



HAL
open science

Influence de l'eau sur les mécanismes d'endommagement d'un composite tissé chanvre/époxy : analyse quantitative par microtomographie X

Amélie Perrier, Fabienne Touchard, Laurence Chocinski-Arnault, David
Mellier

► To cite this version:

Amélie Perrier, Fabienne Touchard, Laurence Chocinski-Arnault, David Mellier. Influence de l'eau sur les mécanismes d'endommagement d'un composite tissé chanvre/époxy : analyse quantitative par microtomographie X. Journées Nationales sur les Composites 2017, École des Ponts ParisTech (ENPC), Jun 2017, 77455 Champs-sur-Marne, France. hal-01621595

HAL Id: hal-01621595

<https://hal.science/hal-01621595>

Submitted on 23 Oct 2017

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

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

Influence de l'eau sur l'endommagement d'un composite tissé chanvre/époxy : analyse quantitative par microtomographie

Water influence on damage of a woven hemp/epoxy composite: quantitative study by micro-tomography

Amélie Perrier, Fabienne Touchard, Laurence Chocinski-Arnault, David Mellier

Département Physique et Mécanique des Matériaux
Institut Pprime, CNRS – ISAE-ENSMA – Université de Poitiers
1 Avenue Clément Ader, F- 86961 Futuroscope Chasseneuil
e-mail : amelie.perrier@ensma.fr

Résumé

Ce travail a pour but d'étudier l'influence du vieillissement hydrique sur les propriétés mécaniques et le développement des endommagements dans des composites tissés chanvre/époxy. Les éprouvettes ont été fabriquées par infusion sous vide, à partir de sept plis de renfort tissé. Différentes natures et orientations des renforts ont été utilisées, dont un tissu de verre afin de pouvoir faire une comparaison avec un matériau plus classique, et deux types de résines époxy ont été utilisées comme matrices. Une partie des éprouvettes a été immergée dans de l'eau à température ambiante jusqu'à saturation.

L'absorption d'eau de chaque composite a été évaluée par des mesures gravimétriques, et une cinétique d'absorption de type Langmuir a été mise en évidence. Des essais de traction ont permis de comparer l'évolution des propriétés mécaniques des différents matériaux. De plus, des essais de chargements répétés progressifs (CRP) couplés à des analyses microtomographiques par rayons X ont permis de déterminer l'apparition et suivre la propagation de fissures dans des éprouvettes chanvre/époxy à différentes étapes lors des essais. Il a ainsi été possible de réaliser une analyse quantitative du volume de fissures dans des éprouvettes avec et sans vieillissement hydrique.

Abstract

This paper aims to study the influence of a water ageing on the mechanical properties and the development of damage in hemp/epoxy composites. The specimens were made by an infusion process, from seven plies of woven reinforcement. Different natures and orientations of the reinforcement were used, among them a glass fabric to make a comparison with a 100% synthetic composite, and two types of resins were used as matrices. A set of specimen was immersed in water at ambient temperature until saturation.

The absorption of water for each composite was evaluated by gravimetric measurements, and a Langmuir-type absorption was highlighted. Tensile tests enabled the comparison of the evolution of the mechanical properties for the different materials. Moreover, repeated progressive loading tests coupled with x-ray microtomography were performed to determine the appearance and growth of cracks in hemp/epoxy samples, at different steps during the tensile tests. Thus it was possible to quantitatively analyse the volume of cracks in samples with and without water ageing.

Mots Clés : Composites à fibres naturelles, Vieillissement hydrique, Microtomographie X, Essai de traction

Keywords : Natural fiber composites, Water ageing, X-ray microtomography, Tensile test

1. Introduction

Les fibres végétales sont de bonnes candidates pour le remplacement des fibres de verre, mais leur grande sensibilité à l'humidité constitue une problématique supplémentaire par rapport aux composites verre/epoxy. En effet dans ces derniers, seule la matrice peut absorber de l'eau, alors que dans un polymère renforcé de fibres végétales, l'absorption se fait à la fois par la résine et par les fibres qui sont très hydrophiles. Les caractéristiques mécaniques sont donc fortement modifiées lors d'un vieillissement hydrique [1,2], et des endommagements spécifiques entrent en jeu [3]. L'étude de ces composites en milieu humide apparaît donc nécessaire pour pouvoir ensuite mieux appréhender leur comportement.

Cette étude s'intéresse à l'influence du vieillissement hydrique sur les propriétés mécaniques et le développement des endommagements dans des composites tissés chanvre/époxy. Des essais de traction ont permis de comparer l'évolution des propriétés mécaniques des éprouvettes, et des mesures par microtomographie X ont permis de mesurer les volumes de fissures dans le composite, avec et sans vieillissement hydrique.

