

TABLE DES MATIÈRES

	Page
INTRODUCTION.....	1
CHAPITRE 1 REVUE DE LA LITTÉRATURE	3
1.1 Bases de données et critères de conception dans le domaine éolien.....	3
1.2 Effets des conditions nordiques sur les propriétés statiques des composites.....	4
1.2.1 Effets sur les constituants	4
1.2.1.1 Matrice	4
1.2.1.2 Fibre	6
1.2.1.3 Interface	7
1.2.2 Effets sur les composites	8
1.2.2.1 Effets hygrothermiques.....	8
1.2.2.2 Effets des cycles hygrothermiques	10
1.3 Effets des conditions nordiques sur les propriétés en fatigue des composites	12
1.3.1 Effets de l'humidité.....	13
1.3.2 Effets des basses températures	13
1.3.3 Effets combinés de la température et de l'humidité.....	15
1.4 Synthèse de la revue de la littérature.....	15
CHAPITRE 2 MÉTHODOLOGIE	17
2.1 Démarche expérimentale	17
2.2 Choix et fabrication des matériaux.....	19
2.3 Évaluation des taux de constituants	20
2.4 Préparation des échantillons	21
2.5 Conditionnement des échantillons	21
2.5.1 Saturation en humidité	22
2.5.2 Cycles thermiques	23
2.6 Caractérisation	23
2.6.1 Caractérisation en fatigue	23
2.6.2 Caractérisation de l'interface fibre-matrice.....	27
CHAPITRE 3 RÉSULTATS.....	33
3.1 Évaluation des taux de constituants	33
3.2 Résultats de la saturation en humidité	33
3.3 Résultats des essais en fatigue.....	33
3.4 Caractérisation des interfaces	40
CHAPITRE 4 ANALYSE.....	45
4.1 Comparaison des vies en fatigue	45
4.1.1 Effet des cycles thermiques	47
4.1.2 Effet de l'humidité.....	53

4.1.3	Effet de la température	55
4.1.4	Effet combiné de l'humidité et de la température	57
4.2	Analyse de l'adhérence à l'interface	62
CONCLUSION.....		65
RECOMMANDATIONS		67
ANNEXE I	FICHES TECHNIQUES	69
ANNEXE II	RÉSULTATS DÉTAILLÉS DES PYROLYSES	83
BIBLIOGRAPHIE		95

LISTE DES TABLEAUX

	Page
Tableau 1.1	Comparaison des coefficients de dilatation thermique..... 10
Tableau 2.1	Paramètres de coupe..... 21
Tableau 2.2	Paramètres des essais en fatigue 26
Tableau 2.3	Seuils significatifs de la valeur-p 28
Tableau 2.4	Classification des états de surface après rupture 28
Tableau 3.1	Taux de constituants moyen des plaques 33
Tableau 3.2	Résultats des essais en fatigue pour les échantillons secs et nomenclature utilisée pour l'identification dans les graphiques présentée entre parenthèses 35
Tableau 3.3	Résultats des essais en fatigue pour les échantillons secs et nomenclature utilisée pour l'identification dans les graphiques présentée entre parenthèses 36
Tableau 3.4	Résultats des essais en fatigue pour les échantillons saturés et nomenclature utilisée pour l'identification dans les graphiques présentée entre parenthèses 37
Tableau 3.5	Résultats des essais en fatigue pour les échantillons saturés et nomenclature utilisée pour l'identification dans les graphiques présentée entre parenthèses 38
Tableau 3.6	Évaluation des interfaces 40
Tableau 4.1	Résultats des ANCOVA pour détecter les effets des cycles thermiques 52
Tableau 4.2	Évaluation de l'effet des cycles thermiques sur la résistance de l'interface 62
Tableau 4.3	Évaluation de l'effet de l'humidité sur la résistance de l'interface..... 63
Tableau 4.4	Évaluation de l'effet de la température sur la résistance de l'interface 63

