

Moyens expérimentaux et éprouvettes (simples et structurelles)

Sommaire

3.1 Moyens de sollicitation et d'acquisition	78
3.1.1 Machines d'essais	78
3.1.2 Extensométrie	78
3.1.3 Enceintes thermo-hygrométriques	79
3.1.4 Thermographie infrarouge	79
3.1.5 Mesures microstructurales et faciès de rupture	84
3.2 Eprouvettes simples	85
3.2.1 Eprouvettes Dogbone	85
3.2.2 Éprouvettes amincies	85
3.3 Eprouvettes structurelles	86
3.3.1 Philosophie des éprouvettes structurelles	87
3.3.2 Démarche de conception	87
3.3.3 Éprouvettes Wavy 1	88
3.3.4 Éprouvettes Wavy 2	90
3.3.5 Éprouvettes T-Bone	90
3.4 Conditionnement des éprouvettes	92
3.5 Dispositifs expérimentaux et protocoles de sollicitation	93
3.5.1 Essais d'auto-échauffement	93
3.5.2 Essais de fatigue	94
3.5.3 Essais réalisés avec mesure du champ de déplacement	94
3.6 Campagnes expérimentales réalisées	95
3.7 Bilan	95

Ce chapitre est consacré à la présentation des outils et éprouvettes utilisés pendant le déroulement de la thèse. Chaque type d'éprouvette sera décrit de façon à disposer d'une « carte d'identité » aussi précise que possible en termes d'orientation des fibres et de conditionnement. Les protocoles expérimentaux seront également présentés.

3.1 Moyens de sollicitation et d'acquisition

3.1.1 Machines d'essais

Plusieurs types de machines d'essais ont été utilisés pendant le déroulement de la thèse. Leur choix a été motivé d'un côté par les besoins en terme de capacité d'effort, de fréquence de chargement et de qualité d'asservissement. De l'autre côté, celles-ci ont été choisies par leur disponibilité en terme de temps d'utilisation au sein du laboratoire (LBMS) et chez les partenaires industriels.

Machine de traction dynamique INSTRON®

La machine de traction hydraulique INSTRON® (modèle 1342) est équipée d'une cellule d'effort de 100kN et dotée de mors hydrauliques. Cette machine permet un pilotage en effort et en déplacement dans la gamme de fréquences souhaitée pour la plupart des éprouvettes considérées. Elle est aussi dotée d'une interface pour l'identification des PID (paramètres d'asservissement) automatisée qui permet de les caractériser rapidement pour chaque type d'éprouvette utilisé.

Machine de traction/torsion dynamique BOSE®

La machine de traction-torsion ElectroForce® 3330 construite par BOSE® est dotée d'un moteur linéaire électromagnétique et de mors mécaniques. Du fait de sa capacité plus réduite en terme d'effort (entre -3200N et 3200N), elle n'a été utilisée que pour quelques cas particuliers d'éprouvettes. La machine propose une méthode automatique qui permet d'identifier les paramètres d'asservissement sur une gamme de fréquence et d'effort souhaitée.

Machine de traction dynamique MTS®

La machine de traction hydraulique MTS® possède une capacité en terme d'effort de 50kN et est dotée de mors hydrauliques. Cette machine présente des caractéristiques similaires à celles de l'INSTRON®. Elle a été utilisée uniquement dans le cadre des essais de fatigue classiques (essais longs) du fait de sa plus grande disponibilité par rapport à l'INSTRON®.

Machines utilisées par Solvay *engineering plastics*

Les machines utilisées par Solvay *engineering plastics* pour réaliser des essais en rapport avec cette thèse sont une machine de traction dynamique MTS® modèle 319.02 et une machine de traction/torsion dynamique MTS® modèle 370.103. La capacité en termes d'effort de traction est de 25kN pour les deux machines. Un banc de fluage Ceast® ayant une capacité maximale de l'ordre de 2.5kN a également été utilisé.

3.1.2 Extensométrie

En terme d'extensométrie, deux types d'instrument ont été considérés : des extensomètres à couteaux et un système de stéréo-corrélation d'images basé sur des mesures optiques.

Extensomètre à couteaux INSTRON®

Cet extensomètre (modèle 2620) permet d'accéder à la déformation axiale. La base de mesure est de $12.5\text{mm} \pm 5\text{mm}$, la gamme de température d'utilisation est comprise entre -80°C et 200°C et il est utilisable à n'importe quel niveau d'humidité relative. La fréquence maximale d'utilisation est de 50Hz. Cet extensomètre est utilisé avec la machine INSTRON®.

Extensomètre à couteaux EPSILON®

Cet extensomètre (modèle 3442-010M-020-LHT) permet d'accéder à la déformation axiale. La base de mesure est de $10\text{mm}(+2\text{mm}/-0.5\text{mm})$, la gamme de température d'utilisation est comprise entre -265°C et 200°C . Cet extensomètre est utilisé avec la machine BOSE®.

Système de stéréo-corrélation d'images ARAMIS®

Ce système développé par GOM® (*Gesellschaft für Optische Messtechnik*) permet d'accéder au champ de déplacements 3D sur une surface donnée. Le modèle considéré (2M) permet de mesurer des déformations dans une gamme de 0,005 jusqu'à plus de 2000 sur une surface de mesure de l'ordre du mm^2 jusqu'au m^2 . La fréquence d'acquisition maximale est de 15Hz.

3.1.3 Enceintes thermo-hygro-métriques

Les essais en température et humidité relative contrôlées sont réalisés à l'aide d'une enceinte thermo-hygro-métrique construite par SERVATHIN®. La gamme de température s'étend de -70°C à 210°C . L'humidité relative peut varier entre 10% et 90% en fonction de la température considérée. Cette enceinte a été construite « sur mesure » dans le but d'être utilisée avec la machine INSTRON®. Cette enceinte a aussi été utilisée pour le conditionnement d'éprouvettes. Solvay *engineering plastics* utilise des enceintes thermo-hygro-métriques WEISS® avec ses machines de fatigue.

3.1.4 Thermographie infrarouge

La thermographie infrarouge est une technique permettant de mesurer le rayonnement électromagnétique de tout corps ayant une température supérieure à 0K. Avec cette technique, il est possible d'obtenir la cartographie du rayonnement électromagnétique avec une certaine résolution spatiale sur la surface d'un corps, à partir du rayonnement. Sous certaines conditions, il est possible d'estimer la température du corps considéré. Dans le cadre de cette thèse, les mesures sont réalisées à l'aide d'une caméra infrarouge dotée d'une matrice de détecteurs.

Le rayonnement est un mode d'échange d'énergie par émission et absorption de radiations électromagnétiques (photons). L'échange thermique par rayonnement est réalisé en trois étapes : l'émission de l'énergie depuis une source sous forme de radiations électromagnétiques, la transmission de cette radiation avec d'éventuelles pertes dues à l'absorption par le milieu traversé et la réception durant laquelle le rayonnement est transformé en énergie thermique. Tout corps ayant une température supérieure à 0K émet un rayonnement couvrant une gamme de longueurs

d'onde de $0.1\mu\text{m}$ à $1000\mu\text{m}$ communément appelé rayonnement thermique. Les corps dits « réels » émettent et reçoivent du rayonnement, et ceux qui sont reçus peuvent être absorbés, transmis ou réfléchis. Dans le but de comprendre la relation entre le rayonnement émis par un corps et sa température, il faut introduire la notion de « corps noir », lequel désigne un objet idéal caractérisé par trois propriétés :

- il absorbe l'ensemble du rayonnement incident indépendamment de sa direction et de la longueur d'onde (aucune transmission ni réflexion) ;
- pour une température donnée, le corps noir émet le maximum d'énergie possible par rapport à n'importe quel autre corps ;
- le rayonnement est indépendant de la direction d'émission.

La loi de Planck décrit la répartition de l'énergie électromagnétique rayonnée par un corps noir à une température donnée en fonction de la longueur d'onde, cette loi s'écrit :

$$L_\lambda = \frac{2hc^2}{\lambda^5} \frac{1}{\exp\left(\frac{hc}{\lambda kT}\right) - 1} \quad (3.1)$$

où L_λ est la luminance monochromatique, c est la vitesse de propagation du rayonnement dans le milieu considéré (vitesse de la lumière), h est la constante de Planck (égale à $6.62617 \times 10^{-34}\text{j}\cdot\text{s}$), λ est la longueur d'onde, T la température absolue et k la constante de Boltzmann (égale à $1.38066 \times 10^{-23}\text{j/K}$).