2. Matériaux et techniques utilisés

2.1 Matériaux

Les composites étudiés sont constitués de sept plis de tissu imprégnés dans de la résine époxy. Trois sortes de tissus et deux résines ont été utilisées. Le premier tissu, Oléron, est un taffetas de chanvre 3/3 avec un grammage de $267 \pm 1 \text{ g/m}^2$ [4]. Dans ce tissu, les fils ont un diamètre de $300 \mu\text{m}$ environ, avec un angle de torsion de $13 \pm 4^\circ$ (Fig. 1a). Le second tissu de chanvre, Brison, est une toile ayant un grammage de $290 \pm 6 \text{ g/m}^2$ (Fig. 1b). L'angle de torsion des fils est de $18 \pm 5^\circ$. Le troisième tissu est une toile de verre d'un grammage de 313 g/m^2 (Fig. 1c). Une résine époxy 100% pétrosourcée a été utilisée : l'Epolam 2020 de chez Axson, avec une densité de 1.16 g/cm^3 . Une deuxième résine époxy, partiellement bio-sourcée a également été testée : la résine Greenpoxy de Sicomin, avec une densité de $1,18 \text{ g/cm}^3$ [4]. Les plaques ont été fabriquées à l'Institut Pprime par infusion sous vide. Des éprouvettes de dimensions $150 \times 20 \text{ mm}^2$ ont été découpées dans ces plaques, orientées avec un angle de 0° ou 45° par rapport à la direction des fils de chaînes.

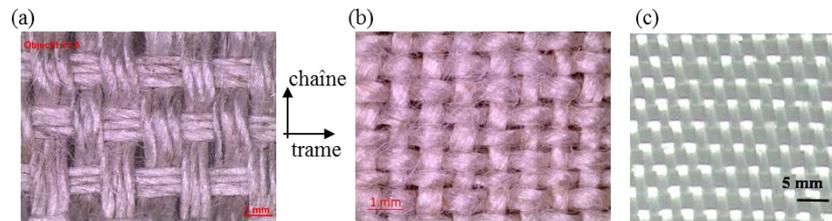


Fig. 1. Tissus utilisés dans les composites étudiés (a) Oléron, (b) Brison, (c) Verre.

2.2 Vieillissement hydrique

Une partie des éprouvettes a été immergée à température ambiante dans de l'eau jusqu'à saturation afin d'étudier l'influence d'un vieillissement hydrique sur leurs propriétés mécaniques et le développement des endommagements. Plusieurs fois les premiers jours d'immersion et de moins en moins fréquemment par la suite, les éprouvettes ont été retirées de l'eau, essuyées avec du papier absorbant et pesées sur une balance Sartorius RC210D (précision de 0,01 mg). L'absorption d'eau M_t a ensuite été calculée à partir de ces mesures (Eq. 1).

$$M_t = \frac{m_t - m_0}{m_0} \times 100 \quad (\text{Eq. 1})$$

où m_t est la masse de l'échantillon au temps t et m_0 sa masse initiale.

La diffusion d'eau dans les solides est généralement décrite par la seconde loi de Fick. Le taux d'humidité croît dans un premier temps linéairement avec la racine carrée du temps puis atteint un plateau de saturation. Ce comportement peut être décrit par l'équation (2), telle que proposée par Shen et Springer [5].

$$\frac{M_t}{M_\infty} = 1 - \frac{8}{\pi^2} \sum_{j=0}^{\infty} \frac{1}{(2j+1)^2} \exp \left[-\frac{(2j+1)^2 \pi^2 D t}{h^2} \right] \quad (\text{Eq. 2})$$

M_∞ étant le pourcentage d'eau absorbée à saturation, h l'épaisseur de l'éprouvette et D le coefficient de diffusion. A partir d'une approximation de cette équation, le coefficient de diffusion peut être calculé, à partir de k , la pente de la partie linéaire de la courbe d'absorption $M_t = f(\sqrt{t}/h)$ (Eq. 3).

$$D = \frac{\pi}{(4M_{t\infty})^2} \left(\frac{M_t h}{\sqrt{t}} \right)^2 = \pi \left(\frac{k}{4M_\infty} \right)^2 \quad (\text{Eq. 3})$$

Lorsque l'absorption ne suit pas un comportement fickien, celui-ci est le plus souvent décrit à l'aide d'une absorption de type Langmuir. Ce modèle est basé sur l'hypothèse que l'eau existe sous deux formes dans le solide : l'eau libre et l'eau liée. Le modèle d'absorption de Langmuir associe à chaque molécule d'eau une probabilité β qu'une molécule liée se libère et une probabilité γ qu'une molécule libre devienne liée. Aux temps courts, l'absorption d'eau peut être approximée par l'équation (4) [6] :

$$M_t = \frac{4}{\pi^{\frac{3}{2}}} \left[\frac{\beta}{\gamma + \beta} M_\infty \right] \sqrt{\frac{\pi^2 D}{h^2} t} \quad (\text{Eq. 4})$$

et aux temps longs ($Dt/h^2 > 0.05$) par l'équation (5), telle que proposée par Bonniau et Bunsell [7].

$$M_t = M_\infty \left[1 - \frac{\gamma}{\gamma + \beta} e^{-\beta t} - \frac{\beta}{\gamma + \beta} \cdot \frac{8}{\pi^2} e^{-\frac{Dt}{h^2 \pi^2}} \right] \quad (\text{Eq. 5})$$

2.3 Tests de traction

Les essais de traction ont été réalisés sur une machine de traction INSTRON 1195 équipée de mors auto-serrants, d'une cellule de force de ± 50 kN, et avec une vitesse de traverse de 0,5 mm/min. La déformation a été mesurée à l'aide d'un extensomètre à couteaux INSTRON avec une longueur initiale de jauge de 12,5 mm.