LISTE DES FIGURES

	Page
Figure 2.1	Division du projet de caractérisation 18
Figure 2.2	Plan d'expérience 18
Figure 2.3	Schéma du montage d'infusion 20
Figure 2.4	Schéma de la plaque après usinage 22
Figure 2.5	Cycle thermique..... 23
Figure 2.6	Cycles de chargement en fatigue 24
Figure 2.7	Fibres nues 29
Figure 2.8	Mauvaise adhésion de l'interface 30
Figure 2.9	Adhésion partielle de l'interface 30
Figure 2.10	Bonne adhésion de l'interface 31
Figure 3.1	Résultats des essais de fatigue représentés en contraintes absolues 39
Figure 3.2	Résultats des essais de fatigue représentés en contraintes relatives 39
Figure 3.3	Interface notée 0 observée sur l'échantillon T05-06 après des essais à sec, sans cycles thermiques, à température ambiante sous une contrainte cyclique maximale de 314 MPa 41
Figure 3.4	Interface notée 1 observée sur l'échantillon T03-10 après des essais à sec, avec cycles thermiques, à température ambiante sous une contrainte cyclique maximale de 419 MPa 41
Figure 3.5	Interface notée 2 observée sur l'échantillon T05-06 après des essais à sec, sans cycles thermiques, à température ambiante sous une contrainte cyclique maximale de 314 MPa 42
Figure 3.6	Interface notée 3 observée sur l'échantillon T02-04 après des essais saturés en humidité, sans cycles thermiques, à -40 °C sous une contrainte cyclique maximale de 314 MPa 42
Figure 3.7	Apparence des fibres nues avant la fabrication 43

Figure 4.1	Résultats des essais de fatigue représentés en contraintes absolues avec courbe de tendance sec, non cyclé, température ambiante	46
Figure 4.2	Résultats des essais de fatigue représentés en contraintes relatives avec courbe de tendance sec, non cyclé, température ambiante	46
Figure 4.3	Effets des cycles thermiques sur les échantillons secs testés à température ambiante représentés en contraintes absolues	48
Figure 4.4	Effets des cycles thermiques sur les échantillons secs testés à température ambiante représentés en contraintes relatives.....	48
Figure 4.5	Effets des cycles thermiques sur les échantillons humides testés à température ambiante représentés en contraintes absolues	49
Figure 4.6	Effets des cycles thermiques sur les échantillons humides testés à température ambiante représentés en contraintes relatives.....	49
Figure 4.7	Effets des cycles thermiques sur les échantillons secs testés à basse température représentés en contraintes absolues	50
Figure 4.8	Effets des cycles thermiques sur les échantillons secs testés à basse température représentés en contraintes relatives	50
Figure 4.9	Effets des cycles thermiques sur les échantillons saturés testés à basse température représentés en contraintes absolues	51
Figure 4.10	Effets des cycles thermiques sur les échantillons saturés testés à basse température représentés en contraintes relatives.....	51
Figure 4.11	Effet de l'humidité représenté en contraintes absolues	54
Figure 4.12	Effet de l'humidité représenté en contraintes relatives.....	54
Figure 4.13	Effet de la température représenté en contraintes absolues	56
Figure 4.14	Effet de la température représenté en contraintes relatives	56
Figure 4.15	Effet combiné de la température et de l'humidité représenté en contraintes absolues	58
Figure 4.16	Effet combiné de la température et de l'humidité représenté en contraintes relatives.....	59
Figure 4.17	Effet de la saturation à basse température représenté en contraintes absolues	59
Figure 4.18	Effet de la saturation à basse température représenté en contraintes relatives	60

Figure 4.19	Effet de la température pour les échantillons saturés représenté en contraintes absolues	60
Figure 4.20	Effet de la température pour les échantillons saturés représenté en contraintes relatives	61

