

Un matériau composite est un matériau hétérogène composé d'au moins deux matériaux non miscibles. Il nécessite l'association intime d'au moins deux composants: le renfort et la matrice, qui doivent être compatibles entre eux et se solidariser, ce qui introduit la notion d'un agent de liaison interface. Les renforts vont supporter les efforts mécaniques, la matrice sert de liant et répartit les efforts mécaniques. Le matériau composite a donc des propriétés spécifiques que ses matériaux constitutifs seuls ne possèdent pas. Les renforts peuvent être des fibres courtes ou des fibres longues (carbone, verre, kevlar, jute, aramide,...). Les matrices peuvent être des matrices organiques (thermodurcissables ou thermoplastiques), céramiques ou métalliques.

Le choix d'un matériau composite dépend beaucoup de l'environnement et surtout de l'humidité, la température et les sels (l'eau de mer). Il est nécessaire de comprendre le mécanisme d'endommagement ainsi que le rôle des renforts (fibres). De façon générale, le mécanisme d'endommagement au moment de chargement dans le cas des composites est différent de celui des polymères. L'endommagement dans un composite peut se situer dans la fibre, dans la matrice et dans l'interface fibre/matrice. Le procédé de fabrication influence également l'endroit où s'amorce l'endommagement. Après fabrication de la pièce, l'interface

fibres/matrice joue un rôle essentiel sur le comportement du matériau lorsqu'il est soumis à une contrainte mécanique et c'est pourquoi il est obligatoire de comprendre sa nature.

1.1.1. Fibres de verre

Le verre est un matériau vitreux et isotrope, et il reste identique même après étirage. Il est composé essentiellement de silice (SiO_2), d'un oxyde alcalin (oxyde de sodium) et d'un oxyde alcalino-terreux (oxyde de calcium). C'est un matériau élastique et fragile et sa résistance à la rupture dépend de micro-défauts superficiels. La température de fusion du verre est environ $1750\text{ }^\circ\text{C}$ [1], donc il conserve ses caractéristiques jusqu'à des températures très élevées.

Pour obtenir une résistance à la rupture ainsi qu'un module d'élasticité beaucoup plus élevé, les fibres jouent un rôle essentiel dans le matériau. Pour fabriquer les fibres de verre, le diamètre des trous de la filière est environ 1 mm et le diamètre des fibres est environ $10\text{ }\mu\text{m}$ [2]. Leur utilisation dans les composites est principalement limitée par la rigidité insuffisante pour certaines applications comme les pièces de structure primaire en aéronautique, et le vieillissement accéléré au contact prolongé de l'eau et de températures élevées. Le verre qui est le plus utilisé pour les renforts est le verre de type E, la raison principale est qu'il est moins cher que les autres verres. Il est connu pour ses propriétés diélectriques [3][4].

1.1.2. Fibres de jute :

Le jute est une fibre libérienne obtenue à partir de tissus libériens intérieurs de la tige de la plante [5]. La longueur moyenne des fibres est de 2 mm, avec une largeur de $20\text{ }\mu\text{m}$. Les caractéristiques de ces fibres sont généralement assimilées à celles du kénaf. La fibre de jute est l'une des agro-fibres les plus courantes, ayant un module de traction élevée et un faible allongement à la rupture. Il existe de nombreux rapports sur l'utilisation de jute comme des fibres de renfort pour thermodurcissables et thermoplastiques [6]. Sur une base de poids et de coût, les fibres de jute ont été observées pour être supérieures aux fibres de verre en tant que renforts composites [7].

La surface de la fibre de jute est l'un des meilleurs exemples de comportement hydrophile induit par la prédominance des groupes (-OH). La teneur en humidité du jute est de 12,6 % en poids [8]. En raison de la présence de groupes hydroxyle et d'autres groupes polaires dans les divers constituants du jute, le regain d'humidité est élevé, ce qui conduit à une mauvaise mouillabilité de la résine, la faible liaison interfaciale entre les fibres et les matrices relativement plus hydrophobes. La modification de surface de jute est une étape importante pour améliorer le caractère hydrophobe de la surface du jute hydrophile. Certaines modifications de surface peuvent diminuer l'absorption de l'humidité avec une augmentation de la mouillabilité de fibres avec de la résine, ainsi que la force de liaison interfaciale [6].

Le jute a beaucoup d'avantages comme textile, il est fort et durable, sa protection ultraviolette bruit et isolation thermique, basse conductivité thermique. En outre, les tissus faits de fibres de jute sont anhydride carbonique, neutre et naturellement décomposable [9].

1.1.3. Matrice

La matrice est elle-même composée d'une résine polymère (thermodurcissable ou thermoplastique) et éventuellement de charges dont le but est d'améliorer les caractéristiques de la résine tout en diminuant le coût de production. D'un point de vue mécanique, l'ensemble résine - charge se comporte comme un matériau homogène, et le composite est considéré comme constitué d'une matrice et d'un renfort.

La résine la plus utilisée dans l'application des composites de grande diffusion est la résine de polyester insaturé. Cette résine contenant un monomère (généralement le styrène) est réticulée à température ambiante par addition d'un catalyseur de type peroxyde organique et d'un accélérateur. Elle passe successivement de l'état liquide visqueux initial à l'état de gel, puis à l'état de solide infusible. La réaction est exothermique et la température de la résine augmente progressivement depuis le gel jusqu'à un maximum pour redescendre ensuite lentement à la température ambiante [10].

Le durcissement sera d'autant plus rapide ou, si l'on préfère, le temps nécessaire dans le moule sera d'autant plus court que la courbe de température en fonction du temps se rapprochera davantage de la verticale. La réaction de durcissement dépend de la réactivité de la résine, de la forme de l'objet fabriqué (épaisseur, etc.), de la nature et de dosage du système catalytique.

1.2. Phénomène de fatigue

Toute pièce peut subir durant son fonctionnement à un certain nombre de sollicitations répétées qui provoquent avec le temps un endommagement parfois catastrophique, d'un certain nombre de structures alors que celles-ci ne sont soumises qu'à des sollicitations jugées modestes par rapport aux capacités statiques des matériaux définis communément par leur résistance à la rupture. Le responsable de ces endommagements est très souvent le phénomène de fatigue du matériau, au caractère particulièrement insidieux puisque se développant lentement dans le temps, sans modifications macroscopiquement apparentes des pièces et structures et dans des zones souvent inaccessibles, mais particulièrement sujettes à cet endommagement de par leur conception.

Le phénomène de fatigue conduit à la rupture des éléments structuraux sous chargement plus faible que la limite de rupture sous chargement monotone. Pour faire face à cette difficulté, il faut pouvoir ou bien connaître la durée de vie de la structure (donnée statistique fournie avec une incertitude fixée) ou bien dimensionner la structure pour avoir une durée de vie infinie [11]. Il convient donc notamment pour les pièces dites vitales de les dimensionner avec une contrainte maximale inférieure à la limite de fatigue (aussi nommée seuil d'endurance) ou bien de prédire leur durée de vie et la fréquence de leur remplacement, ou encore à défaut de

prédiction fiable de surveiller leur éventuelle évolution de manière à détecter le seuil d'acceptabilité avant échange.

1.2.1 Essai de fatigue

L'essai de fatigue consiste à appliquer sur une pièce un chargement de cycles répétés d'efforts et/ou déformations qui conduisent à une rupture prématurée d'une partie de l'élément; et cela, pour des amplitudes de sollicitations souvent bien inférieures à la limite élastique du matériau. Le type de chargement est caractérisé par le rapport de charge R (Eq. 1.1) de la contrainte minimale σ_{min} et la contrainte maximale σ_{max} par cycle, comme indiqué sur la figure. 1.1.

L'établissement de la courbe de réponse en fatigue cyclique d'un matériau nécessite la réalisation d'essais sur plusieurs niveaux de chargement qui sont pris en général dans la plage entre 20 % et 80 % de la contrainte ultime σ_u [12]. L'application de la contrainte ultime à 100% provoque la rupture immédiate du matériau en 1 cycle. Dans certaines études, les essais sont pilotés en terme de déformation.

Il existe plusieurs types de chargement cyclique dans le but de trouver la tenue en fatigue, telle que la fatigue par flexion [13][14][15], torsion [16], chargements combinés ou multiaxiaux [17] [18] [19]. Bien d'autres travaux se sont intéressés au calcul prévisionnel de la durée de vie de systèmes ou de structures soumises à des chargements variables [20][21] [22], voire aléatoires [23] [24] [25], ainsi qu'à leur tenue en fatigue après impact [26] [27], etc.

1.2.2. Paramètres de chargement pour les sollicitations périodiques

Il existe différents paramètres de sollicitations périodiques. Le plus souvent la contrainte (ou la force) est contrôlée au cours de l'essai. La forme des cycles peut être périodique sinusoïdal, triangulaire, carré, ou aléatoire.

Pour le cas des sollicitations périodiques, la figure 1.1 représente les paramètres du chargement qui suivent :

Le rapport de contraintes $R = \frac{\sigma_{min}}{\sigma_{max}}$ (Eq. 1.1)

La contrainte moyenne $\sigma_{moy} = \frac{(\sigma_{max} + \sigma_{min})}{2}$ (Eq. 1.2)

L'amplitude $\sigma_a = \frac{(\sigma_{max} - \sigma_{min})}{2}$ (Eq. 1.3)

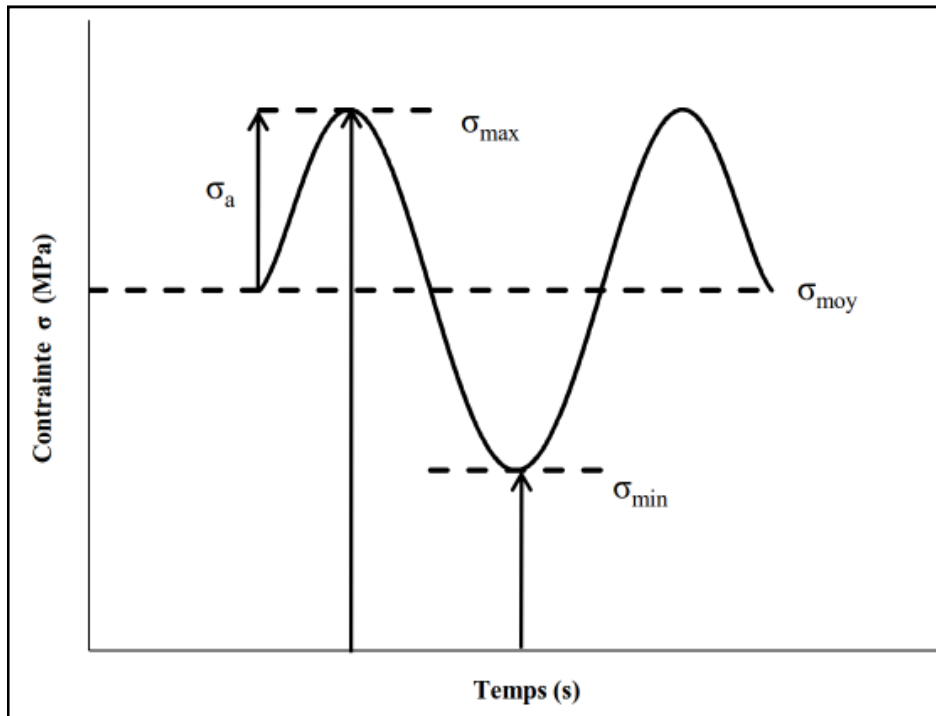


Figure. 1. 1. Paramètre de charge d'un essai de fatigue

Lorsque $R = -1$, on parle de fatigue alternée (le chargement alterne traction et compression), pour $-1 < R < 0$, on parle de fatigue alternée dissymétrique, lorsque $R = 0$ on parle de fatigue répétée (la sollicitation consiste en des chargements de traction répétés, avec déchargement total à chaque cycle), et lorsque $0 < R < 1$ on parle de fatigue ondulée (le chargement est en traction avec une contrainte toujours positive).

1.2.3 Courbe de Wöhler ou courbe S-N

La courbe de Wöhler ou courbe SN (S: contrainte, N: Nombre de cycles) représente l'amplitude de contrainte (ou la contrainte maximale) en fonction du nombre de cycles supportables (échelle logarithmique) par le matériau ou la pièce jusqu'à un critère de ruine donné. Ainsi, à chaque pièce testée, correspond donc un point du plan (N, σ) et à partir d'un certain nombre d'essais à contrainte généralement décroissante, on peut établir la courbe de Wöhler (Figure 1.2) qui permet de quantifier la durée de vie du matériau [28]. Cette courbe peut-être divisée en trois zones de durées de vie dont la première représente le domaine de la fatigue oligocyclique correspond aux durées de vie courtes avec des contraintes élevées pour lesquelles se produit une déformation plastique macroscopique du matériau. La zone II est celui le domaine d'endurance limitée, ou la rupture apparait généralement sans être accompagnée d'une déformation plastique, la réponse du matériau peut être purement élastique dès les premiers cycles. La zone III qui représente le domaine d'endurance illimitée. Elle correspond aux contraintes les plus petites, inférieures à une contrainte seuil. Au delà de cette valeur limite de σ , notée σ_D , il n'y a jamais de rupture par fatigue quel que soit le nombre de cycles appliqué. C'est la limite d'endurance, appelée encore limite de fatigue conventionnelle [29].

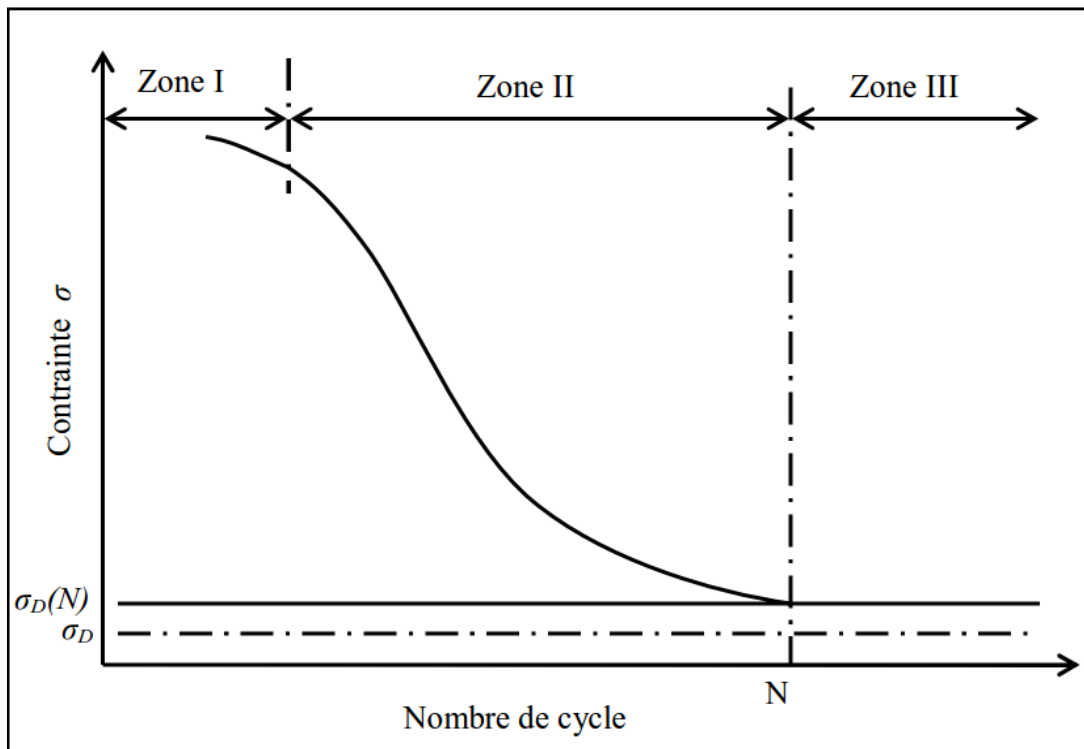


Figure 1. 2. Courbe de la fatigue et définition des domaines d'endurance

La limite de fatigue ou limite d'endurance σ_D correspond à la contrainte pour laquelle la rupture vient après un nombre de cycles supérieur à la durée de vie envisagée pour la pièce. Lorsque le comportement du matériau ne présente pas de zone d'endurance illimitée, comme c'est souvent le cas pour les composites, une limite d'endurance conventionnelle $\sigma_D(N)$ est définie pour un nombre N de cycles, fixé d'avance [12].

1.2.4. Modèles mathématiques de la courbe S-N

La relation mathématique de la courbe S-N a été publiée pour la première fois par August Wöhler en Allemagne sur des axes ferroviaires dans les années 1870 [30]. Depuis lors, d'autres modèles ont été proposés afin de prendre en compte de plus en plus de détails de la courbe de fatigue. Le tableau 1.1 regroupe les principaux modèles utilisés, qui sont déterministes et correspondent à une probabilité de défaillance $P = 50\%$. Il est possible ensuite d'en déduire des courbes de rupture plus faibles, comprises entre 1% et 10%. Les modèles de Wöhler et de Basquin sont jusqu'ici les plus utilisés en raison de leur simplicité et de leur précision.

Modèle	Equation fonctionnelle
Wohler (1970)	$\log N_f = A + B\sigma$
Basquin (1910)	$\log N_f = A + B \log(\sigma)$
Strohmeyer (1914)	$\log N_f = A + B \log(\sigma - \sigma_0)$
Palmgren (1924)	$\log(N_f + D) = A + B \log(\sigma - \sigma_0)$
Weibull (1949)	$\log(N_f + D) = A + B \log\left(\frac{\sigma - \sigma_0}{\sigma_t - \sigma_0}\right)$
Bastenaire (1972)	$\log(N_f + D) = \frac{A \exp^{-C(\sigma - \sigma_0)}}{\sigma - \sigma_0}$
Spindel-Haibach (1981)	$\log N_f = A + B \log(\sigma) + C \log\left(1 + \left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^{-2\alpha}\right)$
Castillo et al (1985)	$\log N_f = A + \frac{B}{\log(\sigma) - \log(\sigma_0)}$

Tableau 1.1. Modèles mathématiques de la courbe S-N[31]

N_f est le nombre de cycles à la rupture sous un chargement σ . A , B , C , D , σ_0 , σ_b , α sont des paramètres expérimentaux à identifier.

1.2.5. Critère de fatigue

La normalisation internationale présente la courbe S-N comme étant hyperbolique pour les aciers et quasi hyperbolique pour les autres alliages. De cette hypothèse, il est admis que, au-delà de 10^7 cycles, la durée de vie en fatigue tend vers l'infini. Il est admis, de plus, que la valeur asymptotique de la contrainte cyclique correspondant à 10^7 cycles devient une limite de fatigue, cette dernière étant déterminée par une approche statistique fondée sur une

répartition log-normale de la dispersion, seconde hypothèse peu crédible au regard des résultats de fatigue gigacyclique [32].

Plusieurs relations empiriques qui se rapportent l'évolution de la courbe de Wöhler et la sollicitation moyenne considérée (σ_{moy}). Ces méthodes définissent différentes courbes pour connecter la limite d'endurance (σ_D) sur l'axe de contrainte alternée soit à la limite d'élasticité (R_e), la contrainte ultime (σ_u), ou la contrainte de rupture (σ_f) sur l'axe de contrainte moyenne.

Il existe plusieurs modèles mathématiques utilisés pour étudier l'influence de la contrainte moyenne [33][34]. Les plus courants sont ceux de Gerber 1874 (Eq. 1.4), Goodman 1899 (Eq. 1.5), Söderberg 1930 (Eq. 1.6), et Morrow 1960 (Eq. 1.7) [33].

$$(a) \frac{\sigma_a}{\sigma_D} + \left(\frac{\sigma_{moy}}{\sigma_u}\right)^2 = 1 \quad (\text{Eq. 1.4})$$

$$(b) \frac{\sigma_a}{\sigma_D} + \frac{\sigma_{moy}}{\sigma_u} = 1 \quad (\text{Eq. 1.5})$$

$$(c) \frac{\sigma_a}{\sigma_D} + \frac{\sigma_{moy}}{\sigma_f} = 1 \quad (\text{Eq. 1.6})$$

$$(d) \frac{\sigma_a}{\sigma_D} + \frac{\sigma_{moy}}{R_e} = 1 \quad (\text{Eq. 1.7})$$

Cependant, une représentation graphique est considérée comme très utile, comme illustré sur la Figure. 1.3. Les modèles les plus utilisés sont ceux de Goodman et Gerber en raison de la simplicité mathématique et des valeurs légèrement conservatrices. L'expérience a montré que les données de test a une tendance de tomber entre les courbes de Goodman et Gerber. D'autres observations liées aux équations de contraintes moyennes comprennent :

- Pour le cas où la contrainte moyenne est faible par rapport à la contrainte alternée ($R \ll 1$), il ya peu de différence dans les modèles.
- La méthode de Soderberg est très conservatrice.
- Pour les aciers durs (fragiles), où la résistance ultime se rapproche de la contrainte de rupture, les courbes Morrow et Goodman sont presque équivalentes. Pour les aciers ductiles ($R_e > \sigma_u$), le modèle prédit de Morrow moins de sensibilité à la contrainte moyenne.
- Lorsque R est proche de 1, les modèles présentent de grandes différences.

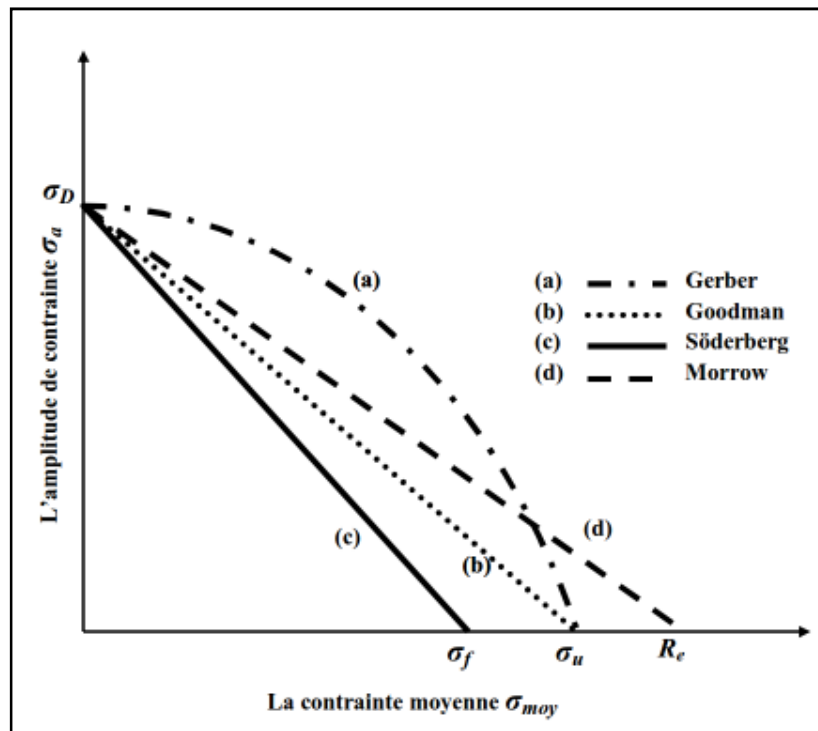


Figure. 1.3. Présentation graphique des théories de Goodman, Söderberg, Gerber et Morrow [35].

1.3. Comportement des matériaux composites en fatigue

Les propriétés d'endurance des matériaux composites sont largement supérieures par rapport aux matériaux métalliques, en particulier aux alliages légers. Ces propriétés exceptionnelles de ces matériaux justifient leur utilisation dans l'industrie aéronautique et navale pour des pièces soumises à des sollicitations de fatigue [36]. Cependant, l'anisotropie des matériaux composites influence directement sur la résistance et la rigidité et donne également des mécanismes de défaillance très complexes sous sollicitations statiques et cycliques. Contrairement aux matériaux isotropes, comme les métaux, où les défaillances résultent essentiellement de la prédominance seule fissure à la fois le chargement dynamique et statique.

Les études des matériaux composites en fatigue ont pour objectif d'analyser le comportement des matériaux sous chargement cyclique [37][38][39][40][41]. Pour bien comprendre le phénomène, il est important d'identifier les bases physiques du mécanisme d'endommagement.

Concernant les composites, l'endommagement résulte de l'apparition d'un ou de plusieurs mécanismes d'endommagement, et la définition de la durée de vie à partir de la seule expression du nombre de cycles à la rupture peut être délicate, voire dangereuse, dans certaines configurations d'essais. La dégradation est par ailleurs liée à une évolution progressive des propriétés initiales du matériau. Il est alors indispensable de comprendre le processus de dommage en s'intéressant aux mécanismes de rupture initiaux puis à leur progression au cours de la vie de la pièce.

Azouaoui et autres [42] ont caractérisé expérimentalement en fatigue cyclique des plaques en verre/polyester en appliquant une faible énergie de choc qui provoque un endommagement important. Cependant, l'augmentation de l'énergie de choc développe la zone endommagée avec un décollement progressif dans le matériau. Darshil et autres [43] ont effectué des essais de fatigue cyclique et ont tracé la courbe S-N sur un ensemble des matériaux composites avec la prise en compte de plusieurs paramètres tels que : la teneur en fibre, l'architecture et le rapport de contrainte. Jayantha et autres [44] ont présenté un modèle d'accumulation de dommages de fatigue pour les plastiques renforcés de fibres de verre et de comparer avec les données expérimentales.

1.3.1. Mécanismes de rupture

Les matériaux composites ayant des propriétés à la fatigue différente de celles des structures métalliques isotropes, d'abord parce que les constituants eux-mêmes (fibres, matrice, interface) présentent des propriétés individuelles différentes en fatigue, et parce que la dégradation avant la rupture n'est pas ponctuelle (fissure), mais se présente sous la forme d'un endommagement généralisé de l'ensemble des constituants du matériau structural, dépendant de l'arrangement des différentes couches de composites et de la direction du chargement.

Les mécanismes de base responsables des ruptures en fatigue dans les structures composites sont au nombre de trois : ruptures des fibres, ruptures de la matrice, décohésion de l'interface. Suivant les orientations respectives des couches et des efforts, chacun de ces mécanismes va jouer un rôle, dont la combinaison va se traduire par une réduction de la résistance ultime et de la raideur de la pièce.

1.3.1.1. Ruptures des fibres

Dans la plupart des matériaux composites, l'endommagement se produit à faible niveau de chargement cyclique. Lorsqu'un composite est sollicité dans sa direction principale, la fibre va donc se rompre avant la matrice dans toute la région sollicitée, suite à un défaut. Cela va entraîner l'apparition d'une fissure dans la matrice qui va se propager ensuite et suivant l'état du composite, peut conduire à des ruptures d'interface avec l'arrachement de fibres, et bien qu'il ne réduit pas toujours la résistance du composite, il réduit souvent la rigidité [45].

La rupture de fibre intervient lorsque la contrainte dans une fibre atteint la limite de rupture. Le volume de la pièce sollicité aux différentes charges joue un rôle très important pour la résistance des fibres. Griffith[46] est le premier à introduire le concept des microfissures qui seraient présentes dans tous les verres courants et qui agiraient comme concentrateurs de contraintes, pour cela il a utilisé les travaux d'Inglis[47] qui a calculé la répartition des contraintes dans une plaque mince comportant un trou elliptique et soumise à une tension uniforme. Ainsi, il a démontré que la contrainte maximale se produite au sommet du grand axe de l'ellipse est égale à :

$$\sigma_{max} = 2\sigma_a \left(\frac{x}{\phi}\right)^{\frac{1}{2}} \quad (\text{Eq. 1.8})$$

Avec σ_{max} est la contrainte normale maximale que peut supporter par la fibre, σ_a : la contrainte appliquée, la géométrie du défaut (longueur x et rayon ϕ en front de fissure).

Par ailleurs, l'hétérogénéité du matériau ainsi que la présence des défauts au niveau des fibres peut provoquer un endommagement dès les premiers cycles de fatigue. La répartition statistique de la résistance en terme de probabilité de rupture peut être décrite par l'utilisation de la loi de Weibull [48][49][50]. Bien que marginales sur la quantité globale de fibres, elles peuvent être le point de départ d'une évolution ultérieure du dommage. Au cours de la sollicitation, les fibres reprennent les efforts transférés par la matrice et se rompent lorsque leur déformation à rupture est atteinte.

1.3.1.2. Rupture de la matrice

La matrice, ayant comme principale fonction de transférer les efforts aux fibres, doit pour ce faire supporter les déformations imposées au composite. La rupture de la matrice se traduit par des fissurations transverses à la direction des efforts lorsque sa déformation admissible est atteinte.

$$\sigma_c = \sigma_{matrice} \left(\frac{V_f E_{fibre}}{E_{matrice}} + [1 - V_f] \right) \quad (\text{Eq. 1.9})$$

Avec $\sigma_{matrice}$ est la contrainte de rupture de la matrice, E_{fibre} et $E_{matrice}$ le module de Young des fibres et de la matrice respectivement, V_f la fraction volumique des fibres.

Les fissurations matricielles sont aussi largement influencées par la présence de défauts (porosités, microfissures) et/ou l'absence locale de renforts : ces zones sont le siège de concentrations de contraintes à partir desquelles les fissures vont pouvoir s'initier puis se propager.

1.3.1.3. Décohésion de l'interface fibre/matrice

Le comportement mécanique des matériaux composites dépend essentiellement de la liaison entre les fibres et la matrice[51][52]. Cette liaison s'est établie entre les constituants lors de l'élaboration du composite. Elle est en fonction de la nature des fibres et des matrices ainsi que le mode de fabrication. Généralement la liaison fibre/matrice est contrôlée par la présence d'une ou plusieurs interphases et interfaces[53]. L'interphase est une zone concentrique à la fibre, d'épaisseur fine et de nature chimique définie (formée par un ou plusieurs constituants élémentaires du composite lors de son élaboration). Elle peut être également une fine couche introduite volontairement dans le but de protéger la fibre ou de contrôler la liaison interfaciale, ou bien encore de contribuer à améliorer la compatibilité chimique fibre/matrice. Les interfaces désignent les surfaces séparant les interphases entre elles ou une interphase de la fibre ou de la matrice[54].

Pour une déformation élastique des deux constituants de composite (matrice et renfort), plusieurs analyses de transfert des contraintes supposent que l'interface fibre/matrice est forte et l'adhésion entre la fibre et la matrice est parfaite entre la fibre et la matrice [55][56], car une transformation de charge s'effectue par l'intermédiaire d'une forte contrainte de cisaillement dans la matrice ainsi que tous les déplacements sont continus entre la fibre et la matrice. Nairn et Liu [57] ont proposé l'utilisation d'un paramètre interphase D_s dans le cas des déplacements continus, pour donner une solution du transfert de contrainte à une fibre fragmentée par une interphase imparfaite :

$$D_s = \frac{R_f \tau_i}{e_i} \quad (\text{Eq. 1.10})$$

où R_f est le rayon de la fibre. τ_i et e_i sont la contrainte de cisaillement et l'épaisseur de l'interphase, respectivement. D_s a des unités de module et est liée à la contrainte de cisaillement efficace de l'interphase. Ce paramètre peut également être interprété comme la capacité de l'interphase de transférer la contrainte de la matrice à la fibre [58]. Une interface parfaite est décrite par $D_s = \infty$, pour une valeur de $D_s = 0$, la contrainte du cisaillement devient nulle et l'interface est dite faible [59]. Dans le cas d'une force de liaison fibre/matrice intermédiaire, le composite présente un comportement dit pseudoductile, provenant de la multifissuration progressive de la matrice et du transfert des efforts des zones rompues vers les zones plus rigides. La rigidité du matériau diminue alors progressivement au cours de la sollicitation. Ce type de comportement permet au composite d'avoir une contrainte à la rupture plus élevée que dans les deux cas précédents. Ce dernier cas est bien entendu celui souhaité pour un composite optimal[54].

1.3.2 Évolution des dommages

L'évolution des dommages dans les matériaux composites sous un chargement cyclique est plus complexe. Il se traduit par un ensemble de changements microstructuraux occasionnant une variation des propriétés mécaniques globales à l'échelle macroscopique. La perte de la résistance à la rupture, la rigidité ou de modules apparents est généralement adoptée comme variable traduisant l'évolution de l'endommagement au cours du chargement [60]. Cet endommagement dépend essentiellement de la nature des différents composants, des mécanismes de rupture, ainsi que l'interface fibre/matrice. Selon Pandita et autres [61] qui mènent des essais de fatigue en traction sur des stratifiés à base de tissus de verre / époxy à différents niveaux de sollicitation. Les dommages en fatigue consistent alors à un décollement au niveau de l'interface fibre/matrice. Smith [62] précise également la nature des dommages en fatigue en fonction du mode de sollicitation d'un composite à base de fibre de verre. Alem et autres [63] confirment la perte de la rigidité avec l'augmentation de nombre de cycle d'un matériau composite verre époxy qui subit une charge cyclique en flexion. Le mode de chargement, l'architecture des renforts, la nature de la matrice et la présence des défauts sont des paramètres interviennent, à la conséquence de dégradation du matériau sous une charge de fatigue. Capela et autres [17] prouvent que la résistance à la fatigue des composites tubulaire en fibre de carbone diminue de manière significative à l'augmentation de rapport de contraintes torsion/flexion, alors que les dommages deviennent

plus rapides. Bensadoun et autres [64] ont évalués et caractérisés le comportement d'un composite lin époxy sous une charge de traction cyclique pour plusieurs architectures de renfort. Les résultats ont montrés que les différentes architectures de fibre de lin ont un comportement différent, mais la variation de la durée de vie est moins importante pour les contraintes de faible grandeur.

En conséquence, les dommages dans les matériaux composites sollicités en fatigue cyclique sont identifiés à des ruptures des fibres faibles et la fissuration locale de la matrice. Plus la sollicitation de fatigue est importante, plus le matériau exhibe des déformations inélastiques permanentes.

1.3.3. Cas de la flexion

L'analyse du phénomène et des résultats dus à l'application d'une charge cyclique par l'essai de flexion est très compliquée, parce que plusieurs types de dommages vont se développer en flexion trois-points, les uns en traction, les autres en cisaillement, enfin en compression le cas échéant, toutes ces sollicitations étant présentes simultanément en flexion.

De façon générale, l'application d'une charge de fatigue par flexion alternée provoque des déformations locales qui peuvent s'augmenter avec l'augmentation du nombre de cycles. La courbe de la figure 1.4 présente l'évolution de la contrainte maximale en fonction de nombre de cycle pour une fréquence de 2 Hz [65].

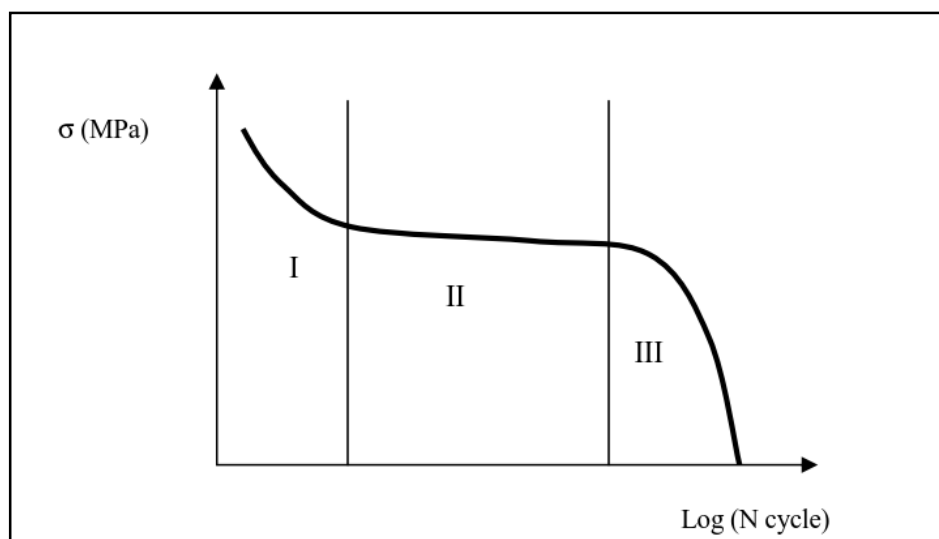


Figure 1.4. Allure typique d'un comportement en flexion alternée

Sur cette courbe, on distingue les trois zones suivantes [66] :

Zone I : cette zone correspond à la mise en place d'un régime thermique associé à une diminution de la rigidité du matériau qu'on peut identifier à une diminution de la contrainte induite dans le matériau. En général le nombre de cycles dans cette zone est inférieur à 1000 cycles.

Zone II : est la période d'amorçage des fissures (formation des défauts). Les expériences ont montré que les caractéristiques (par exemple le module d'élasticité) du matériau ne varient pas de façon sensible dans cette zone. On peut donc identifier cette zone comme la zone de stabilisation de la contrainte induite. Pour les faibles déformations imposées, cette période peut être très longue ; plus de 80 % de la durée de vie totale du matériau peut être définie par cette zone. Dans cette zone, les pré-sites s'accumulent dans des zones très localisées et ces pré-sites n'influencent le comportement du matériau qu'à partir d'une concentration critique.

Zone III : est une zone de coalescence et de propagation des fissures. La rupture se produit dans cette zone. Il existe plusieurs études qui expliquent les phénomènes physiques et mécaniques survenant dans cette zone.

Les dommages se forment généralement sur les faces du matériau qui sont les zones où les contraintes sont les plus élevées. Les premières fissurations se produisent suivant les trois mécanismes de rupture qui sont déjà présentés en paragraphe 1.3.1 : rupture statistiques des fibres faibles, rupture de la matrice à partir de défauts et de zones localement pauvres en renfort, décohésions locales à l'interface fibre/matrice. Ensuite, la rupture se propage avec l'augmentation des nombres de cycles et sous l'effet de concentration des contraintes jusqu'à ce que la zone résistante à la contrainte diminue, si bien qu'il conduit à une défaillance soudaine. La nature de la liaison fibre/matrice permet de limiter la propagation des fissures matricielles transverses. Il est préférable de ne pas avoir de résistance interfaciale trop élevée dans les matériaux composites pour faciliter les ruptures cohésives et consommer un maximum d'énergie élastique ainsi que pour limiter la progression des fissures. Il faut compter de plus sur une influence notable de la distance entre points d'appui qui modifie la répartition des contraintes de traction et de cisaillement à l'intérieur du matériau et conduit à des délaminages différents. L'essai de fatigue en flexion mérite donc une attention particulière du point de vue de sa normalisation.

1.4. Paramètres généraux qui influent sur la tenue en fatigue

Le comportement des matériaux composites sous une charge de fatigue dépend de nombreux paramètres contribuant à la durée de vie du matériau. Les paramètres les plus importants sont: la nature du matériau, le mode de chargement, les conditions environnementales telles que la température, l'humidité et l'eau de mer...

1.4.1 Nature du matériau

L'utilisation des matériaux composites dépend essentiellement de leur nature (matrice, renfort), les conditions de mise en forme, la liaison fibre matrice et l'architecture des fibres. Ces paramètres peuvent modifier les propriétés mécaniques du matériau, le mode de croissance des fissures et la durée de vie en fatigue.

1.4.1.1. Matrice :

Le choix de la nature de la matrice pour un matériau composite dépend de plusieurs facteurs. Il est particulièrement important que le composite doit être renforcé par des fibres continues ou discontinues. L'utilisation de fibres continues peut provoquer un transfert de la majeure partie de la charge sur les filaments de renfort et par conséquent la force de composite est régie principalement par la résistance de la fibre. Le principal rôle de la matrice est de fournir un transfert efficace de la charge sur les fibres et pour réduire la vitesse de propagation des fissures dans le cas d'endommagement des fibres. Pour un renfort discontinu, la matrice peut gouverner la force de composite. De plus, le choix de la matrice comprend des réactions potentielles renfort / matrice, soit en cours de traitement ou en service, qui pourrait influencer la tenue en fatigue de la matrice sur la réaction cyclique du composite. La nature chimique et la morphologie de la matrice a un rôle très important sur le comportement du composite en service. En effet, le comportement de matériau composite dans des conditions de chargement cycliques est un domaine qui nécessite une attention particulière.

1.4.1.2. Renforts

La distribution des fibres homogène est le facteur le plus important pour améliorer les propriétés mécaniques des matériaux composites. Le rôle de renfort se varie en fonction de son type dans la structure du matériau. Les caractéristiques souhaitables de la plupart des fibres de renforcement sont : la haute résistance, une rigidité élevée et une densité relativement faible. Chaque type de fibre a ses propres avantages et inconvénients. La résistance à la flexion statique et la ténacité à la rupture augmentent avec l'augmentation de la teneur en fibres jusqu'à une valeur maximale [67].

Il est bien connu que la sensibilité à la fatigue augmente avec la diminution de module d'élasticité des fibres, et que, si la matrice a une déformation à la rupture inférieure à celle des fibres, des fissures de la matrice se produisent dans les matériaux composites unidirectionnels pour des sollicitations dans la direction des fibres [38].

Selon la loi de mélange, l'augmentation de la fraction volumique des fibres de verre augmente le module d'élasticité du composite pour une charge dans la direction des fibres.

$$E = V_f E_{fibre} + (1 - V_f) E_{matrice} \quad (\text{Eq. 1.11})$$

Où E est le module d'élasticité, V_f est la fraction volumique des fibres, E_{fibre} est le module d'élasticité des fibres de verre et $E_{matrice}$ est le module d'élasticité de la matrice.

Par contre, pour des charges appliquées perpendiculairement à l'axe des fibres le module d'élasticité est comme suit :

$$E = \left[\frac{V_f}{E_{fibre}} + \frac{1-V_f}{E_{matrice}} \right]^{-1} \quad (\text{Eq. 1.12})$$

Une grande partie de la recherche couverte jusqu'ici a examiné l'effet de la teneur en fibres sur la tenue en fatigue des matériaux composites [68]. Les propriétés des matériaux composites peuvent être affectées par la quantité de fibres. Il est bien connu que les fractions volumiques de fibres plus élevées augmentent les propriétés mécaniques telles que la résistance à la traction et la rigidité dans le sens des fibres [69]. Toutefois, plusieurs travaux ont été publiés dans le but de déduire l'effet de la fraction volumique de fibres sur les performances de différents matériaux sous une de charges de fatigue [70][71][72]. Les travaux de Ranganatha et autres [73], Amuthakkannan et autres [74] ont prouvé que les propriétés à la fatigue des matériaux composites augmentent avec l'augmentation de pourcentage des fibres.