2.4 Microtomographie

L'équipement utilisé est un microtomographe UltraTom (RX Solutions). Les enregistrements ont été effectués avec une résolution spatiale de 18 μm , en appliquant une rotation de 360° à l'objet et permettant ainsi une reconstruction 3D de l'échantillon.

3. Comportement macroscopique

3.1 Suivi gravimétrique

Pour comparer les différents matériaux, le taux d'absorption d'eau M_t a été divisé par le taux volumique de renforts, et la racine carrée du temps par l'épaisseur de chaque éprouvette. La figure 2a regroupe un exemple de suivis gravimétriques d'éprouvettes de chaque composite étudié, à savoir Brison/Epolam 0/90, Brison/Greenpoxy 0/90, Oléron/Epolam 0/90, Oléron/Epolam ± 45 , avec, pour comparaison, un composite « classique », une éprouvette de verre/Epolam 0/90.

On peut remarquer tout d'abord que, comme attendu, le composite à fibres de verre absorbe beaucoup moins d'eau que les éco-composites. De plus, on constate que le type de résine utilisé influe sur la quantité d'eau absorbée : le composite à matrice Greenpoxy absorbe davantage d'eau à saturation (M_t/v_f de 0,258) que celui avec la matrice Epolam (M_t/v_f de 0,207). En ce qui concerne le type de renfort, la comparaison entre les deux composites Oléron/Epolam et Brison/Epolam montre que le premier absorbe plus d'eau que le second. Cette différence s'explique sans doute par l'utilisation de renforts faits avec des fils et une architecture différents. Le tissage du tissu Oléron est moins serré que celui du Brison (Fig. 1), ce qui pourrait faciliter l'absorption d'une quantité d'eau plus importante.

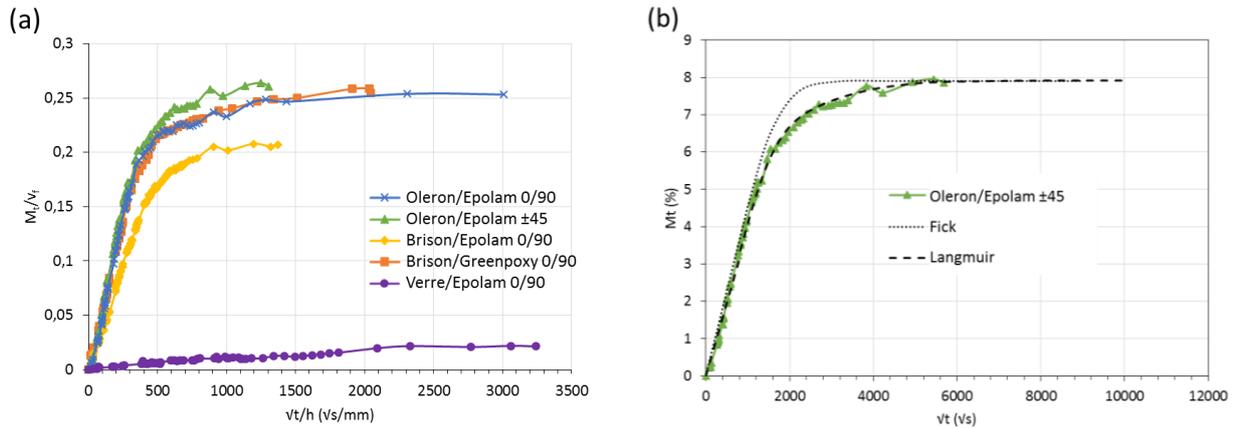


Fig. 2. (a) Suivi gravimétrique de différents composites tissés immergés dans l'eau à température ambiante, (b) modélisation de l'absorption d'une éprouvette Oléron/Epolam ±45 par les modèles de Fick et de Langmuir.

La figure 2b présente, pour une éprouvette Oléron/Epolam ±45 la superposition du suivi gravimétrique et des modèles d'absorption de Fick et de Langmuir. L'échantillon ne suit pas une absorption fickienne ; l'absorption de type Langmuir apparaît plus appropriée pour décrire l'absorption de ce composite. En effet, la partie linéaire de la courbe de sorption est suivie par une phase d'absorption plus lente qui dévie de la loi de Fick. Le même type de comportement a été obtenu pour les autres matériaux, excepté le verre/époxy qui présente un comportement fickien.