LISTE DES SYMBOLES ET UNITÉS DE MESURE

F_m	Facteur de rétention des propriétés de la matrice
M_r	Fraction massique d'humidité dans la matrice
P	Propriétés dégradées de la matrice
P_0	Propriétés initiales de la matrice
S_u	Limite de résistance en traction du matériau
T	Température actuelle
T_0	Température de référence
T_g	Température de transition vitreuse
T_{g0}	Température de transition vitreuse à l'état sec
T_{gw}	Température de transition vitreuse dégradée par l'humidité
T_β	Température de transition bêta
T_γ	Température de transition gamma
v_f	Teneur volumique de fibre
v_m	Teneur volumique de matrice
v_v	Teneur volumique de vide
R	Rapport de charge
r	Niveau de charge
α_c	Coefficient de dilatation thermique du composite
α_f	Coefficient de dilatation thermique de la fibre
α_m	Coefficient de dilatation thermique de la matrice

XX

σ_{max} Contrainte maximale

σ_{min} Contrainte minimale

INTRODUCTION

La dépendance du Québec par rapport au pétrole pourrait lui coûter [...] cher dans le futur; pas seulement au plan économique, mais également au plan social.

(Brassard, 2011)

Le Canada devra, dans les prochaines années, diversifier son approvisionnement énergétique. L'atlas éolien produit par Environnement Canada (2005) démontre que le Nord canadien présente un potentiel éolien remarquable. L'étude sur le potentiel éolien produite par Ait-Driss *et al.* (2004) présente des résultats semblables pour les régions au nord du 52^e parallèle. Afin de saisir les opportunités qui s'offrent à nous, nous devons développer les technologies qui permettront d'opérer efficacement des éoliennes en milieu nordique. Le climat de ces régions pose un défi de taille aux éoliennes modernes. Un des objectifs du Réseau stratégique du CRSNG sur l'énergie éolienne (WESNet) est de permettre l'élaboration de solutions innovatrices aux défis techniques en matière d'énergie éolienne dans le contexte du climat et de la géographie particulière du Canada tel qu'il a été décrit dans la présentation WESNet (2010).

Un de ces défis techniques, tel qu'il a été souligné par le rapport IEA (2008), est d'assurer la fiabilité et la durabilité des équipements dans ces conditions d'opération. C'est pourquoi ce projet a pour objectif d'évaluer les effets environnementaux du climat nordique sur la durée de vie en fatigue des composites à fibres unidirectionnels utilisés pour la fabrication des pales d'éoliennes. La connaissance de ces effets permettra d'ajuster les modèles de conception de pales afin d'assurer la fiabilité et la durabilité des éoliennes.

Le premier chapitre de ce mémoire présente un condensé des recherches antérieures concernant le sujet de ce mémoire. Le premier volet traite plus particulièrement du domaine éolien. Le reste du chapitre aborde la littérature plus fondamentale traitant des effets de l'humidité, de la température et de la fréquence de sollicitation sur les composites.

Le second chapitre débute par une présentation de la démarche expérimentale de ce projet. Il traite ensuite des divers paramètres expérimentaux tels que le choix des matériaux, la méthode de fabrication, la préparation et le conditionnement des échantillons, et finalement les méthodes de caractérisation employées.

Le troisième chapitre présente l'ensemble des résultats expérimentaux. Cette section est segmentée pour présenter les courbes de Wöhler, les résultats de la caractérisation des interfaces et l'évaluation des vitesses d'endommagement.

Le quatrième chapitre constitue en une analyse des résultats obtenus. Les résultats obtenus pour les groupes de contrôles et les groupes ayant subi divers conditionnements y sont comparés.

Finalement, les deux derniers chapitres présentent les recommandations quant aux avenues qui restent à explorer et la conclusion de ce mémoire.

CHAPITRE 1

REVUE DE LA LITTÉRATURE

Ce chapitre présente une revue de la littérature concernant le sujet de ce projet. Il y est démontré que, malgré le grand nombre de recherches sur les effets de la fatigue chez les composites, peu de chercheurs ont tenté d'évaluer les effets des températures nordiques et des cycles thermiques à basse température.