L'orientation des fibres dans la structure des composites influence la tenue en fatigue cyclique et le mode d'endommagement. Pour un matériau composite à base des fibres courtes, l'évaluation de l'effet d'orientation des fibres est souvent effectuée par plusieurs hauteurs en utilisant des échantillons découpés dans des plaques moulées par injection [75] [76]. Ceci permet d'évaluer l'effet de l'orientation des fibres en présence d'une structure fibreuse relativement uniforme et, par conséquent, une répartition des contraintes relativement uniforme. Cependant, dans les parties réelles, leur géométrie souvent complexe détermine habituellement des motifs d'orientation des fibres qui diffèrent de celles rencontrées dans les échantillons standards ou dans des échantillons extraits à partir de plaques. En outre, les concentrations de contrainte surgissent en raison de la présence des encoches [77]. Selon Francesca et autres [78], l'orientation des fibres a une influence très importante sur le comportement en fatigue des composites à base des fibres courtes en polyamide. La propagation des fissures de fatigue est fortement anisotrope, en fonction de l'orientation des fibres, la vitesse de propagation de la fissure perpendiculaire à fibres alignées est beaucoup plus lente que ce parallèle aux fibres par rapport à la même gamme d'intensité de contrainte [79].

Des modèles statistiques basés sur des essais expérimentaux en fatigue cyclique ont effectués par Bernasconi et autres [80] sur un matériau composite à base des fibres de verre. La répartition de longueur des Fibres peut expliquer la réduction de la résistance à la traction avec la diminution de la longueur moyenne des fibres, et peut être étendue pour décrire le même effet sur la résistance à la fatigue. Pour un composite à fibre courte carbone/époxy, Hitchen et autres [81] ont montrés que la tenue en fatigue est indépendante de la longueur de la fibre. La pente de S-N courbes semble indépendante sur la répartition de longueur des Fibres.

1.4.1.3. Interface fibre et matrice

Dans les composites, un agent de couplage appliqué sur la surface des fibres est généralement nécessaire pour améliorer la liaison interfaciale. La fonction des agents de

couplage est de rendre la fibre et la matrice chimiquement compatible. Il est généralement reconnu que, même en présence du traitement de surface de la fibre, l'interface matrice / fibre est toujours la partie la plus faible dans le matériau [82]. Lorsque la résistance de l'interface fibre/matrice est assez élevée, la durée de vie augmente pour un même niveau de contrainte, par rapport à la matrice seule. Une baisse soudaine de la rigidité d'un composite unidirectionnel verre/époxy a été remarquée par Kim et autres [83]. Harper et Hallett [84] ont réalisé une nouvelle formulation pour la prédiction de la croissance des dommages par fatigue en rapportant la loi d'accumulation des dommages et la cohésion de l'interface d'éléments à la loi de la croissance des fissures de type Paris . La mouillabilité de la fibre obtenue par l'ensimage qui permet un bon comportement de l'interface au moment de service,

1.4.2. Chargement

L'endommagement des matériaux composite est en fonction de la nature des sollicitations appliquées soit à long terme ou au court terme. Les fissures se forment après quelques cycles, même à faible niveau de la charge et une grande partie de la vie se passe après l'apparition de fissures. Les sollicitations sont assez souvent alternatives et en particulier sinusoïdales.

Le mode de chargement est un paramètre important contribue a la durée de vie des matériaux composites. Ray et autres [85] ont estime la durée de vie par l'application de l'essai de choc cyclique sur un matériau composite renforcé par fibre de jute en traçant la courbe de fatigue. D'autres études qui sont basées sur des essais de fatigue par traction appliquée sur un composite verre/polyester [86]. Wu et autres [15] ont déduire des déformations et les dommages en modélisant l'essai de fatigue par flexion 3 points sur un composite 3D.

L'amplitude de la contrainte ou de déformation appliquée sur un matériau composite est un paramètre déterminant pour la durée de vie en fatigue. La présentation de l'essai de fatigue s'effectue généralement par la courbe S-N qui comporte plusieurs niveaux de contraintes avec le nombre de cycles jusqu'à atteint la rupture (Figure 1.5).

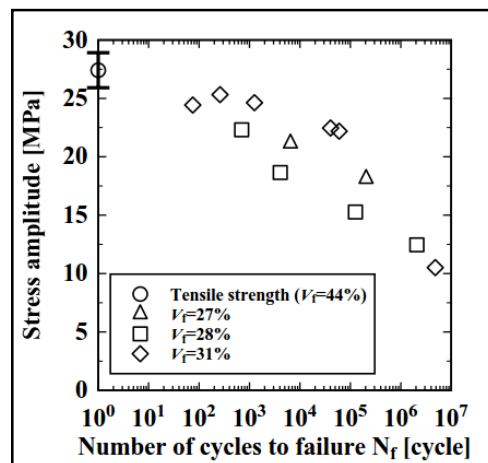


Figure 1.5. Courbe S-N d'un composite unidirectionnel renforcé par fibre de jute [87]

Daniel et autres [88] ont effectués des essais de fatigue par traction sur un composite verre polyester sous différente amplitude de contrainte (figure 1.6) qui peut présenter par un rapport $R = 0,1$ et $R = 0,5$. L'amplitude de sollicitation peut influencer la durée de vie. On peut constater dans certains cas un auto-échauffement lié au changement de l'amplitude. Cependant, cet effet n'est pas trop développé dans la littérature.

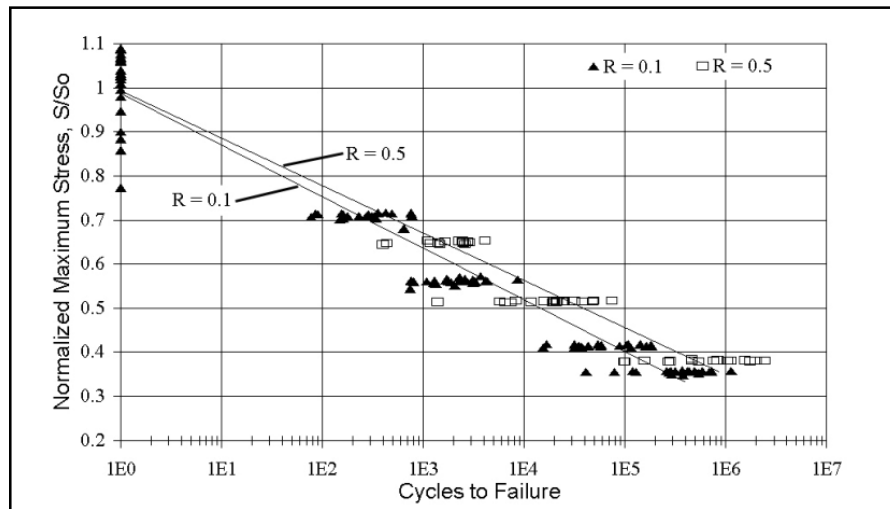


Figure 1.6. Courbe S-N pour un composite verre polyester soumis à une force de traction [88].

La fréquence de sollicitation est un paramètre important en fatigue. Il existe une forte dépendance entre les propriétés mécaniques des composites soumises au chargement de fatigue et la fréquence des sollicitations appliquées [89]. Selon le mode de chargement, le niveau de contrainte, les caractéristiques du matériau et la température en cours d'emploi, la fréquence affecte le comportement cyclique des matériaux composites. L'auto-échauffement est le principal effet de la fréquence sur le comportement des composites.

Lorsque les échantillons sont exposés à des charges cycliques de haute fréquence, une partie d'énergie de déformation dissipée est convertie en chaleur. En raison de la faible conductivité thermique des composites, la chaleur cumulée de cycles appliqués en continu provoque un endommagement thermique, en plus de la fatigue, ce qui peut réduire la durée de vie du matériau. Différentes études ont évalué les effets de la fréquence de sollicitation et l'auto-échauffement sur le comportement en fatigue des matériaux composites, y compris l'aperçu de la microstructure, la modélisation de l'élévation de température et l'estimation de la durée de vie [90][91][92][93].

Pegoretti et Ricco [94] ont étudié l'effet de la fréquence sur un composite en polypropylène renforcé par fibres courtes de verre. Ils ont constaté que pour les basses fréquences (0,1 et 1 Hz), la propagation de la fissure est gouvernée par le fluage viscoélastique. Cependant, pour les hautes fréquences (10 Hz) le taux de propagation des fissures due au fluage et à la fatigue devenues comparables, ce qui rend peu près la même contribution au taux de propagation de la fissure globale. Stinchcomb et autres [95] ont étudié les propriétés mécaniques sur des échantillons de bore / aluminium et de bore / époxy testés à des

fréquences allant de 0,5 à 45 Hz. Ils ont constaté que pour le bore / époxy en dessous de 30 Hz il n'y avait pas d'effets majeurs de fréquence cyclique sur la courbe contrainte-déformation, bien qu'il y ait eu une légère augmentation de la déformation à la rupture. Cependant, au-dessus de 30 Hz, ils ont trouvé des changements significatifs dans la courbe cyclique contrainte-déformation et une déformation à la rupture beaucoup plus élevée.

1.4.3 Environnement

Les matériaux composites ont de très bonnes propriétés spécifiques, résistance et rigidité, mais leurs performances peuvent se dégrader avec le temps en présence d'environnements agressifs (l'humidité, l'eau et l'eau de mer ...), suite à l'apparition de phénomènes de vieillissement. Il est important de caractériser complètement le matériau dans des conditions environnementales représentatives, afin de recueillir suffisamment la confiance pour la conception des dommages-tolérance de structures composites primaires.

Plusieurs facteurs environnementaux, tels que la température et l'humidité, peuvent influencer la réponse des matériaux renforcés par des fibres dans des conditions de fatigue.

1.4.3.1. Température

La température est parmi les plus importants facteurs environnementaux influant sur le comportement des matériaux composites, en particulier dans le cas de fatigue. Des études antérieures ont montré que la température peut influencer les propriétés des matériaux dans les conditions statiques [96] [97] [98][99] et les charges de fatigue [100][101][102][103]. Tout d'abord, parce que les composites polymères sont peu sensibles à la température et ont une conductivité thermique relativement faible. Cette combinaison de propriétés nous permet, d'une part, l'utilisation de ces matériaux dans les structures soumises à des températures importantes à court terme, et d'autre part, nous oblige à effectuer une analyse de ces structures en tenant compte des effets de température. Il existe des matériaux composites, par exemple, carbone-carbone et des composites céramiques, qui sont spécifiquement développés pour l'opération en chauffant et en matériaux comme les composites de fibres minérales qui sont utilisés pour former des couches et des revêtements résistants à la chaleur intense [104].

L'influence de la température de l'essai sur le comportement en fatigue des polymères renforcés par des fibres de verre PBT et PA6 a été évaluée à -40 °C, 23 °C et 125 ° par Mortazavian et Fatemi [105], ils ont conclu que la résistance à la fatigue à 125 °C est significativement diminuée par rapport à 23 °C, et à l'inverse, elle a augmenté à -40 °C. Charalambous et autres [106] ont effectués des essais de fatigue cyclique sur un composite carbone/époxy sous différentes températures, ils ont observé que les décollements et les propagations des fissures augmentent constamment plus rapides avec une augmentation de la température. Le coefficient de frottement à l'interface de fibre / matrice pour un composite unidirectionnel à base des fibres en céramique à une température de 800 °C se dégrade beaucoup plus rapidement que celle à la température ambiante [107].

1.4.3.2. Humidité :

L'exposition des matériaux composites aux environnements humide (l'eau et l'eau de mer), permet l'absorption d'humidité de surface par la diffusion instantanée. La présence des molécules d'eau au sein du matériau peut créer un phénomène qui s'appelle plastification. La concentration d'humidité augmente initialement avec le temps jusqu'à l'approche d'un point de saturation.

- **Processus d'absorption d'eau**

La chimie des fluides et la structure moléculaire ont un effet significatif sur le processus d'absorption. Ceci est démontré par des observations que le degré de saturation d'un composite immergé dans l'eau distillée, l'eau douce, et l'eau de mer diminue respectivement [108]. L'absorption de l'eau par les composites en général suit la loi de Fick généralisée de diffusion. Le taux d'absorption d'humidité dépend de plusieurs facteurs, tels que la teneur en vide, le type de fibre, le type de résine, l'orientation des fibres, la température et la présence de microfissures. Le temps nécessaire pour atteindre le point de saturation dépend de l'épaisseur du composite et la température ambiante. Le séchage peut inverser le processus, mais ne peut pas donner lieu à la réalisation complète des propriétés originales. Le taux d'humidité exprimé sous la forme d'un pourcentage. Il est calculé selon l'équation :

$$M_t = \frac{m_t - m_0}{m_0} \times 100 \quad (\text{Eq. 1.13})$$

Ou M_t : le pourcentage d'absorption d'humidité, m_0 et m_t : la masse de l'échantillon avant et au cours d'absorption (vieillessement), respectivement.

Pour les matériaux composites a matrice polyester, l'exposition prolongée a un milieu humide peut avoir de sérieuses conséquences sur ses propriétés mécaniques et physiques puisque l'eau infiltre le composite par diffusion et attaque la structure chimique du polyester par hydrolyse du lien ester. En conséquence, les propriétés du composite se trouvent dégradées et on constatera un gonflement de la résine et une augmentation du poids du composite.

- **Mécanisme de Fick :**

La diffusion est un phénomène de transport de matière ayant lieu en vue d'atteindre l'équilibre en concentration d'une substance dans un milieu donné. Ce phénomène est expliqué par la première loi de Fick traduisant le flux des particules induit par leur gradient de concentration [109].

La cinétique d'absorption la plus courante et la plus simple est la loi de Fick [110]. De manière générale, ce modèle est fréquemment applicable lorsque les taux de prise de masse sont de l'ordre de quelques pour cent et que la température à laquelle est effectuée, l'essai est suffisamment éloigné de la transition vitreuse du polymère.

Le modèle peut être défini par deux grandeurs : la diffusivité, relative à la vitesse de la pénétration du solvant dans le matériau, et la solubilité relative à la quantité maximale absorbée dans le cas d'une absorption sans endommagement. Ces deux paramètres sont facilement observés sur les courbes d'absorption qui relient la prise de masse totale de l'échantillon au temps d'immersion (exposition): la diffusivité est la pente à l'origine de la courbe lorsque celle-ci est représentée en fonction de la racine carrée du temps et la solubilité est la valeur de l'asymptote horizontale vers laquelle la prise de masse tend à l'infini [108]. Ce type de diffusion suppose l'absence de tout vieillissement chimique (l'hydrolyse) et physique (fissuration sous contrainte) et se traduit, en théorie, par une constance des deux paramètres en fonction du temps et de la concentration du solvant. Mais en pratique, ils peuvent évoluer du fait des modifications physiques apportées par le solvant au polymère (plastification).

L'absorption d'humidité dans les matériaux composites peut être expliquée par trois mécanismes principaux[111]:

- La diffusion des molécules d'eau à l'intérieur des microcavités entre les chaînes polymères
- Le transport capillaire des molécules d'eau dans les interstices et les défauts à l'interface entre les fibres et la matrice en raison de l'aptitude au mouillage et l'imprégnation incomplète;
- Le transport de molécules d'eau par des microfissures dans la matrice, formés au cours de processus de fabrication.

Il existe trois catégories différentes de comportement de diffusion : la diffusion Fickienne, la diffusion non Fickienne et la diffusion anormale [112]. Les trois cas de diffusion peuvent être distingués théoriquement par la forme de la courbe d'absorption, qui est représentée par l'équation empirique suivante:

$$\frac{M_t}{M_m} = Kt^n \quad (\text{Eq. 1.14})$$

où M_m est la teneur en humidité à l'équilibre, K et t sont des constantes. La valeur de K : est une constante caractéristique de l'échantillon qui indique l'interaction entre l'échantillon et de l'eau, n indique le mécanisme d'absorption. Les valeurs de n et K ont été déterminées par analyse de régression linéaire. La valeur du coefficient diffusionnel n montre un comportement différent entre les cas; pour une diffusion Fickienne (cas I) $n = 0,5$, pour une diffusion non fickienne (le cas II) $n = 1$, pour une diffusion non fickienne anormale n représente une valeur intermédiaire ($0,5 < n < 1$) tandis que le mécanisme de transport est super Cas II (relaxation contrôlée) pour un coefficient diffusionnelle $n > 1$ [113]. Le mécanisme d'absorption de l'eau et des paramètres cinétiques n et K ont été analysés en ajustant les valeurs expérimentales à l'équation suivante, qui est dérivée de l'équation (Eq. 1.14)

$$\text{Log}\left(\frac{M}{M_m}\right) = \text{Log}(K) + n\text{Log}(t) \quad (\text{Eq. 1.15})$$

En effet, la seconde loi de Fick s'écrit communément :

$$\frac{dc}{dt} = D \frac{\partial^2 c}{\partial x^2} \quad (\text{Eq. 1.16})$$

Avec c concentration locale en solvant

x abscisse dans l'épaisseur (en m)

D coefficient de diffusion (ou diffusivité) (en $\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$)

Une représentation schématique de la courbe $\frac{M_t}{M_m} = f(\sqrt{t})$ est donnée sur la figure 1.7

C'est une fonction linéaire en début d'absorption et qui s'incurve au moment de la saturation, quand le matériau se met en équilibre avec l'environnement.

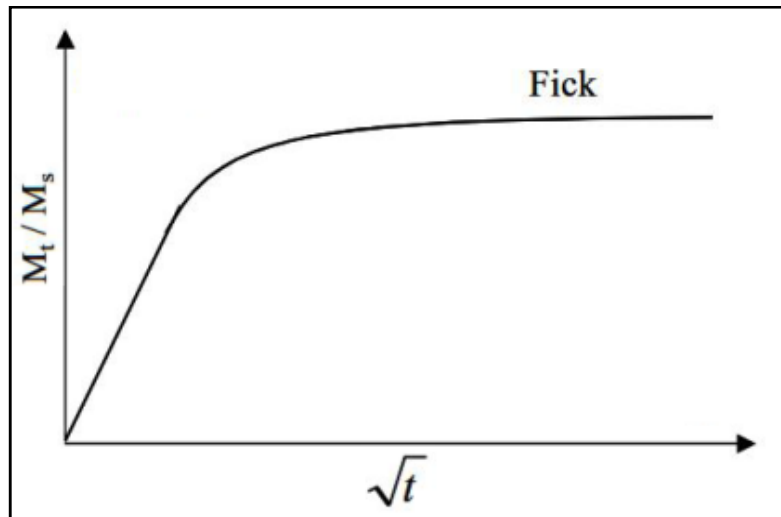


Figure.1.7. Courbe de diffusion de type Fick [109]

Différents modèles ont été développés afin de décrire le comportement d'absorption d'humidité des matériaux [114]. Pour une dimension d'absorption d'humidité de chaque échantillon est exposé sur les deux côtés, dans le même environnement, la teneur totale en humidité G peut être exprimé comme suit [115]:

$$G = \frac{m_t - m_0}{M_m - m_0} = 1 - \frac{8}{\pi^2} \sum_{j=0}^{\infty} \frac{1}{(2j+1)^2} \exp \left[-\frac{(2j+1)^2 \pi^2 D_x t}{h^2} \right] \quad (\text{Eq. 1.17})$$

où m_0 est la masse initiale, m_t la masse au temps t , M_m la masse de l'échantillon à l'équilibre. Ceci est une diffusivité efficace puisque toutes les hétérogénéités des composites ont été négligées, h est l'épaisseur de l'échantillon, (t) est le temps, et (j) est l'indice de sommation. Le coefficient de diffusion est un paramètre important dans la loi de Fick. Une résolution de l'équation de diffusion pour le poids d'humidité, et en réarrangeant en ce qui concerne la teneur en pourcent d'humidité, la relation suivante est obtenue[116]:

$$M_t = \frac{4M_m}{h} \left(\frac{t}{\pi}\right)^{0,5} D_x^{0,5} \quad (\text{Eq. 1.18})$$

Les propriétés de diffusion des composites décrits par les lois de Fick ont été évaluées par des mesures de gain de poids de l'échantillon pré-séché immergés dans l'eau en considérant la pente de la première partie de la courbe de gain de poids par rapport à la racine carrée du temps en utilisant l'équation (Eq. 1.19) [117]. Le coefficient de diffusion (D) définie comme la pente de la prise de masse normalisée en fonction de $t^{1/2}$ et a la forme:

$$D = \pi \left(\frac{kh}{4M_m}\right)^2 \quad (\text{Eq. 1.19})$$

où k est la pente initiale de la droite de régression linéaire de $M(t)$ en fonction de $t^{1/2}$

1.5. Essai de Choc Charpy :

L'essai de flexion par choc sur éprouvette entaillée Charpy a pour but de mesurer la résistance d'un matériau à la rupture brutale. Il est fréquemment appelé **essai de résilience** Charpy ou même essai Charpy. L'essai est destiné à mesurer l'énergie nécessaire pour rompre en une seule fois une éprouvette préalablement entaillée. On utilise un mouton-pendule muni à son extrémité d'un couteau qui permet de développer une énergie donnée au moment du choc (figure. 1.8, figure. 1. 9).

L'énergie absorbée est obtenue en comparant la différence d'énergie potentielle entre le départ du pendule et la fin de l'essai. La machine est munie d'index permettant de connaître la hauteur du pendule au départ ainsi que la position la plus haute que la pendule atteindra après la rupture de l'éprouvette.

L'énergie obtenue (en négligeant les frottements) est égale à :

$$U = m.g.h - m.g.h' \quad (\text{Eq. 1.20})$$

- m : masse du mouton-pendule.
- g : accélération de la pesanteur (environ 9.81 m.s^{-2}).
- h : hauteur du mouton-pendule à sa position de départ.
- h' : hauteur du mouton-pendule à sa position d'arrivée.

La graduation de la machine permet généralement d'obtenir directement une valeur en joule, celle-ci dans notre cas.

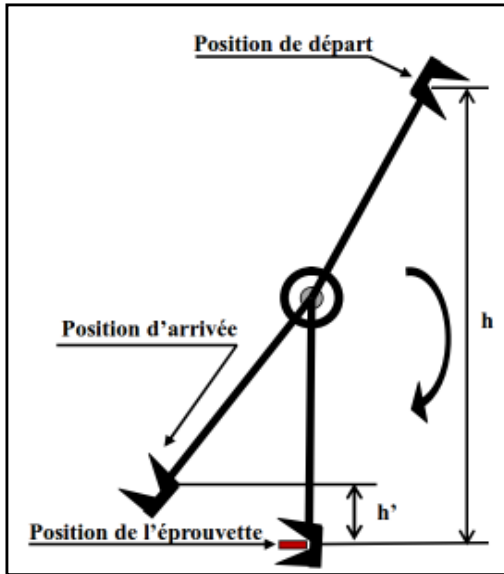


Figure 1.8. Représentation du mouton-pendule

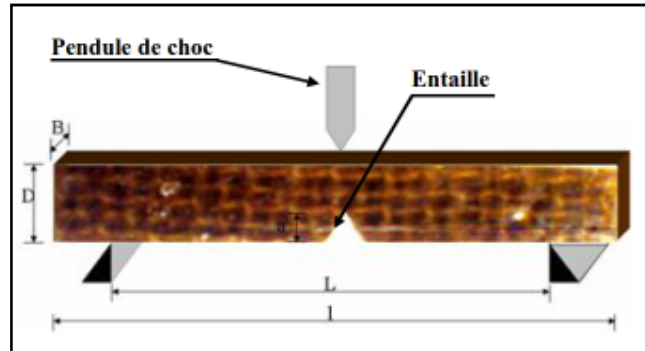


Figure 1.9. Position de l'éprouvette au moment de l'impact avec le couteau du pendule.

1.5.1. Application de la mécanique linéaire de la rupture aux essais de choc :

La présence des défauts microscopiques au sein d'un matériau jouent un rôle très important au moment de service. La mécanique de rupture traite l'effet de ce défaut sur le comportement général du matériau et l'évolution des fissures au cours de chargement. Elle permet donc de quantifier la rupture et de décrire les phénomènes de rupture des matériaux. La mécanique de rupture se base sur l'analyse de la rupture soudaine des matériaux avec la présence d'une pré-fissure dans le domaine élastique [46]. Elle peut être abordée soit par une étude énergétique du solide fissuré ou par l'analyse des champs mécaniques au voisinage de la pointe d'une fissure. On distingue deux types de rupture selon le comportement du matériau durant la propagation d'une fissure : rupture fragile et rupture ductile [118].

La rupture fragile qui se caractérise par une propagation des fissures avec une faible consommation d'énergie, donc l'absence des déformations plastiques.

La rupture ductile qui se caractérise par la présence de déformation plastique non négligeable. Le matériau ductile subit une déformation plastique très importante autour de la zone pré fissurée avant de rompre [119].

1.5.1.1. Mesure de la ténacité en Choc:

Les techniques de caractérisation de la résistance au choc des composites sont encore très discutables et ne présentent pas une objectivité évidente. Au début, cette résistance au choc a été caractérisée par les essais de résiliences ou le paramètre déterminé est l'énergie perdue par le marteau par unité de surface de l'éprouvette [120]. Turner [121] et Williams [122] ont

proposés une méthode d'interprétation des essais de choc à partir de la mécanique de la rupture dite la méthode de compliance. Avec cette méthode, une série d'essais de choc sur éprouvettes entaillées permet d'obtenir l'énergie de rupture intrinsèque au matériau (G_{IC}).

Dans le cas d'un matériau fragile, le comportement correspond à celui de la figure 1.10. On considère que l'énergie U mesurée par le pendule est égale à l'énergie élastique emmagasinée dans l'éprouvette au moment de la rupture :

$$U = \frac{1}{2} P_c \Delta \quad (\text{Eq.1.21})$$

Étant donné la compliance C :

$$C = \frac{\Delta}{P}$$

Et l'énergie de rupture G_c qui est égale, d'après la méthode de compliance, à l'énergie U_c est :

$$U_c = G_c \cdot B \cdot \frac{C}{dC/da} \quad (\text{Eq.1.22})$$

Le terme $\frac{C}{dC/da}$ ne dépend que des dimensions de l'échantillon et peut être calculé par les techniques de la mécanique de la rupture. Des formules ou des tableaux fournissent ce paramètre sous la forme du facteur Φ égal à $1/D \cdot \frac{C}{dC/da}$. On a pour choc Charpy :

$$\phi = \frac{C}{dC/da} = \frac{1}{2} \left(\frac{a}{D} \right) + \frac{1}{18\pi} \left(\frac{L}{D} \right) \left(\frac{1}{a/D} \right) \quad (\text{Eq.1.23})$$

Plati et Williams [122] ont tabulé le facteur de calibration Φ en fonction des rapports a/D et L/D ou L représente la distance entre appuis dans un essai de choc. Le tableau 01(annexe 3) résume les valeurs de Φ .

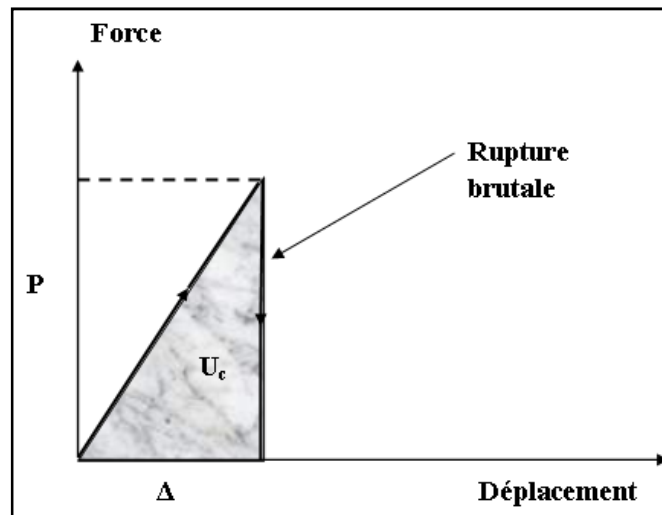


Figure 1.10. Courbe force - déplacement d'une rupture fragile.

Concrètement, la mesure consiste à préparer une série d'éprouvettes (8 à 12) rectangulaires. Ces éprouvettes sont entaillées perpendiculairement à l'épaisseur de façon de disposer la profondeur d'entaille étalée dans une gamme allant de 0,2 à 0,6 fois l'épaisseur. La mesure de l'énergie est effectuée au moyen d'un pendule de choc. Les résultats sont portés dans un diagramme $U - BD\Phi$. La pente de la droite obtenue est l'énergie cinétique transmise à l'échantillon, incluse dans l'énergie U , explique que, dans de nombreux cas, l'ordonnée à l'origine soit légèrement positive.

Dans le cas où l'énergie de création de surface est très faible devant l'énergie de déformation plastique. Newman [123] a montré avec les essais sur l'ABS que l'énergie absorbée par l'éprouvette est proportionnelle au volume du matériau endommagé. Ils ont montré par ailleurs que le volume endommagé est proportionnel à la surface rompue si cette dernière n'est pas trop faible. On peut ainsi traçant la droite $U - B(D-a)\Phi$ déterminer une énergie absorbée par unité de surface rompue du matériau (figure 1. 11).

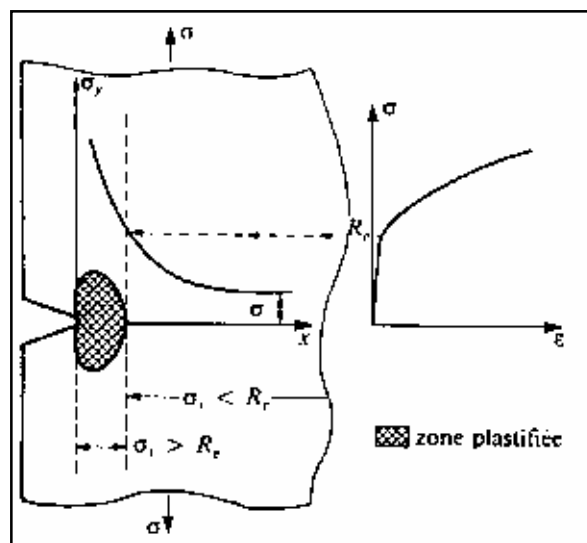


Figure 1.11. Rupture ductile.

1.5.2. Comportement au choc des matériaux composites

Plusieurs travaux ont été publiés concernant la caractérisation en choc des matériaux composites à fibres végétales. Amanda [124] a représenté des observations par microscope électronique à balayage (MEB) sur des éprouvettes en composites à matrice polyéthylène renforcées par du tissu de fibre de jute avec une différence de pourcentage de renfort (jute). Les éprouvettes sont soumises à un essai de choc Charpy. Les résultats montrent que l'incorporation du tissu de jute dans la résine de polyéthylène augmente la résistance du matériau.

La figure 1.12, montre la rupture d'une éprouvette avec 0 % de tissu de jute (polyéthylène pur) le faciès est une surface douce avec un aspect vitreux.

L'addition du tissu de jute dans la matrice de polyéthylène change complètement les caractéristiques à la rupture de matériaux. La figure 1.13, présente une observation au MEB des éprouvettes rompues après un essai de choc avec 20 % de tissu de jute. Sur la figure on peut voir un fil du tissu, qui est composé de plusieurs fibres de jute. Ce fil colle partiellement avec la résine de polyéthylène.

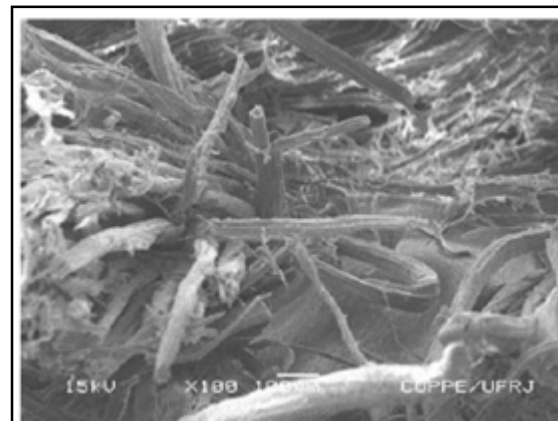
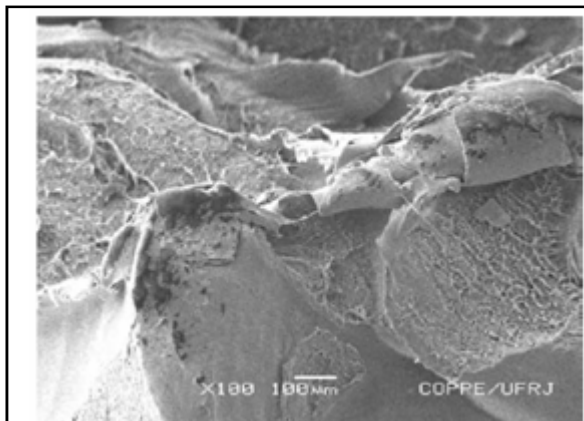


Figure 1.12. Observation en MEB d'une éprouvette en polyéthylène pure après l'essai de choc [124].

Figure 1.13. Observation en MEB d'une éprouvette en polyéthylène avec 20% de fibre de jute après l'essai de choc [124].

Rana [125] a utilisé des éprouvettes entaillées et non entaillées, soumises à un essai de choc. Il a trouvé qu'il y a une augmentation de l'énergie de choc avec l'augmentation du pourcentage des fibres de jute, mais lorsque le pourcentage des fibres dépasse 50 % l'augmentation de la résistance au choc n'est pas significative.

Wambua et autre [126] ont réalisé des études sur les matériaux composites à matrice polypropylène renforcées par fibre naturelle (sisal, kénaf, chanvre, jute et fibre de coco). Les propriétés mécaniques des différents matériaux de fibres naturelles ont été examinées et comparées. Une autre comparaison a été faite avec les propriétés correspondantes des composites à matrice polypropylène renforcés par natte de verre. Les composites de fibres

naturelles examinées montrent une faible résistance aux chocs. Cependant, le chanvre et le sisal montrent une résistance comparable à celle des fibres de verre. Les propriétés spécifiques des composites en fibres naturelles sont parfois meilleures que celles du verre. Cela donne à penser que les composites en fibres naturelles ont un potentiel de remplacer le verre dans de nombreuses applications qui ne nécessitent pas une très haute charge.

Des essais au choc Charpy ont été effectués sur le verre/époxyde par Khalid [127]. Les essais au choc ont été effectués pour une température ambiante de 40 °C à - 40 °C. Des fractions de volume de fibre de 45 %, 55 % et 65 % ont été employées. Il a constaté que l'énergie de choc diminue avec l'augmentation de la fraction volumique de fibres de verre et une diminution d'énergie de choc avec la diminution de la température d'essai. Takahashi [128] a fait des essais de choc Charpy sur des composites verre/époxyde. Les éprouvettes sont immergées dans l'eau à 23 °C pendant 7, 60 et 180 jours. Les résultats montrent que la différence dans la résistance au choc pour le matériau due à la durée de l'immersion de l'eau n'était pas significative. Yeung [129] a traité la surface des fibres de verre avec l'agent d'accouplement de silane et a étudié l'effet de la force d'interface sur les propriétés d'impact des composites verre/époxyde et verre/polyester.

Khan et autres [130] ont comparé entre un composite jute/polypropylène et verre/polypropylène par l'application de l'essai de choc Charpy et avec la prise en compte de l'effet de l'eau, le composite jute court/PP présente des résultats presque similaires au composite verre/polypropylène.

1.6. Vieillessement des matériaux composites :

On appelle vieillissement tout phénomène d'évolution lente et irréversible de la structure et/ou de la composition d'un matériau sous l'effet de son instabilité propre, de l'interaction avec l'environnement, de sollicitations mécaniques, ou de la combinaison de plusieurs de ces causes [131]. L'exposition du matériau pour un temps très supérieur au temps de saturation en eau provoque le phénomène de vieillissement hydrique. Or, à haute température et/ou aux temps longs, on observe des états de dégradation très difficiles à maîtriser (dérive physicochimique du milieu de vieillissement, microfissuration de la matrice, dégradation de la surface des fibres) [132]. Le comportement d'un matériau n'est pas également affecté par les différents facteurs environnementaux. De plus, un même vieillissement n'a pas le même impact sur toutes les propriétés d'un matériau. Il convient donc de s'intéresser particulièrement aux facteurs environnementaux ayant un effet clairement marqué sur la tenue du matériau lors de son utilisation. C'est pourquoi, dans cette étude, nous nous intéresserons particulièrement aux effets du vieillissement sur la réponse mécanique du matériau.

Il existe deux principaux phénomènes dus au vieillissement des composites :

- Les phénomènes irréversibles, dont le vieillissement se traduit par un changement irrémédiable des propriétés ; on parle alors d'endommagement,

- Les phénomènes réversibles, dont le vieillissement se traduit par une modification temporaire des propriétés; la suppression du facteur responsable du vieillissement entraîne une restitution des propriétés.

Parmi les facteurs rencontrés durant la durée de vie des pièces et étudiés par les industriels du fait de leur impact sur la tenue du matériau au cours du temps sont : l'humidité [133][134][135][136][137], l'eau mer [138][139][140][141]. Ces facteurs environnementaux provoquent deux types importants de vieillissements qui peuvent être répertoriés en deux domaines: le vieillissement physique et le vieillissement chimique qui sont parfois intimement liés [142].

Le vieillissement physique est le résultat des modifications de la configuration dans l'espace des réseaux macromoléculaires sans altération de leur structure chimique telle que la relaxation structurelle, l'absorption de solvants.

Le vieillissement chimique est le résultat d'agression chimique qui peut modifier la nature chimique des molécules et affecte les différentes compositions du composite par la coupure des chaînes, et par conséquent la création des dégradations dans le matériau.

Les études sur le vieillissement des matériaux composites ont montré que l'exposition dans un milieu humide ou un milieu marin peut affecter les fibres, la matrice et les interfaces par différentes manières [143][144][145][146].

1.6.1. Vieillissement des composites en milieu humide :

La présence de l'eau dans un matériau composite peut introduire des contraintes résiduelles et affecte les champs mécaniques par l'amélioration des processus de fluage et de relaxation. En outre, l'interface fibres/matrice subit des dégradations par l'hydrolyse et l'attaque chimique provoque des pressions osmotiques contribuent à l'affaiblissement de la liaison fibre-matrice. La dégradation hydrolytique dans les composites est due essentiellement à la diffusion de l'eau dans le matériau conduisant à l'absorption d'humidité et, éventuellement la plastification de la matrice. La plupart des propriétés mécaniques sont sensibles à la dégradation hydrolytique.

Les matériaux composites à base des fibres de verre subissent une certaine dégradation due à la décomposition chimique des fibres elles-mêmes [108]. Les fibres de verre peuvent être endommagées par une exposition prolongée à l'eau, parce que le verre est constitué de silice, dans lequel les oxydes de métaux alcalins sont dispersés. Les oxydes métalliques alcalino-terreux sont hygroscopiques et hydrolysables. Cependant, le type des fibres de verre les plus utilisées pour les applications de génie civil est de verre E et verre S-, qui ne contiennent que de petites quantités d'oxydes alcalinométalliques, et sont donc résistant aux dommages causés par l'eau. Néanmoins, les composites de fibres de verre doivent être bien fabriqués pour éviter toute ingression d'eau à grande échelle, parce que la présence d'eau à l'interface de fibre de verre abaisse son énergie de surface qui peut favoriser la croissance de la fissure [147]. Une diminution remarquable de la résistance à la fatigue statique par l'application

d'essai de traction-traction sur un composite verre/ polydicyclopentadiene due a l'exposition a l'humidité jusqu'à 3 mois, l'interface fibre matrice se dégrade avec le temps de vieillissement [148]. Dans une variété de circonstances, il a été observé que l'humidité raccourcir la durée de vie en fatigue et accélère le processus de rupture en choc des composites en fibre de verre [149][150] . L'exposition d'un matériau à l'environnement l'humide peut conduire à une détérioration des matières quand il a une forte densité relative en verre, en abaissant par conséquent ses propriétés mécaniques [151]. Des essais de fatigue en traction-traction ont été effectués par McBagonluri et autres [152] sur un composite verre/vinyle-ester subit des cycles absorption désorption pendant 30 jours dans un environnement humide, les pentes de toutes les courbes S-N semblent être similaires, ce qui suggère l'existence d'un mécanisme de dommage commun.

L'exposition prolongée de la résine polyester dans l'eau provoque un vieillissement chimique qui se produit simultanément par l'hydrolyse, avec une attaque chimique sur les liaisons ester de la résine, qui sont les groupes réactifs principalement impliqués dans la dégradation et le lessivage observé dans les résines polyester [153]. Après avoir atteint la saturation, la résine de polyester présente généralement un comportement non Fickienne avec une perte de la masse souvent remarquée. Cette perte de masse parfois attribuée à la dégradation chimique, alors que le poids final souvent observé dans les systèmes composites est principalement lié aux dommages physiques tels que les microfissures de la matrice et décohésion fibre/matrice [154]. Prian et Barkatt [155] ont conclu que le vieillissement hybride d'un composite verre/polyester, peut conduire à la formation de microfissures et de vides, ce qui entraîne une augmentation de la surface exposée, qui provoque par la suite une augmentation de la vitesse de dissolution effective de la silice à partir des fibres verre. Ghorbel et Valentin [156] ont prouvé que l'immersion d'un composite en verre polyester dans l'eau à 60 ° C provoque une perte de styrène, avec une formation complémentaire de phénols.

Les matériaux composites à base des fibres naturelles telles que le jute constituent essentiellement des fibres lignocellulosiques (environ 56 à 64 %) [157], leur comportement se varié selon l'hydrophile. L'absorption d'eau est en fonction de l'hétérogénéité du matériau et la nature de l'interface qui vont créer des gonflements différentiels au sein du composite. L'absorption d'eau pourrait conduire à une diminution de certaines propriétés et devrait être considérée lors de la sélection des applications [158]. Les fibres végétales selon Roudier [159] ne sont pas entièrement entourées par la matrice polymère qui provoque une mauvaise interface fibre/matrice est par la suite un comportement incontrôlable vis avis l'absorption d'eau.

La diffusion de l'humidité dans un matériau composite peut être gouvernée par trois mécanismes différents [140] : le premier mécanisme implique la diffusion des molécules d'eau à l'intérieur des micro-espaces entre les chaînes polymères. Le second mécanisme implique le transport capillaire dans les interstices et les failles d'interfaces entre les fibres et la matrice. Le troisième mécanisme comprend le transport des microfissures dans la matrice résultant du gonflement des fibres (notamment dans le cas des composites à base de fibres naturelles).

Différentes études de vieillissement hydrique de composites à base des fibres naturelles ont été menées [160][161][162][163] dont le but de déduire le processus d'absorption d'eau et l'effet d'humidité sur les propriétés mécaniques et chimiques des composites. Comme l'ensemble des composites à base des fibres naturelles, les fibres de jute peuvent subir une plastification qui se caractérise par une évolution des propriétés mécanique. Hossain et autres [164] ont effectués des essais de flexion après le vieillissement hydrique d'un composite renforcé par fibres de jute, une diminution remarquable de la contrainte de rupture ainsi que de module de flexion avec l'augmentation de la durée d'immersion dans l'eau jusqu'à 60 jours. Un composite en sisal/polyester a été vieilli dans l'eau par Athijayamani et autres [135] et caractérisé en traction et en choc, la formation de la liaison d'hydrogène entre les molécules d'eau et la fibre de cellulose provoque une diminution des propriétés mécaniques en statique et en dynamique du matériau avec un délaminage au niveau de l'interface fibre-matrice. Akil et autres [140] ont étudié l'effet de l'absorption d'eau sur le comportement mécanique en flexion et en compression d'un composite jute/polyester, les résultats confirment l'effet négatif de l'eau diffusé dans le matériau sur les contraintes en flexion et en compression. Cependant, une croissance significative dans la déformation maximale due à l'augmentation de la ductilité des fibres.