Même si l'absorption des éprouvettes d'éco-composites ne suit pas un comportement fickien, ce modèle peut tout de même être utilisé pour calculer les coefficients de diffusion, à partir de la partie linéaire de la courbe d'absorption. Les paramètres moyens obtenus par la loi de Fick de toutes les éprouvettes de composites dont la prise de masse a été suivie sont présentés dans le tableau 1. Cela montre que les coefficients de diffusion des éprouvettes Oléron/Epolam 0/90 et ±45 sont les mêmes au regard de l'intervalle d'incertitude. L'orientation du renfort dans le matériau ne semble donc pas avoir d'influence sur ce paramètre macroscopique. En revanche, le type de tissu utilisé modifie le coefficient de diffusion. En effet, le tissu de chanvre Brison est plus serré que l'Oléron et le coefficient de diffusion D des éprouvettes Brison/Epolam est donc plus faible que celui des éprouvettes Oléron/Epolam ($0,75 \cdot 10^{-6} \text{ mm}^2/\text{s}$ contre $1,50 \cdot 10^{-6} \text{ mm}^2/\text{s}$). Les éprouvettes de composite Brison/Greenpoxy ont quant à elles un coefficient de diffusion situé entre les deux ($1,12 \cdot 10^{-6} \text{ mm}^2/\text{s}$), la résine Greenpoxy absorbant davantage que l'Epolam. Enfin, les éprouvettes à renfort de verre présentent logiquement le coefficient de diffusion et le taux d'absorption à saturation les plus faibles avec respectivement $0,060 \cdot 10^{-6} \text{ mm}^2/\text{s}$ et 1,07 %.

Matériau	M_{∞} (%)	M_{∞}/v_f	k ($10^{-3} \% \cdot \text{s}^{-0.5}$)	h (mm)	D ($10^{-6} \text{ mm}^2/\text{s}$)
Oléron/Epolam 0/90	$7,75 \pm 0,34$	$0,245 \pm 0,009$	$4,898 \pm 0,152$	$4,35 \pm 0,04$	$1,50 \pm 0,27$
Oléron/Epolam ±45	$7,58 \pm 0,04$	$0,247 \pm 0,013$	$4,728 \pm 0,106$	$4,30 \pm 0,07$	$1,41 \pm 0,15$
Brison/Epolam 0/90	$6,73 \pm 0,16$	$0,203 \pm 0,004$	$3,228 \pm 0,302$	$4,09 \pm 0,15$	$0,75 \pm 0,16$
Brison/Greenpoxy 0/90	$7,60 \pm 0,16$	$0,250 \pm 0,006$	$4,603 \pm 0,253$	$3,94 \pm 0,07$	$1,12 \pm 0,09$
Verre/Epolam 0/90	$1,07 \pm 0,05$	$0,020 \pm 0,001$	$0,35 \pm 0,04$	$1,71 \pm 0,03$	$0,06 \pm 0,01$

Tab. 1. Paramètres de diffusion des composites étudiés obtenus par le modèle de Fick.

Les paramètres β et γ du modèle d'absorption de Langmuir sont regroupés dans le tableau 2 pour les éprouvettes au comportement non-Fickien.

Matériau	β (10^{-8} s^{-1})	γ (10^{-8} s^{-1})
Oléron/Epolam 0/90	$8,65 \pm 4,04$	$3,31 \pm 2,26$
Oléron/Epolam ±45	$27,7 \pm 19,7$	$25,7 \pm 30,4$
Brison/Epolam 0/90	$17,3 \pm 3,17$	$6,68 \pm 2,63$
Brison/Greenpoxy 0/90	$9,87 \pm 4,60$	$2,86 \pm 1,72$

Tab. 2. Paramètres de diffusion des composites étudiés obtenus par le modèle de Langmuir.

3.2 Évolution des propriétés mécaniques

Les tests de traction monotone sur les éprouvettes de composites ont permis de déterminer les propriétés mécaniques des composites étudiés. Afin de comparer l'influence du vieillissement hydrique sur les propriétés mécaniques des matériaux, le tableau 3 présente les évolutions des modules de Young, des contraintes maximales et des déformations à rupture de chaque type de composite avant et après vieillissement hydrique jusqu'à saturation.

De manière générale, on remarque une diminution du module de Young et de la contrainte maximale, et une augmentation de la déformation à rupture. Les pertes au niveau du module de Young sont plus élevées pour les éco-composites : on mesure une diminution de 13 % pour le verre/Epolam et entre 39 % et 54 % pour les composites à renfort de chanvre. Le module le plus affecté est celui du Brison/Epolam avec 54 % de réduction, alors que le Brison/Greenpoxy voit le sien diminuer de 46 %. La résine Greenpoxy permet donc ici de réduire l'effet du vieillissement hydrique sur le module de Young. Avec cette résine, la baisse de la contrainte à rupture est également plus petite qu'avec l'Epolam (8 % contre 13 %), mais l'augmentation de la déformation à rupture est plus grande (114 % contre 95 %).

Si le verre/Epolam voit sa déformation à rupture n'augmenter que de 6 % après le vieillissement hydrique, celle des éco-composites 0/90 augmente d'environ 100 %, valeur qui atteint 314 % pour le composite ± 45 (Oléron/Epolam).

Ces résultats montrent bien que l'effet de l'immersion dans l'eau est plus marqué pour les composites à renforts naturels. De plus, la modification des propriétés des éprouvettes après immersion dépend de la résine utilisée, du type de renfort et de son orientation.