1.1 Bases de données et critères de conception dans le domaine éolien

Les composites sont maintenant fortement associés aux éoliennes modernes. Ils répondent aux critères de rigidité, de densité et de résistance en fatigue nécessaires au domaine de l'éolien tel qu'il a été présenté par Brøndsted *et al.* (2005). Cette classe de matériaux permet d'obtenir un matériau sur mesure avec des propriétés « à la carte ».

Malgré cet avantage, les conditions d'opération des éoliennes et les types de chargement cycliques auxquels sont soumises les pales ne sont pas typiques des autres utilisations des composites. Tel qu'il est présenté par Veers *et al.* (2003), plusieurs recherches antérieures ont tenté de caractériser les performances en fatigue d'un large éventail de composites dans diverses conditions d'opération. La base de données européenne FACT et la base de données de l'université du Montana DOE/MSU, présentées dans Mandell *et al.* (1992) et Mandell *et al.* (2010), ont permis une première évaluation des effets des taux de renforts et de la composition des laminés sur les propriétés mécaniques et la durée de vie en fatigue. Plus récemment, la base de données OptiDAT, présentée par Nijssen et van Wingerde (2005), Nijssen *et al.* (2006) et Janssen *et al.* (2006), a permis de recueillir des informations plus pertinentes au domaine éolien en rapport aux chargements à amplitude variable, aux chargements multiaxiaux, aux conditions environnementales extrêmes, à l'effet des laminés épais et des réparations, à l'évaluation de la résistance résiduelle et des propriétés, et à l'établissement des recommandations de conception.

Plusieurs chercheurs, comme Kong *et al.* (2004) et Shokrieh et Rafiee (2005), utilisent les données actuellement disponibles pour valider les durées de vies en fatigue des pales pour des

conditions d'opérations normales. L'optimisation structurale des pales pourra tenir compte du climat nordique quand les effets du froid seront mieux connus.

Le rapport de Laakso *et al.* (2010) mentionne le manque d'informations spécifiques sur les propriétés des matériaux et des lubrifiants dans le contexte d'éoliennes en milieu nordique. Il présente également des résultats d'essais de fatigue sur des racines de pales. Les résultats à basse température présentent une résistance en fatigue légèrement supérieure aux résultats à température ambiante. Toujours selon les auteurs, on pourrait donc espérer que le fonctionnement d'une éolienne à basse température ne soit pas nécessairement néfaste à sa durée de vie.

1.2 Effets des conditions nordiques sur les propriétés statiques des composites

Les recherches à propos des effets climatiques sur la performance en fatigue des composites peuvent se diviser en deux catégories, l'étude des effets sur les constituants et l'étude des effets sur les composites.

1.2.1 Effets sur les constituants

Mortaigne (2005) cerne bien le problème de la dégradation des composites en écrivant « Le vieillissement peut agir sur chacun des constituants de manière individuelle ou combinée, mais également à l'interface entre les fibres et la matrice qui est très souvent un lieu privilégié de dégradation. ». Cette section est divisée de façon à présenter les recherches théoriques et expérimentales qui se sont concentrées sur les constituants individuels et leurs relations micro-mécaniques. Voici un aperçu des recherches dans ce domaine.

1.2.1.1 Matrice

La plupart des effets environnementaux se produisent dans la matrice. Un polymère, peu importe sa nature, est sensible à l'humidité et à la température. Beaucoup de recherches se sont concentrées sur les effets d'un environnement extrême sur la matrice.