1.6.2. Vieillissement en milieu marin :

La diffusion d'eau au sein des composites ne dépend seulement du taux d'humidité et la température du milieu environnant, elle dépend aussi de la salinité de l'eau et les processus de fabrication. La concentration en sel dans la structure de l'eau de mer, en particulier le chlorure de sodium influe fortement sur la quantité absorbée. Cette quantité est plus faible que dans le cas de l'eau pure [165]. Springer et autres [166] ont confirmé que la quantité d'eau absorbée à la saturation diminue lorsque la concentration en *NaCl* dans l'eau augmente. Cela s'explique par la présence de zones « cluster » dans l'eau salée dont le volume spécifique est supérieur à celui de l'eau libre.

La capacité des structures en matériaux composites de maintenir leurs propriétés en milieu marin pour des périodes longues a été démontrée d'une façon convaincante par les navires marins, par lesquels sur 20 ans de service en mer est maintenant disponible [45]. Le vieillissement dans un milieu marin n'a pas le même impact sur toutes les propriétés d'un matériau. Généralement, l'immersion d'un composite en milieu marin pendant une longue durée peut conduire à une dégradation chimique des différents constituants avec un gonflement de la matrice qui associé à une plastification et un délaminage de l'interface fibre/matrice. Le phénomène de dégradation chimique concerne principalement l'hydrolyse de la matrice et de l'interface. Au cours du vieillissement des composites, les produits d'hydrolyse formés s'accumulent dans les vides et les défauts à l'intérieur de la matrice thermodurcissable, et avec le temps ces vides qui sont déjà remplis d'eau se retrouvent alors sous une pression osmotique [167]. Cette pression conduit à un délaminage au sein du matériau. La matrice joue un rôle particulièrement important, car elle permet de protéger les renforts du milieu extérieur. Sa structure chimique conditionne sa vitesse d'hydrolyse et donc sa cinétique de dégradation. Les résines polyester sont les résines les plus utilisées en

construction navale en raison de leur faible coût et des meilleures propriétés mécaniques. L'exposition prolongée des polyesters aux environnements marins permet la formation des liaisons hydrogènes intermoléculaires avec les atomes électronégatifs (oxygène) [168], qui favorise la création d'agrégats (ensemble de particules solides qui adhèrent les unes aux autres) ou de clusters [169]. Visco et autres [170] ont confirmé que l'augmentation de la durée d'immersion dans l'eau de mer jusqu'à 10 mois participe à la dégradation de module de flexion et de cisaillement ainsi que la contrainte maximale de flexion des résines polyester (iso phtalique et ortho phtalique).

Plusieurs études ont été réalisées sur les mécanismes de dégradation dans des composites vieillis dans l'eau de mer à base d'une résine polyester [171][172][173]. Ils ont accentué que l'immersion en eau de mer des composites therm durcissables induit la plastification et l'hydrolyse et, autrefois, la dégradation interfaciale de fibre/matrice. La plastification et l'hydrolyse augmentent la mobilité moléculaire au sein du matériau. Gautier et autres [174] ont présenté des résultats d'une étude sur les dommages d'interface en verre/polyester avec la détermination de la résistance au cisaillement inter laminaire, le taux de diffusion et l'hydrolyse de la matrice. Ils ont conclu que les pertes macroscopiques de propriété mécanique dans les essais de vieillissement accéléré doivent être provoquées par le délaminage interfaciale fibre/matrice, et pas par l'hydrolyse de la matrice. L'effet de vieillissement dans l'eau de mer sur la performance en fatigue d'un composite verre/polyester a été étudié par Kotsikos et autres [175]. Ils ont utilisé l'émission acoustique pour évaluer l'accumulation de dommages sous une charge monotone en flexion quatre-point, une réduction significative des propriétés mécaniques (la contrainte à la rupture, la rigidité, fissuration de fibre et un délaminage de l'interface) d'environ quatre fois par rapport aux spécimens non immergés. Huang et autres [176] ont étudié expérimentalement l'effet de l'absorption de l'eau de mer sur la résistance à la traction et à la flexion d'un composite verre/polyester. Ils ont trouvé qu'une réduction significative des propriétés mécaniques avec l'augmentation de la durée d'immersion. Un vieillissement d'un composite verre/polyester a été effectué par Kootsookos et Mouritz [177] pendant 24 mois, une réduction de l'ordre de 20% à 40% de la résistance à la flexion, cependant l'énergie de rupture n'était pas sensiblement affectée. Huang [178] est fait des essais de traction sur un composite verre polyester vieilli dans l'eau salée (eau de mer artificielle) pendant 10, 30, 60,90 et 120 jours. Il a remarqué que les groupes d'ester de la résine polyester subissent l'hydrolyse une fois immergés dans l'eau et la diminution de la résistance à la traction avec l'augmentation du temps de traitement due l'extraction des molécules de faible poids de polyester ainsi que le délaminage de l'interface.

La mauvaise adhérence entre les fibres et la matrice produit des espaces vides autour des fibres dans les composites de fibres naturels qui mènent à une prise d'eau plus haute [179]. Les fibres de cellulose qui sont fortement hydrophiles permettent l'absorption d'eau et par conséquent un gain de poids important [180]. La mise en service des matériaux composites à base des fibres végétales dans un milieu marin pendant une longue durée peut gouverné a des changements physiques et chimiques du matériau. En effet, les propriétés mécaniques sont inévitablement changées par l'absorption d'eau. Une baisse de l'ordre de 62% de la

résistance au cisaillement interlaminaire de composite jute/polyester vieilli dans l'eau de mer pendant 2736 heures [181]. Cette baisse de résistance est due principalement à la pénétration interlaminaires des molécules d'eau dans le matériaux et a la dégradation de l'interface jute/polyester. Cependant, la baisse de la résistance continue a diminuée avec l'augmentation de la durée de vieillissement, bien que l'absorption d'eau atteint l'équilibre à 300 heures. La diffusion de l'eau à l'intérieur des vides et des microfissures du composite est fortement liée à la nature de milieu environnant, Hazizan et autres [140] ont confirmé que le coefficient de diffusion d'un composite jute /polyester immergé dans l'eau de mer est moins important que dans l'eau distillée et dans l'eau acide. L'eau de mer (notamment le chlorure de sodium) ralentit le processus de diffusion dans la matrice des matériaux composites, ce qui entraîne une plus faible absorption des paramètres cinétiques [182]. Le module d'élasticité en flexion et la résistance à la flexion ont été diminués avec l'augmentation de la durée d'immersion dans l'eau de mer [123] qui est due à la forte capacité d'absorption de la fibre de jute après l'exposition dans un environnement aqueux. En plus, la déformation à flexion maximale augmente avec la durée d'immersion dans l'eau de mer qui est due probablement d'une part à la teneur en cellulose de la fibre de jute dans les composites qui sera réduite en raison du processus d'absorption de l'eau, d'autre part les fibres devenues flexible suit à l'effet de plastification du matériau [183].

Chapitre 2 : Matériaux et méthodes expérimentales

Ce chapitre a pour but de présenter une description des matériaux utilisés dans cette étude, les techniques expérimentales pour caractériser ces matériaux en statique et en dynamique, ainsi que les processus de vieillissement hydrique et marin.

2.1. Présentation des matériaux

Pour faciliter la présentation, on adoptera les symboles pour les composites étudiés :

- Jute/polyester avec un pourcentage en fibres de jute 40% : **JP40**
- Verre/polyester avec un pourcentage en fibres de verre 40% : **VP40**
- Verre/polyester avec un pourcentage en fibres de verre 30% : **VP30**
- Verre/polyester avec un pourcentage en fibres de verre 20% : **JP20**

2.1.1. Renfort :

L'étude se limite à deux types des renforts des matériaux composites :

- Un tissu de fibre de verre E constitué d'un mat à fibres courtes coupées d'une masse volumique de 2540 kg/m^3 , un module d'élasticité de 72 GPa , et une contrainte à la rupture de $3,5 \text{ GPa}$, la déformation à la rupture est de l'ordre de $4,4\%$ [184].
- Un renfort en fibre de jute bidirectionnel ayant une densité moyenne de 1300 kg/m^3 , un module d'élasticité de $20 - 55 \text{ GPa}$ et un allongement à la rupture d'environ $1,6\%$ [185][186][187][188]

2.1.2. Résine :

La résine utilisée est la résine polyester insaturé, elle est constituée d'un monomère (le styrène) et réticulée à température ambiante par addition de catalyseur de type peroxyde organique. Elle passe successivement de l'état liquide visqueux initial à l'état de gel, puis à l'état de solide infusible. Le module de flexion E est de l'environ $2,35 \text{ GPa}$, avec une contrainte à la rupture égale à $0,072 \text{ GPa}$.

2.2. Mise en œuvre

2.2.1. Matériau composite jute polyester (JP40) :

La mise en œuvre de matériau est assurée au Laboratoire des Matériaux composites de l'université de Boumerdes avec un pourcentage de renfort jute bidirectionnel de l'ordre de 40%. La méthode de moulage sous pression est celle utilisée pour la fabrication des plaques de 300x 210 mm (figure 2.1).



Figure 2.1. Plaque en composite bidirectionnel jute polyester 40% (JP40)

2.2.2. Matériaux composites verre polyester :

Le composite multidirectionnel verre polyester avec un pourcentage de 40% (VP40) fabriqué au niveau de la Société De Fabrication De Films Plastiques Et De Polystyrène Expandé, Oued sly, Chlef (figure 2.2).



Figure 2.2. Plaque en composite multidirectionnel verre polyester 40% (VP40)

Le composite multidirectionnel verre polyester avec les pourcentages 20% et 30% (VP20 et VP30) est fabriqué au niveau du Laboratoire des matériaux de l'Université Badji mokhtar a Annaba avec la méthode du moulage au contact. la stratification par moulage au contact peut débiter lorsque la polymérisation du gelcoat est suffisante, sa pégosité ou son pouvoir collant étant évalué au toucher; cette opération consiste à déposer des plis de renfort imprégnés de la résine de structure et à enlever les bulles d'air au rouleau ébulleur. Les plis en verre sont ainsi déposés pour conduire à des plaques de 300 x 300 mm(figure 2.3).

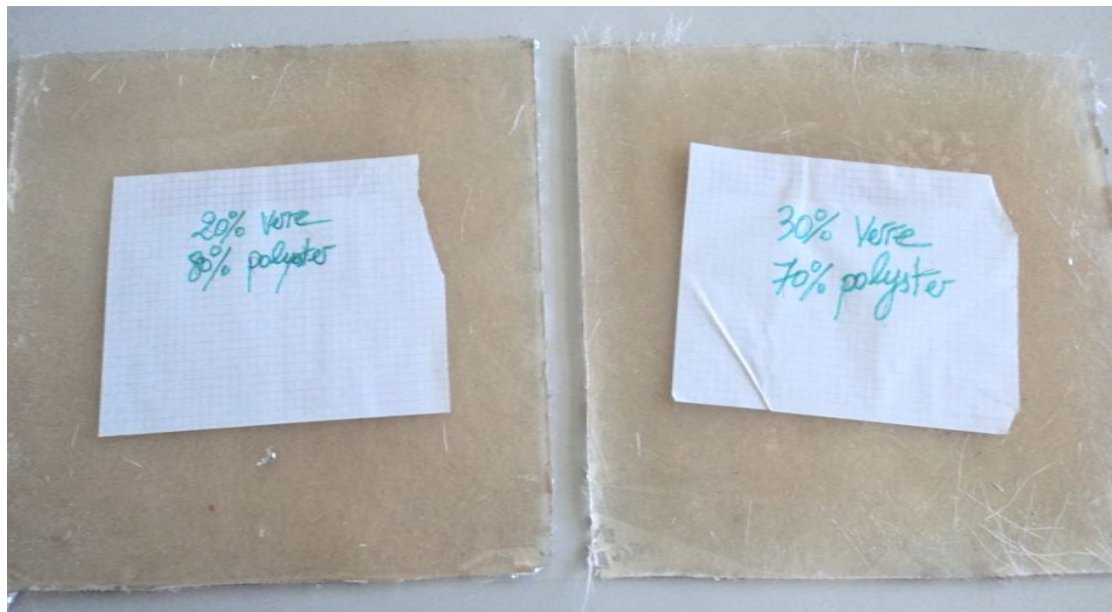


Figure 2.3. Plaque en composite multidirectionnel verre polyester 20% et 30% (VP20 et VP30)

2.3. Techniques expérimentales :

2.3.1. Essais statiques :

Les caractéristiques mécaniques des matériaux sont déterminées à l'aide des essais de caractérisations usuels (essai de traction et essai de flexion trois-points). La machine utilisée est une machine de flexion universelle de type Zwick/Rowel Z020. Cette machine est constituée d'un bâti d'essai relié avec un PC qui affiche les valeurs des charges appliquées et les déformations qui correspondent (figure.2.4).



Figure 2.4. Machine de flexion universelle (Zwick Z020).

2.3.1.1. Essai de traction :

L'essai de traction est effectué sur une machine de flexion universelle avec les dispositifs de l'essai de traction (figure 2.5), la vitesse de sollicitation est de 2 mm/min et un maximum de la charge de 20KN. Les éprouvettes de forme rectangulaire découpées de plaquettes de jute/polyester et de verre- polyester, leurs dimensions sont recommandées par les normes ASTM D5083 [189], ASTM D3039 [190]. L'essai de traction permet de déterminer la loi de comportement contrainte – déformation dans une direction donnée.



Figure 2.5. Dispositif d'essai de traction.

La figure 2.6 montre les géométries des éprouvettes utilisées en traction.

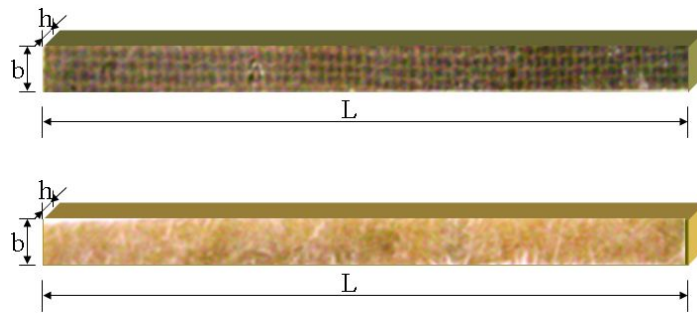


Figure.2.6. Éprouvettes utilisées en traction.

La contrainte à la rupture en traction est donnée par la formule suivante :

$$\sigma_r = \frac{P}{S} \quad (\text{MPa}) \quad (\text{Eq.2.1})$$

P : la force appliquée à l'éprouvette au moment de rupture.

S : la section de l'éprouvette, $S = b.h$

Le module d'Young est donné par la loi de Hooke :

$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon} \quad (\text{MPa}) \quad (\text{Eq.2.2})$$

σ : la contrainte de traction

ε : la déformation qui correspond la contrainte de traction, $\varepsilon = \frac{\Delta L}{L_0}$

2.3.1.2. Essai de flexion:

L'essai de flexion effectué est celui de flexion trois-points mené sur la même machine (flexion universelle Zwick Z020) dans des conditions précisées à la figure 2.7. Les éprouvettes ayant une forme rectangulaire (80x15x4 mm) avec une distance entre appuis $L = 64$ mm, conformément aux dimensions recommandées par les normes ASTM D790 [191] ou future norme ISO 14125 [192].



Figure 2.7. Dispositif d'essai de flexion 3 points.

La figure 2.7 montre la géométrie des éprouvettes utilisées en flexion 3 points.

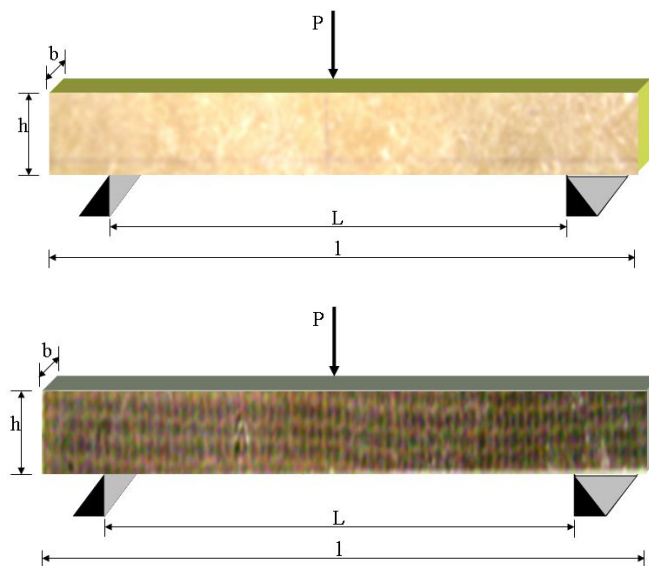


Figure 2.8. Éprouvettes utilisées en flexion.

La théorie des poutres permet d'exprimer :

La contrainte normale en flexion :
$$\sigma_f = \frac{3PL}{2bh^2} \quad (\text{Eq.2.3})$$

Le module de flexion :

$$E_f = \frac{PL^3}{4bh^3W_c} \quad (\text{Eq.2.4})$$

La déformation en surface :

$$\varepsilon = \frac{6W_c h}{L^2} \quad (\text{Eq.2.5})$$

Avec :

P : la force appliquée en (N).

L : la distance entre les appuis en (mm).

b : la largeur de l'éprouvette en (mm).

h : l'épaisseur de l'éprouvette en (mm).

W : la flèche de l'axe neutre en (mm).

2.3.2. Essai de fatigue en flexion 3 points :

L'essai de fatigue cyclique en flexion 3 points est effectuée sur des éprouvettes fabriquées à partir des plaques en composite verre polyester et jute polyester (figure 2.9). Ces éprouvettes ayant une forme rectangulaire (80x15x4 mm) avec une distance entre appuis $L = 64$ mm, les dimensions utilisées sont celle les même pour l'essai de flexion 3 points.



Figure.2.9. Éprouvette utilisée en fatigue

Le principe de l'essai consiste à appliquer une force axiale au milieu d'une éprouvette portée par deux appuis séparés de 64 mm. La machine utilisée est de type «ZWICK ROEL» de

capacité ± 20 KN (figure 2.10). La variation de la charge est maintenue constante avec une fréquence de 1,25 Hz, un rapport de charge de 0 et à température ambiante. Le type de chargement est sinusoïdal à amplitude constante (figure 2.11).

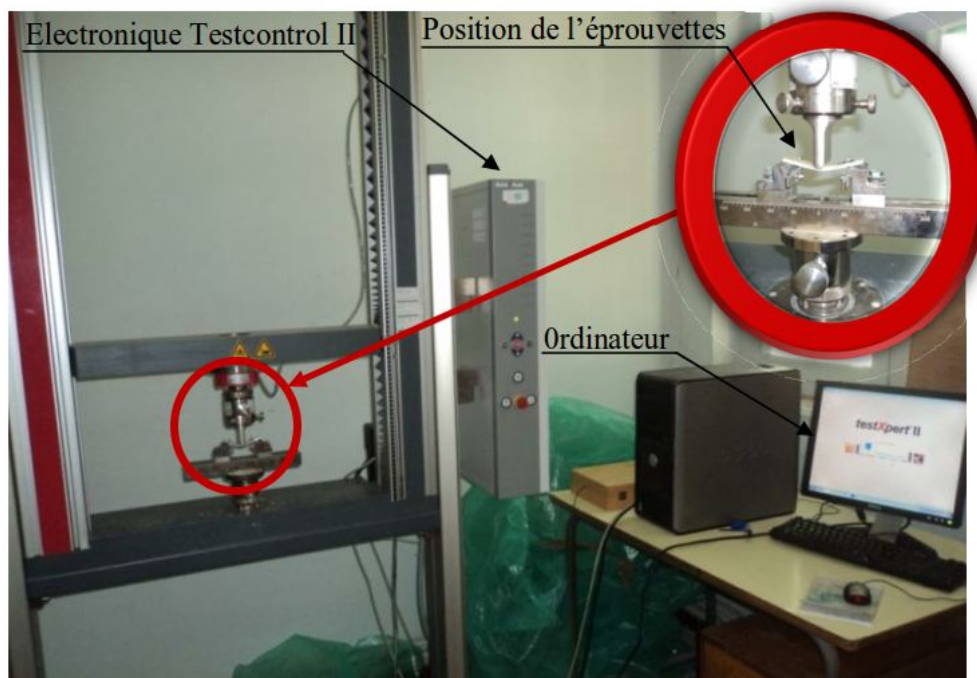


Figure 2.10. Dispositif de l'essai de fatigue en flexion 3 points

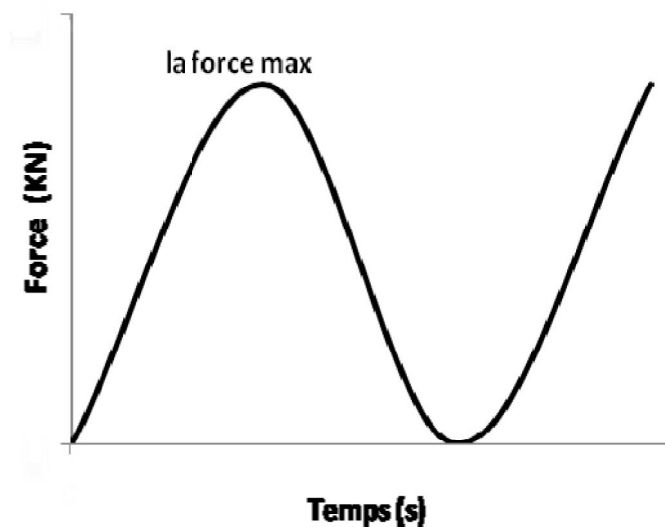


Figure 2.11 : signal sinusoïdal utilisé.

Les éprouvettes ont subi différents niveaux de chargement par rapport à la charge maximale de rupture statique en flexion trois-points, soit, 80%, 70%, 60%, 55%, 45%, 35% et 25%. Pour chaque niveau de charge, un minimum de trois éprouvettes a été testé. Le critère adopté est la rupture totale de l'éprouvette. La limite d'endurance est fixée à 10^5 cycles pour des raisons pratiques au niveau du laboratoire.

2.3.3. Essai de Choc Charpy :

Les essais de choc ont été effectués sur éprouvettes prismatiques à entaille latérale du type SEN (Single Edge Notch), conforme à la norme ISO 179 [193].

Les éprouvettes ont été découpées sous forme de barreaux rectangulaires puis entaillées au milieu à des profondeurs différentes. L'entaillage a été réalisé d'abord à l'aide d'une scie à métaux puis avec une lame rigide pour avoir une forme aigüe du fond de la fissure. La mesure de l'entaille a été effectuée à l'aide d'un pied à coulisse. Les longueurs des entailles sont effectuées de façon à satisfaire la condition suivante :

$$0,2 < a/D < 0,6$$

a : Longueur d'entaille (mm).

D : Largeur de l'éprouvette (mm).

Les dimensions des éprouvettes sont montrées au tableau 2.1 pour les deux types des matériaux utilisés.

Matériaux (verre polyester VP20,VP30, jute polyester JP40)			
Longueur l (mm)	Largeur D (mm)	Épaisseur B (mm)	Distance entre appuis L (mm)
80 ±0.2	15±0.2	4±0.2	≈ 64

Tableau 2.1. Dimensions des éprouvettes de choc Charpy.

La figure 2.12 montre les différentes éprouvettes utilisées aux essais de choc.



Figure 2.12. Éprouvettes utilisées aux essais de choc Charpy.

Les essais pour les éprouvettes ont été effectués sur une machine de choc Charpy Zwick/Roell 5113 conforme aux normes EN 10045-2[194], DIN 51 222 [195] et ASTM D 256 [196]. L'avantage de cette machine est l'aptitude à l'installation même dans un bureau grâce à sa petite taille et à son poids réduit (figure 2.13).

Selon la matière à tester et leur dimension, la machine offre différentes pendules ; 7.5, 15, 25 et 50 joules avec un angle de déclenchement de 160°, la longueur d'un pendule est de 390mm,

jeux d'appuis et portes-éprouvette interchangeables, la vitesse d'impact est de 3.85 m/s pour notre cas une énergie maximale de 7.5 joule est suffisante pour rompre ce type de matériau.

L'affichage des résultats d'essai apparaît sur un afficheur direct (affichage digital), l'interface sectorielle de l'appareil permet de le raccorder à un PC ; un logiciel Test EXPERT interactif permet un traitement facile des données déterminées en essai.

En effet, il autorise une gestion séparée des valeurs mesurées provenant de différents appareils reliés.



Figure 2.13. Machine d'essai Charpy avec affichage numérique.

2.4. Processus de vieillissement :

La propagation sous critique des défauts de surface du composite procède de l'effet combiné de l'environnement et des contraintes. Après diffusion, l'eau peut avoir selon la nature du matériau et la température une action chimique sur chacune des phases constitutives (matrice, interface, fibres). Les transitoires de diffusion entraînent alors une hétérogénéité des états de dégradation chimique à travers l'épaisseur des éprouvettes. L'uniformité du vieillissement ne peut donc être garantie que pour des temps de vieillissement très supérieurs au temps de saturation en eau.

Les matériaux composites verre polyester et jute polyester étudiés sont placés directement dans des bacs d'eau douce et de mer naturelle (figure 2.14) à une température ambiante et pour des durées 30, 90, 180 et 270 jours.



a) Verre/polyester (VP40) vieillis dans l'eau de mer

b) Verre/polyester (VP40) vieillis dans l'eau douce



c) Jute/polyester (JP40) vieillis dans l'eau de mer

d) Jute/polyester (JP40) vieillis dans l'eau de mer

Figure 2.14. Éprouvettes vieilles.

Afin d'éviter toute contamination avec les produits de la dégradation des éprouvettes, l'eau des bacs est renouvelée en permanence. La cinétique d'absorption d'eau des divers matériaux est déterminée expérimentalement en mesurant la prise de poids de l'échantillon en fonction du temps d'immersion.

Cette méthode gravimétrique est classique et simple pour établir des cinétiques d'absorption d'eau. Les pesées sont réalisées sur une balance OHAUS Adventurer Pro AV8101 de précision 0,1 mg et d'étendue de mesure de 8100g (figure 2.15). Avant la mesure, les

échantillons sont enlevés des bacs et essuyés avec du papier absorbant pour les sécher superficiellement. La prise de poids d'un échantillon à l'instant t , exprimée en pourcent (Eq. 1.13)



Figure 2. 15. Éprouvettes pesées par une balance OHAUS Adventurer Pro AV8101.

Chapitre 3 : Caractérisation des matériaux non vieillis

Ce chapitre a pour but de caractériser en statique, en fatigue cyclique et en choc dynamique les différents types des matériaux utilisés dans cette étude. En se basant sur la détermination de la contrainte de rupture en flexion 3 points dans le but de déduire la réponse des matériaux en fatigue cyclique par l'application de l'essai de flexion alternée. Par la suite, une analyse de comportement en choc des éprouvettes pré fissurées (entaille) en utilisant la méthode de compliance basant sur la méthode de Williams.

3. 1. Caractérisation en statique :

Les essais statiques permettent de connaître mieux le comportement et la réponse du matériau composite au moment d'un chargement statique en mesurant la résistance à la rupture, la déformation maximale et le module d'élasticité.

3.1.1. Essai de traction :

L'essai de traction effectuée sur le composite jute polyester et verre polyester permet de déduire le module d'élasticité, la contrainte de rupture ainsi que la déformation à la rupture. Le module d'élasticité moyen pour le composite jute- polyester JP40 est de l'ordre de 1267 MPa (Tableau 3.1). Cette valeur de module d'élasticité est proche des résultats obtenus par FAR sur un composite unidirectionnel [197]. Pour le composite industriel multidirectionnel verre- polyester avec un pourcentage des fibres de 40 % VP40, le module d'élasticité moyen est de l'ordre de 1796 MPa.

	JP40	VP40
E_f(MPa)	1267±13	1796±205
σ_r(MPa)	56,5±6	98±13

Tableau 3.1 : Caractéristiques mécaniques en traction

La courbe contrainte – déformation obtenue en traction pour les matériaux composites jute/polyester JP40 et verre/polyester VP40 est représentée sur les figures 3.1, 3.2 respectivement.

Ces courbes sont linéaires jusqu'à la rupture traduisant un caractère fragile et élastique des matériaux testés, mais le module d'élasticité pour le composite verre – polyester plus important que le composite jute – polyester.

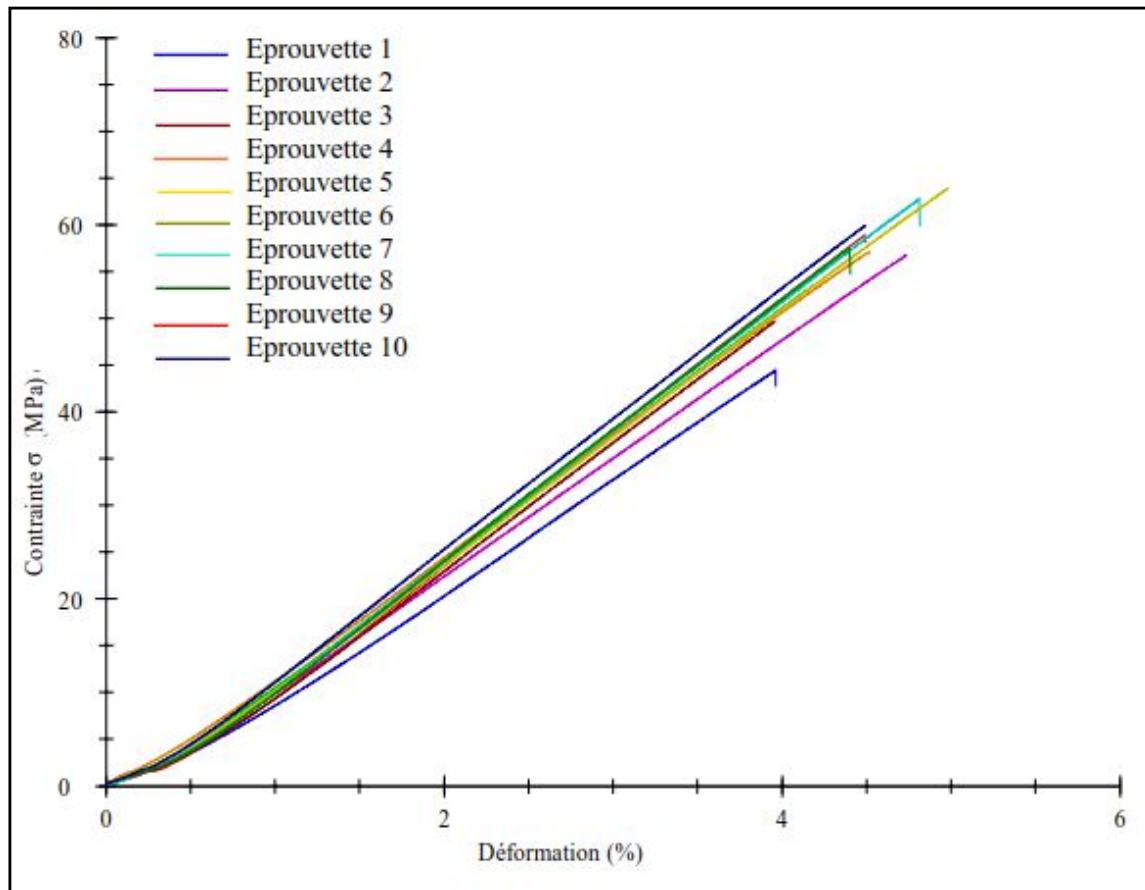


Figure 3.1. Courbe de traction d'un composite bidirectionnel jute – polyester.

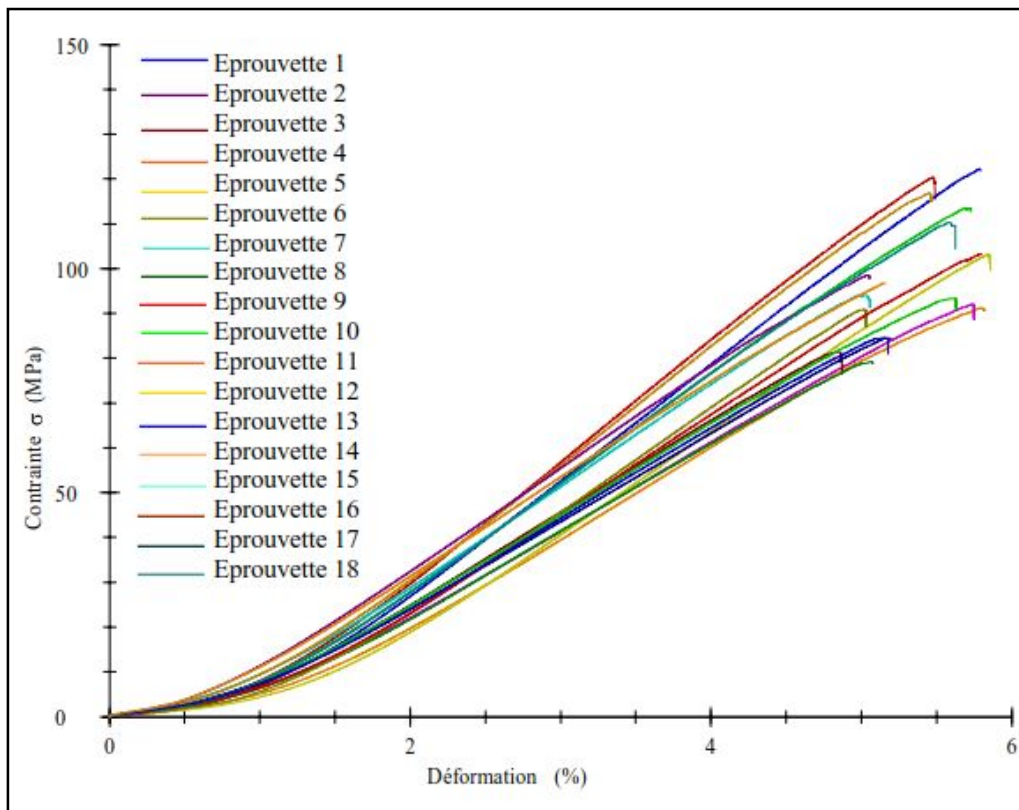


Figure 3.2. Courbe de traction d'un composite multidirectionnel verre – polyester.

3.1.2. Essai de flexion :

L'essai de flexion permet de déterminer le module de flexion et la contrainte à la rupture du matériau. Le tableau 3.2 rassemble les valeurs moyennes et l'écart-type de composite bidirectionnel jute/polyester et composite multidirectionnel verre/polyester.

	JP40	VP40
E_f(MPa)	4510±563	6770±579
σ_r(MPa)	83,5±7,19	180±4,67

Tableau 3.2 : Caractéristiques mécaniques en flexion 3 points

Les valeurs mesurées de la contrainte à la rupture et de module de flexion se caractérisent par une dispersion traduisant l'effet de l'hétérogénéité des matériaux. Celle-ci est assez importante dans le cas d'un composite jute/polyester JP40 à cause de la multiplication des défauts de fabrication.

Les figures 3.3 et 3.4 montrent les courbes contrainte – déformation de composite bidirectionnel jute/polyester JP40 et composite multidirectionnel industriel verre/polyester.

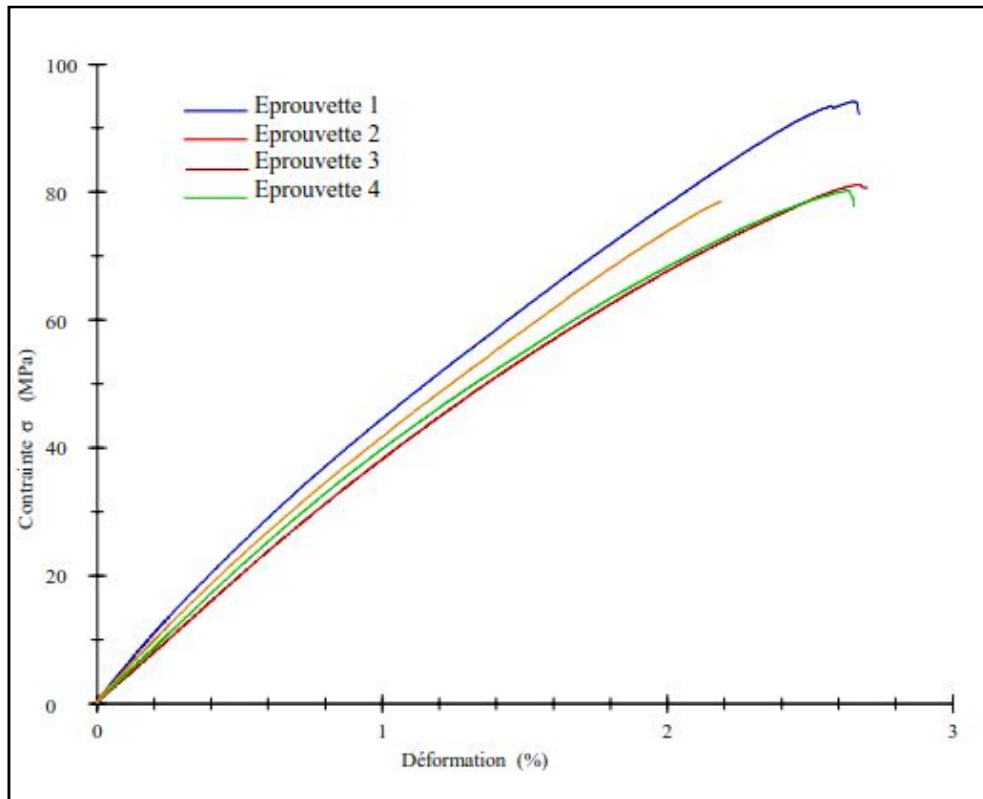


Figure.3.3. Courbe contrainte – déformation en flexion 3 points d’un composite bidirectionnel jute – polyester

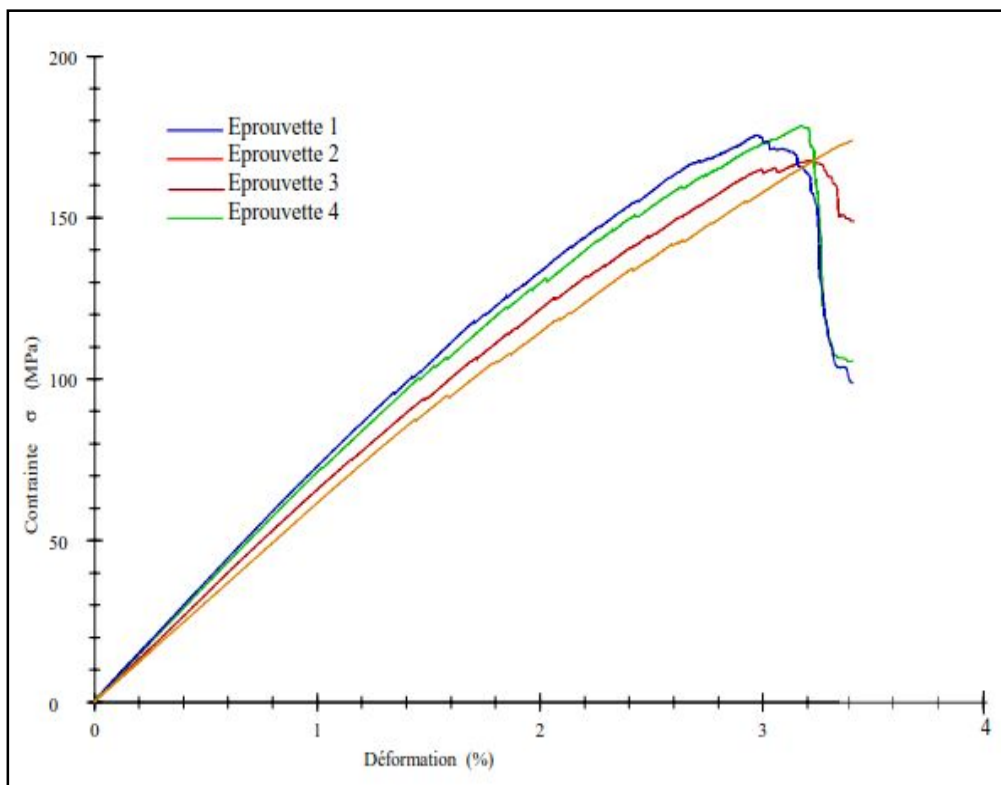


Figure.3.4. Courbe contrainte – déformation en flexion 3 points d’un composite industriel multidirectionnels verre – polyester

La courbe contrainte – déformation montre trois zones pour les deux types des matériaux testés :

- une phase linéaire traduisant le comportement élastique du matériau.
- Une phase linéaire de pente plus faible traduisant l'endommagement qui se produit au sein du matériau. Elle commence à une intensité de contrainte inférieure à celle de la contrainte à la rupture.
- Une chute de la contrainte au de là du maximum annonçant la rupture instable du matériau.

Ceci est certainement dû à la complexité des facteurs qui conduisent à la rupture : rupture de la matrice, rupture des fibres, rupture de l'interface. Tous ces facteurs peuvent avoir lieu simultanément [198].

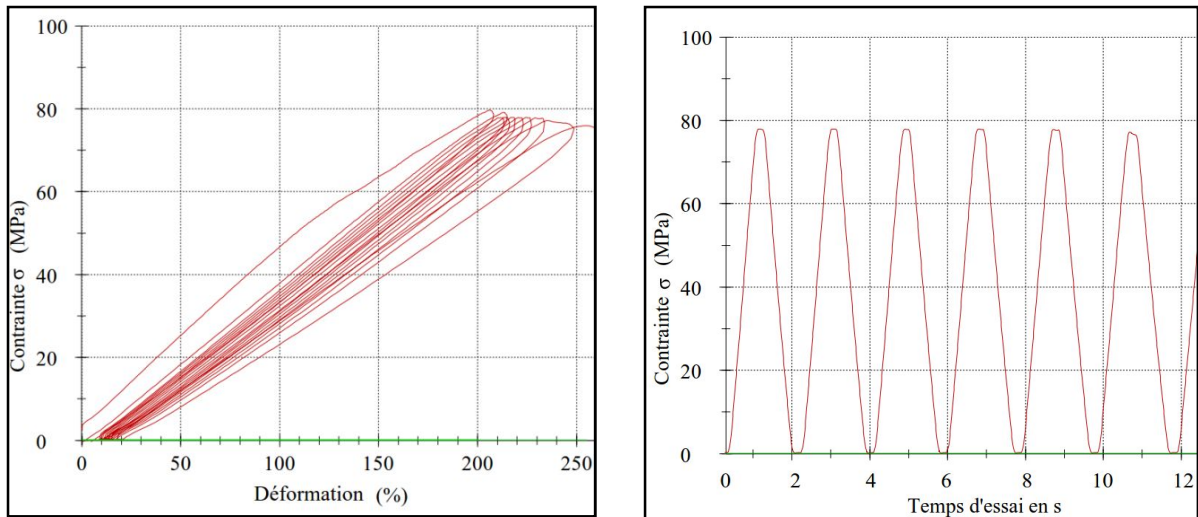
Le matériau composite verre/polyester présente un module de flexion supérieur à celle d'un composite jute/polyester. Ceci est dû principalement à la nature des fibres et leur architecture.