		E (GPa)	σ_{\max} (MPa)	ϵ (%)
Oléron/Epolam 0/90	Stocké à l'ambiante	10,3 ± 0,4	109 ± 8	2,2 ± 0,2
	Saturé en eau	5,43 ± 0,40	93 ± 1	5,2 ± 0,1
	Évolution (%)	-39	-13	+128
Oléron/Epolam ± 45	Stocké à l'ambiante	6,04 ± 0,25	66 ± 3	5,9 ± 0,9
	Saturé en eau	3,10 ± 0,63	57 ± 4	22,0 ± 0,1
	Évolution (%)	-48	-13	+314
Brison/Epolam 0/90	Stocké à l'ambiante	7,79 ± 0,23	94 ± 3	3,7 ± 0,5
	Saturé en eau	3,56 ± 0,02	72 ± 2	7,1 ± 0,4
	Évolution (%)	-54	-23	+95
Brison/Greenpoxy 0/90	Stocké à l'ambiante	6,30 ± 0,23	74 ± 1	3,7 ± 0,1
	Saturé en eau	3,43 ± 0,38	68 ± 1	7,9 ± 0,7
	Évolution (%)	-46	-7,9	+114
Verre/Epolam 0/90	Stocké à l'ambiante	26,2 ± 3,8	352 ± 6	1,7 ± 0,2
	Saturé en eau	22,8 ± 2,2	323 ± 24	1,8 ± 0,03
	Évolution (%)	-13	-8,1	+6,6

Tab. 3. Évolution des caractéristiques mécaniques de traction pour les éprouvettes de composites après vieillissement hydrique jusqu'à saturation.

4. Suivi de l'endommagement

4.1 Observations microtomographiques

Afin de mieux comprendre le processus d'endommagement en traction dans les éprouvettes d'éco-composite avant et après le vieillissement hydrique, des essais permettant une analyse couplée entre microtomographie X et essais de traction ont été réalisés. Deux éprouvettes Oléron/Epolam ± 45 ont été testées ; la première a été stockée à l'ambiante et la seconde a été immergée dans l'eau jusqu'à saturation (pendant 266 jours).

Ces essais ont consisté à soumettre les éprouvettes à des cycles de charge-décharge successifs, pour lesquels la force maximale atteinte augmente progressivement. Après chaque déchargement,

l'éprouvette testée a été démontée de la machine de traction et une analyse par microtomographie X a été réalisée.

La première éprouvette a subi 5 cycles de charge avant de rompre, et la seconde, 9 cycles (Tab. 4). Les résultats obtenus confirment la diminution du module initial apparent après le vieillissement hydrique (de 3,91 GPa à 1,90 GPa) et de la contrainte à rupture (de 64 MPa à 52 MPa), ainsi qu'une augmentation de la déformation maximale (de 8,34 % à 28,4 %). Ces résultats sont cohérents avec les essais de traction monotone, bien que les valeurs de modules et de déformations à rupture soient différentes puisqu'elles ont été obtenues à partir du déplacement de la traverse de la machine de traction.

Cycle de traction	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Éprouvette stockée à l'ambiante	45	61	65	66	64				
Éprouvette saturée en eau	21	35	40	44	46	48	51	53	52

Tab. 4. Valeurs des contraintes maximales appliquées (en MPa) à chaque cycle lors des essais de traction CRP.

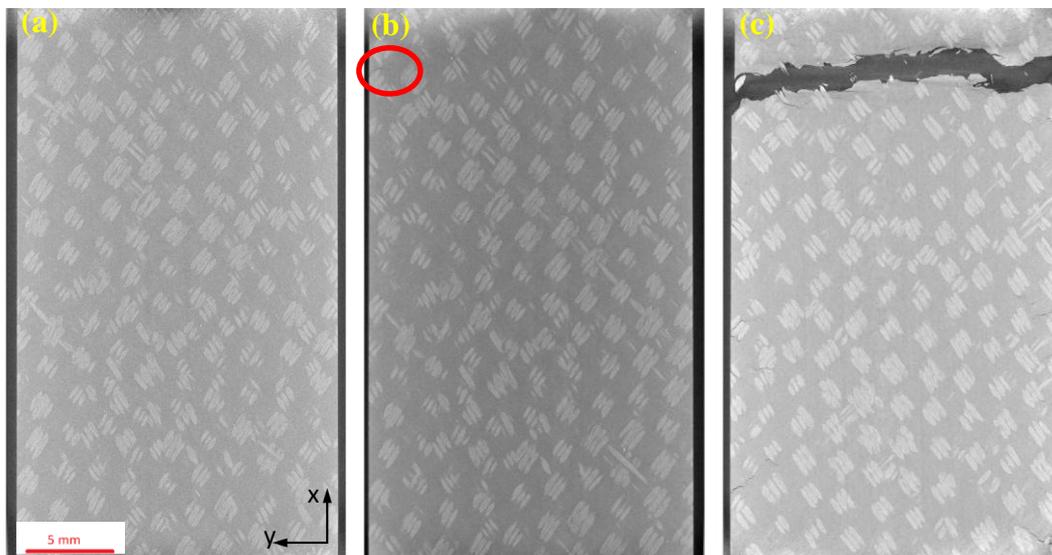


Fig. 3. Observations par microtomographie X de l'éprouvette Oléron/Epilam $\pm 45^\circ$ non vieillie (a) à l'état initial et après le cycle de traction (b) 3 et (c) 5.