La rigidité, la résistance et la ductilité de la matrice sont fortement dépendantes de la température. Des relations empiriques pour les effets hygrothermiques sur les polymères ont été formulées assez tôt. Les relations de Chamis (1984) présentées aux équations 1.1 et 1.2 indiquent une réduction abrupte des propriétés mécaniques lorsque la température de la matrice approche T_{gw} tandis qu'à plus basse température la variation est quasi linéaire. Une seconde relation définit une valeur de T_{gw} inférieure à T_g en fonction de T_g et du taux d'humidité du composite. Les résultats expérimentaux concordent bien avec les relations de Chamis pour les températures élevées. Ces relations peuvent être utilisées pour déterminer les propriétés d'un composite à l'aide de la théorie classique des laminés. Le lecteur pourra se référer à Gibson (2007) ou à Hull et Clyne (2001) pour plus de détails sur celle-ci.

$$F_m = \frac{P}{P_0} = \left[\frac{T_{gw} - T}{T_g - T_0} \right]^{\frac{1}{2}} \quad (1.1)$$

$$T_{gw} = (0,005 * M_r^2 - 0,10 * M_r + 1) * T_{g0} \quad (1.2)$$

Au-dessus de T_g , le polymère atteint un état caoutchouteux en raison de la réorganisation des chaînes moléculaires. Selon Chateauinois *et al.* (1995), cette température peut être détectée par une augmentation de l'amortissement interne aussi appelé module de perte. À plus basse température, le polymère gagne en rigidité et en résistance, mais perd en ductilité comme présenté par Dutta et Hui (1996). Les chaînes de molécules se réorganisent également lors des transitions T_β et T_γ à basse température. Ces transitions peuvent aussi être détectées par une augmentation de l'amortissement interne. Le taux d'humidité dans un composite réduit les températures T_g , T_β et T_γ . Les époxy étudiés par Adams et Singh (2001) présentent une température T_β initiale de -46 °C qui descend à -72 °C en fonction du taux d'humidité. Ces variations dans les températures de transitions sont également documentées par Mahieux (2006). L'augmentation du module de perte près des températures de test pourrait affecter la durée de vie à basse température.

L'auteur Komorowski (1983a) présente un résumé d'un très grand nombre de recherches et cerne les principales conclusions de celles-ci. Il mentionne entre autres que de faibles variations dans la composition chimique du polymère ou dans le contrôle du traitement de post-cuisson peuvent produire des composites aux propriétés mécaniques initialement semblables, mais avec des résistances environnementales différentes. Il est donc nécessaire de porter une très grande attention à ces détails lors de la production d'échantillons.

La saturation en eau de la matrice dépend du temps d'immersion, mais aussi de son comportement de résorption. Tel qu'il a été présenté par Zhou et Lucas (1999a), Zhou et Lucas (1999b) et Marsh *et al.* (1984), la majorité de l'eau absorbée par une matrice époxyde peut s'évaporer de la matrice en milieu sec, mais une partie requiert des températures au-dessus de T_g pour être extraite. Dans des conditions d'utilisation normales, une pièce structurelle en composite ne devrait pas être soumise à des températures au-dessus de T_g et donc une quantité d'eau reste toujours dans la matrice.

1.2.1.2 Fibre

En raison de sa nature, la fibre de verre est relativement stable et peu affectée par son environnement. Cependant, sans la protection de la matrice, elle se dégrade en milieu acide ou basique comme l'indiquent Mortaigne (2005) et Mahieux (2006). Une exposition à l'humidité de l'air ou une immersion dans l'eau dégrade également la contrainte ultime en tension de la fibre tel qu'il a été mentionné dans Maxwell *et al.* (2005). La fibre de verre possède un coefficient de dilatation isotrope contrairement aux fibres de carbone qui présentent un comportement anisotrope tel qu'il est présenté dans Hull et Clyne (2001).

Encore selon les recherches de Komorowski (1983a), les propriétés mécaniques du composite principalement dues aux propriétés des fibres semblent peu affectées par les effets de la température et de l'humidité.