L'exitance M (densité surfacique de flux d'énergie émise par rayonnement sur l'ensemble du spectre électromagnétique) en fonction de la luminance monochromatique est définie comme suit :

$$M = \pi \int_0^\infty L_\lambda d\lambda. \quad (3.2)$$

A partir de cette relation, il est possible d'exprimer l'exitance en fonction de la température absolue (loi de Stefan-Boltzmann), tel que :

$$M = \sigma T^4 \quad \text{avec} \quad \sigma = \frac{2\pi^5 k^4}{15h^3 c^2} \quad (3.3)$$

où σ est la constante de Stefan-Boltzmann (égale à $5.67051 \times 10^{-8}\text{W/m}^2\text{K}^4$). Les mesures en thermographie infrarouge réalisées à l'aide d'une caméra infrarouge nous permettent de mesurer le rayonnement (exitance) pour ensuite en déduire la température avec la loi de Stefan-Boltzmann. Par contre, d'un point de vue technologique, un capteur infrarouge ne peut pas être sensible sur toute la gamme du spectre électromagnétique. Il sera sensible uniquement dans une certaine bande spectrale $\Delta\lambda = [\lambda_a, \lambda_b]$. Cependant, il est possible de relier l'exitance dans cette bande spectrale $M_{\Delta\lambda}$ à la température comme suit :

$$M_{\Delta\lambda} = \sigma T^4 \frac{\Gamma(x_a, x_b)}{\Gamma(0, \infty)} \quad \text{avec} \quad \Gamma(x_a, x_b) = \int_{x_a}^{x_b} \frac{ax^{-5}}{\exp\left(\frac{b}{x}\right) - 1} dx \quad (3.4)$$

où $x = \frac{\lambda}{\lambda_m}$, $a = \exp\left(\frac{hc}{\lambda_m kT}\right) - 1$, $b = \frac{hc}{\lambda_m kT}$ et λ_m est définie comme la longueur d'onde où la loi de Planck passe par un maximum pour une température donnée T, $\lambda_m = \frac{hc}{4.9651kT}$ (loi de Wien). Pour le cas des corps réels, selon la loi de la conservation de l'énergie, le rayonnement incident Φ_i est obtenu par les contributions du rayonnement réfléchi Φ_r , le rayonnement absorbé Φ_a et le rayonnement transmis Φ_t , de façon que :

$$\Phi_i = \Phi_r + \Phi_a + \Phi_t. \quad (3.5)$$

D'après la loi du rayonnement de Kirchoff, à l'équilibre thermodynamique le flux d'émission et d'absorption sont égaux, donc nous pouvons réécrire l'équation 3.5 comme suit :

$$\varepsilon + \rho + \tau = 1 \quad (3.6)$$

où $\varepsilon = \frac{\Phi_a}{\Phi_i}$ est la fraction du rayonnement total mesurable émis par le corps (émissivité), $\rho = \frac{\Phi_r}{\Phi_i}$ est la fraction du rayonnement total mesurable réfléchi du milieu ambiant et $\tau = \frac{\Phi_t}{\Phi_i}$ est la fraction du rayonnement total mesurable transmise du fond (à l'arrière du corps). Sur la figure 3.1 les trois contributions sont schématisées. Si nous supposons que ε , ρ et τ sont indépendantes de la longueur d'onde, l'exitance totale mesurable M_{total} peut être écrite en fonction du rayonnement du corps noir de chaque contribution (exitance du corps noir M^{cn} en fonction de la température), c'est-à-dire :

$$M_{total} = \varepsilon M_{corps}^{cn}(T_{corps}) + \rho M_{amb}^{cn}(T_{amb}) + \tau M_{fond}^{cn}(T_{fond}). \quad (3.7)$$

Dans le cas du PA66GF50, nous pouvons considérer le matériau comme opaque ($\tau = 0$), donc l'équation 3.7 devient :

$$M_{corps}^{cn}(T_{corps}) = \frac{1}{\varepsilon} [M_{total} - (1 - \varepsilon) M_{amb}^{cn}(T_{amb})] \quad (3.8)$$

Si nous connaissons M_{corps}^{cn} nous pouvons calculer la température du corps avec la loi de Stefan-Boltzmann. La caméra infrarouge est capable de mesurer M_{total} , il faut donc également connaître l'émissivité et la température ambiante pour réaliser le calcul de la température. L'émissivité du PA66GF50 est d'environ 0.94.

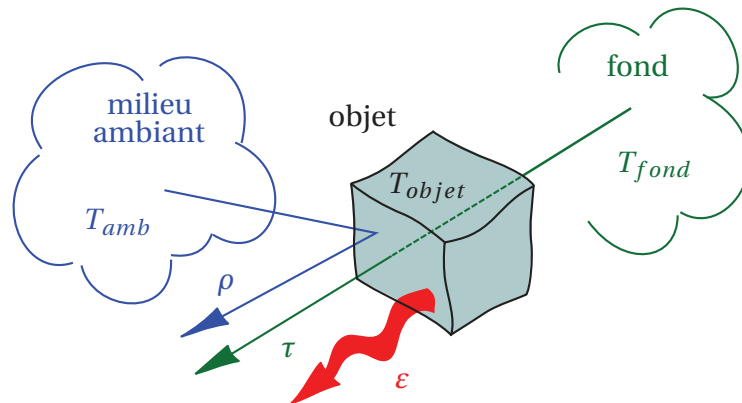


FIGURE 3.1 – Décomposition des 3 contributions du rayonnement mesurable, tiré de Gaussorgues [48].

Calibration d'une caméra infrarouge

La calibration d'une caméra infrarouge est définie comme l'ensemble des opérations nécessaires pour convertir une image brute issue de la caméra en une cartographie de températures. La première étape de la calibration est la correction de non uniformité (NUC). Cette correction est nécessaire parce que lors d'une acquisition sur une zone à émittance uniforme, l'image est polluée par un bruit spatial invariant d'une image à l'autre (appelé BSF) dû à des limitations technologiques. De plus, certains pixels donnent une réponse très éloignée de la réponse moyenne de la matrice de détecteurs (appelés *bad pixels*). Ceux-ci doivent être aussi corrigés. Nous nous intéressons à deux types de calibration : la calibration réalisée par le constructeur de la caméra et celle développée au sein du LBMS.

Calibration « constructeur »

- **NUC et *bad pixels***

La correction de non uniformité est considérée linéaire. Nous pouvons donc écrire la relation :

$$\overline{DL}_{ij} = \alpha_{ij}DL_{ij} + \beta_{ij} \quad (3.9)$$

où α_{ij} est la matrice de *gain*, β_{ij} est la matrice d'*offset*, DL_{ij} est la cartographie brute et \overline{DL}_{ij} est la cartographie corrigée. Pour calculer les matrices de *gain* et d'*offset*, il faut obtenir deux images (A, B) associées à deux températures différentes (en utilisant un corps noir à cavité par exemple) de façon que :

$$\alpha_{ij} = \frac{\langle A \rangle - \langle B \rangle}{A_{ij} - B_{ij}}, \quad \beta_{ij} = \langle A \rangle - \alpha_{ij}A_{ij} \quad \text{et} \quad \langle A \rangle = \frac{1}{nm} \sum_{i=1}^n \sum_{j=1}^m A_{ij}.$$

La stratégie pour corriger les *bad pixels* consiste à remplacer le pixel défaillant par le plus proche voisin non défaillant. D'autres stratégies consistent à réaliser des combinaisons linéaires des pixels voisins non défaillants (moyenne).