La figure 3 montre des images obtenues à l'aide de la microtomographie X de l'éprouvette non vieillie après les différents cycles. On reconnaît dans ces images les torons orientés à $\pm 45^\circ$ et constitués de trois fils. Les zones représentées correspondent à des positions similaires dans l'épaisseur de l'éprouvette, mais des différences dans le positionnement de l'échantillon dans le tomographe d'un scan à l'autre génèrent de légères variations entre les images. À l'état initial (avant la traction), on ne détecte pas de fissures dans l'éprouvette (Fig. 3a). On détecte une fissure après le 3^{ème} cycle de traction dans l'image présentée (Fig. 3b). Cette fissure se développe un peu lors du 4^{ème} cycle : elle s'allonge et s'ouvre. Finalement, elle mènera à la rupture finale du composite lors du cycle 5 (Fig. 3c).

Pour l'éprouvette vieillie, les images prises par microtomographie X présentées dans la figure 4 montrent que dans ce plan et avec cette résolution spatiale les fissures détectables apparaissent à la fin du 5^{ème} cycle de traction. Quelques unes sont mises en évidence par des cercles rouges dans la figure 4b. Elles sont peu nombreuses et peu visibles au départ (Fig. 4b), mais se développent progressivement au cours des cycles suivants. Leur nombre est beaucoup plus grand que dans l'éprouvette non vieillie. Puis, la rupture finale se produit dans une zone moins résistante de l'éprouvette (Fig. 4c).

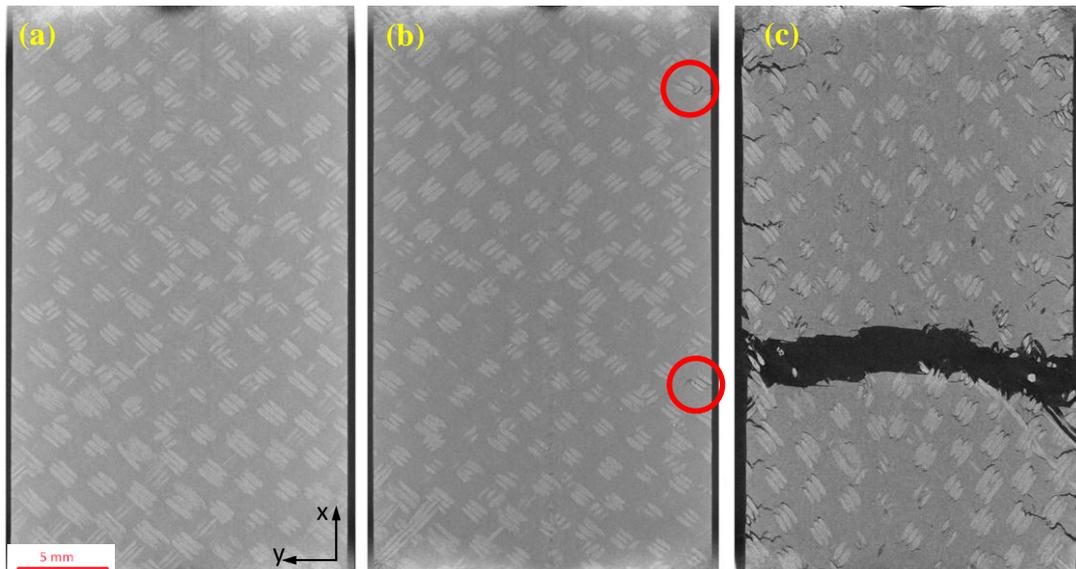


Fig. 4. Observations par microtomographie X d'une éprouvette Oléron/Epilam ± 45 vieillie 266 jours après le cycle de traction (a) 4, (b) 5 et (c) 9.

4.2 Mesure du volume de fissures

L'intérêt des images prises par le tomographe est que celles-ci peuvent être assemblées pour reconstruire le volume scanné. L'analyse de ce volume permet de fournir des informations quantitatives sur le développement des fissures après chaque cycle de traction dans les deux éprouvettes présentées. La figure 5 présente une vue en trois dimensions des éprouvettes de composites analysées pour des niveaux avancés de cycles, ainsi que les fissures détectées (en rouge). Dans l'éprouvette non vieillie (Fig. 5a), les fissures sont localisées principalement le long des tranches de l'éprouvette, de manière non homogène. Dans l'éprouvette vieillie, les fissures restent localisées sur les tranches de l'éprouvette jusqu'au cycle 4, puis elles se propagent tandis que de nouvelles apparaissent à l'intérieur du matériau après le 5^{ème} cycle de traction. Elles se développent ensuite au cours des cycles suivants, et sont présentes finalement dans tout le volume de l'échantillon (Fig. 5b).