La dispersion des résultats de mesures des caractéristiques mécaniques des matériaux testés peut être attribuée à l'hétérogénéité locale due à la distribution et l'orientation du taux de fibres dans le matériau, la constance du taux de fibres n'est pas stable d'une éprouvette à une autre.

3.2. Essai de fatigue cyclique :

Des cycles de fatigue cyclique en flexion 3 points ont été menés sur le matériau jute/polyester JP40 et verre/polyester VP40 en état sec à une température ambiante, afin déterminer les évolutions des propriétés mécaniques pour des contraintes inférieures à la fin de proportionnalité.

Les éprouvettes JP40 et VP40 ont subi sept (07) niveaux de chargement différents par rapport à la Contrainte maximale de rupture en flexion trois-points, avec une fréquence de 1,25 Hz et un rapport de charge $R = 0$ (figure 3.5). Le détail des cycles réalisés est présenté au tableau 3.3



(a) Flexion alterné : $R=0$ (contrainte-déformation)

(b) Signal sinusoïdal

Figure 3.5. Essai de fatigue en flexion 3 points

Les durées de vie moyennes des éprouvettes testées sont tabulées dans le Tableau 3.3 qui récapitule les données relatives à chaque niveau de charge pour les deux types d'éprouvettes étudiées (JP40 et VP40). Durant les essais, aucune rupture n'est observée parmi les éprouvettes sollicitées pour le niveau de 25% de la contrainte de rupture en flexion 3 points. Les données expérimentales sont représentées dans les Figures 3.6 et 3.7.

Le modèle linéaire de Wöhler [199] présenté dans Tableau 1.1. est adapté aux résultats sur les diagrammes S-N. L'ordonnée y représente la contrainte maximale appliquée (MPa). L'abscisse x correspond à la vie de l'éprouvette et est exprimée dans le modèle de Wöhler. N_f est le nombre de cycles à rupture, A et B sont des paramètres intrinsèques du matériau.

σ/σ_r (%)	JP40		VP40	
	N_f (Cycle)	$\log N_f$	N_f (Cycle)	$\log N_f$
80%	632	2,80	295	2,48
	433	2,64	986	2,99
	412	2,61	857	2,93
70%	2347	3,37	3106	3,49
	1183	3,07	1274	3,10
	2143	3,33	7557	3,88
60%	5278	3,72	12644	4,10
	6710	3,83	9576	3,98
	8034	3,90	6715	3,83
55%	14654	4,17	15379	4,19
	17890	4,25	15934	4,20
	14956	4,17	20066	4,30
45%	52490	4,72	33147	4,52
	79394	4,90	29671	4,47
	41064	4,61	38169	4,58
35%	90654	4,96	67888	4,83
	84325	4,93	56765	4,75
	94355	4,97	66912	4,82
25%	>100000	>5,000	>100000	>5,000

Tableau 3.3 Durées de vies moyennes des éprouvettes testées pour tous les matériaux.

$$y = Bx$$

$$x = \log$$

Les paramètres identifiés de la loi de Wöhler (A , B) ainsi que l'indice de confiance (R^2) de toutes les réponses par rapport à la droite moyenne sont donnés dans le Tableau 3.4.

Matériau	A	B	R^2	σ_r (MPa)
JP40	104,50	14,74	0,73	83,5
VP40	233,6	32,88	0,73	180

Tableau 3.4. Paramètres identifiés pour le modèle de Wöhler des composites JP40 et VP40

Comme il apparaît sur le tableau 3.8, la comparaison entre les valeurs du coefficient A et de σ_r à l'état non vieillis de composite JP40 et VP40 montre un écart de 25 % et 30 % respectivement. Cet écart qui reste significatif peut s'expliquer en partie par l'écart important entre les vitesses de chargements dans ces deux types de sollicitations ainsi que par la dispersion importante des résultats de l'essai de fatigue.

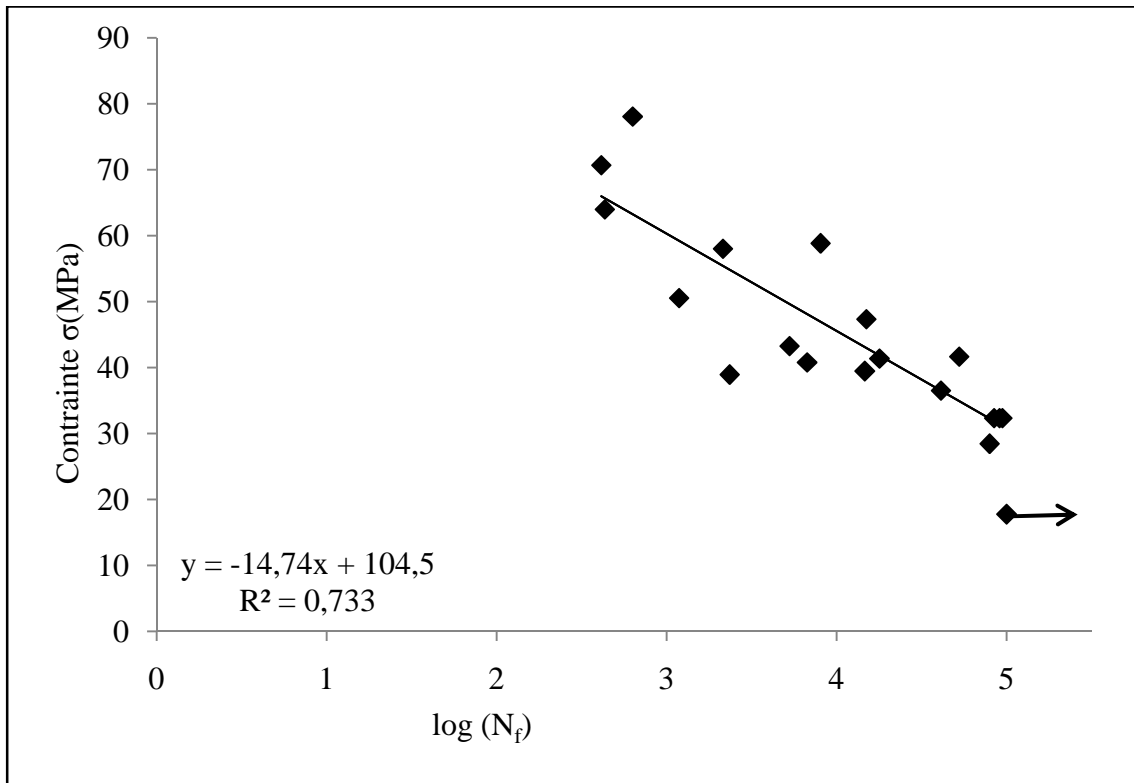


Figure 3.6. Courbe de Wöhler pour le composite JP40

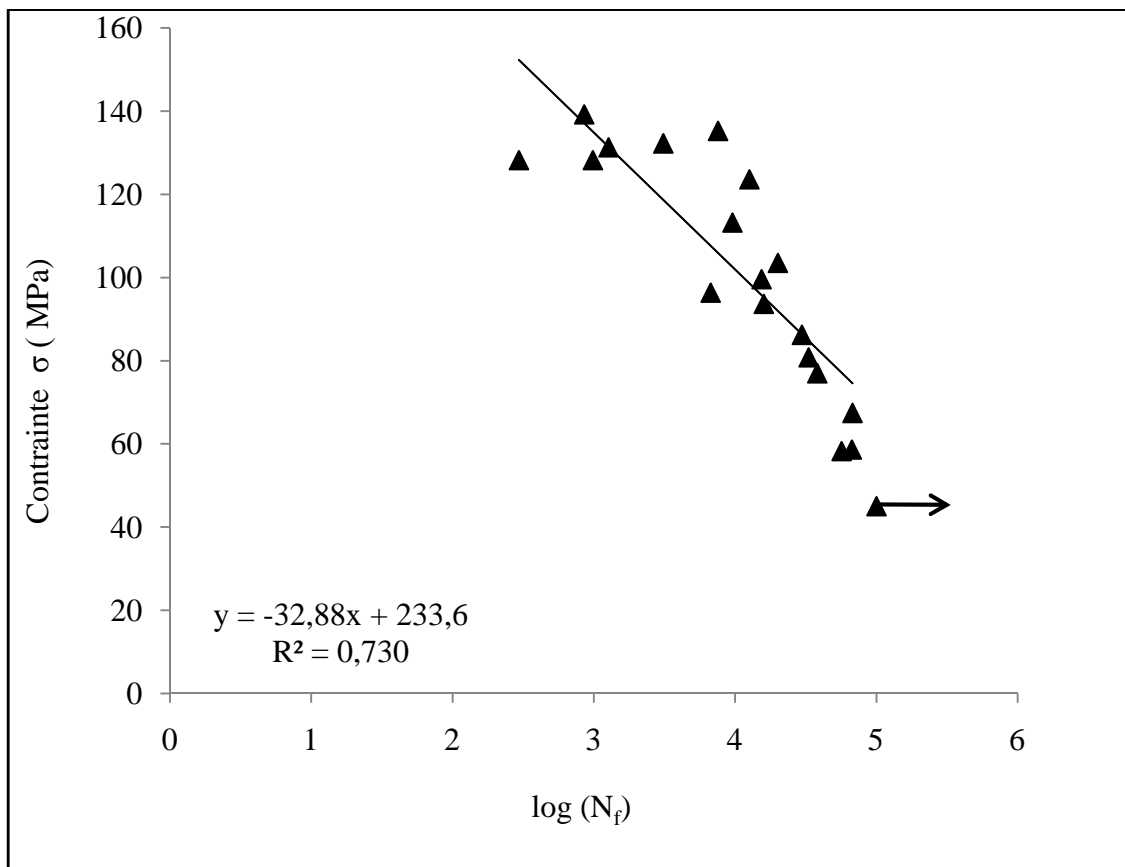


Figure 3.7. Courbe de Wöhler pour le composite VP40

Il observe sur les figures 3.6 et 3.7 que la courbe de Wöhler fait apparaître une partie décroissante jusqu'à un niveau de contrainte où il n'y a plus de rupture après 100000 cycles. C'est la limite d'endurance (résistance à la fatigue), c'est à dire une contrainte en dessous de laquelle il n'y a plus de rupture en fatigue. La limite de fatigue peut être estimée à: 21 MPa pour le composite JP40 et 45 MPa pour le composite VP40.

À des niveaux de contrainte élevés, la rupture des fibres se produit (avec ou sans décohésion interfaciale) qui conduit à des défaillances dans la bande de rupture en flexion. Pour des niveaux plus bas des contraintes, la rupture des fibres ainsi que la matrice se produit encore, il ne conduit pas assez rapidement à la rupture et l'endommagement de composite, mais d'autres mécanismes se produisent avec le temps de chargement tel que le cisaillement interfaciale et le craquelage de la matrice, etc. Ces mécanismes peuvent alors influencer sur l'état global des dommages dans le matériau.

De façon cohérente avec les résultats quasi statiques (Tableau 3.2). Le composite verre/polyester présentent une plus grande résistance à la charge de fatigue par rapport au composite jute/polyester en raison de leur plus grande résistance en flexion statique. Par contre, la pente de la courbe de fatigue pour le composite VP40 implique une diminution plus importante du niveau de charge avec la durée de vie. En effet, le niveau de la contrainte de fatigue diminue de 33 MPa/décade pour le verre/ polyester ($\sigma_r = 180$ MPa), mais seulement 15 MPa/décade pour le composite jute/polyester ($\sigma_r = 83,5$ MPa) révèle que le composite JP40 résiste mieux que le composite VP40 dans la plage de vie étudiée ($N_f \leq 10^5$) [200][43].

3.3. Caractérisation en choc :

La compréhension de la réponse des éléments en composite jute/polyester et verre/polyester constitue la base de cette étude. L'expérimentation s'avère complexe compte tenu de la forme et la géométrie des éprouvettes testées, la précision de la machine avec une vitesse importante. De nombreuses éprouvettes ont toutefois été opérées en choc Charpy avec différentes entailles dans le but de déduire la ténacité en choc dynamique des différents composites (résine polyester P, JP40, VP40, VP30, VP20). On utilisant la méthode de compliance proposée par J.G.Williams pour le traitement des résultats obtenus de mesures de l'énergie totale de rupture en fonction des surfaces rompues. Le tableau 3.5 rassemble les valeurs moyennes ainsi que l'écart type des différents matériaux testés (P, JP40, VP40, VP30, VP20).

	Nb. Epr	a (mm)	B (mm)	D (mm)	U (J)	ϕ	BDϕ (mm²)
P	09	2 - 6	2,98(0,30)	15	0,08 (0,01)	0,36(0,09)	15,69(4,56)
JP40	14	2 - 6	5,37(0,18)	15	0,42 (0,03)	0,282(0,039)	22,75(2,94)
VP40	15	2 - 6	3,41(0,17)	15	4,12(0,51)	0,45(0,040)	23,02(3,01)
VP30	15	2 - 6	4,41(0,29)	15	3,88(0,55)	0,34(0,057)	22,67 (3,19)
VP20	17	2 - 6	4,05(0,48)	15	3,283(0,69)	0,38(0,050)	23,34(4,08)

Tableau 3.5. Énergie totale de rupture et surfaces rompues des composites : Résine polyester P, JP40, VP40, VP30 et VP20

Les résultats de l'énergie de choc Charpy de l'ensemble des matériaux testés présentent une variation importante qui est en fonction de la nature du renfort ainsi que le pourcentage des fibres dans le matériau. Une augmentation significative des propriétés en choc peut être observée avec l'augmentation de la teneur en fibres par rapport à la résine de polyester pure. En effet, le composite VP40 avec 40% des fibres de verre présente une augmentation significative de l'énergie de choc par rapport à la résine polyester pure. Cela confirme l'efficacité de ce type des fibres comme matière de renforcement pour composites à base de résine polyester. Par contre, le composite jute polyester JP40 présente une énergie de choc presque négligeable devant l'énergie de rupture de composite verre polyester (VP40, VP30 et VP20). Sur la base des résultats présentés dans le tableau 3.5, la variation de l'énergie de choc Charpy U avec les surfaces des fissures rompues $Bw\phi$ de la résine polyester, composite jute/polyester et verre/polyester est représentée sur les figures 3.8, 3.9 et 3.10 respectivement.

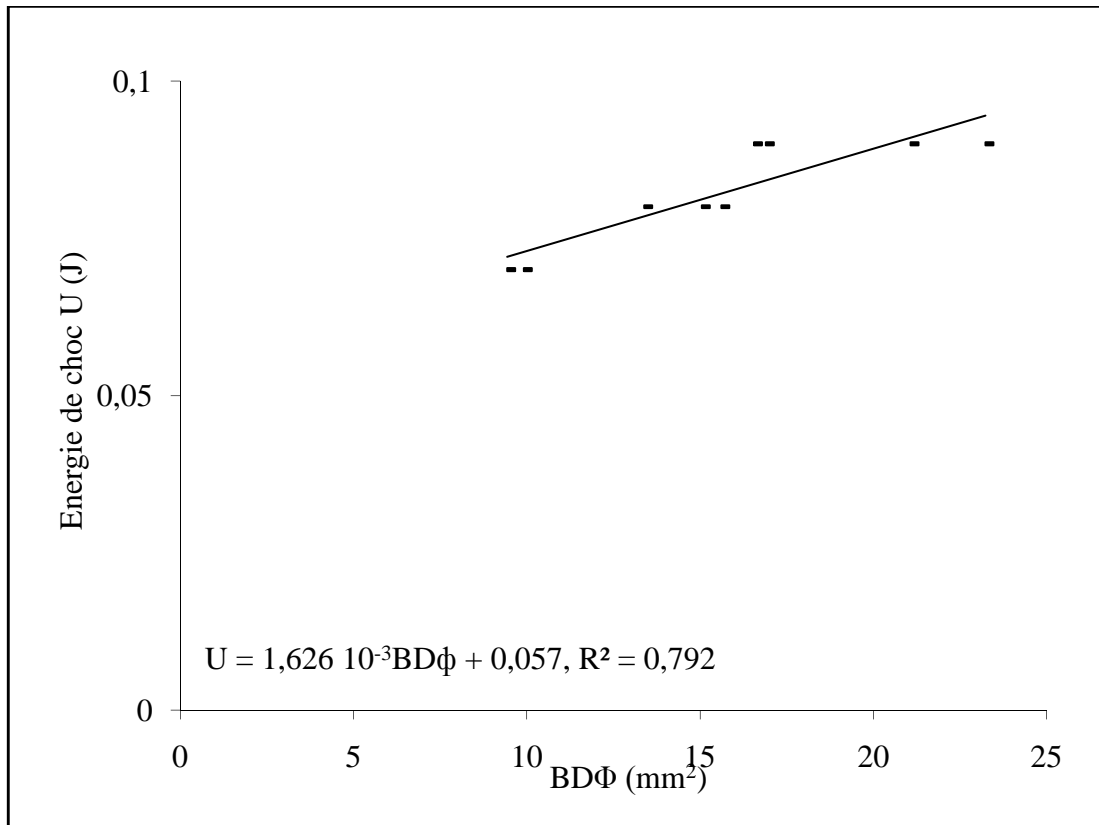


Figure 3.8. Énergie de rupture totale U en fonction des surfaces rompues $BD\phi$ de la résine polyester P

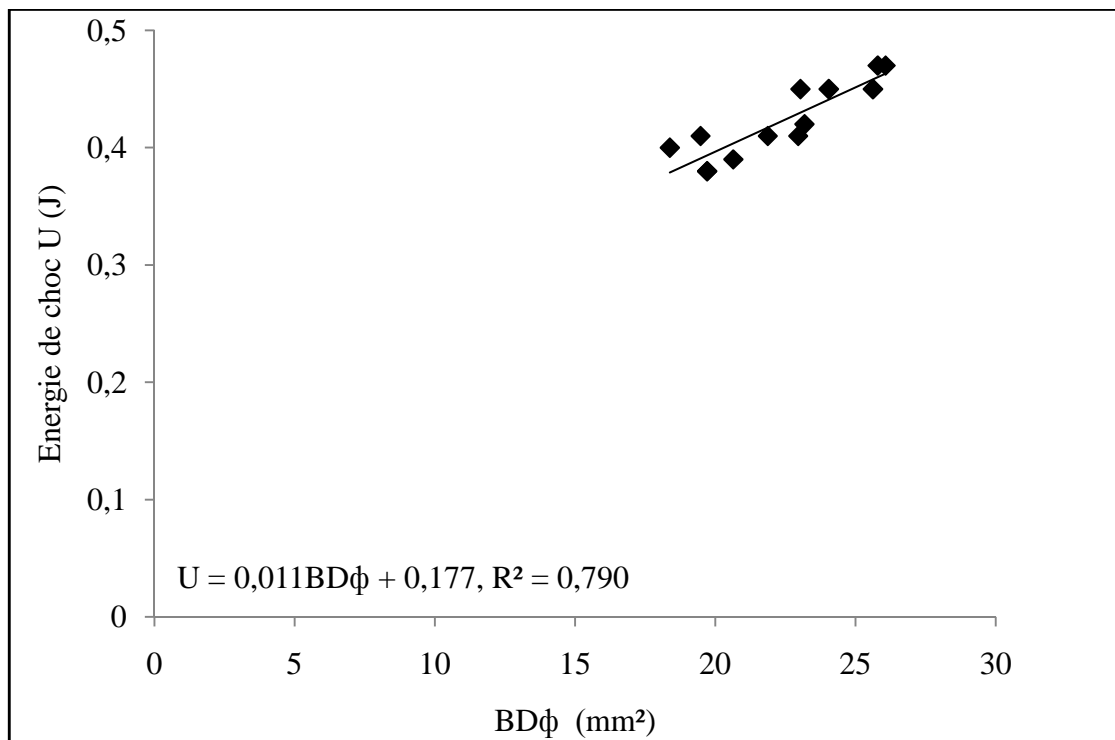


Figure 3.9. Énergie de rupture totale U en fonction des surfaces rompues $BD\phi$ le composite JP40

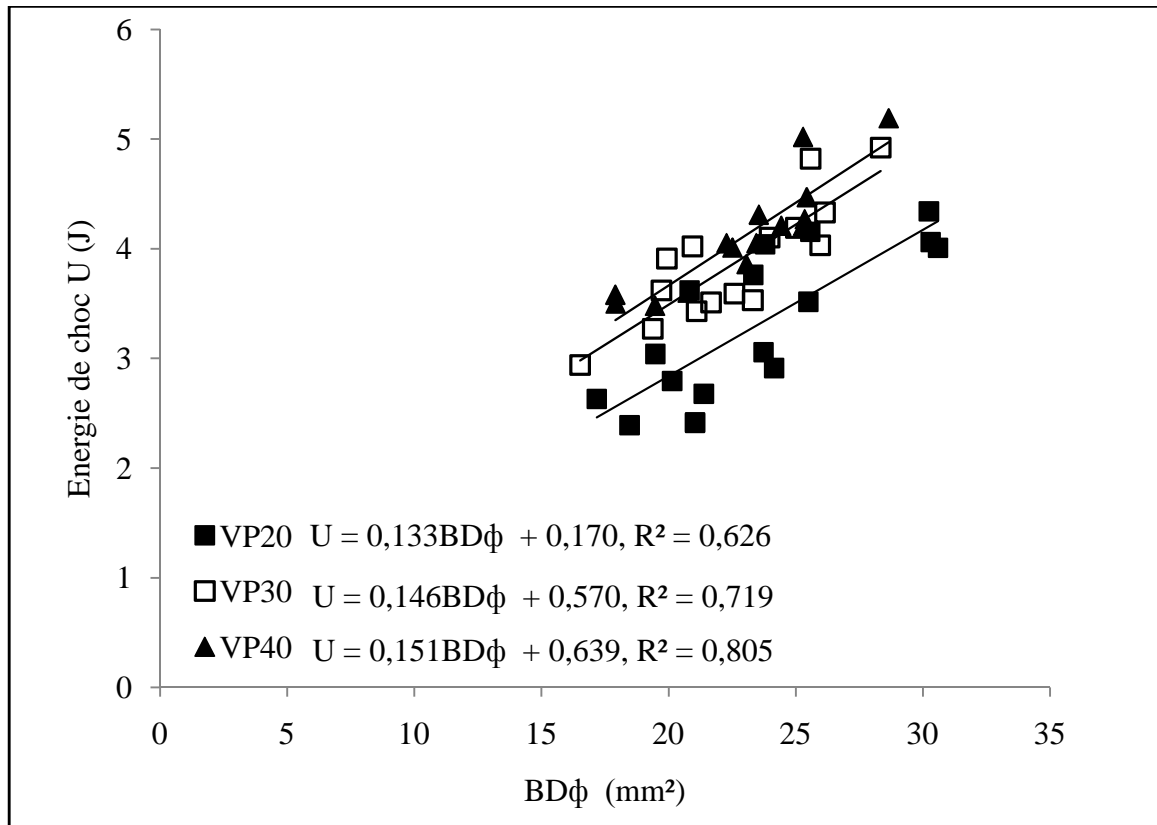


Figure 3.10. Énergie de rupture totale U en fonction des surfaces rompues $BD\phi$ pour le composite VP40,VP30 et VP20.

L'ajustement mathématique des points expérimentaux de l'essai de choc Charpy de chaque matériau testé permet de tracer la droite de régression linéaire. La pente de cette droite représente par la suite l'énergie critique de rupture ou force d'extension de la fissure en mode I notée G_{IC} . Le point de contact des droites de régression avec l'axe des énergies correspond à une énergie positive pour tous les types des composites étudiés. Cette énergie est fait partie de l'énergie totale mesurée ainsi qu'elle contribue d'une manière significative à la rupture correspond à l'énergie cinétique U_c de l'éprouvette. L'augmentation de l'énergie de choc Charpy avec l'augmentation des surfaces rompues se traduit par le fait que la rupture est un phénomène consommateur d'énergie. Ainsi, l'augmentation des surfaces rompues nécessite une énergie de rupture plus importante. Le tableau 3.6 rassemble les résultats de l'énergie critique, l'énergie cinétique ainsi le coefficient de corrélation de chaque matériau testé.

La régression linéaire effectuée donne l'équation suivante :

$$U = (G_{IC} \cdot BD\Phi) + U_c$$

	G_{IC} (KJ/m ²)	U_c (Joule)	R^2
Résine polyester (P)	1,63	0,057	0,79
JP40	11	0,177	0,79
VP40	151	0,639	0,81
VP30	146	0,570	0,72
VP20	133	0,170	0,63

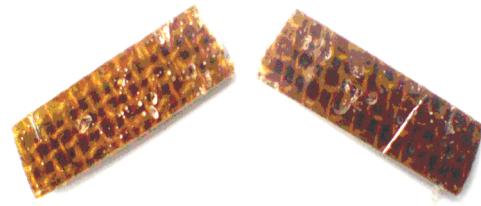
Tableau 3.6. Ténacité en choc G_{IC} et énergie cinétique U_c pour différents matériaux testés

La ténacité en choc de composite en résine polyester avec 0% de fibre présente une valeur de l'ordre de 1,63 KJ/m² qui est très proche des résultats obtenus par Low et autres [201]. Cette valeur est très petite par rapport au composite renforcé par les fibres de jute et les fibres de verre. La propagation des fissures dans ce cas suit une direction arbitraire. Mais, lorsque le matériau est renforcé, la propagation des fissures est guidée par les fibres et la fissure se propage le long de la direction des fibres [202]. La matrice polyester lie l'ensemble des fibres agit comme un moyen de transmission des charges extérieures vers les fibres, ce qui permet d'augmenter la résistance au choc du matériau.

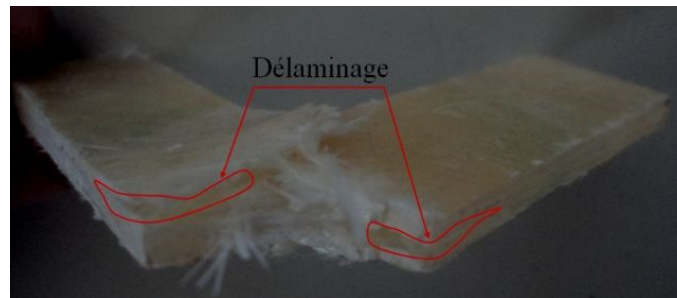
Le composite jute/polyester (*JP40*) présente une valeur minimale de ténacité en choc par rapport au composite verre/polyester (*VP40*, *VP30*, *VP20*). Elle est en fonction des propriétés mécaniques des fibres ainsi que la compatibilité des fibres avec la matrice polyester. En effet, Le matériau composite jute polyester ayant des propriétés en statiques moins importantes que le composite verre polyester. En outre, les éprouvettes en verre/polyester ne sont pas complètement rompues, elles sont caractérisées par un développement d'une zone endommagée avant la rupture avec un délaminage de la liaison fibre matrice (figure 3.11a,c), par contre les éprouvettes en jute/polyester sont totalement rompues donc elles sont montrées un caractère fragile (figure 3.11b).



(a). Verre - polyester



(b). Jute – polyester



(c) Délaminage de composite verre/polyester

Figure.3.11. Éprouvettes endommagées par choc.

Il est important de signaler que le composite verre polyester VP40 présente la valeur maximale de la ténacité en choc avec un pourcentage d'augmentation d'environ 3%, 12% et 99% par rapport aux composites verre/polyester VP30, VP20 et résine de polyester pur respectivement, cela est dû principalement à la quantité des fibres de verre ajoutée à la matrice polyester. Une ténacité au choc importante indique que la capacité des sections renforcées de résister à la propagation des fissures avant la rupture est importante. Les fibres de verre se comportent comme un obstacle à la force appliquée par le mécanisme d'épinglage des fissures [203]. Ce mécanisme peut améliorer la résistance au choc des composites [201] [204].

Au cours de la propagation des fissures, une partie de la charge appliquée est transférée à partir de la matrice aux fibres. Seule une petite proportion d'une charge appliquée est maintenue par la matrice polyester. Par conséquent, la résistance à la rupture augmente également avec l'augmentation de la teneur en fibres de verre, cela prouve que la fibre de verre contribue à réduire la fragilité de la matrice de polyester [205] par l'augmentation de la surface d'absorption de l'énergie de choc en raison de la concentration de contrainte autour de la matrice [206].

Toutefois, la ténacité à la rupture la plus élevée du composite VP40 due à la bonne interaction entre les fibres de verre avec la résine de polyester. Ce dernier est moins compatible avec les fibres de jute, et avec l'augmentation de pourcentage des fibres dans la matrice, il est très possible d'augmenter le pontage des fibres et par conséquent, une stabilisation de la propagation de la fissure [207]. Cependant, la différence de la ténacité en choc entre le

composite verre polyester VP30 et VP40 est juste une légère augmentation qui de l'ordre de 3%, il est fortement possible que l'optimum de la teneur en fibre est plus proche de 40% pour une ténacité en choc maximale. Edcleide et autres [208] ont trouvé que la ténacité en choc est maximale pour un composite verre polyester avec un pourcentage des fibres d'environ 50%, au-delà de cette teneur en fibre, les propriétés au choc sont diminuées.

La valeur des droites de régression linéaire des tous les composites étudiés est donnée avec un coefficient de corrélation entre 0,7 et 0,9 traduisant une dispersion du nuage de points autour de la droite de régression linéaire (figure 3.8, 3.9 et 3.10). Cette dispersion est une caractéristique des matériaux hétérogènes et est la conséquence de la présence des défauts lors de la fabrication des éprouvettes. En effet, la distribution du taux de fibre de verre dans la matrice polyester ainsi que leur orientation n'est pas uniforme, ce qui provoque des chemins de rupture souvent tortueux qui ne suivent pas forcément la direction de l'entaille initiale et qui sont différents d'une éprouvette à une autre. Cependant, l'architecture de renfort fait aussi la différence de la ténacité en choc des composites étudiés ainsi que la dispersion importante des résultats, le cas d'un composite jute/polyester : trois (03) couches de fibre bidirectionnelles, pour le composite verre/polyester : quatre (03) couches de verre courtes multidirectionnelles, orientées au hasard. En plus, les procédés de mise en œuvre jouent un rôle très important sur les propriétés mécaniques des matériaux [209].

Chapitre 4 : Cinétique de diffusion et mouillabilité

L'objet de cette partie est d'étudier le phénomène d'absorption d'eau par l'immersion des matériaux composite jute/polyester et verre/polyester dans l'eau douce et l'eau de mer afin de regrouper les résultats des expériences qui ont permis de cerner le phénomène de vieillissement hydrique et le vieillissement marin. Dans un premier temps, nous exposerons les résultats de cinétiques d'absorption ainsi que l'application de modèles de diffusion. Des résultats de cycles d'absorption sont ensuite présentés avec la prise en compte de l'influence de la nature de renfort sur la vitesse de diffusion d'eau à l'intérieur du matériau.

4.1. Cinétique d'absorption en milieu humide :

L'immersion des matériaux composites dans l'eau entraîne un changement des propriétés physiques des différents échantillons. Ce changement est en fonction de la nature chimique de l'eau (l'eau douce et l'eau de mer) ainsi que les caractéristiques des matériaux : nature des fibres et de la matrice, la géométrie des éprouvettes immergées, l'architecture et le pourcentage du renfort. La pénétration de l'eau au sein du matériau par le phénomène de la capillarité peut conduire à un gain et/ou une chute du poids. Cependant, la durée de vieillissement gouverne la cinétique d'absorption d'eau en terme de saturation limite et la dégradation des différents constituants du matériau.

Les conditions de vieillissement retenues pour notre étude sont déjà présentées dans le chapitre 2, le milieu de vieillissement est l'eau douce et l'eau de mer. Les différents types des matériaux composites jute/polyester et verre/polyester ont été pesés au cours du vieillissement afin d'observer l'évolution de la prise d'eau. Le gain de poids a ensuite tracé en fonction du temps d'immersion.

4.1.1. Gain de poids :

L'ensemble des résultats pour les conditions d'humidité relative des composites jute/polyester et verre/polyester est présenté sur les figures 4.1 et 4.2 respectivement. On représente la prise de poids M_t en % en fonction de la durée d'immersion dans l'eau douce et l'eau de mer (jours).

Le tableau.4.1 représente le gain du poids : $M_t = \frac{m_t - m_0}{m_0} \times 100$ de l'échantillon en fonction du temps d'immersion dans l'eau douce et l'eau de mer pour les quatre types des matériaux vieillis (JP40, VP40, VP30 et VP20).

Durée d'immersion (jour)	Gain du poids M_t (%)					
	Jute/polyester 40 % (JP40)		Verre/polyester 40 % (VP40)		Verre/polyester 30 % (VP30)	Verre/polyester 20 % (VP20)
	Eau douce	Eau de mer	Eau douce	Eau de mer	Eau douce	Eau douce
0	0	0	0	0	0	0
30	4,336	3,361	1,772	1,723	1,401	1,382
90	4,338	4,972	3,391	4,215	3,381	3,431
180	4,381	6,971	4,402	6,425	-	-
270	4,391	7,301	5,361	4,711	-	-

Tableau 4.1. Gain du poids en fonction du temps d'immersion dans l'eau douce

- **Composite Jute/polyester JP40 :**

Le matériau composite de laboratoire jute/polyester 40% JP40 présente une augmentation du gain de poids avec l'augmentation de la durée d'immersion dans les deux solutions (figure 4.1). La courbe d'absorption d'eau montre que la pénétration rapide se produit au stade initial que l'eau pénètre principalement entre les vides et les microfissures préexistantes. Cette courbe devenue presque constante pour le composite JP40 immergé dans l'eau douce après une durée d'immersion d'environ 30 jours jusqu'à la fin de la durée de vieillissement (270 jours), elle implique une réduction significative et une stabilisation en tant que matériau approche de la saturation et est attribuée à un gonflement des composants et l'équilibre final soit atteint. Bien que l'absorption d'eau est plus grande aux premiers 30 jours et moins importante à la fin du vieillissement dans l'eau douce par rapport à l'eau de mer. Cela est dû à la présence de grandes molécules de sel dans l'eau de mer (notamment de chlorure de sodium), ce qui ralentit le processus de diffusion dans la matrice des matériaux composites résultant des paramètres d'absorption cinétique inférieurs [210]. Cette tendance peut être liée au mécanisme d'hydrolyse de la cellulose dans les fibres de jute. L'hydrolyse de la cellulose est plus prononcée dans l'eau de mer, par rapport à l'eau douce. Ainsi que, l'électronégativité

de la solution dans l'eau de mer à une forte influence sur le processus de diffusion, ce qui peut rendre la fibre de jute de se gonfle avec une charge très positive [211]. L'augmentation du degré de gonflement dans l'eau de mer pourrait être attribuée à l'interaction entre la chaîne de cellulose de la fibre de jute et les groupes OH⁻. Une forte concentration d'ions OH⁻ absorbé dans les fibres de jute provoque la formation de contraintes de gonflement et conduit à une défaillance de la fibre [212].

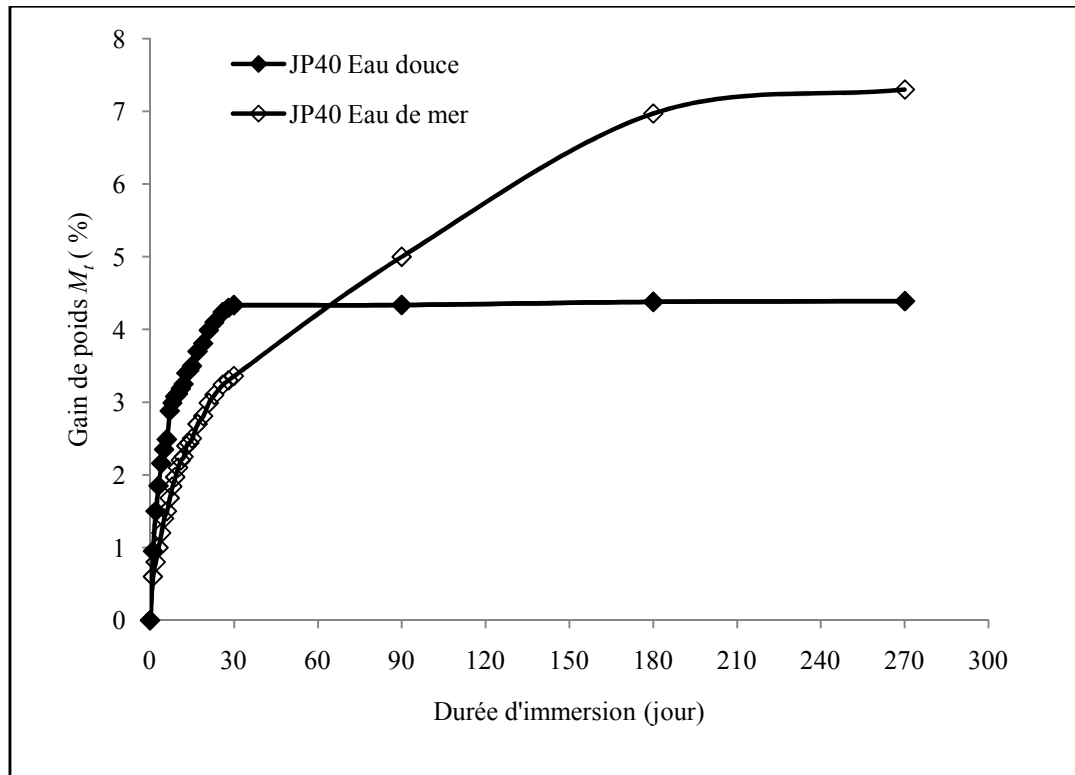


Figure 4. 1. Courbe de gain du poids en fonction de la durée d'immersion du matériau composite jute/polyester JP40

L'équilibre du gain de poids est atteint après un certain temps, et le processus d'absorption dépend de la cinétique de gonflement des phases dispersées [213]. Le caractère hydrophile de la fibre de jute est responsable de l'absorption de l'eau due aux groupes hydroxyle [214]. L'eau peut pénétrer dans le réseau de cellulose de la fibre et dans les capillaires et les espaces entre les fibres et les zones moins liés par les fibres, il peut se fixer par des liaisons chimiques à des groupes hydroxyles dans les molécules de cellulose [116]. En raison de cet hydrophile dans le matériau, un gonflement par l'absorption d'eau peut conduire à des microfissures à l'intérieur du matériau.

- **Composite verre/polyester VP40:**

Pour les matériaux composites verre/polyester VP40 (figure 4.2), il est bien clair que l'augmentation de la durée d'immersion provoque une augmentation progressive de la masse et par conséquent un gain du poids important, avec une vitesse d'absorption presque la même aux premiers 34 jours pour les deux solutions environnementales. Au-delà de cette durée, une diminution remarquable de la variation du poids avec l'augmentation de la durée de

vieillessement hydrique pour le composite verre/polyester VP40. En effet, la courbe de gain de poids en fonction du temps de vieillissement dans l'eau douce peut être divisée en 3 zones principales distinctes.

La première zone se caractérise par une variation linéaire de l'humidité en fonction de la durée de vieillissement hydrique. Elle présente un gain du poids important allant de 0 à 30 jours de vieillissement, avec une pente de 5,8 % de la droite traduisant une variation du poids considérable. Le pourcentage du gain du poids dans cette zone est : 0,059% par jour. Cette augmentation importante du poids qui est proche des travaux réalisés par Huang [176][215] durant les premiers jours est surtout due à la pénétration rapide de l'eau dans les vides, les pores et les microfissures ayant des sections importantes et qui sont plus proches des surfaces extérieures de l'échantillon.

La deuxième zone caractérisée par une pente plus faible que la première et évaluée à 2,7% correspond à un gain du poids de l'ordre de 0,027% par jour et pour une durée de vieillissement de 60 jours allant de 31 à 90 jours. Dans cette zone, les échantillons traités subissent une attaque par les molécules d'eau qui diffusent au sein du volume pour remplir tous les vides à l'intérieur du volume du matériau. Ce mécanisme se produit avec une vitesse faible.

La troisième zone présente un gain du poids très faible par rapport aux deux premières zones. Une durée de vieillissement de 180 jours (entre 90 jours et 270 jours) correspond à un pourcentage d'augmentation du poids égal à 0,011% par jours. Il est fortement probable que les vides et les micros fissures au sein du matériau sont proches de la limite de saturation et par conséquent les échantillons atteignent le poids maximal. Dans cette zone, on assiste probablement à un passage du phénomène de diffusion d'humidité à un processus d'équilibre entre les molécules de la matrice du composite et celles de l'eau déjà infiltrée dans cette matrice [216].

Toutefois, un gonflement des échantillons vieillis suite à l'absorption d'eau par le phénomène de capillarité suivant les groupes hydrophiles dans les fibres de verre et la résine polyester dont les micros fissures et les vides. Il est fortement possible que la durée de vieillissement de 270 jours qui correspond à un gain du poids de 5,4% proche de degré de saturation dans le matériau utilisé.