- **Conversion en température**

La conversion entre la valeur brute donnée par la caméra, noté DL , en une valeur de température est réalisée après la NUC en trois étapes : la caméra est placée devant un corps noir porté à différentes températures. Des images sont prises avec la caméra (en DL) et une courbe de la température du corps noir en fonction du DL donné par la caméra est établie (la meilleure équation passant par les points). Souvent, la correspondance entre T et DL est réalisée sous la forme d'un polynôme, tel que :

$$T_{ij} = \sum_{n=0}^N a_n \overline{DL}_{ij}^n \quad \text{le plus souvent } N \in [3, 6]. \quad (3.10)$$

Un exemple des étapes de la calibration est montré dans la figure 3.2. Cette technique de calibration présente deux problèmes : elle ne prend en compte que deux images pour l'identification des matrices α_{ij} et β_{ij} , donc la correction linéaire sera exacte uniquement aux températures des images utilisées pour l'identification. De plus, comme la correction

est réalisée en moyenne, la valeur du pixel n'a pas de sens (il faut moyenner). La correction n'est donc pas suffisante si nous voulons mesurer un champ de température.

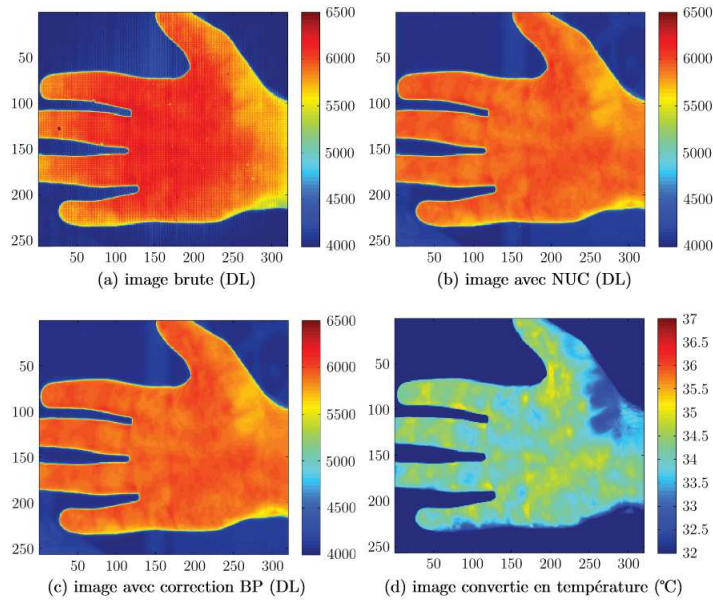


FIGURE 3.2 – Exemple de la calibration d'une caméra infrarouge, tiré de Le Saux [68].

Calibration « pixel à pixel »

La correction pixel à pixel a été développée au LBMS dans le cadre des travaux de Vincent Le Saux. Le principe de cette calibration porte sur l'identification d'un polynôme pour chaque pixel, indépendamment de ses voisins, lequel permet de relier la valeur brute de la caméra DL à la température. Le but de cette calibration est d'améliorer les mesures de champ et aussi d'augmenter la résolution thermique. La correction des *bad pixels* est similaire à celle de la calibration constructeur. Cette calibration est auto-compensée en température, car elle intègre l'influence de la température de la caméra sur la mesure. L'équation de passage entre DL et T s'écrit alors :

$$T_{ij} = \sum_{n=0}^4 \left[\sum_{m=0}^2 a_{nm}(i, j) [T_{cam} - T_{cam}^0]^m \right] DL_{ij}^n \quad (3.11)$$

où T_{cam}^0 est une température interne de la caméra prise comme référence et fixée à 30°C, T_{cam} est la température interne de la caméra lors de la mesure et a_{nm} sont les coefficients du polynôme, lesquels dépendent du pixel (i, j) . Il faut donc déterminer 15 coefficients pour chaque polynôme. Ceux-ci sont identifiés à l'aide d'une série d'images prises de façon régulière avec un pas de température défini sur une plage de températures du corps noir comprises entre 15°C et 40°C et pour plusieurs températures internes de la caméra entre 24°C (température de la caméra immédiatement après la mise en route) et 36°C (température de la caméra après plusieurs heures de fonctionnement). Le protocole d'identification des coefficients est donné dans [83]. Cette calibration est réalisée grâce à un corps noir HGH DCN1000 N4 ayant une émissivité de 0.98 ± 0.02 et une stabilité thermique de $\pm 0.02^\circ\text{C}$.

Caméras infrarouges FLIR®

Deux caméras infrarouges FLIR® ont été utilisées pour réaliser les mesures thermiques, nous les appellerons FLIR 1 et FLIR 2. La FLIR 1 (modèle FLIR SC7600BB) dispose d'une matrice de détecteurs de 640×512 pixels avec un *pitch* (distance entre les détecteurs) de $15\mu\text{m}$ et sensible dans une bande spectrale $\Delta\lambda = [1.5\mu\text{m}, 5.1\mu\text{m}]$. La température de fonctionnement des détecteurs est située autour de 76K. Pour atteindre cette température, la caméra est dotée d'un moteur Stirling. La longueur focale de l'objectif considéré est de 50mm, sa transmittance est de 0.94, la résolution spatiale dépend du grossissement considéré et la fréquence maximale d'acquisition est de 100Hz en pleine fenêtre. La FLIR 2 (modèle FLIR SC7500BB) dispose d'une matrice de détecteurs de 256×320 pixels avec un *pitch* de $30\mu\text{m}$ et une fréquence maximale d'acquisition de 380Hz. Les autres caractéristiques sont inchangées par rapport à la FLIR 1. Il faut remarquer que les caméras thermiques disposent d'un paramètre additionnel qui fixe la gamme de températures mesurables, appelé temps d'intégration. Ce paramètre peut être vu comme le temps pendant lequel la caméra va compter des photons. Le flux de photons augmente avec la température. Il faut donc trouver un temps d'intégration de façon à ce que les capteurs puissent compter assez de photons sans arriver à saturation. La plupart des mesures considérées dans cette thèse sont réalisées avec un temps d'intégration de $1800\mu\text{s}$, lequel permet de mesurer la température entre 5°C et 45°C . Avec la calibration constructeur, une résolution thermique de 20mK est atteinte pour les mesures différentielles, cette calibration est identifiée pour une certaine gamme de temps d'intégration. Avec la calibration pixel à pixel une résolution thermique de 10mK est atteinte pour les mesures différentielles, cette calibration a été identifiée uniquement pour la caméra FLIR 1 et pour un temps d'intégration de $1800\mu\text{s}$.

3.1.5 Mesures microstructurales et faciès de rupture

Microscopie électronique à balayage (MEB)

La microscopie électronique à balayage est une technique permettant d'obtenir des images en haute résolution de la surface d'un échantillon basée sur le principe des interactions électrons-matière. Un faisceau d'électrons est émis et vient frapper la surface de l'échantillon, lequel, en réponse, émet un certain nombre de particules (électrons secondaires, électrons rétrodiffusés, électrons Auger et rayons X). Ces particules sont détectées et analysées par un certain nombre de détecteurs, qui permettent de construire une image 3D de la surface considérée. Les observations au MEB impliquent d'avoir une surface conductrice, c'est pourquoi les échantillons en PA66GF50 doivent être préalablement métallisés. Deux MEB ont été utilisés pendant le déroulement de la thèse. Le premier (modèle JEOL® JSM-56005) a été utilisé en association avec Loïc Jegou à l'IUT Science et Génie des Matériaux de Saint-Brieuc. Le deuxième (modèle JEOL® JSM-6300F) a été utilisé à l'ENSTA Bretagne. Avec cette technique, il a été possible d'étudier en détail les faciès de rupture des échantillons (observations des modes de rupture ductile et fragile par exemple).

Microscope optique KEYENCE®

Le microscope numérique VHX-5000 développé par KEYENCE® permet la prise d'images optiques pour des grossissements allant du X20 à X5000. Les fonctionnalités principales de cet

appareil sont les suivantes : prise d'images optiques 2D et 3D, mesures de longueurs, d'angles, de topographies, post-traitement automatique sur motifs répétés, panorama automatique d'images et prises d'images automatiques à intervalles réguliers. Ce microscope a été utilisé pour l'étude des faciès de rupture d'une façon plus automatisée.

Microtomographie

Pour mesurer l'orientation des fibres en 3D, des microtomographies ont été réalisées au ESRF (*European Synchrotron Radiation Facility*) sur la ligne ID19. Cette technique utilise des rayons X de haute énergie (rayonnement synchrotron), qui permettent de reconstruire en 3D la structure des échantillons (à partir de l'analyse de l'absorption des rayons X). L'énergie mise en jeu permet d'avoir une résolution spatiale suffisante pour distinguer individuellement chaque fibre dans un certain volume d'étude. Ces mesures permettent alors de mesurer les tenseurs d'orientation. Ces mesures ont été réalisées et dépouillées par Solvay *engineering plastics*.