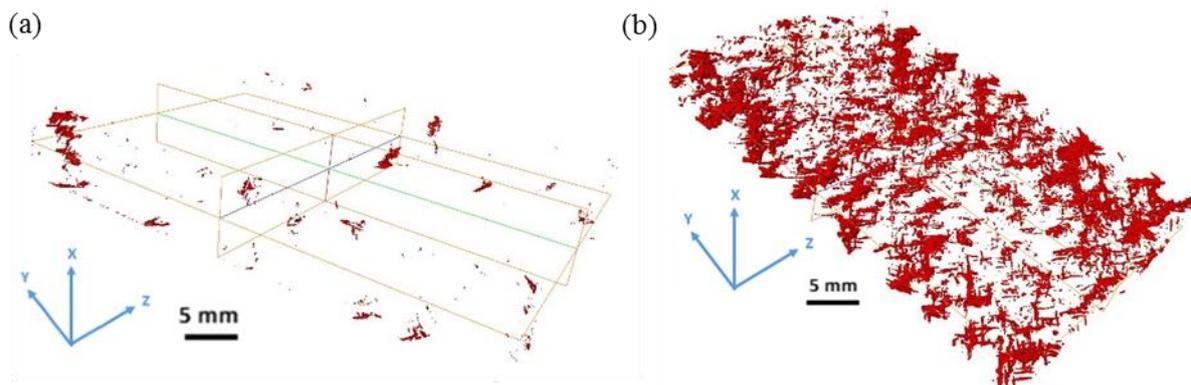


Fig. 5. Visualisation des fissures à l'intérieur du composite Oléron/Epilam ± 45 lors de l'essai CRP (a) non vieillie, à 99% de σ_{max} et (b) vieillie, à 97% de σ_{max} .

La quantification de ces fissures a été réalisée à partir des images tomographiques et à l'aide du logiciel Avizo. Un protocole de traitements successifs des images a été mis au point pour analyser les scans obtenus : rognage, filtrage, segmentation [8]. Du fait des variations des volumes analysés, on étudiera plus particulièrement le rapport du volume de fissures sur le volume total étudié du matériau.

Les volumes de composite et de fissures analysés pour chaque cycle de traction sont reportés dans les tableaux 5 et 6. On peut voir, en accord avec les observations des images de

microtomographie X, que le volume relatif de fissure augmente avec la contrainte maximale appliquée pour les deux éprouvettes. Une anomalie est cependant présente au 2^{ème} cycle de traction de l'éprouvette non vieillie, où le volume relatif de fissures est plus faible qu'au cycle précédent ($1,08 \cdot 10^{-6}$ contre $1,45 \cdot 10^{-6}$), alors qu'il devrait en toute logique être supérieur. Lorsque les fissures sont fines, pour les premiers cycles de traction, elles sont plus difficilement détectables, et on voit ici la limite de sensibilité de la méthode. Pour le composite non vieilli, le volume relatif de fissures est 2200 fois plus élevé après le 4^{ème} cycle de traction que celui obtenu à l'état initial (Tab. 5). Pour le composite vieilli dans l'eau, le volume relatif de fissures détectées à l'état initial est nettement plus élevé ($6,79 \cdot 10^{-6}$) que pour le non vieilli ($0,178 \cdot 10^{-6}$). Au dernier cycle analysé, on retrouve également cette différence avec $8320 \cdot 10^{-6}$ contre $397 \cdot 10^{-6}$ pour le non-vieilli. L'éprouvette vieillie possède ainsi, juste avant la rupture, 20 mm^3 de fissures détectées alors que l'éprouvette non vieillie en présente moins de 1 mm^3 .

Cycle de traction	Initial	1	2	3	4
Volume relatif de fissures ($\cdot 10^{-6}$)	0,178	1,45	1,08	81,2	397

Tab. 5. Volumes relatifs de fissures mesurés par microtomographie X pour l'éprouvette Oléron/Epolam ± 45 non vieillie.

La figure 7 présente le volume relatif de fissures tracé en fonction de la déformation machine. Elle nous montre une très nette différence au niveau de l'évolution de l'endommagement entre les deux éprouvettes. Elles suivent une même évolution jusqu'à une déformation environ égale à 3,6 %. Au-delà de cette valeur, le volume relatif de fissures de l'éprouvette non vieillie augmente légèrement, jusqu'à une valeur de $0,4 \cdot 10^{-3}$ à 5,07 % de déformation. Le volume relatif de fissures de l'éprouvette vieillie augmente à partir de 7 % de déformation et atteint une valeur de $8,32 \cdot 10^{-3}$ à 22,9 % de déformation. Le composite chanvre/Epolam se déforme davantage après le vieillissement hydrique, et l'augmentation de la déformation à rupture par l'effet plastifiant de l'eau permet l'apparition d'un volume de fissures plus important.

Ces données nous montrent donc l'influence du vieillissement hydrique sur le développement des endommagements durant un essai de traction pour un composite chanvre/époxy.