1.2.1.3 Interface

Même si l'interface n'est pas à proprement parler un des constituants d'un composite, plusieurs phénomènes importants de dégradations se produisent dans cette zone. Les effets sur l'interface peuvent fortement influencer les propriétés globales d'un composite. Son importance est bien présentée dans l'extrait suivant :

La sensibilité des interfaces aux agressions extérieures est un paramètre prépondérant de la pérennité des performances du composite. Le délaminage entre [les] couches est le mode d'endommagement le plus critique pour l'intégrité des CMO¹ avec des fonctions structurales. La rupture peut se produire dans la matrice, entre les plis, mais également par une décohésion entre les fibres et la matrice. Mortaigne (2005)

Dans l'article de Ray (2006), l'auteur note qu'une augmentation de la température lors du conditionnement humide produit une dégradation irréversible de l'interface. Les résistances au cisaillement interlaminaire obtenues montrent une dégradation en fonction de la quantité d'eau dissoute dans la matrice, mais avec un effet plus prononcé pour le conditionnement à haute température. Cette dégradation de l'interface lors d'un traitement de saturation à haute température a d'ailleurs été noté plus tôt par Chateauminois *et al.* (1994).

Les résultats de Li (2000) démontrent également une réduction de la résistance de l'interface lors d'un conditionnement humide pour les échantillons verre/époxy.

Il est possible d'observer l'effet d'un changement de propriétés de l'interface à l'aide d'un microscope électronique après la rupture d'un échantillon. L'analyse de la surface des fibres permet d'évaluer la qualité de l'interface tel qu'il a été présenté dans Bergeret et Krawczak (2006), Ray (2006) et Hull et Clyne (2001). Une fibre d'apparence lisse, après la rupture, démontre une dégradation de l'interface contrairement à une fibre avec des résidus de la matrice. La résistance de l'interface peut également être évaluée qualitativement en observant les modes de rupture et la propagation des faciès de rupture.

1. Composites à matrice organique, aussi appelés composites à matrice polymérique

1.2.2 Effets sur les composites

Les effets observés sur chacun des constituants d'un composite peuvent se refléter sur le composite lui-même, mais parfois l'interaction entre les phases brouille ces comportements. De plus, l'analyse d'un composant isolé ne permet pas de saisir l'importance des effets qui peuvent se produire à l'interface entre les phases d'un composite. C'est pourquoi il est important de regarder du côté des propriétés du composite complètement formé. Plusieurs recherches se sont penchées sur les effets environnementaux, mais les résultats ne pointent pas tous dans la même direction.

1.2.2.1 Effets hygrothermiques

Un composite et ses constituants subissent un changement dimensionnel lors d'une variation de température selon le coefficient de dilatation thermique α_c . Un composite est cependant un matériau hétérogène et chacune de ses phases ne réagit pas également à un changement de température. Plus particulièrement, les fibres et la matrice ne présentent pas les mêmes coefficients de dilatation thermique (α_f et α_m). Cette différence de coefficient de dilatation thermique produit des contraintes localement, à l'interface, en fonction de la température, qui s'additionnent aux autres chargements existants et aux contraintes résultantes de la polymérisation. En fonction des matériaux, ces contraintes peuvent être suffisantes pour créer des fissures et des délaminations dans les matériaux lors du refroidissement après la polymérisation de la matrice comme exposé par Nie *et al.* (2004). Il a été également démontré que le post-traitement des composites ne permet pas de réduire ces contraintes résiduelles de fabrication Lord et Dutta (1988). L'effet de ces contraintes sur les principales propriétés mécaniques des composites a été exploré par Dutta (1988) et Dutta et Hui (1996). Dans leurs recherches, Lord et Dutta présentent les équations permettant de calculer les contraintes produites par la dilatation thermique du composite. Ces équations permettent de calculer les contraintes dans la matrice et dans la fibre en fonction du taux de fibre, des modules de Young et des coefficients de dilatation thermique des constituants, et de la différence entre la température d'usage et la température sans contraintes (T_g). Selon ces équations, une réduction de température induit, dans l'axe longitudinal, des contraintes en compression dans la fibre et en tension dans la matrice. Des températures suf-

fisamment basses pourraient entraîner le microflambage des fibres et/ou la création de fissures dans la matrice.

Shen et Springer (1977) ont rassemblé les observations de plusieurs articles évaluant les effets des conditions environnementales sur le module d'élasticité des composites. Leurs résultats indiquent, autant pour la température que pour le taux d'humidité, des effets négligeables sur le module de Young.