3.2 Eprouvettes simples

Dans cette partie, le premier type d'éprouvettes considéré sera présenté. Celles-ci ont été conçues pour avoir une orientation des fibres maîtrisée dans la zone utile.

3.2.1 Eprouvettes Dogbone

La fabrication de ces éprouvettes est réalisée par Solvay *engineering plastics*. Celles-ci sont prélevées par usinage dans une plaque injectée et l'orientation des fibres dépend de l'angle de prélèvement par rapport à la direction principale d'écoulement. Les angles considérés sont : 0°, 45° et 90°. La figure 3.3 montre la position des éprouvettes au sein de la plaque suivant l'angle de prélèvement. Les plaques ont une épaisseur d'environ 3mm, la géométrie des éprouvettes est montrée dans la figure 3.4a. L'orientation des fibres dans l'épaisseur des éprouvettes a été mesurée par microtomographie. L'évolution de la composante dans la direction principale d'écoulement du tenseur d'orientation d'ordre 2, notée a_{11} , est illustrée pour les éprouvettes prélevées à 0° sur la figure 3.4b. La structure peau-cœur-peau est clairement visible. Les peaux sont bien orientées par rapport à la direction principale d'écoulement ($a_{11} \approx 1$) avec chacune une épaisseur d'environ 1.3mm. Le cœur est orienté de façon plus diffuse avec la tendance à être perpendiculaire à la direction principale d'écoulement ($a_{11} \approx 0$). L'évolution de l'orientation dans l'épaisseur pour chaque position de prélèvement est répétable sauf dans les premiers 200 μ m des peaux.

3.2.2 Éprouvettes amincies

Avec les éprouvettes Dogbone il est possible d'obtenir un état d'orientation maîtrisé, mais il n'est pas possible de travailler sur des états d'orientation constants dans l'épaisseur. Dans le but d'utiliser des éprouvettes ayant une orientation constante, les éprouvettes Dogbone ont été modifiées de façon à prélever une couche de peau ou la couche de cœur. Tout d'abord, à

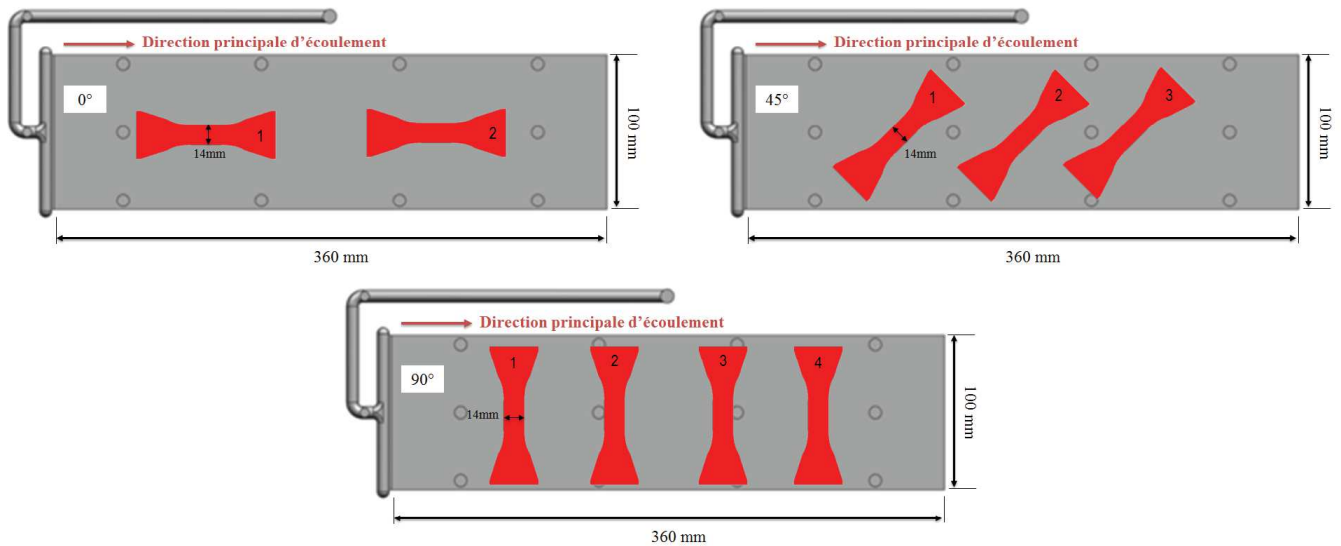
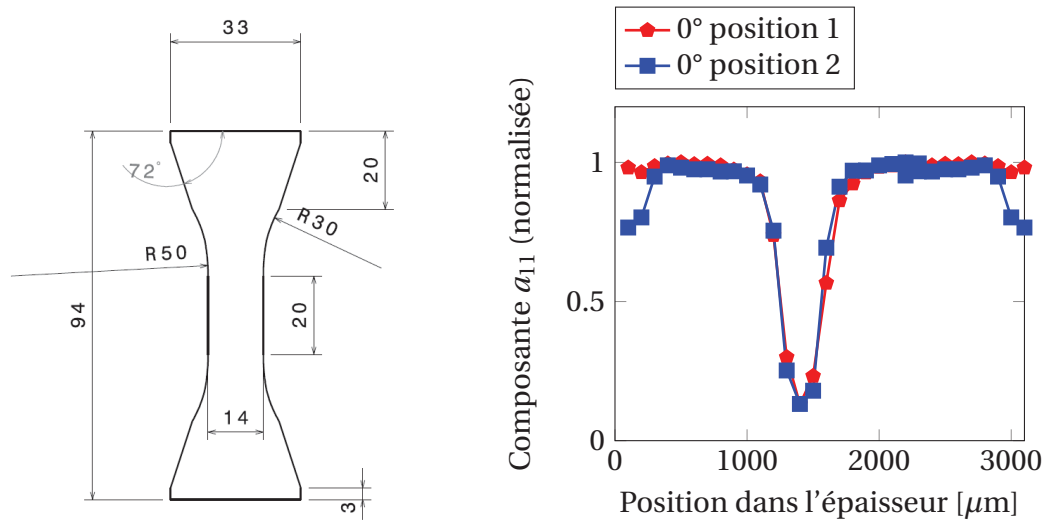


FIGURE 3.3 – Obtention des éprouvettes Dogbone.



(a) Éprouvettes Dogbone, dimensions en [mm].

(b) Évolution dans l'épaisseur de la composante a_{11} du tenseur d'orientation d'ordre 2 au centre des éprouvettes prélevées à 0° .

FIGURE 3.4 – Géométrie des éprouvettes Dogbone et évolution de l'orientation dans l'épaisseur des plaques.

l'aide d'une râpe, les couches non souhaitées sont enlevées. Ensuite, les éprouvettes sont polies pour améliorer l'état de surface irrégulier résultant de la première étape. Sur la figure 3.5a les éprouvettes amincies (peintes en noir) sont comparées à une éprouvette Dogbone. La figure 3.5b montre une éprouvette amincie mise en place dans une machine d'essais.

3.3 Éprouvettes structurales

L'injection de ces éprouvettes est réalisée par TrelleborgVibracoustic. La matière première utilisée est la même que pour les éprouvettes Dogbone sauf que le colorant noir a été ajouté. La référence



(a) Éprouvettes peau et cœur.

(b) Éprouvette amincie mise en place.

FIGURE 3.5 – Obtention et géométrie des éprouvettes amincies.

commerciale de la matière première est « TECHNYL A 218 V50 BLACK 21 N » et est fournie par Solvay *engineering plastics*. La géométrie de ces éprouvettes a été proposée par l'ENSTA Bretagne, puis les moules d'injection ont été conçus en collaboration par TrelleborgVibracoustic, ADI et Promold.