Cycle de traction	Initial	1	2	3	4	5	6	7	8
Volume relatif de fissures ($\cdot 10^{-6}$)	6,79	9,90	14,5	17,1	61,8	271	1530	5690	8320

Tab. 6. Volumes relatifs de fissures mesurés par microtomographie X pour l'éprouvette Oléron/Epolam ± 45 vieillie par immersion dans l'eau (266 jours).

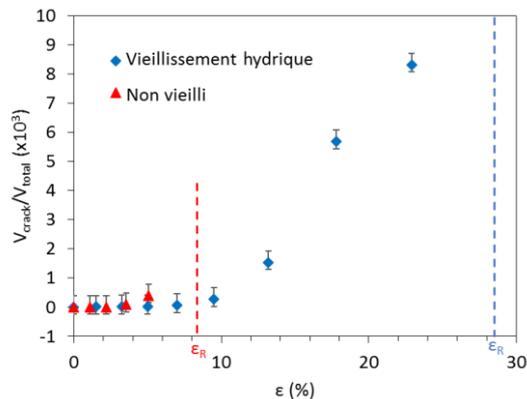


Fig. 6. Évolution du volume relatif de fissures dans le composite Oléron/époxy ± 45 non vieilli et vieillie par immersion (266 jours) en fonction de la déformation machine.

5. Conclusion

Ces travaux ont permis de caractériser l'influence du vieillissement hydrique sur des composites chanvre/époxy et verre/époxy. Les suivis gravimétriques des éprouvettes de composites immergées à température ambiante ont montré que les cinétiques d'absorption des éco-composites sont mieux décrites par un modèle à deux phases de type Langmuir qu'une simple loi de Fick.

Des essais de traction sur chaque type de matériau ont permis d'évaluer l'influence du vieillissement hydrique sur les propriétés mécaniques des composites étudiés. La diminution du module de Young, de la contrainte à rupture et l'augmentation de la déformation à rupture sont communes pour toutes les éprouvettes mais en proportions différentes en fonction des composants : les propriétés des composites à renforts de chanvre sont davantage modifiées que celles des composites à renfort de verre étant donné que les renforts d'origine végétale sont plus sensibles à l'humidité. De plus, on mesure des comportements différents pour les composites fabriqués à partir de l'une ou l'autre des résines. Le composite à matrice Epolam présente des propriétés mécaniques initiales plus grandes que le composite à matrice Greenpoxy, mais le module de Young et la contrainte à rupture de ce dernier sont moins affectés par le vieillissement hydrique.

Le développement des endommagements a ensuite été étudié plus en détail dans le composite chanvre/époxy Oléron/Epolam ± 45 par des essais de traction (CRP) associés à des analyses par microtomographie X. On a ainsi pu observer le développement des fissures dans les éprouvettes étudiées. Une analyse quantitative des volumes de fissures a été réalisée en appliquant des traitements successifs aux images 3D obtenues. Les résultats obtenus ont permis de montrer qu'au dernier cycle de traction avant rupture, le volume relatif de fissures est plus de 20 fois plus important dans l'éprouvette vieillie que dans l'éprouvette non vieillie.

Remerciements

Les auteurs remercient la région Poitou-Charentes pour son soutien financier. Ce travail a également bénéficié d'une aide de l'Etat gérée par l'Agence Nationale de la Recherche au titre du programme « Investissement d'Avenir » portant la référence ANR-11-EQPX-0018 pour l'équipement d'excellence GAP.

Références

- [1] R. H. Newman, "Auto-accelerative water damage in an epoxy composite reinforced with plain-weave flax fabric," *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, Vol. 40, pp. 1615–1620, 2009.
- [2] N. E. Marcovich, M. M. Reborado, and M. I. Aranguren, "Moisture diffusion in polyester–woodflour composites," *Polymer*, Vol. 40, pp. 7313–7320, 1999.
- [3] A. Perrier, F. Touchard, L. Chocinski-Arnault, and D. Mellier, "Influence of water on damage and mechanical behaviour of single hemp yarn composites," *Polym. Test.*, Vol. 57, pp. 17–25, 2017.
- [4] A. Perrier, "Influence du vieillissement hydrique sur le comportement mécanique de l'interface fil/matrice dans des composites chanvre/époxy," Thèse, ENSMA, 2016.
- [5] C.-H. Shen and G. S. Springer, "Moisture absorption and desorption of composite materials," *J. Compos. Mater.*, Vol. 10, pp. 2–20, 1976.
- [6] H. G. Carter and K. G. Kibler, "Langmuir-Type Model for Anomalous Moisture Diffusion In Composite Resins," *J. Compos. Mater.*, Vol. 12, pp. 118–131, 1978.
- [7] P. Bonniau and A. R. Bunsell, "A Comparative Study of Water Absorption Theories Applied to Glass Epoxy Composites," *J. Compos. Mater.*, Vol. 15, pp. 272–293, 1981.
- [8] Y. Aubé, "Caractérisation des mécanismes d'endommagement dans des composites à renfort tissé de chanvre : analyse de données tomographiques," Rapport de projet, ENSMA, 2016.