Les éprouvettes en composite *VP40* immergées dans l'eau de mer pour une durée de vieillissement de 180 jours présentent le gain du poids le plus important qui est de l'ordre de 6,425% indique que le matériau est complètement saturé d'eau. L'augmentation de la durée d'immersion au-delà 180 jours provoque une baisse progressive de la teneur en humidité et par conséquent une chute de la masse des échantillons vieillis. Ce comportement à l'absorption d'eau a été déjà observé précédemment par Koutsookos et autres [177] et Gellert [144] sur le composite verre / polyester immergé dans l'eau de mer. Wang et autres [217] ont suggère que, lorsque les courbes d'absorption de l'humidité ayant le même profil représenté sur la Figure 4.2, elle indique que le matériau ayant subi une certaine forme de dommages physiques et/ou dégradation chimique irréversible. Les dégâts physiques des composites se

produisent généralement tels que la fissuration de la matrice, fissuration de la fibre et décohésion de l'interface fibre/matrice dû à des contraintes de traction induites par le gonflement et/ou la décomposition chimique de la matrice. En effet, un composé soluble serait extrait dans la solution d'eau de mer qui pourrait provoquer la perte de masse à moyen terme expliquant la chute à 270 jours du taux d'absorption par rapport à celui enregistré à 180 jours. Cette chute de poids a été observée par Salih et autres [218] sur un composite verre/polyester immergé dans l'eau de mer. Notons qu'en raison du phénomène de capillarité, les molécules d'eau présentes dans un matériau composite occupent rapidement l'interphase des composés entre la fibre et la résine [219]. L'interphase fibre/matrice peut alors subir un désossement et peut être dégradée par une réaction d'hydrolyse des groupes insaturés dans la résine [220][221][222]. Par ailleurs, différentes études ont montré que la prise d'eau augmente généralement la masse de l'éprouvette, dans d'autres cas c'est plutôt l'effet inverse qui se manifeste par une diminution du poids due à la destruction de la résine par un phénomène de lessivage [223]. De petites taches blanchâtres locales émergentes sur les bords et dans les coins des échantillons se manifestent ce qui pourrait probablement être attribué à l'extraction des matières solubles à l'interface fibre/matrice qui endommage sa cohérence par une dégradation chimique irréversible. Ce phénomène a été observé aussi par Wei et autres [224] sur des composites verre-époxy et basalt-époxy exposés à l'eau de mer et par Wang et autres [225] dans une étude sur la durabilité chimique d'un composite basalt-époxy immergé dans l'eau de mer.

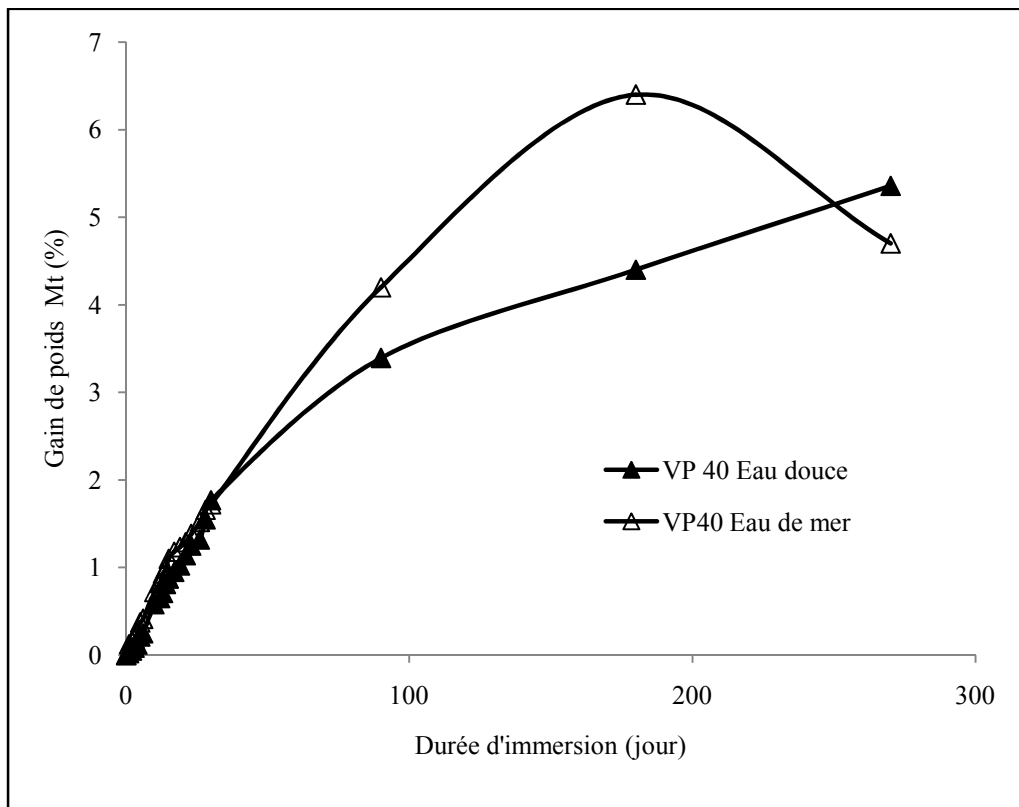


Figure 4.2. Courbe de gain du poids en fonction de la durée d'immersion du matériau composite verre/polyester VP40

4.1.2. Diffusion d'eau

Les mécanismes de diffusion d'eau au sein de matériaux composites verre/polyester et jute/polyester ont été étudiés dans les deux solutions environnementales afin de déterminer les valeurs de n et K en ajustant les résultats expérimentaux de l'équation de diffusion (Eq.1.15).

Les figure 4.3 et 4.4 présentent les courbes de diffusion de l'eau douce et l'eau de mer de : $\log(M_t/M_m)$ en fonction de $\log(t)$ pour les matériaux composites jute/polyester 40% et verre/polyester 40% respectivement. Les valeurs de n et k calculées à partir de la pente de la droite de régression linéaire pour une augmentation du poids de 60% de la masse de chaque échantillon ($M_t/M_m < 0,6$; $\log(M_t/M_m) < -0,22$) [112]. Les valeurs de n et K sont résumées au tableau 4.2.

Matériau	n	K	R^2
JP40 eau douce	0,541	0,040	0,988
JP40 eau de mer	0,532	0,015	0,994
VP40 eau douce	1,323	$0,604 \cdot 10^{-4}$	0,990
VP40 eau de mer	0,881	$8,472 \cdot 10^{-4}$	0,977

Tableau 4.2. Valeur de n et K pour les composites JP40 et VP40

- **Composite jute/polyester JP40 :**

Les valeurs n de composite jute/polyester JP40 vieilli dans l'eau douce et dans l'eau de mer sont proches de la valeur $n = 0,5$. Par conséquent, ce type de composite approche vers le comportement de diffusion Fickienne pour l'absorption d'eau. Alors, la vitesse de diffusion de l'eau est moins élevée que celle de la relaxation des chaînes de matériau. Le mécanisme est contrôlé par la diffusion. La plupart des études sur le comportement d'absorption d'eau des composites naturels suivent le comportement Fickienne [226][227]. La valeur de K est d'environ 0,015 et 0,04 pour le composite JP40 vieilli dans l'eau de mer et dans l'eau douce respectivement, ce qui indique que la présence de l'eau douce au sein du composite jute/polyester provoque une forte interaction avec le matériau lui-même par rapport au composite vieilli dans l'eau de mer. Cette forte interaction, en particulier pour le composite JP40 vieilli dans l'eau douce augmente ainsi la mobilité des segments de polymère et créer un volume libre additionnel pour la pénétration de l'eau [228].

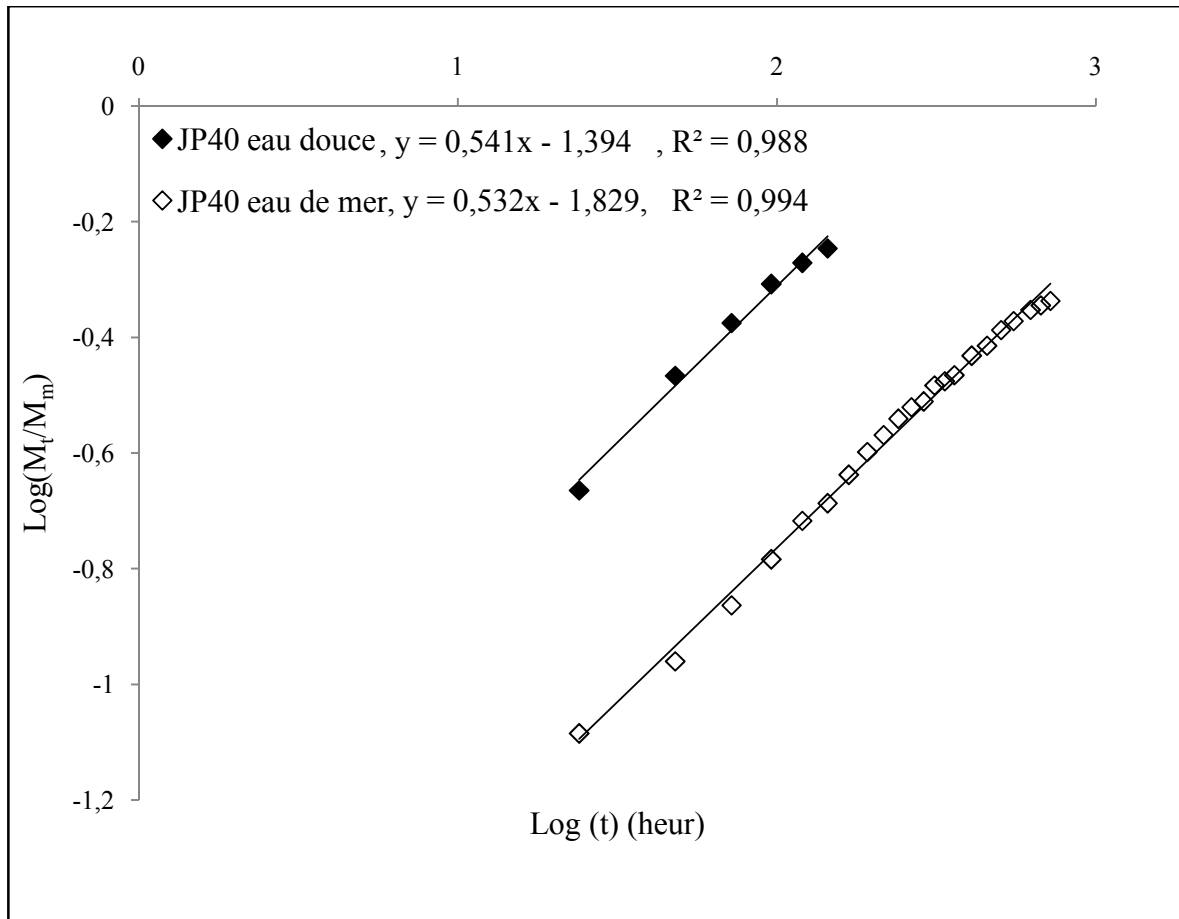


Figure 4.3 : Courbe de diffusion : ajustement graphique $\text{Log}(M_t/M_m)$ en fonction de $\text{Log}(t)$ de composite jute polyester 40%

- **Composite verre/polyester VP40**

La courbe de diffusion du matériau composite verre polyester VP40 immergé dans l'eau douce présentée sur figure 4.4 ayant une valeur de $n > 1$, cette valeur traduit que la vitesse de diffusion de l'eau est supérieure à celle de relaxation du composite et le mécanisme est contrôlé par cette dernière (super cas II). Contrairement au composite vieilli dans l'eau de mer qui présente une valeur de n entre 0,5 et 1, ce qui traduit que le mécanisme de diffusion est non Fickienne et anormal, ainsi que la vitesse de diffusion et la vitesse de relaxation ayant le même ordre de grandeur.

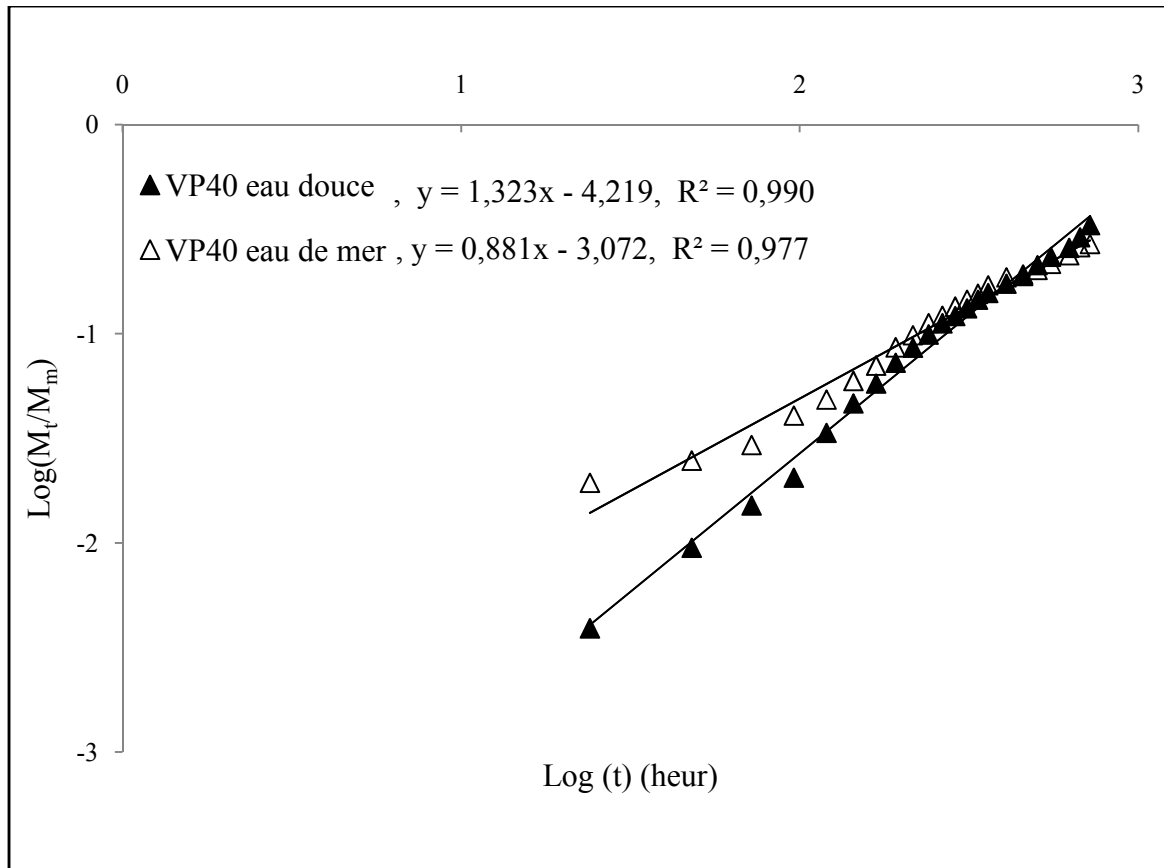


Figure 4.4 : Courbe de diffusion : ajustement graphique $\text{Log}(M_t/M_m)$ en fonction de $\text{Log}(t)$ de composite verre polyester 40%

4.2. Cinétique de diffusion :

Le coefficient de diffusion (D) est le paramètre le plus important du modèle de Fick, qui montre la capacité des molécules d'eau de pénétrer à l'intérieur des composites. L'équation (Eq 1.19) est utilisée pour déduire le coefficient de diffusion (D) en traçant la courbe de la cinétique de gain de poids M_t/M_m en fonction de $t^{1/2}$ de composite JP40 et VP40 (figure 4.5 et 4.6 respectivement). Ce coefficient (D) est en fonction de la pente de la droite de régression k de la partie linéaire qui simule convenablement les cinétiques d'absorption d'eau. Les symboles sont les points expérimentaux et les lignes l'application du modèle de Fick. Le coefficient de diffusion (D) et la pente de la droite de régression linéaire k de composite JP40 et VP40 sont rassemblés au tableau 4.3.

Matériau	k	M _m (%)	h (mm)	D(mm ² /s)	R ²
JP40 eau douce	5,234 10 ⁻²	4,391	4,100	2,510 10 ⁻⁶	0,995
JP40 eau de mer	2,173 10 ⁻²	7,301	4,100	3,300 10 ⁻⁷	0,994
VP40 eau douce	1,666 10 ⁻²	5,361	3,900	1,975 10 ⁻⁷	0,998
VP40 eau de mer	1,534 10 ⁻²	6,425	3,900	2,141 10 ⁻⁷	0,997

Tableau 4.3. Coefficient de diffusion (D) pour les composites JP40 et VP40

• Composite jute/polyester JP40 :

Il est bien clair que le coefficient de diffusion pour un composite JP40 immergé dans l'eau douce est plus important que le composite JP40 immergé dans l'eau de mer. Cette différence est due essentiellement à la présence des cristaux de sel qui peuvent réduire l'activité des molécules d'eau pure dans le matériau, et par conséquent l'augmentation du temps de diffusion d'eau à l'intérieur du composite [229]. Selon les rapports [230] [231] [232] [111], les valeurs de coefficient de diffusion pour les composites renforcés par des fibres naturelles sont de l'ordre de 10⁻⁶ et 10⁻⁷ (mm²/s).

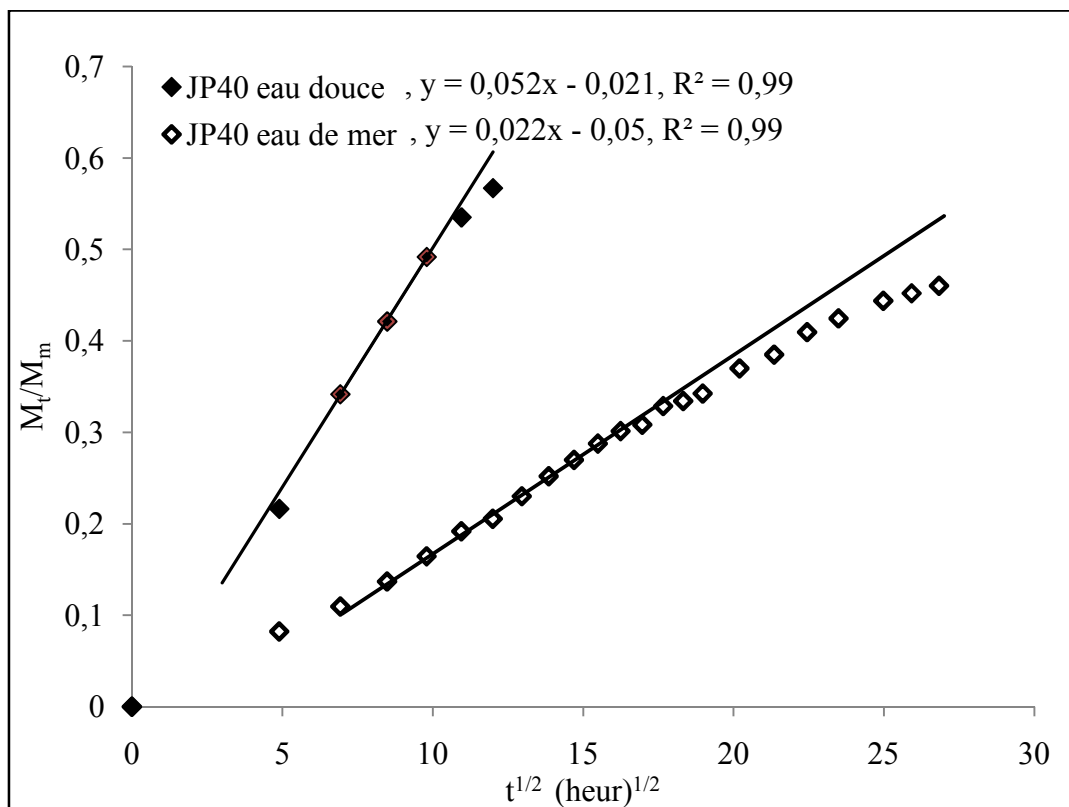


Figure 4.5. Cinétique de gain de poids pour le composite JP40.

- **Composite verre/polyester VP40 :**

Pour le matériau composite verre polyester VP40 immergé dans l'eau douce présente un coefficient de diffusion plus important pour le composite VP40 immergé dans l'eau de mer, il est de l'ordre de $2,303 \cdot 10^{-7}$. Cette valeur de coefficient de diffusion est proche des résultats trouvés par Harper [233] et Yan [229]. Toutefois, l'augmentation de coefficient de diffusion par la présence de l'eau de mer avec un gain du poids important pour la durée de 180 jours provoque une décohésion entre la matrice et la fibre se qui entraine la création des vides qui agissent comme un réservoir pour l'humidité augmentant ainsi son niveau de saturation [234][144].

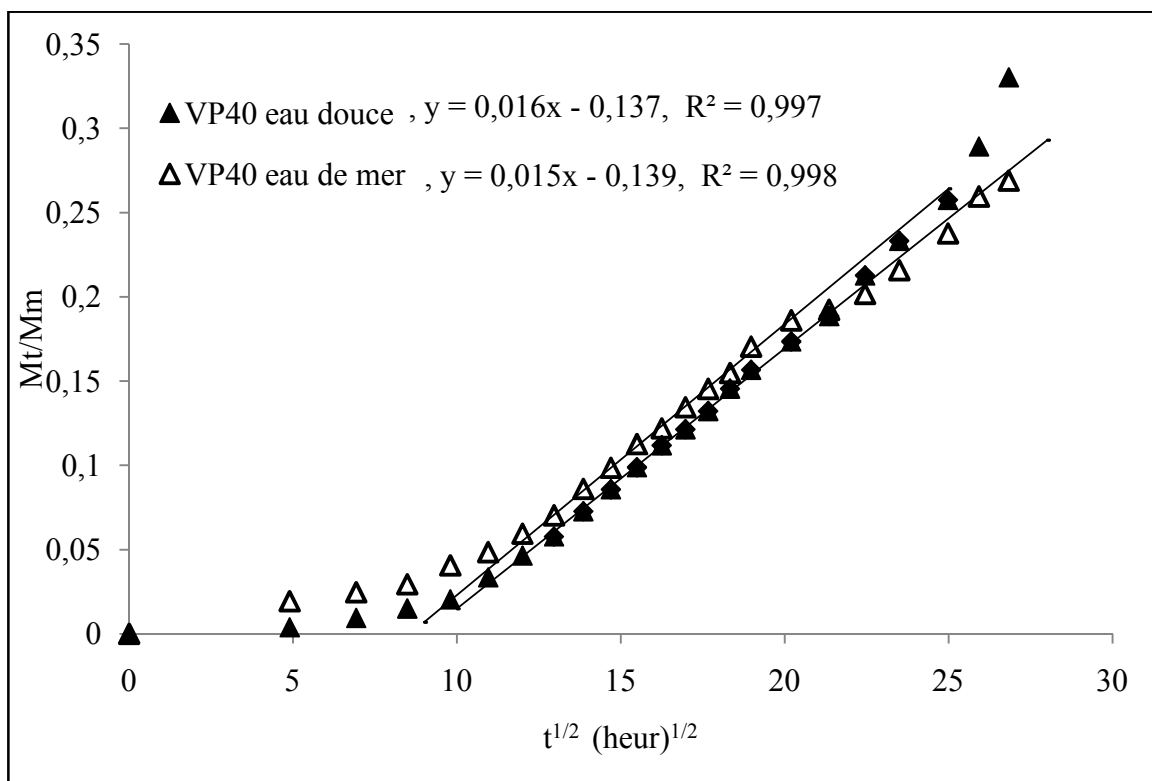


Figure 4.6. Cinétique de gain de poids pour le composite VP40.

4.3. Effet de la nature de renfort sur la diffusion de l'eau douce et l'eau de mer :

L'essai de vieillissement dans l'eau douce et dans l'eau de mer des matériaux composite jute/polyester et verre/polyester on permet de déduire le mécanisme d'absorption et de diffusion d'eau.

4.3.1. Diffusion de l'eau douce :

Le composite jute polyester vieilli dans l'eau douce présente une limite de saturation en eau après une durée de vieillissement de 30 jours jusqu'à la fin de vieillissement avec un gain du poids de l'ordre de 4,39%. Contrairement au composite verre/polyester qui présente une augmentation linéaire du gain du poids avec l'augmentation de la durée de vieillissement dans l'eau douce (figure.4.7). Il est probablement possible que le composite bidirectionnel

jute/polyester présente un pourcentage des vides et des défauts plus important que le composite verre/polyester, ce qui entraîne une pénétration rapide de l'eau par le phénomène de capillarité jusqu'à que l'échantillon atteigne une limite de saturation. Cependant, le composite verre/polyester VP40 qui contient des fibres dispersées aléatoirement dans toutes les directions permet de remplir toutes les sections dans la matrice polyester, et par conséquent une diminution des microvides et les fissures dues au défaut de fabrication. Toutefois, la durée de vieillissement de 270 jours provoque un gain du poids important dans le composite verre/polyester avec un mécanisme de diffusion non Fickienne et un coefficient de diffusion moins important par rapport au composite jute/polyester.

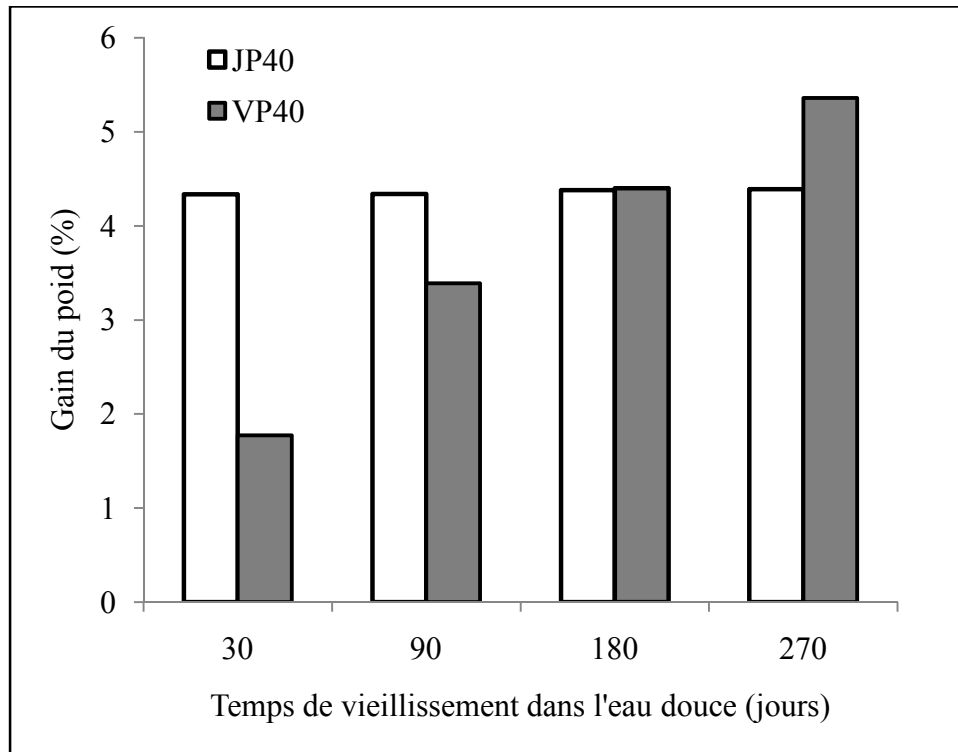


Figure.4.7. Histogramme du gain de poids en fonction de la durée de vieillissement dans l'eau douce des composites JP40 et VP40

4.3.2. Diffusion de l'eau de mer:

Le vieillissement dans l'eau de mer des composites jute/polyester et verre/polyester entraîne un changement physique traduit par le gonflement des échantillons vieillis du à l'absorption de l'eau salée. Cependant, l'allure d'absorption d'eau pour les deux composites est linéaire avec un gain du poids important pour le composite jute/polyester jusqu'à une durée de vieillissement de 180 jours. Au-delà de cette durée de vieillissement, une baisse importante de du poids des échantillons de verre/polyester vieillis traduit la dégradation des propriétés physiques du matériau due à la pénétration de l'eau salée aux vides et pores. Contrairement au composite jute/polyester qui subit encore une augmentation du poids après 180 jours avec un mécanisme de diffusion Fickienne et un coefficient de diffusion plus important par rapport au composite verre/polyester.

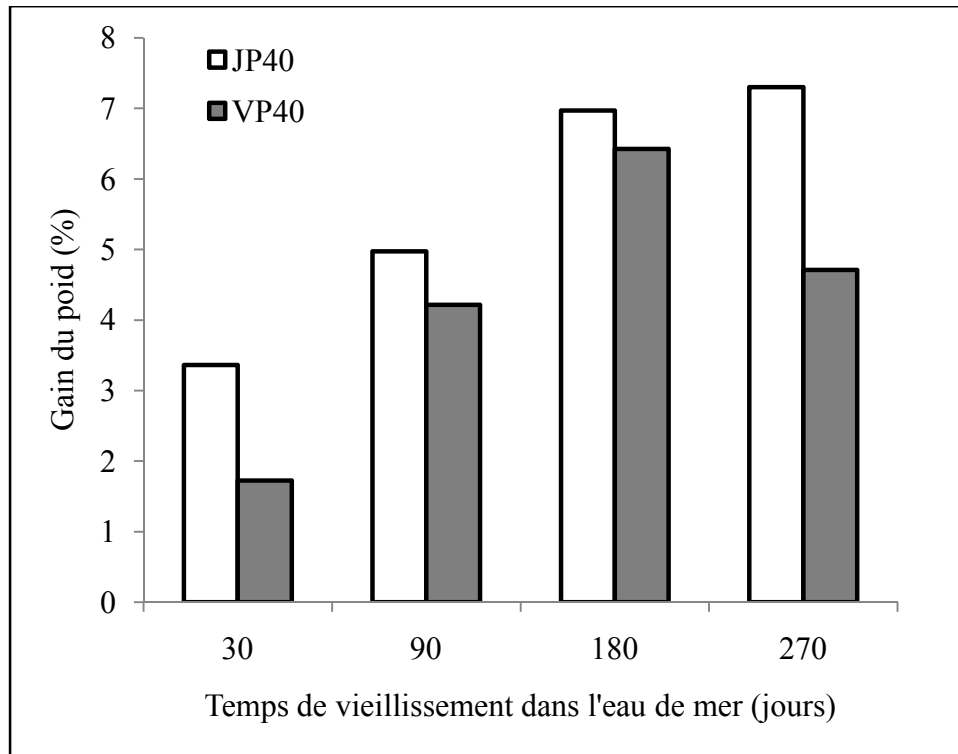


Figure.4.8. Histogramme du gain de poids en fonction de la durée de vieillissement dans l'eau de mer des composites JP40 et VP40

Chapitre 5 : Influence du vieillissement sur le comportement en fatigue

Ce chapitre résume et explique les résultats expérimentaux en fatigue cyclique des matériaux composites sous l'effet de vieillissement hydrique et marin. Les composites jute/polyester JP40 et verre/polyester VP40 ont été vieillis dans l'eau douce et dans l'eau de mer pendant 90, 180 et 270 jours, chaque période d'immersion correspond une mise en place de l'essai de fatigue cyclique en flexion 3 points. Ce type d'essai a permis de trouver l'effet d'absorption d'eau sur le comportement mécanique d'un composite vieilli, et de déduire la limite d'endurance en considérant que ce dernier a déjà subi une modification des propriétés mécaniques, chimiques et physiques.

5.1. Vieillissement hydrique :

L'immersion des matériaux composites dans l'eau douce peut conduire à une modification et une évolution des différentes compositions dans le temps. Cette modification peut être due à une instabilité propre du matériau, une interaction avec l'environnement, des sollicitations mécaniques, ou une combinaison de ces différents effets. Les molécules d'eau s'insèrent dans le réseau macromoléculaire et brisent les liaisons secondaires entre groupes polaires portés par des chaînes voisines pour établir des liaisons préférentielles avec eux.

Le processus de diffusion de l'eau douce dans le matériau composite verre/polyester VP40 pour toute la durée de vieillissement est caractérisé par un gain de poids plus important que le composite jute/polyester JP40. Ainsi que, les propriétés à l'endurance sont largement améliorées par rapport au composite jute/polyester JP40. L'application d'une charge répétée en flexion 3 points résulte des modifications des propriétés ainsi qu'une rupture prématurée d'un ou plusieurs composants du matériau. Le tableau 5.1 rassemble les différents résultats des contraintes appliquées avec les durées de vie des éprouvettes testées de composites JP40 et VP40 sous différentes périodes de vieillissement dans l'eau douce.

σ/σ_r (%)	log (N_f) pour chaque durée de vieillissement dans l'eau douce							
	0 jour		90 jours		180 jours		290 jours	
	JP40	VP40	JP40	VP40	JP40	VP40	JP40	VP40
80%	2,80	2,48	2,53	1,93	2,56	1,57	1,59	2,10
	2,64	2,99	2,71	1,99	2,09	1,26	2,27	2,24
	2,61	2,93	2,68	2,27	2,29	1,08	1,91	2,02
70%	3,37	3,49	3,34	2,52	3,24	2,54	2,32	2,75
	3,07	3,10	3,29	2,77	3,33	2,97	2,30	2,42
	3,33	3,88	3,31	2,99	2,98	2,07	2,50	2,41
60%	3,72	4,10	3,24	3,61	3,30	3,16	3,03	3,11
	3,83	3,98	3,44	3,92	3,39	3,23	2,86	2,75
	3,90	3,83	3,43	3,64	3,36	3,01	2,90	2,94
55%	4,17	4,19	4,06	3,90	3,84	3,42	3,54	3,50
	4,25	4,20	3,53	3,97	3,57	3,09	3,28	3,37
	4,17	4,30	4,11	3,80	3,59	3,49	3,30	3,41
45%	4,72	4,52	4,44	4,27	4,09	3,99	4,10	2,76
	4,90	4,47	4,33	4,10	4,26	3,43	4,22	3,94
	4,61	4,58	4,30	4,13	4,29	3,75	4,07	3,58
35%	4,96	4,83	4,97	4,32	4,54	4,09	4,20	4,06
	4,93	4,75	4,71	4,50	4,99	4,06	4,36	4,17
	4,97	4,82	4,82	4,70	4,77	4,18	4,29	4,15
25%	>5,000	>5,000	>5,000	>5,000	>5,000	>5,000	>5,000	>5,000

Tableau 5.1. Durées de vie moyennes de composite jute/polyester JP40 et verre/polyester VP40 vieillis dans l'eau douce

Les résultats de l'essai de fatigue cyclique ont permis la construction des courbes de Wöhler pour les deux types des matériaux sous différentes conditions de vieillissement (rapport des contraintes maximales en fonction de nombre de cycles à la rupture) (figure 5.1 et 5.2). Ainsi, quel que soit la nature du matériau testé, les éprouvettes ne présentent aucune rupture au dessous d'un niveau de chargement cyclique égal à 25%.

5.1.1. Composite jute/polyester JP40 :

Le vieillissement du matériau composite jute/polyester JP40 dans l'eau douce entraîne un gain du poids important et proche de la saturation limite après une durée de vieillissement de 270 jours avec un mécanisme de diffusion Fickienne. En effet, l'application d'une charge de fatigue en flexion 3 points sur les éprouvettes vieilles provoque un mécanisme

d'endommagement différent que ce des éprouvettes non vieilles. La figure 5.1 présente la courbe de Wöhler de composite jute/polyester JP40 sous différentes durées de vieillissement hydrique.

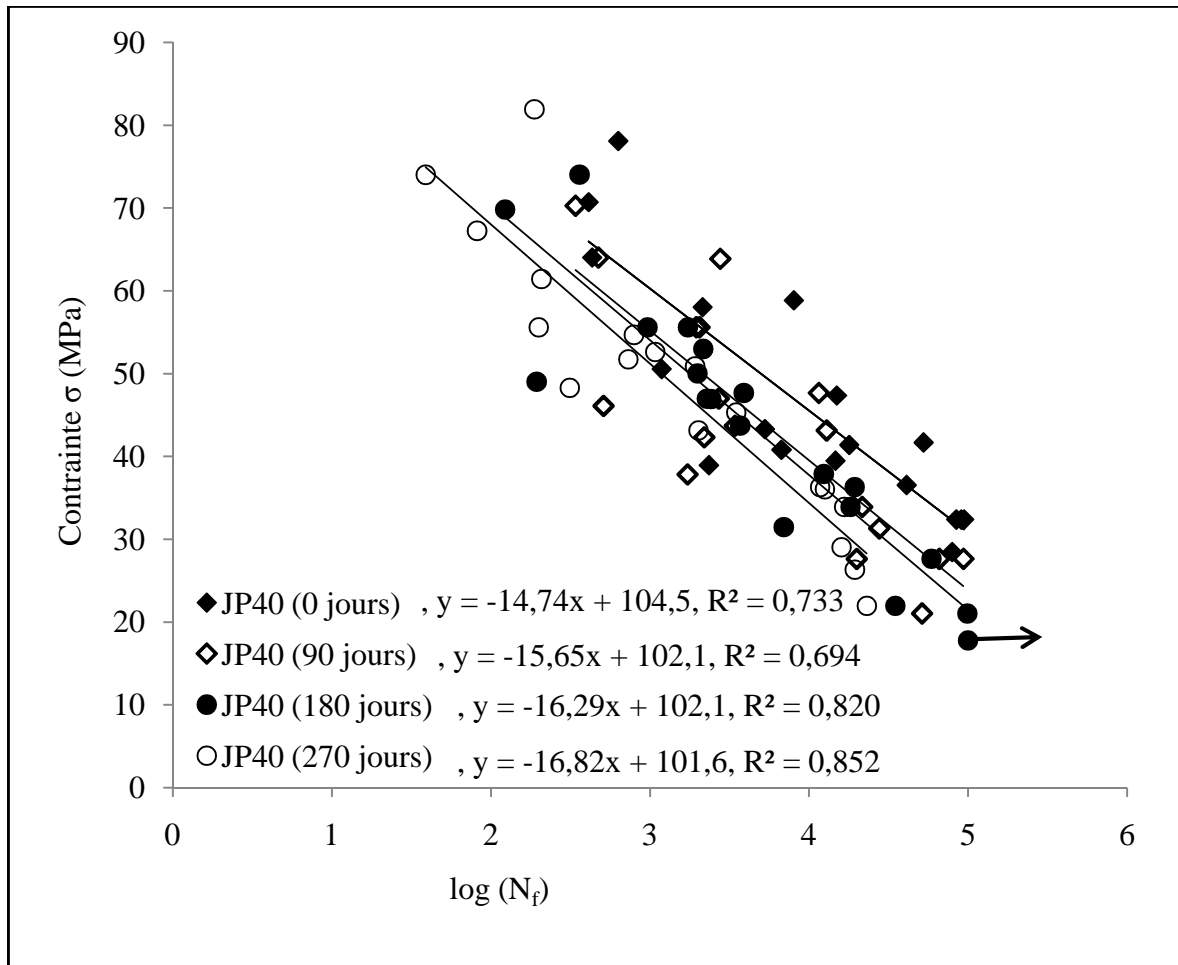


Figure 5.1. Courbe de Wöhler pour le composite JP40 vieilli dans l'eau douce.

À partir des résultats obtenus en fatigue cyclique, Il est bien clair que l'effet de la prise d'eau à l'intérieur de composite JP40 vieilli se manifeste par l'augmentation de la vitesse d'endommagement lors des essais de fatigue. En effet, le composite vieilli dans l'eau douce pour la durée de 270 jours présente la pente la plus importante avec un taux de dégradation d'environ 16,55% (tableau 5.2). Cependant, la différence entre les pentes de la courbe de Wöhler n'est pas significative qui est probablement due à la vitesse de chargement qui n'est pas important. Toutefois, la dispersion observée des résultats de fatigue des composites sollicités dans les différentes conditions environnementales est une caractéristique intrinsèque des matériaux composites traduite l'hétérogénéité des éprouvettes testées. Cette dispersion se varie selon la durée de vieillissement hydrique du matériau qui est probablement due au reflet des différents mécanismes de défaillance dans l'air et dans l'eau.

Par ailleurs, il apparaît sur la figure 5.2 que le taux de diminution de la durée de vie en fatigue cyclique pour chaque cas de chargement est presque identique. Le nombre de cycle nécessaire à la rupture de composite JP40 diminue avec l'augmentation de la durée de

vieillessement hydrique. En effet, pour les sollicitations de fatigue élevées (>70%), le taux de diminution de nombre de cycle à la rupture est de : 1,61%, 12,37% et 16,85% de composite vieilli dans l'eau douce pour les durées de 90, 180 et 270 jours respectivement. Ce taux diminue progressivement avec la diminution de niveau de chargement cyclique.

La fatigue des matériaux composites jute polyester dépend essentiellement de leur composition ainsi que la liaison fibre/matrice. Les fibres de jute sont hydrophiles avec de nombreux groupes hydroxyle (-OH) dans la structure de la fibre formant un grand nombre de liaisons hydrogène entre les macromolécules de la cellulose et le polymère. Ainsi, une forte teneur de cellulose dans les fibres de jute permet l'absorption importante de l'humidité qui provoque le gonflement des fibres, et par conséquent une augmentation des volumes des pores et de vides préexistants à l'intérieure des fibres (figure 5.3.a,b). En effet, la diminution des propriétés de fatigue cyclique en flexion 3 points de composite JP40 avec l'augmentation de la durée de vieillissement hydrique est due essentiellement à la formation d'une liaison hydrogène entre les molécules d'eau et les fibres de jute. En outre, avec la présence d'un pourcentage élevé de groupe (-OH), les fibres ont tendance à présenter une faible résistance à l'humidité. Ceci conduit à une variation dimensionnelle du matériau et entraîne la dégradation de l'interface fibre/matrice et l'altération de la fibre elle-même (figure 5.3,c), ce qui influe sur les propriétés mécaniques du matériau [12]. Ainsi que la présence d'eau provoque un changement microstructuraux au sein du matériau qui conduit à la détérioration irréversible au moment de service. Par la suite, l'application d'une charge de fatigue provoque une réduction progressive de la durée de vie du matériau avec une réduction de la rigidité de la structure de la cellulose est détruite par les molécules d'eau dans la structure du réseau de cellulose, dans lequel l'eau agit comme un plastifiant et elle permet des molécules de cellulose de se déplacer librement. Par conséquent, la masse de la cellulose est ramollie et peut modifier les dimensions de la fibre facilement grâce à l'application des forces. [109]. En outre, les fibres de jute fissurées de composite non vieilli ayant une longueur plus importante par rapport au composite vieilli se qu'explique que les fibres non vieilles présente une résistance avant la rupture plus importante que la résistance des fibres vieilles (figure 5.3,(d), (e)).

	log (N_f) pour chaque durée de vieillissement dans l'eau douce pour le composite JP40			
	0 jour	90 jours	180 jours	270 jours
A	104,5	102,1	102,1	101,6
B	14,74	15,65	16,29	16,82
R ²	0,73	0,69	0,82	0,85
B/A(%)	14,11	15,33	15,95	16,55

Tableau 5.2. Coefficients A, B et R² des courbes de Wöhler de composite JP40 non vieilli et composite JP40 vieilli dans l'eau douce.