3.3.1 Philosophie des éprouvettes structurales

Comme nous l'avons déjà mentionné, les éprouvettes structurales sont conçues de façon à être représentatives des pièces réelles en terme de géométrie et d'orientation des fibres. La figure 3.6a montre un exemple de support moteur fabriqué en polyamide renforcé (avec la pièce centrale en élastomère) où nous pouvons apprécier une géométrie complexe ayant plusieurs caractéristiques. Par exemple : des nervures ayant des angles différents dans la pièce, des augmentations et réductions de l'épaisseur des nervures sont visibles, ainsi que des points où plusieurs nervures se rejoignent, etc. La figure 3.6b montre une simulation réalisée avec le logiciel MoldFlow® où nous pouvons observer les étapes de remplissage lors de l'injection d'une pièce. Cette image met en évidence la complexité de l'écoulement pendant le remplissage qui génère des états d'orientation des fibres hétérogènes. Les éprouvettes structurales sont fabriquées avec des caractéristiques géométriques similaires aux pièces et injectées avec des modes de remplissage similaires à ceux trouvés dans les pièces réelles. Les cas considérés dans cette thèse seront décrits par la suite.

3.3.2 Démarche de conception

La conception des éprouvettes structurales a demandé un travail pluridisciplinaire, la démarche de conception peut être divisée en 4 étapes :

- tout d'abord, il faut définir le type de caractéristique géométrique de l'éprouvette structurale en spécifiant l'ordre de grandeur des dimensions. Par exemple, si la caractéristique est une réduction d'épaisseur, il faut définir la taille de l'épaisseur initiale et le pourcentage de réduction (cf. Fig.3.7a). Il faut également vérifier que la capacité en effort des machines d'essais est suffisante vis-à-vis des dimensions choisies ;

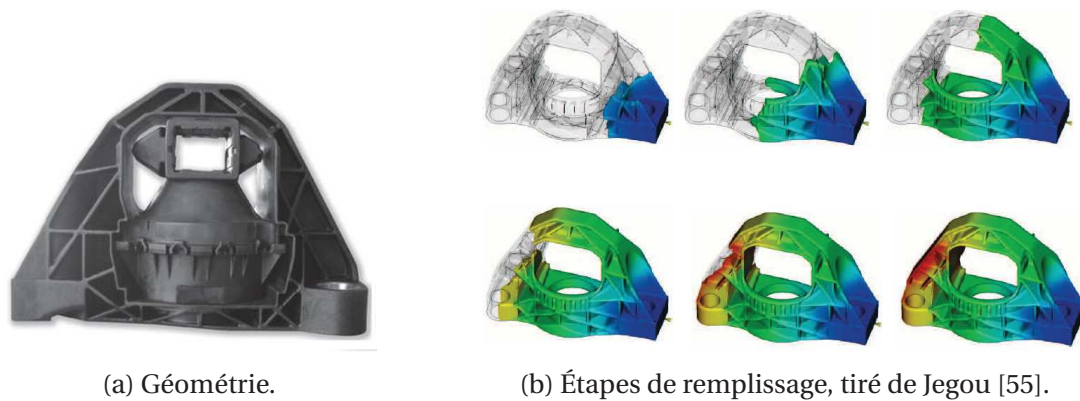


FIGURE 3.6 – Géométrie et remplissage lors de l’injection d’un support moteur.

- ensuite, il faut prendre en compte la façon dont l’éprouvette sera sollicitée mécaniquement. Dans l’exemple considéré, nous souhaitons imposer un chargement axial. Il faut donc ajouter des talons dans la géométrie pour éviter la rupture au niveau des mors, comme montré sur la figure 3.7b (en prenant aussi en compte les dimensions de la machine d’essais pour que l’éprouvette puisse être mise en place) ;
- une fois que les caractéristiques géométriques sont définies, il faut prendre en compte la faisabilité de l’éprouvette vis-à-vis du procédé d’injection. Dans notre exemple les changements d’épaisseur ne doivent pas être brutaux. La figure 3.7c montre les zones d’évolution de l’épaisseur (lignes bleues). Cette étape a été réalisée grâce à l’expertise de TrelleborgVibracoustic, ADI et Promold ;
- finalement, il faut définir le seuil d’injection (cf. Fig.3.7d) de façon à ce que le remplissage de l’éprouvette soit similaire à celui trouvé dans les pièces (nous considérons plusieurs façons d’injecter les éprouvettes pour une géométrie donnée).

3.3.3 Éprouvettes Wavy 1

Ces éprouvettes ont pour caractéristique principale une réduction suivie d’une augmentation de l’épaisseur dans leur zone utile (outre les réductions et augmentations au niveau des talons). La géométrie des éprouvettes est montrée sur la figure 3.8, où nous pouvons voir l’évolution de l’épaisseur dans la longueur par rapport au seuil d’injection et un schéma montrant que l’épaisseur évolue de façon symétrique. Le bureau d’études Promold a réalisé des simulations rhéologiques en utilisant le logiciel MoldFlow[®] pour calculer le tenseur d’orientation. Les simulations ont été utilisées par TrelleborgVibracoustic pour générer des simulations mécaniques avec prise en compte de l’orientation dans le maillage (en utilisant le logiciel Digimat[®]). La figure 3.9 montre la cartographie de la composante dans la longueur (direction x) du tenseur d’orientation d’ordre 2, notée a_{xx} , au niveau de la peau et du cœur¹ dans la zone utile des éprouvettes. Les prédictions ont été comparées avec les mesures réalisées par Solvay *engineering plastics* par microtomographie. Les évolutions de a_{xx} dans l’épaisseur au centre des éprouvettes prédite et simulée sont montrées sur la figure 3.12a. Une discussion approfondie des comparaisons

¹La peau est la partie extérieure et le cœur est la partie centrale de l’éprouvette dans l’épaisseur.

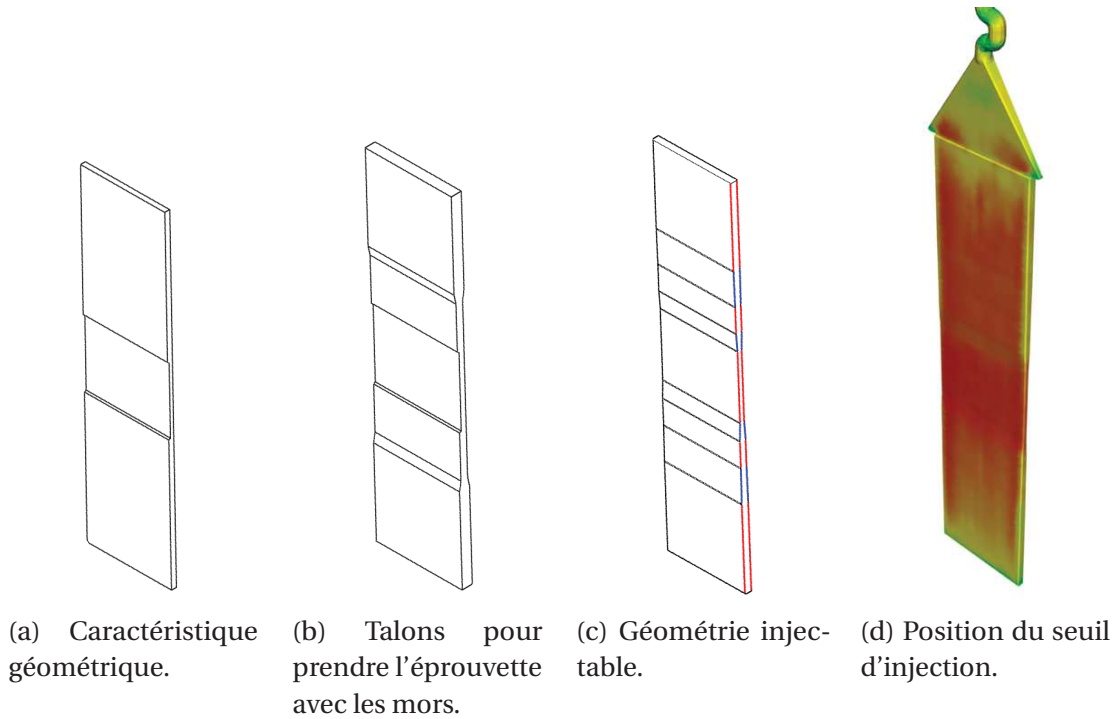


FIGURE 3.7 – Démarche de conception des éprouvettes structurales.

entre les microstructures prédite et mesurée pour les éprouvettes sera présentée dans le chapitre 5. L'objectif principal de ces éprouvettes est d'étudier le comportement en fatigue d'un état d'orientation issu d'un écoulement convergent (réduction de l'épaisseur) et après divergent (augmentation de l'épaisseur).

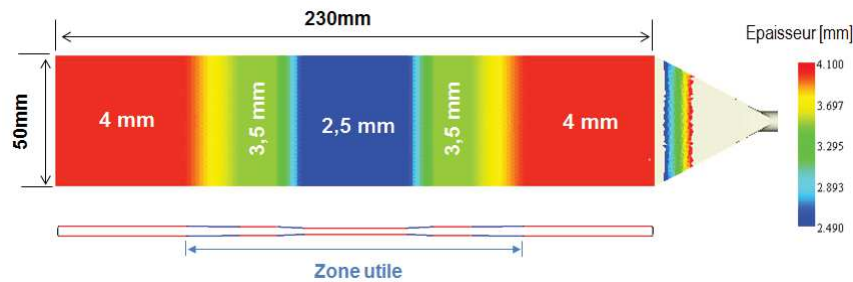


FIGURE 3.8 – Géométrie des éprouvettes Wavy 1, image tirée du rapport réalisé par Promold.

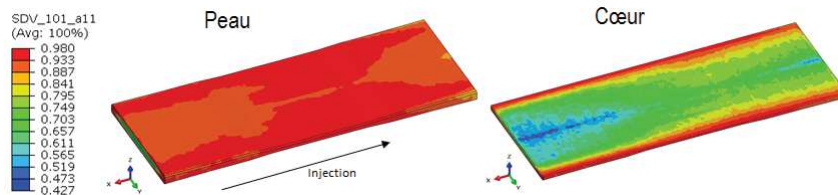


FIGURE 3.9 – Cartographie de la composante a_{xx} du tenseur d'orientation d'ordre 2 dans la zone utile des éprouvettes, image tirée du rapport réalisé par TrelleborgVibracoustic.

3.3.4 Éprouvettes Wavy 2

Ces éprouvettes ont pour caractéristique principale une réduction suivie d'une augmentation de l'épaisseur répétées deux fois dans leur zone utile (ce qui donne deux zones distinctes ayant une épaisseur minimale). La géométrie des éprouvettes est montrée sur la figure 3.10, où nous pouvons voir l'évolution de l'épaisseur suivant la longueur par rapport au seuil d'injection. Comme pour la Wavy 1, les simulations MoldFlow® (cf. Fig.3.11) et les comparaisons mesures/prédictions (cf. Fig.3.12b) sont montrées. L'objectif principal de ces éprouvettes est d'étudier le comportement en fatigue d'un état d'orientation issu d'un écoulement convergent (réduction de l'épaisseur) et après divergent (augmentation de l'épaisseur) répété deux fois.

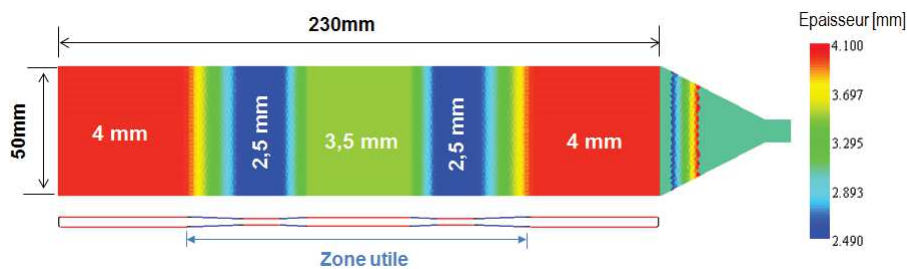


FIGURE 3.10 – Géométrie des éprouvettes Wavy 2, image tirée du rapport réalisé par Promold.

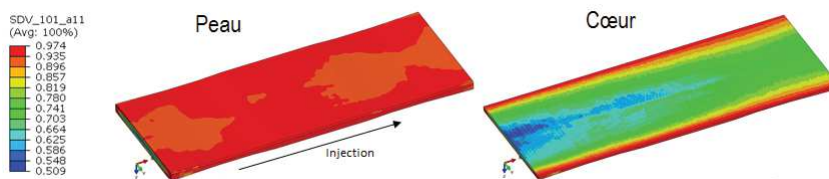


FIGURE 3.11 – Cartographie de la composante a_{xx} du tenseur d'orientation d'ordre 2 dans la zone utile des éprouvettes, image tirée du rapport réalisé par TrelleborgVibracoustic.

3.3.5 Éprouvettes T-Bone

Ces éprouvettes ont une forme de « T ». Leur objectif est de se ressembler aux nervures des pièces réelles. La géométrie « envisagée » des éprouvettes est montrée sur la figure 3.13. Nous avons considéré deux façons d'injecter ces éprouvettes, tel que montré sur la figure 3.14. La T-Bone 1A est injectée par la tige centrale et la T-bone 1B est injectée par un des côtés de la semelle. L'objectif est d'obtenir des états d'orientations des fibres différents en gardant la même géométrie. Lors de l'injection des éprouvettes, un problème classique de retrait a été observé, c'est-à-dire que la semelle des éprouvettes n'est pas complètement plane. La figure 3.15 illustre la différence entre les géométries envisagée et réelle des éprouvettes. Les simulations MoldFlow® des éprouvettes sont montrées sur la figure 3.16. Les mesures microtomographiques n'ont été réalisées que pour la T-Bone 1B, la comparaison de la composante a_{xx} du tenseur d'orientation d'ordre 2 au niveau de l'épaisseur est montrée sur la figure 3.17.

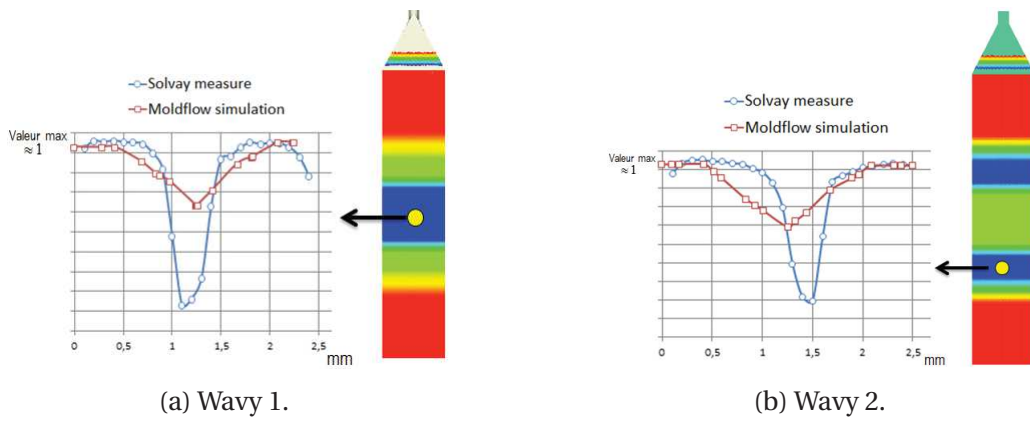


FIGURE 3.12 – Comparaisons mesures/prédictions au niveau de l'épaisseur. Composante a_{xx} .

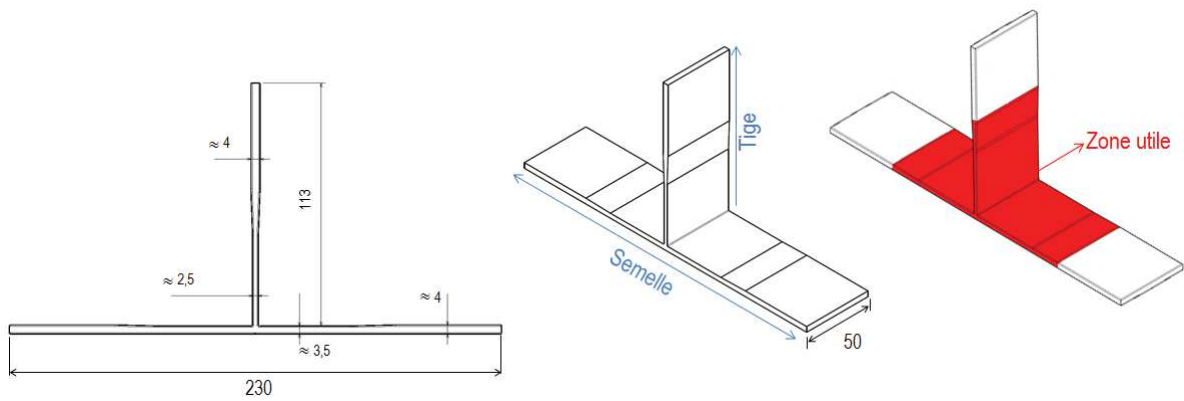


FIGURE 3.13 – Géométrie et zone utile des éprouvettes T-Bone, dimensions en [mm].