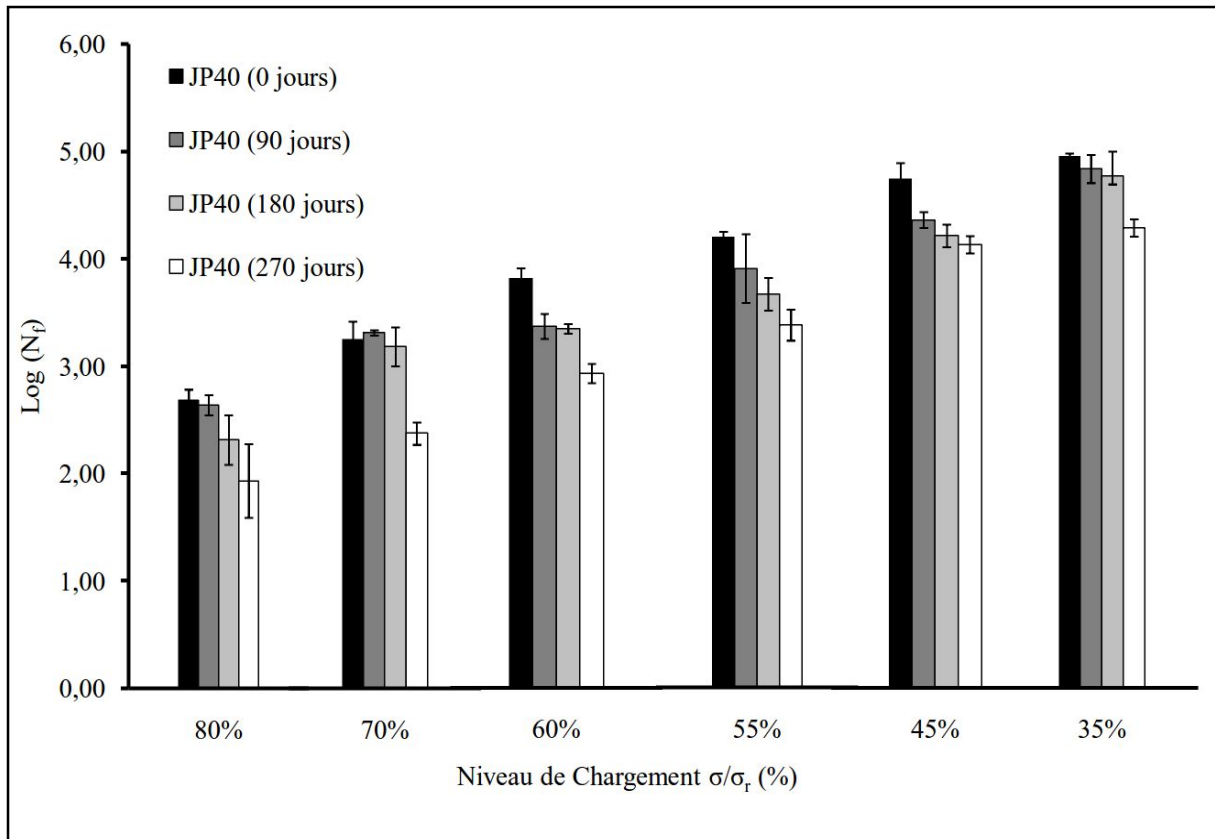
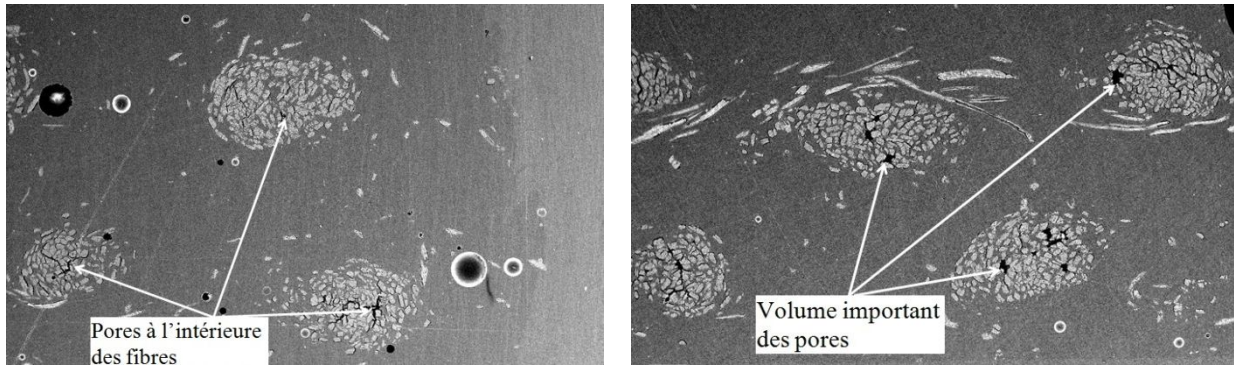
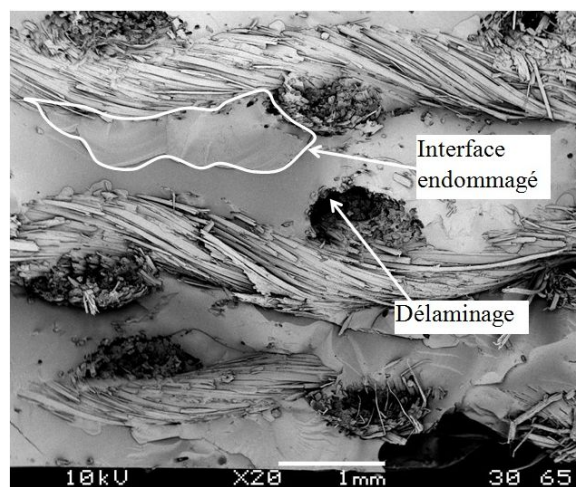


Figure 5.2. Limite d'endurance en fonction de niveau de chargement de composite JP40 vieilli dans l'eau douce

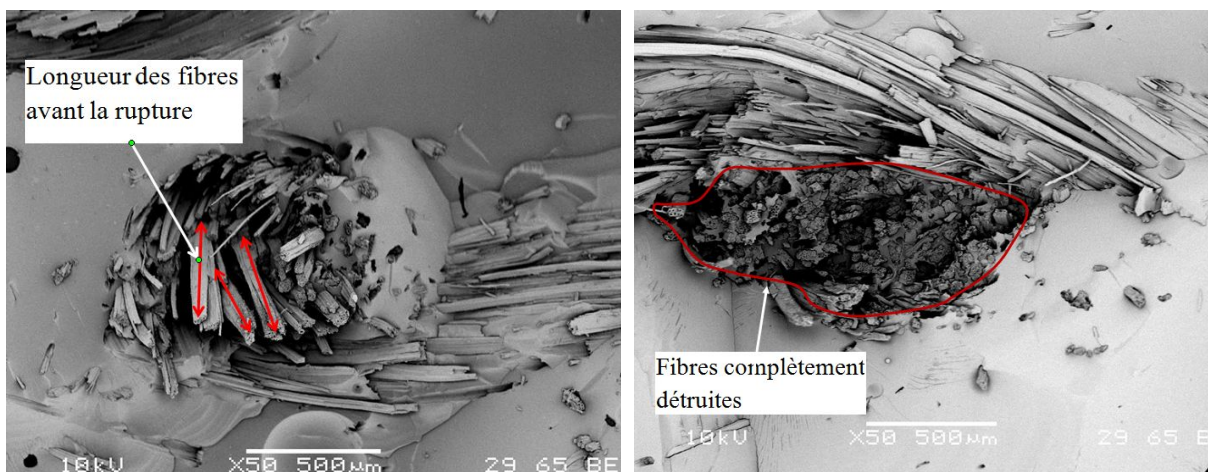


(a) Pores a l'intérieure des fibres de composite non vieilles

(b) Volume important des pores à l'intérieure des fibres de composite vieilles



(c) Délaminage et endommagement de l'interface fibre/matrice de composite vieillis



(d) Longueur des fibres de composite non vieilles

(e) Rupture des fibres de composites vieillis

Figure 5.3. Image microscopique des faciès de rupture d'un éprouvette JP40

5.1.2. Composite verre/polyester VP40 :

Les périodes de vieillissement de 90, 180 et 270 jours donnent un gain du poids de l'ordre de 3,391%, 4,402%, 5,361% respectivement (Tableau 3.1). Ce gain du poids s'accompagne un gonflement du matériau dû à l'absorption d'eau (une épaisseur des éprouvettes vieilles plus grande que l'épaisseur des éprouvettes non vieilles). En effet la présentation graphique de la courbe de Wöhler (figure 5.4) permet de mieux comprendre le mécanisme de fatigue du composite VP40 pour les périodes de vieillissement 90,180 et 270 jours.

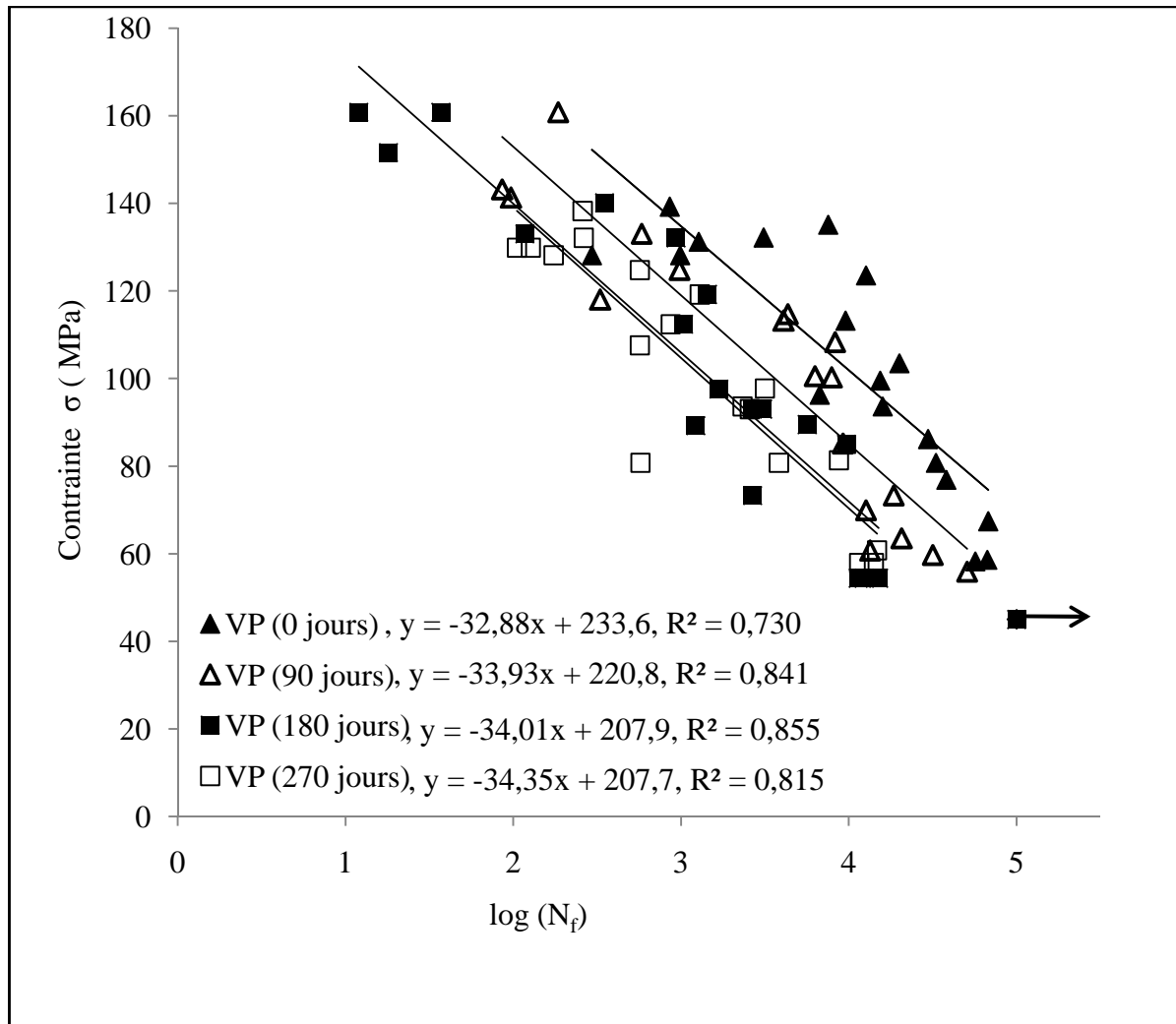


Figure 5.4. Courbe de Wöhler pour le composite VP40 vieilli dans l'eau douce

Les constantes du matériau A et B ainsi que le coefficient R^2 sont présentés au tableau 5.3 pour toutes les périodes de vieillissement hydrique. Pour certains auteurs, le paramètre A représente l'effort à la rupture en chargement statique ce qui est en fait une extrapolation à un cycle. Ces coefficients sont identifiés pour chaque cas de vieillissement dans l'eau par une régression linéaire effectuée sur les points expérimentaux.

	log (N_f) pour chaque durée de vieillissement dans l'eau douce			
	0 jour	90 jours	180 jours	270 jours
A	233,6	220,8	207,9	207,7
B	32,88	33,93	34,01	34,35
R ²	0,73	0,841	0,855	0,815
B/A(%)	14,08	15,37	16,36	16,54

Tableau 5. 3. Coefficients A, B et R² des courbes de Wöhler de composite VP40 non vieilli et composite VP40 vieilli dans l'eau douce.

À partir des résultats obtenus de fatigue, les durées de vies des composites vieillis dans l'eau douce sont moins importantes qu'aux composites non vieillis et l'augmentation de la durée de vieillissement provoque une diminution de la réponse en fatigue de composite VP40. En effet, la comparaison des droites de régression des courbes de Wöhler sur la figure 5.4 permet de constater que la pente la plus faible est celle de composite non vieilli (coefficient B. Tableau 5.3). Même si l'écart entre les coefficients n'est pas très important, les matériaux non vieillis indiquant un meilleur comportement par rapport aux matériaux vieillis [235].

Il est très important de signaler que le matériau composite verre/polyester VP40 vieilli dans l'eau douce pour une durée de 270 jours présente une diminution de la durée de vie comparable avec le composite vieilli à 180 jours (Tableau 5.3). En effet, le pourcentage du gain du poids entre les deux durées de vieillissement est d'environ 18% (Tableau 3.1) traduit que les vides et les microfissures sont presque complètement remplis d'eau et le degré de saturation est proche de cette durée (270 jours d'immersion dans l'eau). Cette quantité d'eau absorbée qui est probablement occupe tous les vides dans le matériau influe directement sur le comportement en fatigue pour une longue durée de vieillissement.

Pour une durée de vieillissement de 90 jours, le taux de diminution de la durée de vie de composite VP40 est plus de 20 % pour un niveau de chargement élevé en fatigue (>70% de la contrainte de rupture en flexion 3 points), et pour un niveau de chargement bas (< 45% de la contrainte de rupture en flexion 3 points), le taux de diminution de la durée de vie est de l'ordre de 7 % (figure 5.5). Cette différence en durée de vie est due essentiellement à la quantité de l'eau absorbée par le composite VP40 dans les premiers 90 jours de vieillissement (gain du poids environ 3,4%) qui entraîne une modification chimique de la résine polyester. Par ailleurs, pour la durée de vieillissement de 270 jours, le taux de diminution de la limite d'endurance de composite VP40 allant de 14% jusqu'à 27%, il est fortement possible que le matériau est proche de la limite de saturation qui entraîne une réponse presque identique pour tous les cas de chargement en fatigue.

En effet, l'absorption d'eau provoque une plastification et un gonflement de la matrice polyester créant par la suite des contraintes de gonflement à l'intérieur du matériau, et avec la mise en place d'une charge extérieure sous forme cyclique même avec une vitesse lente provoquant un mouvement de l'échantillon sollicité, et par conséquent un mouvement des microfissures et les vides préexistants qui sont soit partiellement ou complètement remplis d'eau [116]. Ce phénomène peut conduire à l'endommagement du matériau et à la propagation des microfissures qui sont déjà actives sous chargement de fatigue. Toutefois, l'application d'une charge élevée de fatigue entraîne des déformations importantes et par conséquent un temps de chargement court, ainsi, l'augmentation de la durée de vieillissement hydrique provoque une augmentation de la quantité d'eau absorbée ainsi que les vides deviennent complètement remplis par l'eau qui va créer par la suite des pressions interstitielles actives permettant l'endommagement et le décollement de l'interface fibre/matrice [236].

Toutefois, le vieillissement de composite VP40 pendant 180 jours entraîne un mécanisme d'endommagement en fatigue cyclique presque identique à la première période de vieillissement (90 jours). En effet, un taux de diminution totale de la durée de vie en fatigue d'environ 53% et 14% pour les charges de fatigue élevées et les charges de fatigue basses respectivement. Il est fortement possible que le matériau n'a pas encore atteint la saturation limite dans cette période et les différents composants sont entraînés d'absorber l'eau avec un gain du poids d'environ 23% par rapport au composite vieilli pour une durée 90 jours.

Il apparaît toujours sur la figure 5.4 et le tableau 5.3 que le composite VP40 vieilli pendant une durée de 270 jours présente la pente la plus importante se qui traduit l'effet négatif de la présence d'eau à l'intérieur du matériau. Cette période de vieillissement ayant un gain du poids de l'ordre de 18% qui est moins important par rapport aux durées de vieillissement de 90 jours et 180 jours, il est fortement probable que le matériau vieilli proche de la limite de saturation en eau. En effet, la rupture des échantillons pour un niveau de chargement de fatigue bas présente un taux de diminution totale de la durée de vie d'environ 14% qui est le même pour la durée de vieillissement de 180 jours (figure 5.5). En outre, les fibres de verre ayant une excellente propriété en flexion peuvent subir un endommagement arbitraire dû à la présence d'eau qui entraîne un gonflement différentiel (absorption d'eau par la matrice polyester) et à l'application d'une charge répétée. Toutefois, la propagation des fissures avec l'augmentation de nombre des cycles même avec des contraintes de fatigue plus basses provoque une décohésion par rupture des liaisons chimiques dans l'interphase du matériau et avec l'augmentation de la durée de vieillissement, le mécanisme de dégradation sera plus important (figure 5.6).

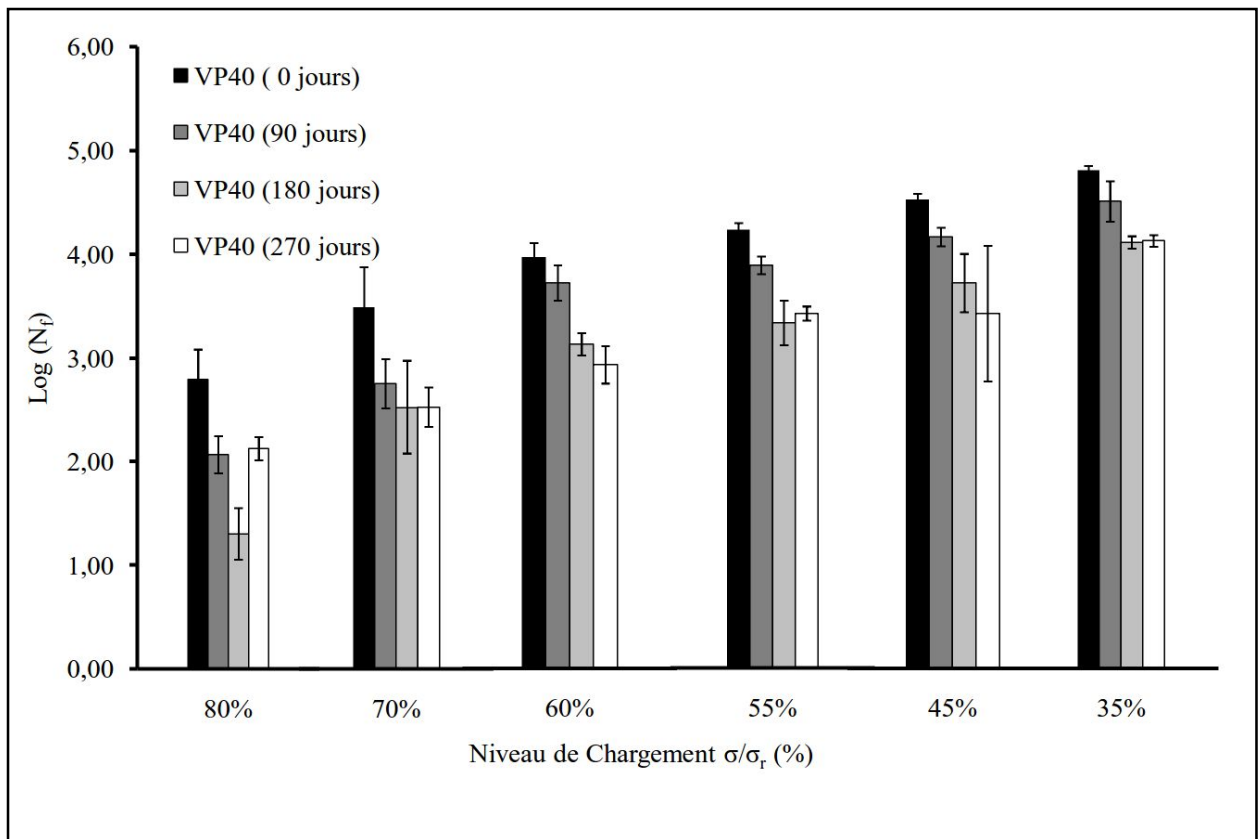
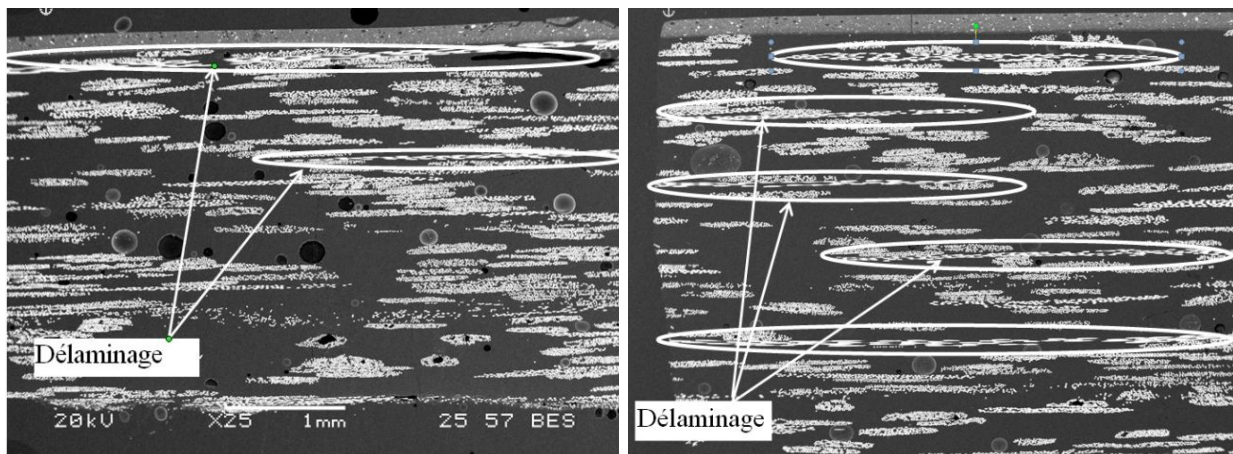


Figure 5.5. Limite d'endurance en fonction de niveau de chargement de composite VP40 vieilli dans l'eau douce



(a) Délaminage dans une éprouvette non vieillie

(b) Délaminage pour plusieurs parties dans une éprouvette vieillie

Figure.5.6. Image en microscope électronique à balayage de composite Verre/polyester

5.2. Vieillissement marin :

L'étude de vieillissement des matériaux composite en milieu marin permet de mieux comprendre le phénomène d'absorption de l'eau salée ainsi que les différents mécanismes de dégradation ou de l'évolution des propriétés mécanique. Les composites jute/polyester et verre/polyester ont été submergé dans l'eau de mer pour une période de 90,180 et 270 jours afin qu'ils subissent un essai de fatigue cyclique en flexion 3 points. Le tableau 5.4 rassemble les résultats de la durée de vie moyenne de composite jute/polyester JP40 et verre/polyester VP40 pour les différentes périodes de vieillissement marin.

σ/σ_r (%)	log (N_f) pour chaque durée de vieillissement dans l'eau de mer							
	0 jour		90 jours		180 jours		270 jours	
	JP40	VP40	JP40	VP40	JP40	VP40	JP40	VP40
80%	2,80	2,48	2,50	2,30	2,36	1,99	1,93	2,04
	2,64	2,99	2,30	2,58	1,89	1,92	2,10	2,29
	2,61	2,93	2,67	1,99	2,49	2,48	1,32	1,71
70%	3,37	3,49	3,11	2,58	2,14	2,51	2,18	2,36
	3,07	3,10	3,04	3,22	2,33	2,96	2,59	2,75
	3,33	3,88	3,06	2,65	2,84	2,95	2,05	2,55
60%	3,72	4,10	3,73	3,82	2,79	3,03	2,78	2,58
	3,83	3,98	3,20	3,84	2,99	3,40	2,89	3,23
	3,90	3,83	3,11	3,78	2,81	3,32	3,07	3,17
55%	4,17	4,19	3,97	3,91	3,44	3,84	2,98	3,47
	4,25	4,20	4,15	4,09	3,36	3,89	3,20	3,34
	4,17	4,30	4,04	4,07	3,31	3,48	3,34	3,49
45%	4,72	4,52	4,11	4,17	2,68	3,07	3,58	3,21
	4,90	4,47	4,18	4,09	3,65	4,06	3,66	3,61
	4,61	4,58	4,25	4,28	3,49	3,96	3,71	3,90
35%	4,96	4,83	4,65	4,34	3,96	4,23	3,79	4,43
	4,93	4,75	4,82	4,54	4,13	4,28	3,96	4,08
	4,97	4,82	4,94	4,66	3,77	4,47	3,50	4,17
25%	>5,000	>5,000	>5,000	>5,000	>5,000	>5,000	>5,000	>5,000

Tableau 5.4. Durées de vie moyennes de composite jute/polyester JP40 et verre/polyester VP40 vieillis dans l'eau de mer

5.2.1. Composite jute/polyester JP40 :

Les fibres de jute sont très hydrophiles et peuvent absorber beaucoup d'humidité pendant le vieillissement. En effet une teneur en fibre qui est de l'ordre de 40% dans le matériau étudié JP40 ayant un gain du poids du 4,972%, 6,971% et 7,301% pour les durées de vieillissement marin de 90 jours, 180 jours et 270 jours respectivement. La mise en place de l'essai de fatigue sur les éprouvettes vieilles pour plusieurs périodes d'immersion dans l'eau de mer entraîne un endommagement différent à celui des éprouvettes non vieilles. La figure 5.7 présente la courbe de Wöhler de l'ensemble des résultats de fatigue du composite JP40 sous différentes durées de vieillissement marin.

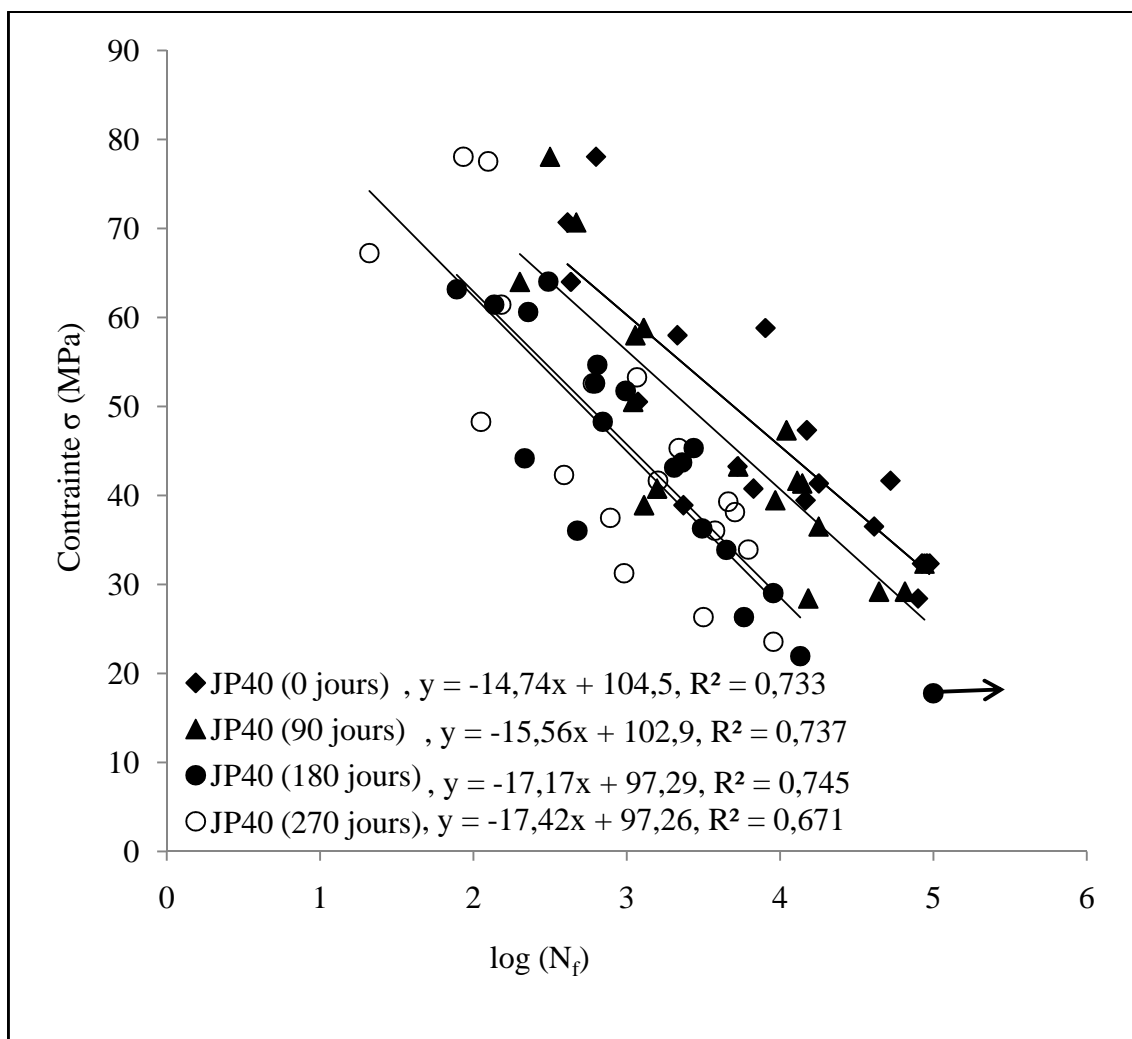


Figure 5.7. Courbe de Wöhler pour le composite JP40 vieilli dans l'eau de mer

Comme il apparaît sur la figure 5.7, les points expérimentaux de l'essai de fatigue cyclique sont très dispersés pour tous les composites vieillis. Cette dispersion est due principalement aux défauts existants au sein du matériau (pores, défauts de fabrication, d'usinage et de démoulage) et la distribution non uniforme des fibres dans les éprouvettes.

Toutefois, la limite d'endurance de composite JP40 diminue avec l'augmentation de la durée de vieillissement en milieu marin. La pente de la courbe de Wöhler la plus faible est celle du composite non vieilli avec un taux de dégradation de l'ordre de 14,10% (tableau 5.5). Ce taux augmente avec l'augmentation de la durée de vieillissement dans l'eau de mer. Tandis que, le matériau composite vieilli pour les premiers 90 jours présente un taux de diminution de la durée de vie en fatigue entre 2 et 12 % par rapport au composite non vieilli et pour tous les niveaux de chargement en fatigue cyclique (figure 5.8). Ainsi que, la durée de vieillissement marin pour la période de 180 jours présente un taux de diminution totale entre 2 et 14% par rapport au composite non vieilli, et enfin le composite vieilli pour une période de 270 jours présente le taux de diminution le plus important qui est entre 14 et 28 %. Alors, l'augmentation de la durée de vieillissement marin provoque une augmentation du taux de diminution de la durée de vie en fatigue cyclique même les charges appliquées ne sont pas importantes. Il est certainement possible que la présence de l'eau de mer au sein du matériau provoque un changement des propriétés des fibres et de la matrice polyester ainsi que l'interface entre les deux composants ce qui entraîne une dégradation des caractéristiques mécaniques du matériau au moment de service [177]. En outre, la matrice polyester ainsi que la fibre de jute ayant des coefficients de dilatation en humidité différente qui provoque un décollement de l'interface fibre – matrice et par la suite une diminution de la résistance en fatigue[178]

	log (N_f) pour chaque durée de vieillissement marin pour le composite JP40			
	0 jour	90 jours	180 jours	270 jours
A	104,5	102,9	97,29	97,26
B	14,74	15,56	17,17	17,42
R ²	0,73	0,74	0,74	0,67
B/A(%)	14,10	15,12	17,65	17,91

Tableau 5.5. Coefficients A, B et R² des courbes de Wöhler de composite JP40 non vieilli et composite JP40 vieilli dans l'eau de mer.

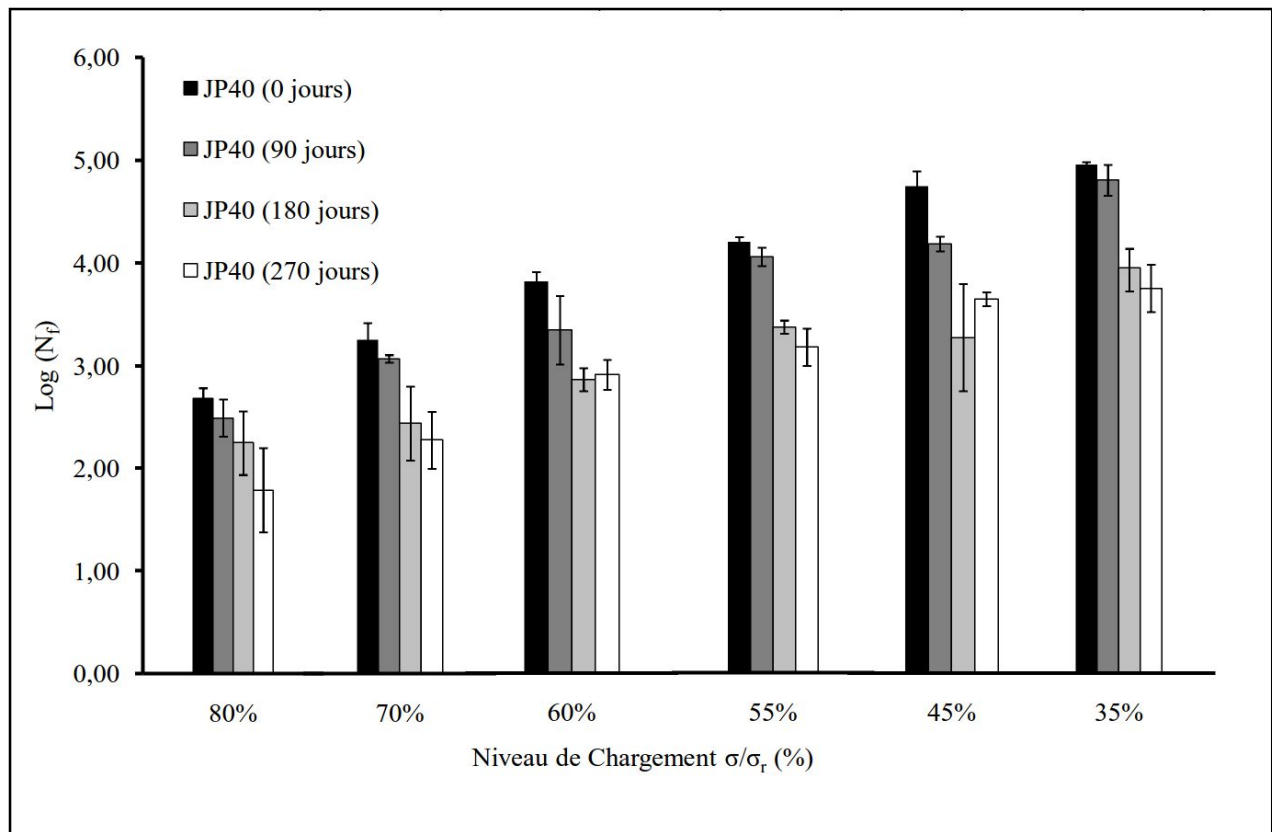


Figure 5.8. Limite d'endurance en fonction de niveau de chargement de composite JP40 vieilli dans l'eau de mer

5.2.2. Composite verre/polyester VP40 :

La mise en place de l'essai de fatigue cyclique en flexion 3 point sur le composite VP40 vieilli dans l'eau de mer permet déduire l'évolution des propriétés mécaniques dans le temps ainsi que la durabilité du matériau sous la combinaison des deux actions (chimique et mécaniques). Tout d'abord, il est important de signaler que le composite VP40 subit une dégradation en poids après une durée de vieillissement marin de 180 jours qui peut influence la réponse en fatigue cyclique du composite au-delà de cette durée. En effet, les résultats de fatigue du composite VP40 vieillis dans l'eau de mer sont présentés dans la figure 5.9.

Un calcul par régression linéaire a permis d'identifier les valeurs des deux coefficients A et B de la courbe d'endurance pour chaque durée d'immersion (tableau 5.6).

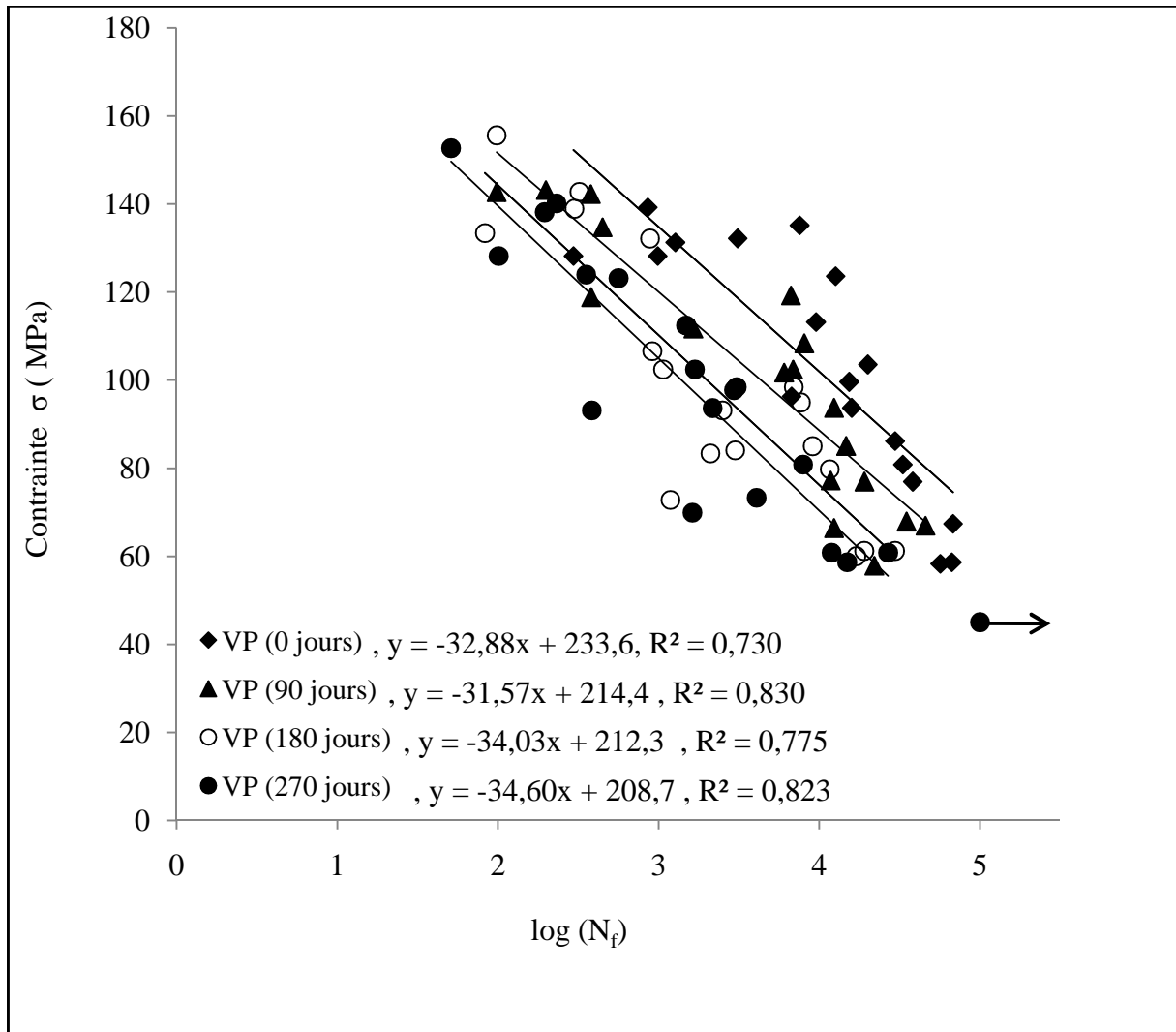


Figure 5.9. Courbe de Wöhler pour le composite VP40 vieillis dans l'eau de mer

	log (N_f) pour chaque durée de vieillissement marin pour le composite JP40			
	0 jour	90 jours	180 jours	270 jours
A	233,6	214,4	212,3	208,7
B	32,88	31,57	34,03	34,6
R ²	0,73	0,83	0,73	0,83
B/A(%)	14,07	14,72	16,03	16,57

Tableau 5.6. Coefficients A, B et R² des courbes de Wöhler de composite V40 non vieilli et composite VP40 vieilli dans l'eau de mer.

Comme il apparaît sur le tableau 5.6, la comparaison entre les pentes des droites de régression des courbes de Wöhler (coefficient B) montre que le composite verre polyester non vieilli présente la pente la plus faible, suivie dans un ordre respectif croissant du matériau composite vieilli dans l'eau de mer pendant 90 jours, puis de celui vieilli pendant 180 jours et enfin de celui immergé pendant 270 jours. Ce constat indique l'effet négatif de l'eau de mer sur la résistance à long terme des matériaux composites verre/polyester. L'augmentation de la durée d'immersion permet à l'eau de diffuser dans la structure du matériau et d'altérer l'interface fibre/matrice qui se dégrade ainsi dans le temps affectant progressivement les performances du matériau et les diminuant par un effet d'endommagement progressif et diffus. Le taux de diminution de la limite d'endurance des différentes périodes de vieillissement en milieu marin par rapport au niveau de chargement est de l'ordre de 4-19%, 9-23% et 11-28% pour les périodes de vieillissement 90,180 et 270 jours (figure 5.10).