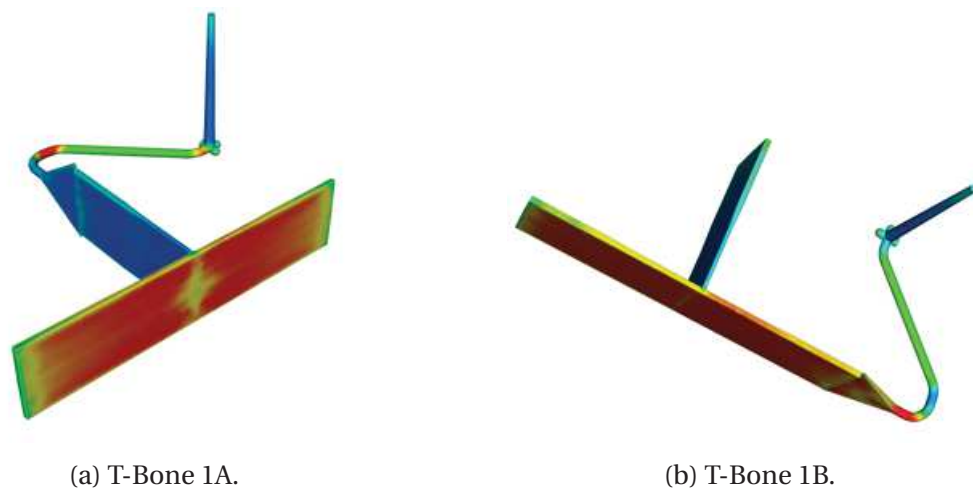


FIGURE 3.14 – Injections des éprouvettes T-Bone.

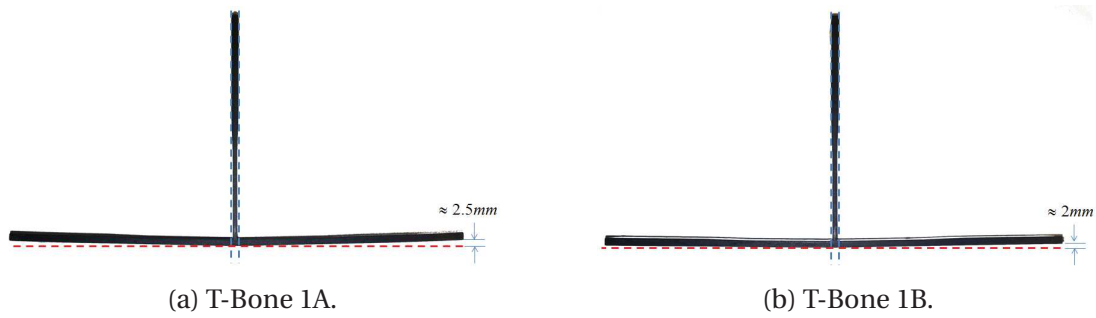


FIGURE 3.15 – Schématisation de la différence entre les géométries envisagée et réelle des éprouvettes T-Bone.

3.4 Conditionnement des éprouvettes

Le conditionnement des éprouvettes a été réalisée par absorption d'eau. Les éprouvettes sont placées dans des enceintes thermo-hygrométriques à température et humidité relative constantes. Le conditionnement est considéré terminé lorsque l'évolution de la masse des éprouvettes arrive à stabilisation. Les éprouvettes Dogbone ont été conditionnées par Solvay *engineering plastics*, la température de conditionnement est de 60°C et les humidités relatives étudiées sont de 50% et 80%. Les éprouvettes structurales ont été conditionnées soit par Solvay *engineering plastics* soit par TrelleborgVibracoustic, la température de conditionnement considérée est de 60°C pour la plupart de cas et de 90°C dans quelques cas, l'humidité relative considérée est de 50%. Après le conditionnement, les éprouvettes (Dogbone ou structurales) sont mises dans des enveloppes étanches pour conserver leur état hygrométrique jusqu'à leur utilisation. Dans le cas des éprouvettes amincies, elles sont systématiquement conditionnées avant les essais mécaniques. Dans le but de prévenir la perte du conditionnement préalable, elles sont conditionnées à l'ENSTA Bretagne à une température de 60°C et une humidité relative de 50%.

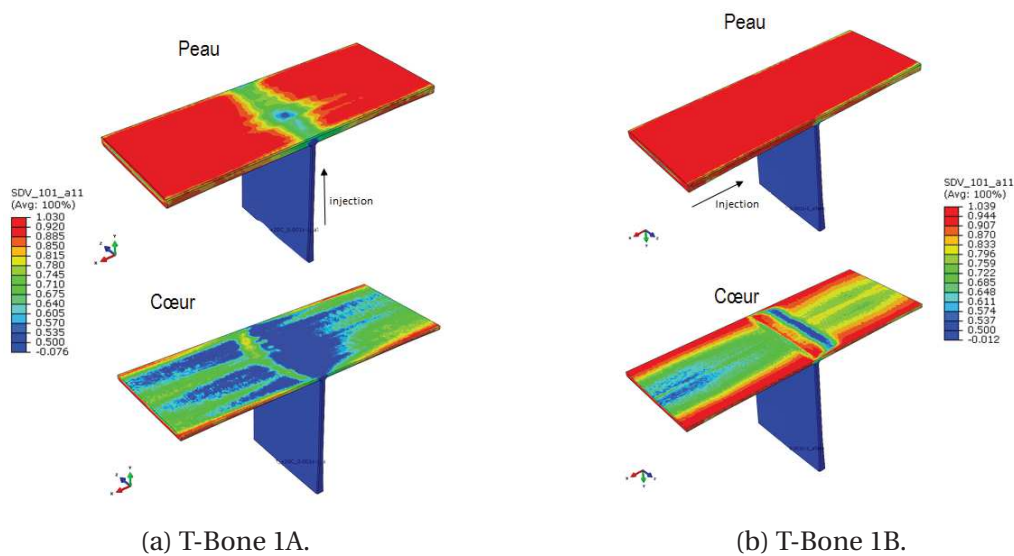


FIGURE 3.16 – Cartographie de la composante a_{xx} du tenseur d'orientation d'ordre 2 dans la zone utile des éprouvettes, image tirée du rapport réalisé par TrelleborgVibracoustic.

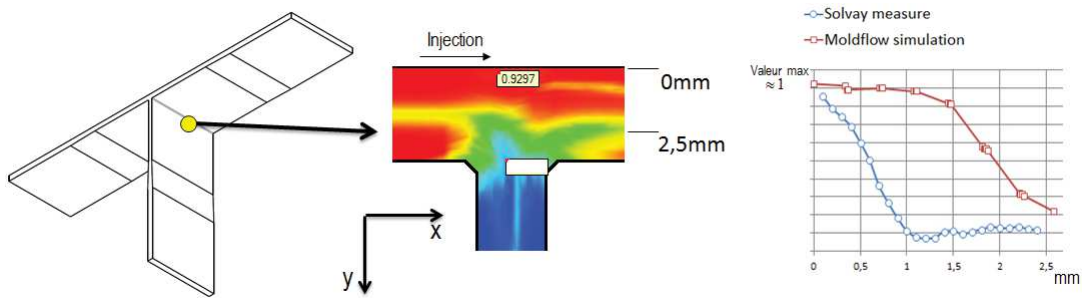
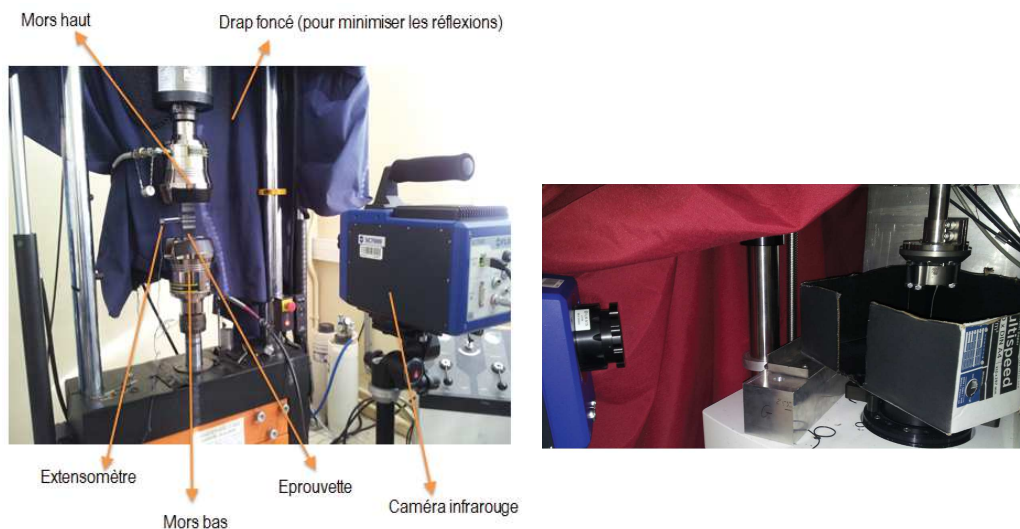