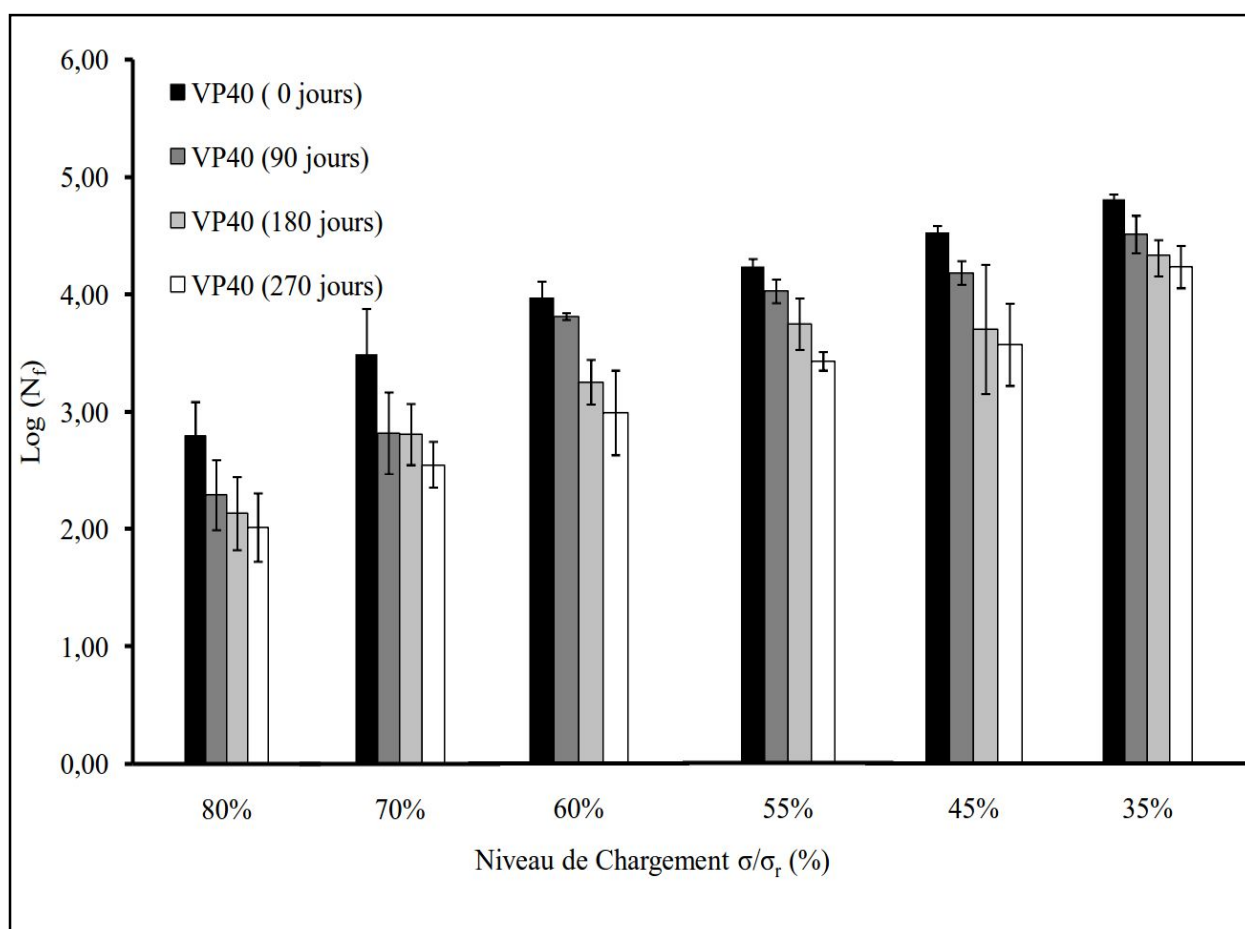


Figure 5.10. Limite d'endurance en fonction de niveau de chargement de composite VP40 vieilli dans l'eau de mer

5.3. Analyse des Causes de la dispersion

Les faibles valeurs des coefficients de corrélation linéaires des courbes de Wöhler des composites verre/polyester et jute/polyester ne font que traduire l'importante dispersion des durées de vie liée en grande partie à la nature hétérogène des composites étudiés ainsi qu'à la nature des éprouvettes qui ont rarement des caractéristiques comparables. En effet la fraction

volumique, la longueur et l'orientation des fibres, la densité et la distribution des défauts au sein du matériau, la présence des pores et des bulles d'air (figure 5.11) , ainsi que les caractéristiques physiques et mécaniques différent d'une éprouvette à une autre et d'un endroit à un autre d'une même éprouvette. Ainsi tous les événements précédents la rupture en fatigue dépendent d'une série de processus aléatoires dont la conjugaison se traduit par une importante dispersion dans les résultats de durée de vie entre les éprouvettes soumises à un même niveau de chargement et sollicitées dans les mêmes conditions. Ainsi, il apparait clairement qu'outre la dispersion naturelle du matériau, le comportement en fatigue possède une dispersion propre couramment admise comme un fait physique du phénomène de fatigue.

L'état d'endommagement en fatigue est en général caractérisé par une combinaison de densité et d'orientation des fibres et des microfissures qui semblent être affectées par le chargement ainsi que les états de conditionnement des éprouvettes. L'accumulation et l'évolution de cet endommagement dans le cas des composites étudiés est dû principalement à des mécanismes de microfissuration de la matrice, de décohésion inter faciale, de déchaussement et de rupture des fibres qui confèrent au composite des cinétiques d'endommagement variable conditionné par sa microstructure et par le type de chargement. De nombreuses études rapportent que les stades d'évolution de l'endommagement dans le cas de chargement cyclique sont de même nature que ceux rencontrés en chargement statique, mais de chronologie et d'ampleur différente. La détérioration des composites s'opère dès les premiers cycles de chargement en fatigue et augmente progressivement en densité jusqu'à la rupture finale. Par ailleurs, la ruine totale ne semble plus être un concept à adopter comme une description qualitative du critère de rupture. L'utilisation des techniques de l'émission acoustique couplées à celles de la vidéosurveillance microscopique pourrait mieux renseigner sur les mécanismes majoritaires d'endommagement en fatigue pour aboutir à un critère de rupture plus descriptif et réduire la dispersion des résultats de durée de vie de ces matériaux.

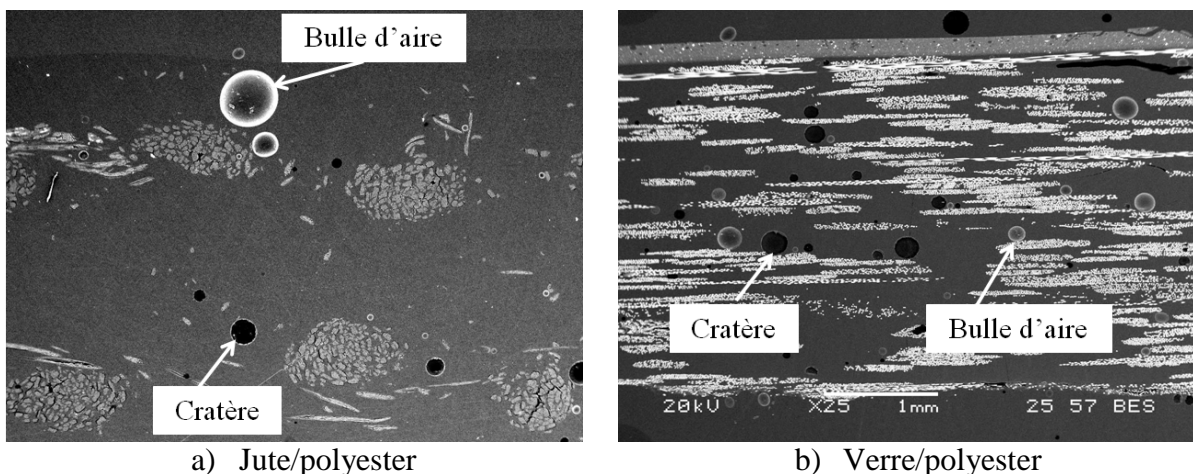


Figure 5 .11. Image en Microscope électronique à balayage

Chapitre 6 : Influence de vieillissement hydrique sur le comportement en choc

L'objet de cette partie est d'étudier l'effet de vieillissement hydrique sur le comportement en choc des matériaux composites jute/polyester et verre/polyester. Le composite verre/polyester VP20, VP30 ayant une bonne résistance au choc par rapport au composite jute/polyester JP40. Cette différence de résistance est due essentiellement à la nature du renfort, l'architecture ainsi que leur pourcentage dans le matériau. En effet, l'exposition de ces matériaux à l'humidité, tel que l'eau douce peut entraîner un changement et une évolution des propriétés mécaniques de chaque matériau testé suite à l'absorption d'eau par la résine polyester et les fibres.

6.1. Taux de restitution d'énergie :

Les composites jute/polyester JP40 et verre/polyester VP30 et VP20 ont subi un vieillissement hydrique par l'immersion dans l'eau douce pour une durée de vieillissement de 30 et 90 jours afin qu'ils subissent une charge dynamique par la mise en place de l'essai de choc Charpy dans le but d'évaluer l'influence de vieillissement sur la réponse au choc des matériaux vieillis. Le principe de la mécanique linéaire élastique de la rupture est utilisé dans l'interprétation des résultats des essais de choc Charpy par l'application de la méthode de la compliance qui permet de déduire le taux de restitution d'énergie critique ou ténacité dynamique des pièces pré-fissurées.

Le tableau 6.1 rassemble les résultats de l'essai de choc Charpy de l'ensemble des matériaux testés.

		Nb. Epr	U (Joule)	BD ϕ (mm ²)	G _{IC} (KJ/m ²)	U _c (Joule)	R ²
Composite non vieilli	JP40	14	0,42 (0,03)	22,75 (2,94)	11	0,177	0,79
	VP30	15	3,88 (0,55)	22,67 (3,19)	146	0,570	0,72
	VP20	17	3,28 (0,69)	23,34(4,08)	133	0,170	0,63
Composite vieilli pour une durée de vieillissement de 30 jours	JP40	15	0,30(0,03)	20,51(3,47)	7,3	0,150	0,80
	VP30	15	3,79(0,51)	21,34(3,28)	138	0,635	0,82
	VP20	23	2,90(0,56)	23,45(3,99)	116	0,177	0,68
Composite vieilli pour une durée de vieillissement de 90 jours	JP40	15	0,23(0,11)	18,71(2,42)	4,02	0,153	0,62
	VP30	15	2,97(0,53)	19,77(3,61)	124	0,512	0,71
	VP20	22	2,61(0,50)	23,28(3,91)	105	0,179	0,67

Le tableau 6.1. Résultats de l'essai de choc Charpy de composite jute/polyester et verre/polyester.

6.1.1. Composite jute/polyester JP40

Le composite jute polyester JP40 présente un gain du poids de 4,34% pour les deux durées de vieillissement hydrique (30 et 90 jours). Il se caractérise par une diffusion Fickienne de l'eau à l'intérieur du matériau. L'analyse des résultats de choc Charpy en basant sur la méthode de compliance permet de tracer la courbe l'énergie de rupture totale U en fonction des surfaces rompues BD ϕ de composite JP40 vieilli dans l'eau douce (Figure 6.1).

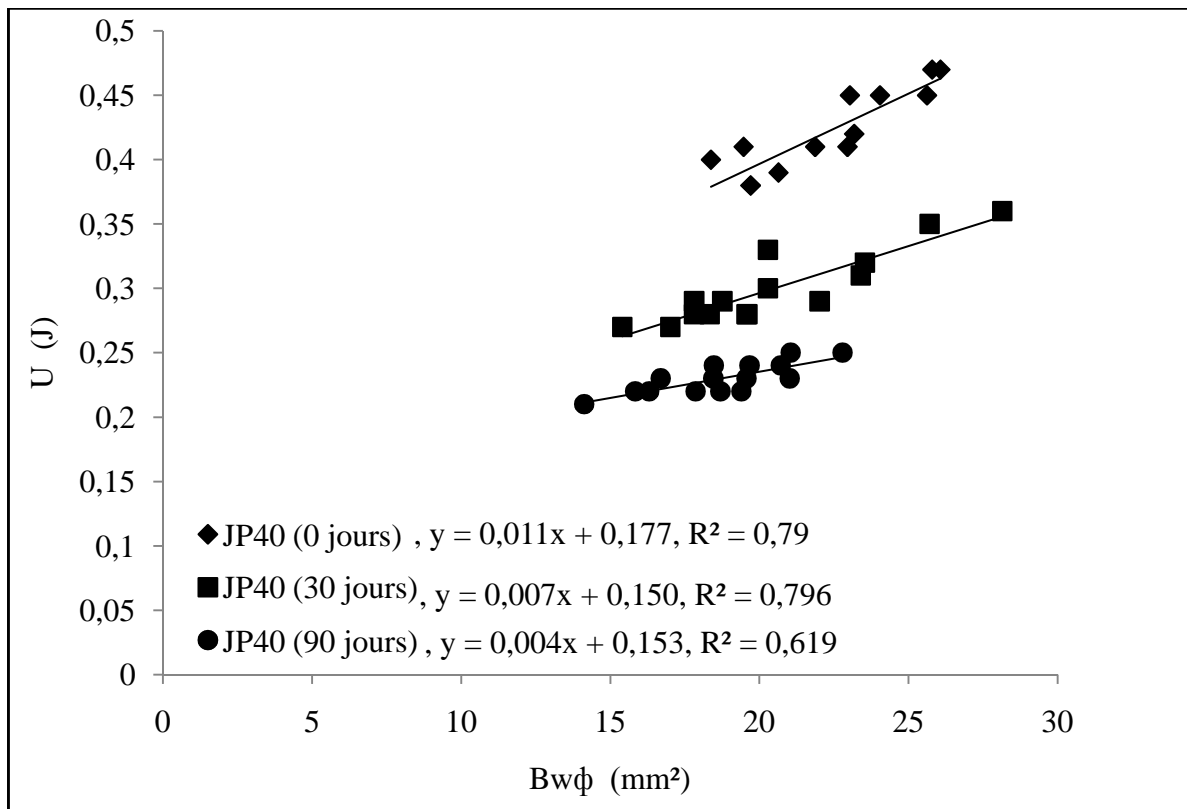
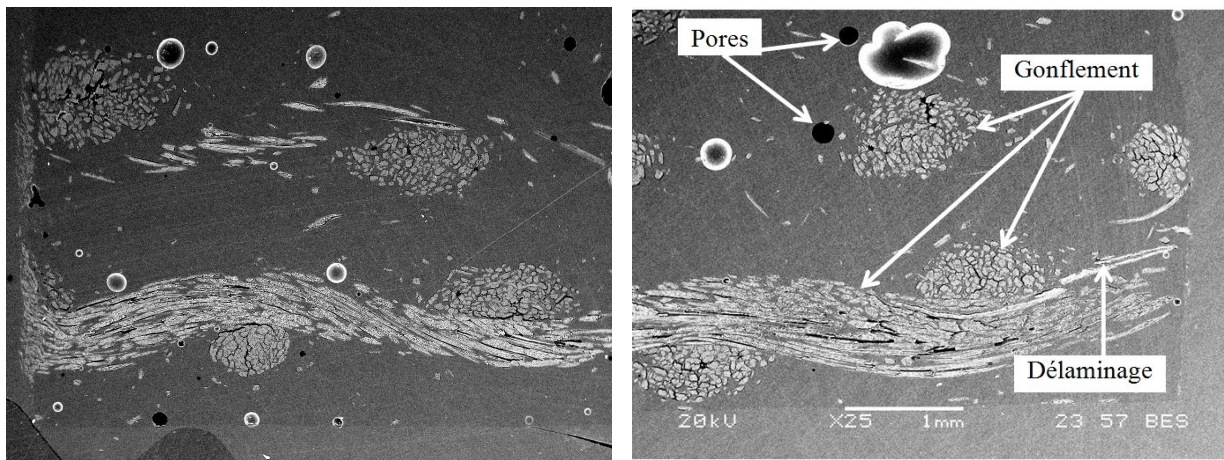


Figure 6.1. Énergie de rupture totale U en fonction des surfaces rompues $BD\phi$ de composite JP40 vieilli dans l'eau douce.

Il apparaît clairement sur la courbe de la figure 6.1 que la pente la plus faible des droites de régression linéaire de composite JP40 est celle la courbe de composite non vieilli. En effet, la ténacité en choc de composite JP40 diminue avec l'augmentation de la durée de vieillissement hydrique. Une chute de 34% approximativement est enregistrée pour une durée de vieillissement de 30 jours, puis une chute de 63% approximativement pour une durée de vieillissement hydrique de 90 jours. Cette différence est peut-être causée par la différence du pourcentage des fibres ajoutée. La baisse des propriétés en choc après vieillissement est due à la dégradation des fibres gonflées, l'endommagement de l'interface fibre matrice qui baissent le transfert de charge.

À l'état de vieillissement hydrique maximum (90 jours), l'énergie de choc moyenne nécessaire pour rompre l'éprouvette est presque la moitié de l'énergie de choc pour une éprouvette non vieillie qui sert d'éprouvette témoin. Il est de l'ordre de 45% approximativement. Il est certainement possible que l'absorption excessive de l'eau entraîne la pénétration d'une quantité d'eau au réseau de cellulose de fibre de jute par les vides et les espace entre les fibrilles et les zone mois liées ce qui conduit à une chute de la rigidité de la structure de cellulose, et par conséquent une chute de la résistance au choc de composite [116]. En outre, la forte teneur en cellulose dans les fibres de jute (55-75% environ) [237] contribue également à plus d'eau pénétrante dans l'interface à travers les microfissures induites par le gonflement des fibres (figure 3.2,b) qui vont créer des contraintes de

gonflement entre les fibrilles ainsi que des contraintes entre les fibres et la matrice conduisant à l'endommagement des fibres ainsi que la rupture de la liaison interfaciale [238].



a) Composite non vieilli.

b) Composite vieilli dans l'eau douce pour une durée de 90 jours.

Figure 6.2. Image en microscope électronique à balayage de facies de rupture de composite jute/polyester JP40.

6.1.2. Composite verre/polyester :

Le matériau composite verre/polyester VP20 et VP30 ont été vieillis dans l'eau douce pour les durées de 30 et 90 jours. Ces durées de vieillissement hydrique provoquent un gain du poids important des deux composites. La mise en place de l'essai de choc Charpy a permis de déduire le taux de restitution d'énergie pour les deux composites testés. Les figures 6.3 et 6.4 rassemblent les résultats de l'énergie de choc en fonction des surfaces rompues de composite vieilli VP20 et VP30 respectivement.

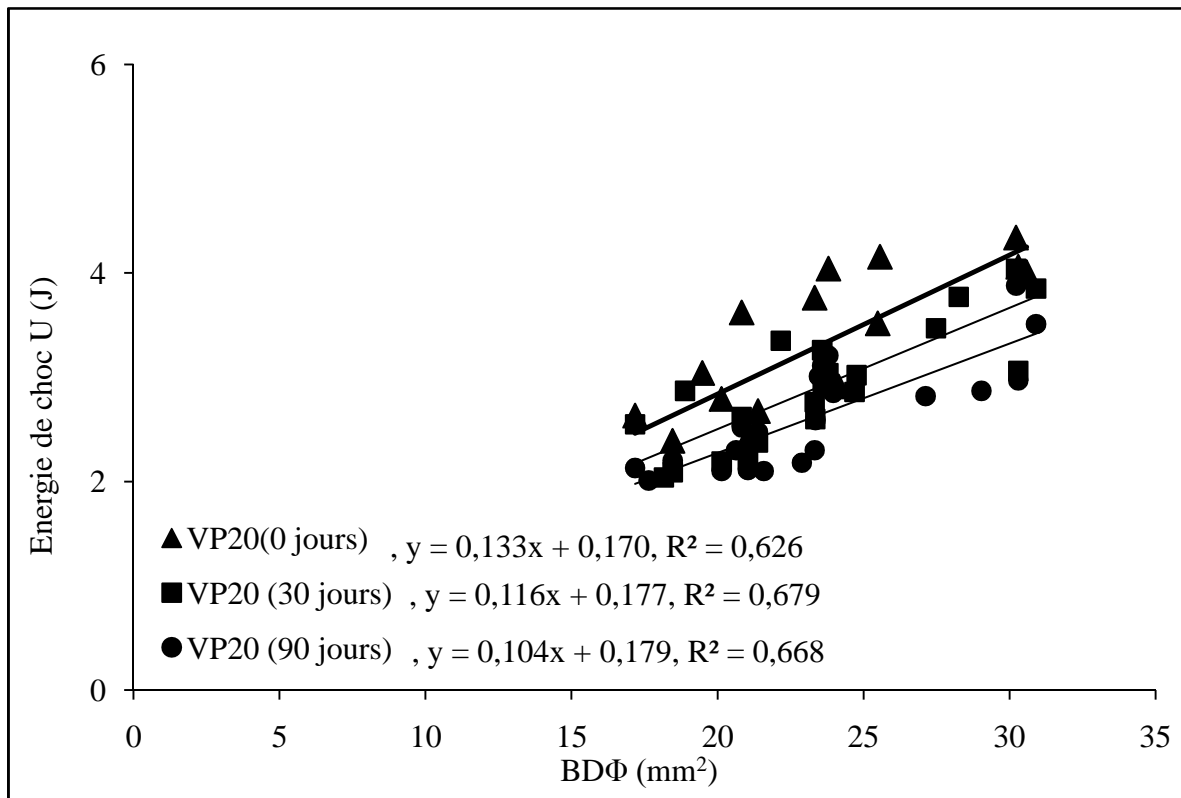


Figure 6.3. Énergie de rupture totale U en fonction des surfaces rompues $BD\phi$ pour le composite verre/polyester VP20 vieilli dans l'eau douce pour 30 et 90 jours

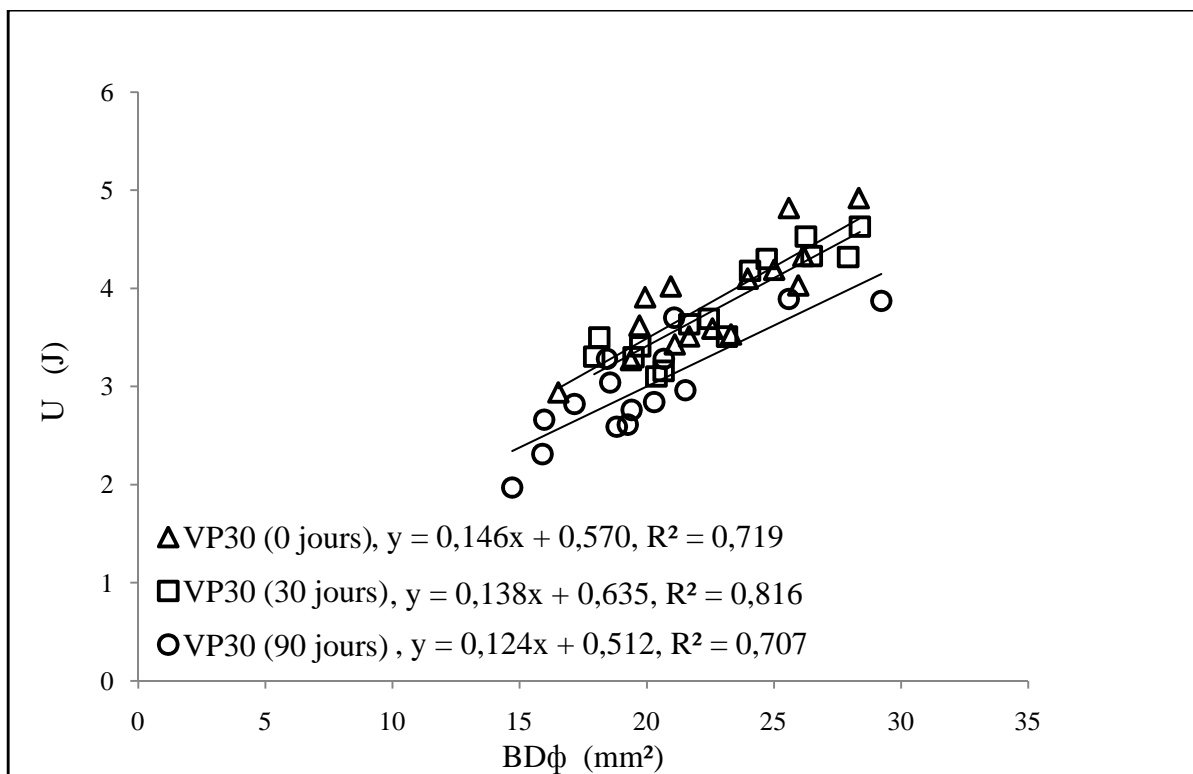


Figure 6.4. Énergie de rupture totale U en fonction des surfaces rompues $BD\phi$ pour le composite verre/polyester VP30 vieilli dans l'eau douce pour 30 et 90 jours

Il est bien remarqué que la ténacité en choc des éprouvettes testées des composites verre/polyester VP20 et VP30 vieillis dans l'eau douce pendant 30 et 90 jours présente des valeurs plus faibles qu'aux composites non vieillis. En effet, une durée de vieillissement de 30 jours entraîne une chute de taux de restitution d'énergie de 12,78% et 5,47% pour le composite vieilli VP20 et VP30 respectivement. L'augmentation de la durée de vieillissement jusqu'à 90 jours provoque une augmentation de taux de diminution de la ténacité en choc du matériau. Il est de l'ordre de 21% et 15% pour le composite vieilli VP20 et VP30 respectivement (figure 6.5). Il est très important de signaler que le taux de restitution d'énergie de composite VP30 est plus important que le composite VP20. Cette différence est certainement due la déférence de pourcentage en fibres des deux composites. En outre, l'absorption d'eau des deux composite entraine le même mécanisme de diffusion d'eau avec un gain du poids important. Par la suite, la mise en place de l'essai de choc entraine la rupture des éprouvettes avec un mécanisme d'endommagement différents pour chaque environnement (non vieillis, 30 et 90 jours de vieillissement) avec une résistance en choc maximale du composite VP30 non vieilli.

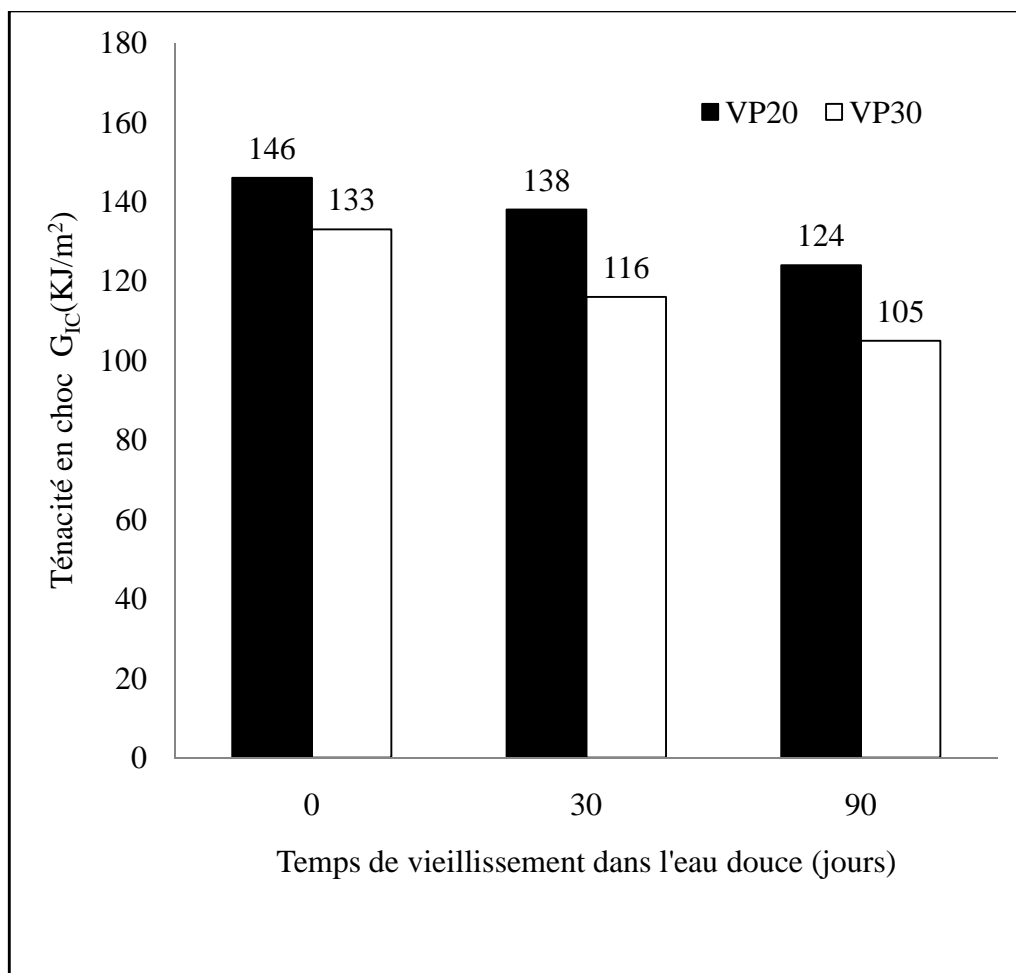
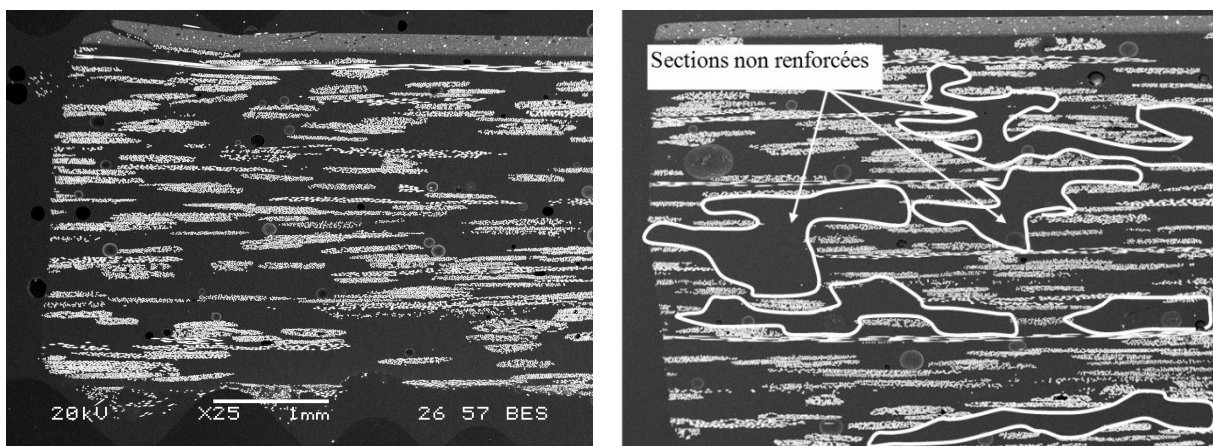


Figure 6.5. Histogramme de la ténacité en choc en fonction de la durée de vieillissement dans l'eau douce de composite VP20 et VP30

L'absorption d'eau qui peut conduire à un gonflement et à une plastification de la résine polyester à la suite de l'interruption de liaison de Van der Waals entre les chaînes

polymériques, ce qui conduit à une diminution de la rigidité et à une dégradation des propriétés mécaniques de composite [239]. Toutefois, la résine polyester peut avoir des groupes terminaux polaires qui contiennent des monomères non transformés qui tendent à accroître sa sensibilité à l'eau [45]. En effet, l'eau diffusée dans le matériau réagit chimiquement avec les constituants de fibres de verre ce qui peut entraîner une corrosion des surfaces et provoque par la suite une perte de la cohésion et un délaminage des couches des fibres [240]. Les molécules d'eau peuvent provoquer des pressions osmotiques dans les zones discrètes [241] qui participent par la suite à la dégradation de l'interface fibre/matrice, la création des micro-fissures au sein du matériau ainsi que l'augmentation de la propagation des fissures suite à l'application d'une charge, ce qui diminue la ténacité de composites [108]. Par la suite, la mise en place d'un essai appliqué soudainement (essai de choc) sur un élément déjà sous pression entraîne la rupture totale avec une force qui déjà considérée faible dans le cas où le matériau n'est plus saturé d'eau.

La figure 6.6 présente des images en microscope électronique à balayage pour des surfaces rompues d'un composite verre polyester. Les échantillons ayant subi un vieillissement de 90 jours dans l'eau douce présentent une épaisseur plus importante par rapport aux échantillons non vieillis. Cependant cette augmentation du volume qui est due au gonflement et la plastification de la matrice ainsi que la pénétration d'eau à travers les microfissures et les vides au sein du composite peut provoquer une augmentation des surfaces non renforcées et par conséquent une fragilité du matériau. En outre, le transport d'eau et d'humidité par des microfissures implique à la fois l'écoulement et le stockage de l'eau dans les microfissures conduisant à la naissance de contraintes de gonflement induit à l'endommagement de l'interface fibre matrice et par conséquent un délaminage a eu lieu à la suite d'une attaque de l'eau à l'interface [236].



(a) Verre/polyester non vieilli

(b) Verre/polyester vieilli

Figure. 6.6 Images en microscope électronique à balayage des surfaces rompues de composite verre polyester

Conclusion générale :

Au cours de cette étude, nous avons analysé la cinétique de rupture des matériaux composites jute/polyester et verre/polyester sous une charge de fatigue et de choc. Cette analyse nous a permis de comprendre les processus d'endommagement au sein du matériau vieilli par l'immersion à long terme dans l'eau douce et dans l'eau de mer. L'analyse est basée essentiellement sur l'établissement de la courbe de Wöhler qui permet d'estimer la durée de vie des composites ainsi que l'effet de vieillissement hydrique et marin sur la limite d'endurance. Puis, l'application des principes de la mécanique linéaire élastique de rupture a permis l'interprétation des résultats de l'essai de choc Charpy basée sur l'établissement de la courbe de complaisance des composites sains et composites vieillis. Alors, les conclusions suivantes peuvent être tirées :

- Le matériau composite jute/polyester ayant une diffusion Fickienne quelque soit la nature chimique de l'eau (l'eau douce et l'eau de mer). Contrairement au composite Verre/polyester qui se caractérise par une diffusion non Fickienne.
- Le vieillissement de composite jute/polyester dans l'eau douce entraîne une limite de saturation après une durée d'immersion de 30 jours jusqu'à la fin de vieillissement. Contrairement au composite verre/polyester VP40 qui présente un gain du poids important à la fin de vieillissement.
- Les propriétés mécaniques en statique et en choc de composites verre/polyester sont plus importantes par rapport au composite jute/polyester. Cette grande différence est essentiellement due aux excellentes propriétés des fibres de verre ainsi que l'architecture du renfort.
- L'excellente propriété en statique de composite verre/polyester conduit forcément à une excellente propriété en fatigue cyclique ainsi qu'au choc dynamique par rapport au composite jute/polyester.
- L'immersion des composites jute/polyester et verre/polyester pour une longue durée entraîne une dégradation des propriétés mécaniques des matériaux: une décohésion de la liaison fibre/matrice, un gonflement des fibres et de la matrice polyester qui conduisent à l'augmentation des zones non renforcées, ainsi que l'augmentation des sections des pores et les microfissures.
- L'augmentation de la durée de vieillissement dans l'eau douce et dans l'eau de mer provoque forcément une chute de la limite d'endurance des composites étudiés.
- Le vieillissement marin entraîne une dégradation importante au sein des matériaux composites due à la présence des sels (notamment de chlorure de sodium) qui provoque par la suite une destruction de la résine polyester par le phénomène de lessivage. Contrairement au vieillissement hydrique qui entraîne une plastification de la résine polyester avec un gonflement du matériau.

- Les composites renforcés par les fibres de verre se caractérisent par une résistance au choc plus importante que celle des composites en jute/polyester. Cette meilleure résistance augmente avec l'augmentation de pourcentage des fibres dans le matériau jusqu'à 40%. Cela peut s'expliquer par les excellentes propriétés mécaniques des fibres de verre par rapport aux fibres de jute. En effet, la charge de choc provoque une rupture fragile des composites jute/polyester, par contre le composite verre/polyester n'est pas complètement rompu, il se caractérise par un développement d'une zone endommagée avec une décohésion de la liaison fibre matrice.
- Le vieillissement hydrique des composites provoque une chute importante de la ténacité dynamique qui due principalement à la dégradation de la liaison fibre/matrice ainsi que la présence des pressions osmotique au sein du matériau.
- L'augmentation de la teneur en fibre des composites verre/polyester entraine une augmentation de l'énergie de rupture, et par conséquent une augmentation de la ténacité en choc. Par ailleurs, la teneur importante en fibre conduite a une forte résistance en choc de composites vieilli, ce qui traduit le rôle important des fibres de verre dans le composite.
- La dispersion importante des résultats expérimentaux de l'essai de fatigue et l'essai de choc est due essentiellement à l'hétérogénéité importante, la présence des défauts de fabrication, les conditions d'essai, ainsi qu'à la méthode d'élaboration des échantillons

Malgré les excellentes propriétés mécaniques des matériaux composites à base de fibres de jute, sont moins solides que les composites à base de fibres de verre et surtout moins résistants aux chocs. Ces propriétés empêchent leur utilisation dans les situations qui impliquent la résistance à des charges importantes. Ce phénomène s'explique par le fait que les fibres utilisées, séparées de manière purement mécanique, se présentent sous forme de faisceaux et non sous forme de fibres isolées. C'est pourquoi il est impossible d'obtenir une répartition homogène des fibres dans le matériau. En cas de charge, les tensions se concentrent à la surface entre les faisceaux et la matrice plastique, et peuvent conduire à la rupture de la pièce.

Références bibliographiques

1. D. Möncke1, G. Tricot, D. Ehrt, E. Kamitsos. Conductivity of borate and silicate groups in a low alkali borosilicate glass by vibrational and 2D NMR spectroscopy, *Journal of Chemical Technology and Metallurgy*, 50, 4, 381-386(2015).
2. J.L. Leblanc. Filled Polymers. Science and Industrial Applications, Taylor & Francis Group, (2010).
3. C. B. Carter, M. G. Norton, Livre, Ceramic Materials, Science and Engineering Springer (2007).
4. D.L.D. Chung, Composite Materials, Livre, Science and Applications, Second Edition, Springer (2010).
5. R.S. Blackburn, Bioderadable and sustainable fibres, Livre The Textile Institute, CRC Press (2005).
6. A. Bismarck, J. Springer, A.K. Mohanty, G. Hinrichsen, M.A. Khan, Characterization of several modified jute fibers using zeta-potential measurements. *Colloid Polym Science* 278,229-235 (2000).
7. K.A. Mohanty, M. Misra, L. T. Drzal, Livre, Natural fibers, biopolymers, and biocomposites. Taylor & Francis Group, (2005).
8. A. K. Bledzki, S. Reihmane, J. Gassan, Properties and Modification Methods for Vegetable Fibers for Natural Fiber Composites. *Journal of Applied Polymer Science*, 59, 1329-1336(1996).
9. N. Hu, Livre, Composites and their application, InTech, (2012).
10. J. P. Pascaut, H. Sautereau, J. Verdu, R.J. Williams, Livre, Thermosetting Polymers, CRC Press (2002).
11. Y. L. Lee, J. Pan, R. Hathaway, M. Barkey, Livre, Fatigue Testing And Analysis Theory And Practice, Elsevier (2005).
12. S. Liang, Etude de comportement en fatigue des composites renforcés par fibre végétales : prise en compte de la variabilité des propriétés, These de doctorat, Université de Bourgogne (2012).
13. P.N.B. Reis, J.A.M. Ferreira, F.V. Antunes, J.D.M. Costa, Flexural behaviour of hybrid laminated composites, *Composites: Part A*, 38,1612-1620 (2007).
14. P. Huang, G. Liu, X. Gue, H. Zhou, X. Zheng, Fatigue life prediction of RC beams strengthened with prestressed CFRP under cyclic bending loads. *Acta Mechanica Solid Sinica*, 26,1(2013).
15. L. Wu, F. Zhang, B. Sun, B. Gu, Finite element analyses on three point low cyclic bending fatigue of 3D braided composite materials at microstructure level, *International Journal of Mechanical Sciences*, 84, 41-53 (2014).
16. T. Ogasawa, K. Onta, S. Ogiwara, T. Yokozeki, E. Hara, Torsion fatigue behavior of unidirectional carbon/epoxy and glass/epoxy composites. *Composite Structures*, 90 482 - 489 (2009).
17. C. Capela, J.A.M. Ferreira, T. Febr, J.D. Costa, Fatigue strength of tubular carbon fibre composites under bending/torsion loading. *International Journal of Fatigue*, 70, 216-222(2015).
18. M. Quaresimin, P.A. Carraro, L. Maragoni, Influence of load ratio on the biaxial fatigue behavior and damage evolution in glass/epoxy tubes under tension-torsion loading, *Composites: Part A*, 78, 294-302(2015).
19. M. Quaresimin, P.A. Carraro, Damage initiation and evolution in glass/epoxy tube subjected to combined tension-torsion fatigue loading, *International Journal of Fatigue*, 63, 25-35(2014).

20. Y. Wang ,L.Susmel, The Modified Manson Coffin Curve Method to estimate fatigue life time under complex constant and variable amplitude multiaxial fatigue loading, *International Journal of Fatigue*, 83, 135-149(2016).
21. K. Ghahremani , S. Walbridge,T.Topper, High cycle fatigue behavior of impact treated welds under variable amplitude loading conditions. *International Journal of Fatigue*, 81,128-142(2015).
22. R.Nicholas, A.Fatemi, Fatigue life of 2024-T3 aluminum under variable amplitude multiaxial loadings: Experimental results and predictions. *Procedia Engineering*, 101,159-168(2015).
23. J.Ge,Y.Sun, S. Zhou, Fatigue life estimation under multiaxial random loading by means of the equivalent Lemaitre stress and multiaxial S–N curve methods. *International Journal of Fatigue*, 79, 65-74(2015)
24. F. Liu,Y.Lu, Z. Wang, Z. Zhang, Numerical simulation and fatigue life estimation of BG Apackages under Random vibration loading, *Microelectronics Reliability*, 55, 2777-2785(2015).
25. A.A. Abyzov, I.I. Berezin, O.S. Sadakov , Fatigue life prediction of engineering structures under multivariable random loading using structural model. *Procedia Engineering*, 129, 845-850(2015).
26. S. Nie, Y.Li, G. Shuai, S. Tao, F. Xi, Modeling and simulation for fatigue life analysis of robots with flexible Joints under percussive impact forces. *Robotics and Computer-Integrated Manufacturing*, 37, 292-301(2016).
27. H.C. Yildirim, M. Leitner, B.G. Marquis, M. Stoschka, Z. Barsoum, Application studies for fatigue strength improvement of welded structures by high – frequency mechanical impact (HFMI) treatment. *Engineering Structures*, 106, 422-435(2016).
28. M. Jabbado, Fatigue polycyclique des structures métalliques : durée de vie sous chargements variables,These de doctorat, Ecole Polytechnique, X, France (2006).
29. M.L. Pastor, These de doctorat Contribution à l'étude en fatigue de structures en aluminium renforcées par patchs composites. Université Blaise Pascal - Clermont-Ferrand II, (2007).
30. C. Peter. M. Keighan, N. Ranganathan, Fatigue Testing and Analysis Under Variable Amplitude Loading Conditions. Library of Congress Cataloging-in-Publication Data. ASTM Stock Number: STP 1439. 2005.
31. E. Castillo. A. F. Canteli, A Unified Statistical Methodology for Modeling Fatigue Damage, Springer, (2009).
32. H. Karaoui, Z. Joseph, Nouveaux Outils pour la conception fiable des structures. These de Doctorat. Ecole polytechnique, Palaiseau, France (2001).
33. E. N. Dowling, Mean Stress Effects in Stress Life and Strain Life Fatigue, 2nd SAE Brasil International Conference on Fatigue, (2004).
34. T. Wehner, A. Fatemi. Effect of mean stress on fatigue behavior of a hardened carbon steel.*International journal of fatigue*,13.3, 241-248(1991).
35. Q.Bader. E. Kadum, Mean Stress Correction Effects On the Fatigue Life Behavior of Steel Alloys by Using Stress Life Approach Theories. *International Journal of Engineering and Technology*, 14 ,04 (2014).
36. Y.Perrot, Influence des propriétés de la matrice sur le comportement mécanique de matériaux composites verre/polyester utilisés en construction navale de plaisance - Cas des résines polyester limitant les émissions de styrène, These de doctorat, Université de Bretagne Sud (2006).

37. D. Ray, B.K. Sarkar, N.R. Bose, Impact fatigue behavior of vinylester resin matrix composites reinforced with alkali treated jute fibres, *Composite: Part A: applied science and manufacturing*, 33,233-241(2002).
38. J.Gassan. A study of fibre and interface parameters affecting the fatigue behavior of natural fiber composites, *Composites: Part A: applied science and manufacturing*,33, 369-374(2002).
39. T. Yuanjian, D. H. Isaac, Impact and fatigue behavior of hemp fibre composites, *Composites Science and Technology*, 67, 3300-3307(2007).
40. S. Nojavan, D. Schesser, Q. D. Yang, A two-dimensional in situ fatigue cohesive zone model for crack propagation in composites under cyclic loading. *International Journal of Fatigue*, 82, 449-461(2016).
41. Z . Luo, H. Cao, H. Ren, X. Zhou, Tension –tension fatigue behavior of a PIPSiC /Si Ccomposite at elevated temperature in air, *Ceramics International*, 42, 3250-3260(2016).
42. K. Azouaoui, N. Ouali, Y. Ouroua, A. Mesbah, T. Boukharouba, Damage characterisation of glass/polyester composite plates subjected to low-energy impact fatigue, *Journal of Sound and Vibration*, 308, 504–551(2007).
43. D. U.Shah , J. P. Schubel, J. C. Mike, P. Licence, Fatigue life evaluation of aligned plant fibre composites through S–N curves and constant-life diagrams, *Composites Science and Technology*, 74, 139-149(2013).
44. J. A. Epaarachchi, P. D. Clausen, A new cumulative fatigue damage model for glass fibre reinforced plastic composites under step/discrete loading, *Composites: Part A: applied science and manufacturing*, 36, 1236-1245(2005).
45. B.Harris, *Livre Fatigue in composites, Science and technology of the fatigue response of fibre-reinforced plastics*, (2003).
46. A. A. Griffith, The Phenomena of rupture and flow in solids. *Philosophical Transactions of the Royal Society of London, Series A, Containing Papers of a Mathematical or Physical Character*, 221, 163-198(1921).
47. C.E. Inglis, Stresses in a plate due to the presence of cracks and sharp corners, *Institution of naval architects*, (1913).
48. R. Sakin, I.Ay, Statistical analysis of bending fatigue life data using Weibull distribution in glass-fiber reinforced polyester composites, *Materials and Design*, 29, 1170-1181(2008).
49. A. I. Selmy, N. A. Azab, M. A. AbdEl-baky, Flexural fatigue characteristics of two different types of glass fiber/epoxy polymeric composite laminates with statistical analysis, *Composites: Part B*, 45, 518-527(2013).
50. M. Kawai, K.Yano, Anisomorphic constant fatigue life diagrams of constant probability of failure and prediction of P–S–N curves for unidirectional carbon/epoxy laminates, *International Journal of Fatigue*, 83, 323-334(2016).
51. R. Naslain, Fibre-matrix interphases and interfaces in ceramic matrix composites processed by CVI, *Composite Interfaces*, 1.3, 253-286(1993).
52. M. K.Islam, A. Sharif, Nanocharacterization of interface between natural fiber and polymer matrix: an overview, *Composite Interfaces*, Taylor and Francis, (2015)
53. J. B. Veyret, L. Plunkett, E. Bullock, Interfaces dans les composites fibreux C/Si₃N₄ et Hincalon/Si₃N₄. *Journal de Physique IV Colloque*, 07 (1997).
54. K . Ali, Etude du comportement des interfaces et des interphases dans les composites à fibres et à matrices céramiques, Thèse doctorat, Institut national des sciences appliquées de Lyon,(2006).

55. R. D. Kurtz, N. J. Pagano, Analysis of the Deformation of a Symmetrically-Loaded Fiber Embedded in a Matrix Material, *Composites Engineering*, 1, 13-27(1991)..
56. R. Muki, E. Sternberg, Load-Absorption by a Discontinuous Filament in a Fiber-Reinforced Composite, *Math. Phys*, 22, 809-824(1971).
57. J. A. Nairn, Y. C. Liu, Stress transfer into a fragmented anisotropic fiber through an imperfect interface. *International Journal of Solids Structures*, 34, 1255-1281(1996).
58. L. T. Drzal, P.J. H. Franco, Measurement methods for fiber-matrix adhesion in composite materials, In *The Mechanics of Adhesion*, Elsevier Amsterdam, 605-660 (2002).
59. J. A. Nairn, Y. C. Liu, C. Galiotis, Analysis of Stress Transfer from the Matrix to the Fiber Through an Imperfect Interface: Application to Raman Data and the Single-Fiber Fragmentation Test, *Fiber Matrix and Interface Properties*, American Society for Testing and Materials, 47-65(1996).
60. N. Benabdi, M. Kenane, L. Toubal, J.C. Cuillère, V. Francois, Modélisation numérique de l'endommagement par fatigue d'une plaque composite carbone/époxy sollicitée en traction ondulée, 21^{ème} Congrès Français de Mécanique Bordeaux, (2013)
61. S. D. Pandita, G. Huysmans, M. Wevers, I. Verpoest, Tensile fatigue behaviour of glass plain-weave fabric composites in on- and off-axis directions. *Composite / Part A*, 32, 1533-1539(2001).
62. E. Smith, K. Pascoe, Biaxial fatigue of a Glass-Fibre reinforced composite Part 1: Fatigue and Fracture Behaviour - Biaxial and Multiaxial Fatigue, *Mechanical Engineering Publications*, 3, 367-396(1989).
63. A.T. Beyene, G. Belingardi, Bending fatigue failure mechanisms of twill fabric E-Glass/Epoxy composite, *Composite Structures*, 122, 250-259(2015).
64. F. Bensadoun, K.A.M. Vallons, L.B. Lessard, I. Verpoest, A.W. Van Vuure. Fatigue behaviour assessment of flax-epoxy composites, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*,(2015).
65. V. Bellenger, A. Tcharkhtchia, P. Castaing, Thermal and mechanical fatigue of a PA66/glass fibers composite material, *International Journal of Fatigue*, 28, 1348-1352(2006).
66. B. Esmaellou, Approche cinétique du comportement en fatigue du Polyamide 66 renforcé par 30% de fibres de verre, These de doctorat, École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers, (2010).
67. S. Yan, P. He, D. Jia, Z. Yang, X. Duan, S. Wang, Y. Zhou, Effect of fiber content on the microstructure and mechanical properties of carbon fiber felt reinforced geopolymer composites. *Ceramics International*,(2016).
68. J. Brunbauer, G. Pinter, Effects of mean stress and fibre volume content on the fatigue-induced damage mechanisms in CFRP, *International Journal of Fatigue*, 75 28-38(2015).
69. J. Brunbauer, H. Stadler, G. Pinter, Mechanical properties, fatigue damage and microstructure of carbon/epoxy laminates depending on fibre volume content, *International Journal of Fatigue* 70 85-92(2015).
70. K. M. Mini, M. Lakshmanan, L. Mathew, M. Mukundan, Effect of fibre volume fraction on fatigue behaviour of glass fibre reinforced composite, *Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures*, 35, 1160-1166(2012).
71. M. Allah, E. M. Abdin, A. I. Selmy, U.A. Khashaba, Effect of fibre volume fraction on the fatigue behaviour of GRP pultruded rod composites *Composite Science and Technology*, 56, 23-29(1996).
72. A. Fotouh, J. D. Wolodko, M.G. Lipsett, Fatigue of natural fiber thermoplastic composites *Composites:part B*, 62, 175-182(2014).
73. N. Ranganathan, K. Oksman, K.S. Nayak, M. Sain, Structure property relation of hybrid biocomposites based on jute, viscose and polypropylene: The effect of the fibre content and the

- length on the fracture toughness and the fatigue properties, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*,(2015).
74. P. Amuthakkannan, V. Manikandan, J.T. Winowlin Jappes, M. Uthayakumar, Effect of fibre length and fibre content on mechanical properties of short basalt fibre reinforced polymer matrix composites, *Materials Physics and Mechanics*, 16, 107-117(2013).
 75. A. Bernasconi, P. Davoli, A. Basile, A. Filippi, Effect of fibre orientation on the fatigue behaviour of a short glass fibre reinforced polyamide-6. *International Journal of Fatigue*, 29,199–208(2007).
 76. M. De Monte, E. Moosbrugger, M. Quaresimin, Influence of temperature and thickness on the off-axis behaviour of short glass fibre reinforced polyamide 6.6 -cyclic loading, *Compos Part: A*, 41,1368-1379(2010).
 77. A. Bernasconi , E. Conrado, P. Hine, An experimental investigation of the combined influence of notch size and fibre orientation on the fatigue strength of a short glass fibre reinforced polyamide 6, *Polymer Testing*, 47, 12-21(2015).
 78. F. Cosmi, A. Bernasconi, Fatigue behaviour of short fibre reinforced polyamide: morphological and numerical analysis of fibre orientation effects, *Forni di Sopra*, gennaio, (2010).
 79. K. Tanaka , T. Kitano, N. Egami, Effect of fiber orientation on fatigue crack propagation in short-fiber reinforced plastics, *Engineering Fracture Mechanics*,123,44–58(2014).
 80. A. Bernasconi, P. Davoli, D. Rossin, C. Armanni, Effect of reprocessing on the fatigue strength of a fibre glass reinforced polyamide, *Composites: Part :A*, 38, 710-718(2007).
 81. S.A. Hitchen, S. L. Ogin, P.A. Smith, C. Soutis, The effect of fibre length on fracture toughness and notched strength of short carbon fibre/ epoxy composites, *Composites*,26, 303(1995).
 82. G. C. Shih, The Effect of the Fiber/Matrix Interface on the Flexurai Fatigue Performance of Unidirectional Fiberglass Composites, *Composites Science and Technology*, 28, 137-161(1987).
 83. H. C. Kim , L. J. Ebert, Flexural fatigue behavior of unidirectional fiber glass composites, *Fibre Science and Technology*,14,3(1981)
 84. P.W. Harper, S.R. Hallett, A fatigue degradation law for cohesive interface elements- Development and application to composite materials. *International Journal of Fatigue*, 32,1774-1787(2010).
 85. D. Ray, B. K. Sarkar, N. R. Bose, Impact fatigue behaviour of vinylester resin matrix composites reinforced with alkali treated jute fibres *Composites: Part A*, 33,233-241(2002).
 86. O. R. Shah, M. Tarfaoui, Effect of damage progression on the heat generation and final failure of a polyester-glass fiber composite under tension-tension cyclic loading, *Composites: Part B*, 62,121-125(2014).
 87. H. Katogi, Y. Shimamura, T. Tohgo, T. Fujii, Fatigue behavior of unidirectional jute spun yarn reinforced biodegradable resin. 18th International Conference on Composite Materials, Korea,(2011).
 88. D. S. Daniel, J.F. Mandell, Fatigue resistant fiberglass laminates wind turbine blades, *Wind Energy*, ASME, 46-51(1996).
 89. M. Eftekhari,A. Fatemi, On the strengthening effect of increasing cycling frequency on fatigue behavior of some polymers and their composites :Experiments and modeling, *International Journal of Fatigue*, 87,153-166(2016).
 90. J. C. Radon, L. E. Culver, Effect of temperature and frequency in fatigue of polymers, 16, 539-544(1975).
 91. Y. F. Chou, C. T. Sun , Modeling of the frequency effect on fatigue crack propagation in PMMA, *Eng Fracture Mechanics*,17, 17-26(1983).
 92. A. Pegoretti, T. Ricco, Fatigue crack propagation in polypropylene reinforced with short glass fibres, *Composites Science and Technology*, 59, 1055-1062(1999).
 93. A. Launay, H. Maitournam, Y. Marco, I. Raoult, Multiaxial fatigue models for short glass fibre reinforced polyamide, Part II: Fatigue life estimation. *International Journal of Fatigue*, 47,390-406(2013).

94. A. Pegoretti, T. Ricco , Fatigue fracture of neat and short glass fiber reinforced polypropylene: effect of frequency and material orientation, *Journal of Composites Materials*, 34,1009-1027(2000).
95. W.W. Stinchcomb, K. L.Reifsnider, L. A. Marcus, R. S. Williams, *Effects of Cyclic Frequency on the Mechanical Properties of Composite Materials*, AFOSR-TR, (1973).
96. V. Rizov, Y. Shindo, K. Horiguchi, F. Narita. Mode III Interlaminar Fracture Behavior of Glass Fiber Reinforced Polymer Woven Laminates at 293 to 4 K. *Applied Composites Materials*, 13, 287-304(2006).
97. L. E. Asp, The effects of moisture and temperature on the interlaminar delamination toughness of a carbon/epoxy composite, *Composites Science and Technology*,58, 967-977(1998).
98. P. Coronado, A. Argüelles, J. Viña, I. Viña, A Influence of low temperatures on the phenomenon of delamination of mode I fracture in carbon-fibre/epoxy composites under fatigue loading *Composite Structures*, 112, 188-193(2014).
99. M. A. Hazizan,C. Santulli, F. Sarasini, J. Tirillò,T. Valente, Environmental effects on the mechanical behaviour of pultruded jute/glass fibre-reinforced polyester hybrid composites, *Composites Science and Technology*, 94, 62–70(2014).
100. Y. Shindo, T. Takedaa , F. Narita , N. Saito , S.Watanabe, K. Sanada, Delamination growth mechanisms in woven glass fiber reinforced polymer composites under Mode II fatigue loading at cryogenic temperatures, *Composites Science and Technology*, 69, 1904-1911(2009).
101. M. Miura,Y. Shindo, F. Narita, S. Watanabe, M. Suzuki, Mode III fatigue delamination growth of glass fiber reinforced polymer woven laminates at cryogenic temperatures, *Cryogenics*, 49, 407-412(2009).
102. Y. Shindo,M. Miura, T. Takeda, N. Saito, F. Narita, Cryogenic delamination growth in woven glass/epoxy composite laminates under mixed-mode I/II fatigue loading, *Composites Science and Technology*, 71, 647-652(2011).
103. Y. Shindo,A. Inamoto, F. Narita, K. Horiguchi, Mode I and II delamination fatigue crack growth behavior of alumina fiber/epoxy laminates in liquid nitrogen, *Engineering Fracture Mechanics*, 73, 2080-2090(2006).
104. V. Valery, E. Morozov, *Livre, Mechanics and Analysis of Composite Materials*. Elsevier,(2001).
105. S. Mortazavian, A. Fatemi, Fatigue behavior and modeling of short fiber reinforced polymer composites including anisotropy and temperature effects, *International Journal of Fatigue*, 77, 12-27(2015).
106. G. Charalambous, G. Allegri, S. R. Hallett, Temperature effects on mixed mode I/II delamination under quasi-static and fatigue loading of a carbon/epoxy composite, *Composites : Part A*, 77, 75-86(2015).
107. L. Longbiao, Fatigue hysteresis behavior of unidirectional C/SiC ceramic–matrix composite at room and elevated temperatures, *Materials Science and Engineering A*, 625, 1-18(2015).
108. Y. J. Weitsman, *Livre, Fluid Effects in Polymers and Polymeric Composites*. Mechanical Engineering Series, Springer US, Boston, MA, (2012).
109. J. Mercier, *Prise en compte du vieillissement et de l'endommagement dans le dimensionnement de structures en matériaux composites*, These de Doctorat, École Nationale Supérieure des Mines de Paris, (2006).
110. A. Fick, On liquid diffusion, *Journal of Membrane Science*, 100, 33-38(1995).
111. I. Sen, A. Aral, Y. Seki, M. Sarikanat, K. Sever ,Variations of mechanical properties of jute/polyester composite aged in various media *Journal of Composite Materials*, 46, 2219-2225(2012).
112. M. G. Drużyńska, J. O. Czubenko, Mechniscm of water diffusion into noncrosslinked and ionically crosslinked chitosan membranes, *Progress on Chemistry and Application of Chitin and Its Derivatives*, 27, 59-66(2012).
113. K. S. Chun, S. Husseinsyah, C. M. Yeng, Effect of green coupling agent from waste oil fatty acid on the properties of polypropylene/coco apod husk composites, *Polymer Bulletin*, (2016).

114. W.Wang, M. Sain, P.A. Cooper, Study of moisture absorption in natural fibre composites. *Composites Sciences and Technology*, 66,379-86(2006).
115. J. Geroge, H. G. Carter, K. G. Kibler , Langmuir-type model for anomalous moisture diffusion in composite resins, *Journal of Composites Materials*,12,118-131(1978).
116. H. N. Dhakal, Z.Y. Zhang, R. MOW, Effect of water absorption on the mechanical properties of hemp fibre reinforced unsaturated polyester composites, *Composites Sciences Technology*,67, 1674-1683(2007).
117. M. B. William, F. Dumolin, D. Hayward, A .Pethrick, Z. C. Li, Non-destructive examination of composite joint structures: a correlation of water absorption and high-frequency dielectric propagation. *Journal of Physics D:Applied Physics*, 29, 233-239(1996).
118. P. Suquet, Cour Rupture et plasticité, École polytechnique, France,(2006).
119. H .Amor, Approche variationnelle des lois de Griffith et de Paris via des modeles non-locaux d'endommagement: Etude theorique et mise en oeuvre numerique, Thes ede Doctorat, Universite, Paris-Nord,(2008).
120. B. Redjel, F. X. de Charentenay, Résistance au choc des matériaux composites SMC à base de résine phénolique, *Journal de Physique* 4,297-304(1991).
121. C.E. Turner, Fracture Toughness and Specific Fracture Energy: A Re-analysis of Results, *Materials Science and Engineering*,11, 275-282(1973).
122. E. Plati, J.C. Williams, The determination of Fracture Parameters in Impact, *Polymer Engineering and Science*,15(1975).
123. G. V. Newman, R A. Newman, A. K. Sengupta, Comparative assessment of light-cured resin-modified glass ionomer and composite resin adhesives: In vitro study of a new adhesive system, *American Journal of Orthodontics and Dentofacial Orthopedics*, 119, 256-262(2001).
124. C. L. Amanda, L. A. H. Torrões, Impact rupture characteristics of polyethylene composites reinforced with jute fabric » *Acta Microscopica*,16(2007).
125. A. K. Rana, A. Mandal,B.C. Mitra, R. Jacobson, R. Rowell, A. N. Banerjee, Short Jute Fiber-Reinforced Polypropylene Composites: Effect of Compatibilizer, *Journal of Applied Polymer Science*,69, 329-338(1998).
126. P.Wambua, J. Ivens, I. Verpoest, Natural fibres: can they replace glass in fibre reinforced plastics?, *Composites Science and Technology*,63,1259-1264(2003).
127. A. A. Khalid, The effect of testing temperature and volume fraction on impact energy of composites, *Materials Science and Engineering*, 27, 499-506(2006).
128. Y. Takahashi, J. Chai, S.C. Tan, Effect of water storage on the impact strength of three glass fiber-reinforced composites. *Materials Science and Engineering*, 22,291-297(2006).
129. K.Yueng, S. Heng. A. Julbe, Preparation of composite zeolite membrane separator/contactor for ozone water treatment, *Microporous and Mesoporous materials*, 115, 137-146(2008).
130. M. N. Khan, J. K. Roy, Nousin Akter, Haydar U. Zaman, Tuhidul Islam, Ruhul A. Khan. Production and Properties of Short Jute and Short E-Glass Fiber Reinforced Polypropylene-Based Composites, *Journal of Composite Materials*,2, 40-47(2012).
131. B. Fayolle, J. Verdu, Vieillissement physique des matériaux polymères, *Techniques De L'Ingénieur*, AM,3150(2005).
132. V. Pauchard, Etude des mecanisme de rupture des fibres dans les composites UD verre/epoxy sous sollicitation de fatigue d'un modele de corrosion sous contrainte. These de Doctorat. Ecole Centrale de Lyon,(2001).
133. G George , K Joseph, E.R. Nagarajan, E. Tomlal Jose, K.C. George. Dielectric behaviour of PP/jute yarn commingled composites: Effect of fibre content, chemical treatments, temperature and moisture. *Composites: Part A* 47 (2013) 12–21
134. R. H. Hu, M. Sun, J. K. Lim, Moisture absorption ,tensile strength and microstructure evolution of short jute fiber/poly lactide composite in hygrothermal environment. *Materials and Design*, 31, 3167-3173(2010).

135. A. Athijayamania, M. Thiruchitrabalam, U. Natarajana, B. Pazhanivelc, Effect of moisture absorption on the mechanical properties of randomly oriented natural fibers/polyester hybrid composite, *Materials Science and Engineering A*, 517, 344-353(2009).
136. S. Pavlidou, C.D. Papaspyrides. The effect of hygrothermal history on water sorption and interlaminar shear strength of glass/polyester composites with different interfacial strength. *Composites: Part A*, 34, 1117-1124(2003).
137. L. Kumosa, B. Benedikt, D. Armentrout, M. Kumosa. Moisture absorption properties of unidirectional glass/polymer composites used in composite (non-ceramic) insulators. *Composites: Part A*, 35, 1049–1063(2004).
138. G. Mittal, V. Dhand, K.Y. Rhee, S. J. Park, H. J. Kim, D. H. Jung, Investigation of seawater effects on the mechanical properties of untreated and treated MMT-based glass fiber/vinylester composites, *Ocean Engineering*, 108, 393-401(2015).
139. B. Amélie, D. Peter, T. Frédéric, Sea water ageing of composites for ocean energy conversion systems: Influence of glass fibre type on static behaviour, *Applied Composite Materials*, 19, 459-473(2012).
140. M. A. Hazizan, L. W. Cheng, Z. A. M. Ishak, A. A. Bakar, M. A. A. Rahman, Water absorption study on pultruded jute fibre reinforced unsaturated polyester composites, *Composites Science and Technology*, 69, 1942-1948(2009).
141. A. P Chakraverty, U. K. Mohanty, S. C. Mishra, A. Satapathy, Sea Water Ageing of GFRP Composites and the Dissolved salts, *Materials Sciences Engineering*, 75,(2015).
142. A. Simar, Impact du vieillissement humide sur le comportement d'un composite a matrice organique tissé fabrique par injection RTM : Mise en evidence d'un couplage entre absorption d'eau et thermo-oxydation de la matrice. These de Doctorat. Ecole nationale superieure de mécanique et d'aeronotique, Poitiers,(2014).
143. D.E. Mouzakis , H. Zoga, C. Galiotis , Accelerated environmental ageing study of polyester/glass fiber reinforced composites (GFRPCs), *Composites: Part B*, 39, 467-475,(2008).
144. E.P. Gellert, D.M. Turley, Sea water immersion ageing of glass – fibre reinforced polymer laminates for marine applications. *Composites: Part A*, 30, 1259-1265(1999).
145. M.P. Foulc, A. Bergeret, L. Ferry, P. Ienny, A. Crespy, Study of hygrothermal ageing of glass fibre reinforced PET composites, *Polymers Degradation Stability*, 89, 461- 470(2005).
146. K. V. Arun, S. Basavarajappa, B. S. Sherigara, Damage characterization of glass/textile fabric polymer hybrid composites in sea water environment, *Materials Design*, 31, 930 939(2010).
147. L. Steven, P. E. Stockton, Engineering and Design composite materials for civil engineering structures, US Army Corp of Engineers Technical, Letter,(1997).
148. H. Yinghui, W. L. Augustus, L. Xiaochen, R. N. Steven, Hygrothermal aging effects on fatigue of glass fiber/polydicyclopentadiene composites. *Polymer Degradation and Stability*, 110 464 472(2014).
149. H. Yinghui, L. Xiaochen, W. L. Augustus, Z. Yunpeng, R. N. Steven, M.C, Water immersion aging of polydicyclopentadiene resin and glass fiber composites, *Polymer Degradation and Stability*,(2016).
150. I. Cerny, R. M. Mayer, Evaluation of static and fatigue strength of long fiber GRP composite material considering moisture effects, *Composite Structures*, 92, 2035-2038(2010).
151. M.T. Isa, A.S. Ahmed, B. O. Aderemi, R. M. Taib, I. A. M. Dabo, Effect of fiber type and combinations on the mechanical, physical and thermal stability properties of polyester hybrid composites, *Composites Part B: Engineering*, 52, 217-223(2013).

- 152.F. M. Bagonluri, K. Garcia, M. Hayes, K.N.E. Verghese, J.J. Lesko, Characterization of fatigue and combined environment on durability performance of glass/vinyl ester composite for infrastructure applications. *International Journal of Fatigue* 22 (2000) 53–64.
- 153.A. Apicella, C. Migliaresi, L. Nicolais, L. Iaccarino, S. Roccotelli, The water ageing of unsaturated polyester-based composites: influence of resin chemical structure, *Composites*, 14, 387-392 (1983).
- 154.M. K.Vistasp, *Livre Durability of composites for civil structural applications*, Woodhead Publishing Limited and CRC Press LLC, (2007).
- 155.L. Prian, A Barkatt, Degradation mechanisms of fiber - reinforced plastics and its implication to prediction of long-term behavior, *Journal of Materials Science*, 34, 3977-3989(1999).
- 156.I. Ghorbel, D. Valentin, Hydrothermal effects on the physico-chemical properties of pure and glass fiber reinforced polyester and vinylester resins, *Polymer Composites*, 14, 324-334(1993).
- 157.V. R. Donald, V. R. Dominick, *Livre Reinforced plastics*, 3rd Edition, Elsevier Advanced Technology,(2004).
- 158.M.K .Alam, M.A. Khan , Comparative study of water absorption behavior in Biopol and jute-reinforced Biopol composite using neutron radiography technique. *Reinf Plast Compos* 25,(2006).
- 159.A. Roudier, *Analyse multi-échelle du comportement hygro-mécanique des fibres de lin*. These de Doctorat, Université Blaise Pascal - Clermont- Ferrand II,(2012).
- 160.K. Pankaj. N. Aggarwal, A. K. Raghu, C. Shakti, Jute – polypropylene composites using m-TMI –grafted – polypropylene as a coupling agent, *Materials and Design*, 43, 112-117(2013).
- 161.B. D. David , V. S.Hota, R. Ganga , Critical review of recent publications on use of natural composites in infrastructure, *Composites: Part A*, 43, 1419-1429(2012).
- 162.H. Alamri, I. M. Low. Effect of water absorption on the mechanical properties of nano clay filled recycled cellulose fibre reinforced epoxy hybrid nano composites. *Composites : Part A* ,44, 23-31(2013).
- 163.Z. Salleh, Y. M. Taib, K. M. Hyie, M. Mihat, M.N. Berhan, M.A.A. Ghani, Fracture Toughness Investigation on Long Kenaf/Woven Glass Hybrid Composite Due To Water, Absorption Effect, *Procedia Engineering*,41, 1667- 1673(2012).
- 164.M. K. Hossain, M. W. Dewan, M. Hosur, S. Jeelani, Mechanical performances of surface modified jute fiber reinforced biopol nanophased green composites. *Composites: Part B*, 42, 1701-1707(2011).
- 165.P.Casting, *Vieillissement des matériaux composites verre polyester en milieu marin: délaminage d'origine osmotique*, Thèse de Doctorat, Institut National Polytechnique de Toulouse,. France(1992).
- 166.G. Springer, B. Sanders, R.W. Tung, Environmental effects on glass fibre reinforced polyester and vinylester composites, *Journal of Composite Materials*,14, 213(1980).
- 167.G.F. Matthew, M.B. Thomas, D.R. Ralph, L. Oswald, D.L. John, D. Malcolm, P.M. John, *Marine Design Manual for Fiber glass Reinforced Plastics* , Livre, McGraw- Hill Book Compagny, New York,(1960).
- 168.J. Cranck, G.S. Park, *Diffusion in Polymers*, Academie Press, Londres (1968).
- 169.R. A. Horne, *Marine Chemistry*, Wiley Interscience John Wiley & Sons, New-York (1969).
- 170.A. M. Visco, L. Calabrese, P. Cianciafara, Modification of polyester resin based composites induced by sea water absorption, *Composites: Part A* ,39, 805-814(2008).

171. T. Muthukumar, A. Aravinthan, K. Lakshmi, R. Venkatesan, L. Vedaprakash, M. Doble, Fouling and stability of polymers and composites in marine environment, *International Biodeterioration & Biodegradation*, 65, 276-284(2011).
172. E. Poodts, G. Minak, A. Zucchelli, Impact of sea-water on the quasi static and fatigue flexural properties of GFRP. *Composite Structures*, 97, 222- 230(2013).
173. F. Avilés , M. A. Montero, Mechanical degradation of foam-cored sandwich materials exposed to high moisture, *Composite Structures*, 92, 122-129(2010).
174. L. Gautier, B. Mortaigne, V. Bellenger, Interface damage study of hydrothermally aged glass-fiber reinforced polyester composites, *Composites Science and Technology*, 59, 2329-2337(1999).
175. G. Kotsikos, J. T. Evans, A. G. Gibson, J. M. Hales, Environmentally enhanced fatigue damage in glass fibre reinforced composites characterised by acoustic emission, *Composites*, 31, 969-977(2000).
176. H. Gu , S. Hongxia, Effect of water absorption on the mechanical properties of glass/polyester composites, *Materials Design*, 28, 1647-1650(2007)
177. A. Kootsookos, A. Mouritz , Seawater durability of glass- and carbon-polymer composites, *Composites Science and Technology*, 64, 1503-1511(2004).
178. H. Gu, Dynamic mechanical analysis of the seawater treated glass/polyester composites, *Materials and Design*, 30, 2774-2777(2009).
179. 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, 424-442(2013).
180. A. L. Duigou , P. Davies, C. Baley, Seawater ageing of flax/poly(lactic acid) biocomposites, *Polymer Degradation and Stability*, 94, 1151-1162(2009).
181. Y. Seki, K. Sever, M. Sarikanat, İ. Şen, A. Aral, Jute/Polyester Composites: The Effect of Water Aging on The Interlaminar Shear Strength, 6th International Advanced Technologies Symposium (IATS'11), (2011).
182. H. Ben Daly, H. Ben Brahim, N. Hfaied, M. Harchay, R. Boukhili, Investigation of Water Absorption in Pultruded Composites Containing Fillers and Low Profile Additives, *Polymers Composites*, 28, 355-364(2007).
183. H. N. Dhakal, Z. Y. Zhang, M. O. W. Richardson, Effect of water absorption on the mechanical properties of hemp fiber reinforced unsaturated polyester composites, *Composites Science and Technology*, 67, 1674-1683(2007).
184. H. Nechad, Evaluation de l'endommagement et de la rupture de matériaux hétérogènes par ultrasons et émission acoustique : Estimation de la durée de vie restante. Thèse de doctorat. Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, (2004).
185. P. Severson, Analysis of Multi-Directional Recycled Jute Fiber Composite Behavior Using Experimental, Numerical, and Analytical Methods. Thesis of Master of Science in Engineering. University of Wisconsin-Milwaukee, (2012).
186. M. Senthilkumar, J. C. Sakthivel, R. Murugan , Textile Composites: An Overview, *The Indian Textile Journal*, 117, 93-97(2007).
187. G. Myvizhirajeswari, K. Saravanan, Manufacturing & applications of jute fibre composites. *Indian Textile Journal*, 121, 90(2011)
188. S. Biswas, Q. Ahsan, I. Verpoest, M. Hasan. Effect of Span Length on the Tensile Properties of Natural Fibers. *Advanced Materials Research*, 264-265, 445-450(2011).

189. ASTM D 5083-10e1, Standard Test Method for Tensile Properties of Reinforced Thermosetting Plastics Using Straight-Sided Specimens, ASTM International, West Conshohocken, PA, (2010).
190. ASTM D3039 / D3039M-14, Standard Test Method for Tensile Properties of Polymer Matrix Composite Materials, ASTM International, West Conshohocken, PA, (2014).
191. ASTM D790-15e2, Standard Test Methods for Flexural Properties of Unreinforced and Reinforced Plastics and Electrical Insulating Materials, ASTM International, West Conshohocken, PA, (2015).
192. ISO 14125, International Organization for Standardization, Fibre-reinforced plastic composites Determination of flexural properties Composites plastiques renforcés de fibres Détermination des propriétés de flexion, (1998).
193. ISO 179, International Organization for Standardization, Plastiques. Détermination des caractéristiques au choc Charpy. Essai de choc non instrumenté, (2010).
194. NF EN 10045-2 Matériaux métalliques - Essai de flexion par choc sur éprouvette Charpy - Partie 2 : vérification de la machine d'essai (mouton-pendule), (1992).
195. DIN 51 222 Materials testing machines - Impact test - Particular requirements on pendulum impact testing machines with a capacity of nominal energy ≤ 50 J and verification, (1990)
196. ASTM D256-10e1, Standard Test Methods for Determining the Izod Pendulum Impact Resistance of Plastics, ASTM International, West Conshohocken, PA, (2010).
- 197.S. Far, Caractérisation mécanique et en statique et en choc d'un matériaux composite unidirectionnel jute- polyester, Thèse de Magister, Université de Annaba, (2008).
198. A. Bouaziz, Etude du comportement mécanique des matériaux composites multidirectionnels verre- phénolique et verre- polyester, Thèse de Magister, Université de Annaba, (1991).
199. AFNOR. A 03-405 : Produits Métalliques-Essais de fatigue-Le traitement statistiques des données, (1991).
- 200.S. Liang, P.B. Gning, L.Guillaumat, A comparative study of fatigue behavior of flax/epoxy and glass/epoxy composites, *Composites Science and Technology*, 72, 535-543(2012).
- 201.L.F. Low, A. A. Bakar, Fracture Toughness and Impact Strength of Hollow Epoxy Particles-Toughened Polyester Composite, *Sains Malaysiana*, 42, 443-448(2013).
- 202.S. Solaimurugan, R. Velmurugan, Influence of in-plane fibre orientation on mode I interlaminar fracture toughness of stitched glass/polyester composites, *Composites Science and Technology* ,68, 1742-1752(2008).
- 203.D. Williams, J. Callister, Livre, *Materials science and Engineering, An Introduction*, (2007).
- 204.B. Wetzel, P. Rosso, F. Hauptert, K. Friedrich, Epoxy nanocomposites-fracture and toughening mechanisms, *Engineering Fracture Mechanics*, 73, 2375-2398(2006).
- 205.L. W. H. Leonard, K. J. Wong, K. O. Low, and B F Yousif, Fracture behaviour of glass fibre-reinforced polyester composite, *Journal of Materials: Design and Applications*, 223, (2008).
- 206.D. Arencón, J. I. Velasco, Fracture Toughness of Polypropylene-Based Particulate Composites, *Materials*, 2, 2046-2094(2009).
- 207.P. Compston, P.Y. B. Jar, The Influence of Fibre Volume Fraction on the Mode I Interlaminar Fracture Toughness of a Glass-Fibre/Vinyl Ester Composite, *Applied Composite Materials*, 6, 353-368(1999).
- 208.E. M. Araújo, K. D. Araújo, O. D. Pereira, P. C. Ribeiro, T. J. A. de Melo, Fiberglass Wastes/Polyester Resin Composites: Mechanical Properties and Water Sorption, *Polímeros: Ciência e Tecnologia*,16,332-335(2006).

- 209.C. Schmitt, Influence d'un défaut de fabrication sur le comportement mécanique d'un matériau composite verre – époxyde, *Journal of Materials Processing Technology* , 101, 298-305(2000).
- 210.M. R. Sanjay, B. Yogesha, Study on Water Absorption Behaviour of Jute and Kenaf Fabric Reinforced Epoxy Composites: Hybridization Effect of E-Glass Fabric, *International Journal of Composite Materials*, 6, 55-62(2016).
- 211.M. H. Zamri, H. M. Akil, A. A. Bakar, Z. A. Mohd Ishak and Leong Wei Cheng, Effect of water absorption on pultruded jute/glass fiber-reinforced unsaturated polyester hybrid composites, *Journal of Composite Materials*, 46,51-61(2011).
- 212.N. Nosbi, H.M. Akil, Z.A. M. Ishak, A. A. Bakar, Behavior of kenaf fibers after immersion in several water conditions.*BioResources*, 6, 950-960(2011).
- 213.F.Pierron, Y.Poirette, and A.Vautrin, A Novel Procedure for Identification of 3D Moisture Diffusion Parameters on Thick Composites : Theory, Validation and Experimental Results *Journal of Composite Materials*,36, 2219-2243(2002).
- 214.I. Sen, A. Aral, Y. Seki, M. Sarikanat, K. Sever, Variations of mechanical properties of jute/polyester composite aged in various media *Journal of Composite Materials*, 46, 2219-2225(2012).
- 215.H. Gu, S. Hongxia, Delamination behaviour of glass/polyester composites after water absorption, *Materials and Design*,29,262-264(2008).
- 216.I. Moulif, A. Latrach, M. Chergue, A. Benali, M. Elghorba, N. Barbe, Effet du vieillissement sulfatique sur les propriétés hygrométriques et mécaniques des composites polyester/fibre de verre. *Science Lib Editions Mersenne*, 5,(2013).
- 217.W. Qihong, J. Yingchao, W. Ying, L. Hong, Accelerated wet aging study of flax-reinforced UPR composites, *Functional Materials*, 23,120-1261(2016).
- 218.W. M. Salih , Diffusion of Salt Water and Alkaline Solutions in Polyester Reinforced by Glass Fibers, *Engineering and Technology Journal*,30,2(012).
- 219.S. Marais, M. Metayer M, T.Q. Nguyen, M. Labbe, J.M. Saiter, Diffusion and permeation of water through unsaturated polyester resins- influence of resin curing *European Polymer Journal* 36 453–62(2000).
- 220.L.H. Strait, M.L. Karasek, M.F. Amateau, Effects of seawater immersion on impact resistance of glass fibre reinforced epoxy composites, *Journal of Composite Materials*, 26,2118–33(1992).
- 221.L. Gautier, B. Mortaigne, V. Bellenger, J. Verdu, Osmotic cracking in unsaturated polyester matrices under humid environment, *Journal of Applied Polymer Science*,79,2517-26(2001).
- 222.G. Huang, Behavior of glass fiber/unsaturated polyester composites under sea water environment, *Material and Design*, 30, 1337-1340(2009).
- 223.Y. Menail, A. El Mahi, B. Redjel, M. Assarar, Vieillessement en eau de mer d'un matériau composite Kevlar époxyde, *J. of Materials, Processes and Environment*, 2, 59-665(2014).
- 224.B. Wei, H. Cao, S. Song, Degradation of basalt fibre and glass fibre/epoxy resin composites in seawater, *Corrosion Science*, 53, 426-431(2011).
- 225.M.C. Wang, Z.G. Zhang, Y.B. Li, M. Li, Z.J. Sun, Chemical Durability and Mechanical Properties of Alkali-proof Basalt Fiber and its Reinforced Epoxy Composites, *Journal of Reinforced Plastic Composites*, 27, 393-407(2008).

- 226.J. George, S.S. Bhagawan, S. Thomas, Effects of environment on the properties of low-density polyethylene composites reinforced with pineapple-leaf fibre, *Composites Science and Technology*, 58,1471-1485(1998).
- 227.K. K. Pradeep, R. Kumar, Studies on Water Absorption of Bamboo-Polyester Composites: Effect of Silane Treatment of Mercerized Bamboo, *Polymer Plastics Technology and Engineering*, 49, 45-52(2010).
- 228.Y. Karaduman and, L. Onal, Water absorption behavior of carpet waste jute-reinforced polymer composites, *Journal of Composite Materials*, 45,1559-1571(2010).
- 229.L.Yan, N. Chouw, Effect of water, seawater and alkaline solution ageing on mechanical properties of flax fabric/epoxy composites used for civil engineering applications, *Construction and Building Materials*, 99, 118-127(2015).
- 230.I. Ghasemi, B. Kord, Long-term Water Absorption Behaviour of Polypropylene/Wood Flour/Organoclay Hybrid Nanocomposite, *Iranian Polymer Journal*, 18,683-691(2009).
- 231.N.E. Marcovich, M.M. Reboredo, M.I. Aranguren, Moisture diffusion in polyester-woodflour composites, *Polymer*, 40, 7313-7320(1999).
- 232.N. Stevulova, J. Cigasova, P. Purcz, I. Schwarzova, F. Kacik, A. Geffert, Water Absorption Behavior of Hemp Hurds Composites, *Materials*, 8, 2243-2257(2015).
- 233.J. F. Harper, M. Naeem, The Moisture Absorption of Glass Fibre Reinforced Vinylester and Polyester Composites, *Materials and Design*, 10, 297-300(1989).
- 234.R. Pal, H.N. N. Murthy, M. Sreejith, K.R. V. Mahesh, M. Krishna, S.C. Sharma, Effect of laminate thickness on moisture diffusion of polymer matrix composites in artificial seawater ageing, *Front.Mater.Sci*,6, 225–235(2012).
- 235.A.Elouaer, Z.Aboura, R.Ayad, H.Sabhi, M.L Benzeggagh, Suivi de l'endommagement en fatigue des composites à base de fibres végétales, *Comptes Rendus des JNC 16 Toulouse* (2009).
- 236.J. Comyn, *Polymer Permeability*, Chapman & Hall, (1985).
- 237.E. Privas, *Matériaux ligno-cellulosiques : Elaboration et caractérisation*, These de Doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris,(2013).
- 238.A. Bismark, I. A. Askargorta, J. Springer, Surface Characterization of Flax, Hemp and Cellulose Fibers; Surface Properties and the Water Uptake Behavior, *Polymer Composites*, 23, 872-894(2002).
- 239.K. Van de Velde, P. Kiekens. Chemical resistance of pultruded E-glass reinforced composites. *Recent Development in Durability Analysis of Composite Systemes*, Cardon, Fukuda, Reifsnider et Verchery,(2000).
- 240.A. Khennane, R. E. Melchers, F.ASCE, Durability of Glass Polymer Composites Subject to Stress Corrosion, *Journal of Composite Construction*, 7, 109-117(2003).
- 241.F.J. McCabe, S. Rusby, Water absorption, dimensional change and radial pressure in resin matrix dental restorative materials *Biomaterials*, 25, 4001–4007(2004).