FIGURE 3.17 – Comparaisons mesures/prédictions au niveau de l'épaisseur des éprouvettes T-Bone 1B, image tirée du rapport réalisé par Promold.

3.5 Dispositifs expérimentaux et protocoles de sollicitation

3.5.1 Essais d'auto-échauffement

Les essais d'auto-échauffement sont réalisés à l'aide des machines INSTRON® ou BOSE® suivant le type d'éprouvette considéré. Les dispositifs expérimentaux sont présentés sur la figure 3.18. Pour minimiser les perturbation sur les mesures thermiques, trois protections sont mises en place : les éprouvettes Dogbone sont peintes en noir pour maximiser l'émissivité (même si elle est de l'ordre de 0.94 sans peinture). Une boîte peinte en noir à l'intérieur est utilisée pour protéger l'éprouvette des réflexions et aussi pour avoir une bonne estimation de la température ambiante (cf. Fig.3.18b). La dernière est un drap qui vient couvrir le dispositif expérimental pour limiter toute autre réflexion sur la caméra infrarouge.



(a) Dispositif expérimental avec l'INSTRON®. (b) Dispositif expérimental avec la BOSE®.

FIGURE 3.18 – Dispositifs expérimentaux pour les essais d'auto-échauffement.

Les éprouvettes sont soumises à des chargements cycliques avec un rapport de charge constant et une fréquence de sollicitation maximale de 3Hz constante pour chaque essai. La fréquence d'acquisition de la caméra est fixée selon les besoins en fonction de l'analyse thermique. Si nous voulons mesurer l'augmentation initiale de température, une fréquence de 20Hz est utilisée. Si

nous voulons mesurer l'augmentation de température après stabilisation, la fréquence d'acquisition considérée est comprise entre 0.7Hz et 3Hz. Plusieurs paliers de chargement ayant des amplitudes de contrainte différentes sont réalisés. Entre deux paliers l'éprouvette est maintenue déchargée pendant un temps suffisant pour revenir à l'équilibre thermique. Pour chaque résultat montré par la suite, le rapport de charge, la fréquence de chargement, la fréquence d'acquisition et le type d'analyse thermique seront spécifiés. Les données mécaniques acquises par la machine (force et déplacement du vérin) et celles de l'extensomètre (déplacement des couteaux) sont systématiquement enregistrées.

3.5.2 Essais de fatigue

Les essais de fatigue sont réalisés principalement sur les machines INSTRON® et BOSE®. Quelques essais de fatigue (longs) sont réalisés sur la machine MTS®. Les éprouvettes sont soumises à des chargements cycliques avec un rapport de charge constant jusqu'à la rupture, la fréquence de chargement considérée est de 1Hz pour la plupart des essais et de 2Hz pour quelques essais longs (>100000 cycles). La température est mesurée au début de l'essai (pour vérifier la répétabilité par rapport aux essais d'auto-échauffement). Pour quelques essais, la température est suivie jusqu'à la rupture de l'éprouvette dans le but d'étudier la réponse thermique à la rupture et mesurer de façon précise les zones de rupture. Les données mécaniques sont aussi enregistrées. La plupart des essais de fatigue sont réalisés à température et humidité relative ambiante, la durée maximale d'un essai est de l'ordre d'une semaine. Des suivis de masse sur des éprouvettes Dogbone et structurelles ont montré que la perte en eau d'une éprouvette aux conditions de l'ambiante est négligeable sur une semaine.

3.5.3 Essais réalisés avec mesure du champ de déplacement

Une partie des essais ont été réalisés avec mesure thermique et du champ de déplacement en même temps. La figure 3.19a montre le dispositif expérimental où nous pouvons voir que le champ de déplacement est mesuré d'un côté de l'éprouvette et le champ thermique de l'autre côté. Pour que la mesure du champ de déplacement soit possible il faut faire un mouchetis sur l'éprouvette, tel que montré sur la figure 3.19b. Ce type d'essais a été réalisé pour des chargements monotones et cycliques.



(a) Dispositif expérimental.



(b) Exemple de mouchetis.

FIGURE 3.19 – Essais avec mesure thermique et du champ de déplacement.

3.6. Campagnes expérimentales réalisées

Éprouvette \ Essai	Auto-échauffement	Fatigue	Faciès de rupture	Corrélation d'images	T et RH	Charg. complexes
Dogbone 0°	$R = 0/0.1/0.3/ - 1$ 1Hz et 3Hz axial	$R = 0/0.1/0.3/ - 1$ 1Hz	Oui	Non	RH50 Tamb (température ambiante)	Non
Dogbone 45°	$R = 0/0.1/0.3/ - 1$ 1Hz et 3Hz axial	$R = 0/0.1/0.3/ - 1$ 1Hz	Oui	Non	RH50 Tamb, 45°C, 60°C et 80°C RH80 Tamb	Plusieurs blocs, fluage +fatigue
Dogbone 90°	$R = 0/0.1/0.3/ - 1$ 1Hz axial	$R = 0/0.1/0.3/ - 1$ 1Hz	Oui	Non	RH50 Tamb	Non
Ep. Amincies peau et cœur	$R = 0$ 1Hz axial	$R = 0$ 1Hz axial	Oui	Non	RH50 Tamb	Non
Wavy 1	$R = 0$ 1Hz axial	$R = 0$ 1Hz	Non	Oui	DAM et RH50 Tamb	Non
Wavy 2	$R = 0$ 1Hz axial	$R = 0$ 1Hz	Non	Oui	DAM et RH50 Tamb	Non
T-Bone 1A	$R = 0$ 1Hz axial et flexion	$R = 0$ 1Hz	Non	Non	RH50 Tamb	Non
T-Bone 1B	$R = 0$ 1Hz axial et flexion	$R = 0$ 1Hz	Non	Oui	RH50 Tamb	Non

TABLE 3.1 – Types d'essais pour chaque type d'éprouvette en fonction du rapport de charge, fréquence, teneur en humidité, type de chargement, etc.

3.6 Campagnes expérimentales réalisées

Dans cette partie nous montrons les campagnes expérimentales réalisées pendant le déroulement de la thèse. Les spécificités de chaque type d'essai seront montrées dans les prochains chapitres. L'objectif est de proposer une vue d'ensemble et de se faire une idée de l'ampleur expérimentale de la thèse. La table 3.1 présente les différents types d'essais pour chaque éprouvette en fonction du rapport de charge, fréquence, teneur en humidité, type de chargement, etc. Elle montre aussi pour quels cas les faciès de rupture et les corrélations d'images ont été réalisées.

3.7 Bilan

Au cours de ce chapitre nous avons montré le matériel disponible, les caractéristiques principales en terme d'orientation et géométrie des éprouvettes à tester et les protocoles de sollicitation. Toutes ces informations nous permettront d'interpréter les résultats des essais. Par la suite, dans ce manuscrit nous montrerons les protocoles expérimentaux spécifiques à chaque éprouvette et les résultats issus des campagnes d'essais. Des comparaisons entre les résultats expérimentaux et des simulations par éléments finis seront aussi présentées.