Les recherches de Mula *et al.* (2006) indiquent une réduction de la résistance au cisaillement interlaminaire lors d'une augmentation du taux d'humidité. Ces expériences n'ont démontré aucun effet des basses températures sur la résistance au cisaillement interlaminaire.

Certaines propriétés mécaniques des composites dépendent principalement des propriétés des fibres, par exemple la résistance en traction parallèle à l'axe des fibres. D'autres propriétés, telles que la résistance au cisaillement, dépendent plus particulièrement des propriétés de la matrice. Les recherches de Li (2000) viennent confirmer que la stabilité des fibres permet aux propriétés dépendantes des caractéristiques des fibres de rester stables lors de variations hygrothermiques. Cependant, les propriétés fortement influencées par la résine réagissent aux variations de conditions hygrothermiques.

Les conclusions présentées après l'analyse des données préliminaires obtenues dans le cadre du projet OPTIMAT BLADES n'indiquent aucune dégradation des propriétés mécaniques lors des essais statiques à -40 °C Janssen *et al.* (2006). Dans cette étude, il a été décidé de limiter les recherches à basse température en raison des résultats préliminaires et de difficultés expérimentales.

Finalement, les travaux de Cormier (2009) sur les effets des basses températures, de l'humidité et des cycles thermiques fournissent plusieurs observations utiles. Ses travaux sont basés sur les composites unidirectionnels de fibre de verre et d'époxy avec un plan d'expériences très similaire à celui employé dans les travaux présentés dans ce mémoire. L'auteur constate une réduction de la limite ultime en traction pour les échantillons humides et une augmentation de la limite ultime en traction pour les tests à basse température. La teneur en humidité, les

basses températures et les cycles thermiques ont un impact mineur sur le module de Young des échantillons. Aucun effet de synergie n'a été noté dans ses résultats. D'autres résultats plus récents sont également présentés dans Nijssen et Cormier (2011). Dans ce rapport du projet UpWind, de nouveaux essais viennent confirmer l'augmentation de la limite ultime en tension à basse température et le faible impact de la température sur le module d'élasticité. Des résultats supplémentaires viennent cependant démontrer une augmentation de la limite ultime en compression lors des essais à basse température.

1.2.2.2 Effets des cycles hygrothermiques

Des fissures après des cycles thermiques ont été détectées dans les travaux de Fahmy et Cunningham (1976). Trois géométries de laminés : $[[\pm 45_3]_2]_T$, $[0/30/60/90/-60/-30]_S$ et $[0_{12}]$ ont été soumis à un nombre variable de cycles thermiques (de 10 à 10 000) sous vide entre $-50\text{ }^\circ\text{C}$ et $150\text{ }^\circ\text{C}$. Des observations de la structure des échantillons après 10, 100, 1000 et 5000 cycles ont montré la formation de fissures dans la matrice à partir d'aussi peu que 10 cycles dans les laminés multidirectionnels. Il est à noter que ces composites utilisaient des fibres de carbone comme renfort. La différence de coefficient de dilatation thermique, entre la matrice et les fibres, dans un composite de fibres de carbone est beaucoup plus grande que pour des composites à base de fibres de verre. Les coefficients de dilatation thermique de quelques matériaux sont présentés au tableau 1.1.

Tableau 1.1 Comparaison des coefficients de dilatation thermique

Propriétés	Carbone T300	Kevlar	Verre E	Époxy
Coefficient de dilatation thermique longitudinal $[10^{-6}/^\circ\text{F}]$	-0,55	-2,2	2,8	36-57
Coefficient de dilatation thermique transversal $[10^{-6}/^\circ\text{F}]$	5,6	30	2,8	36-57

Dans Hull et Clyne (2001), une série de radiographies présente les fissures dans un composite multidirectionnel en fonction du nombre de cycles thermiques entre $50\text{ }^\circ\text{C}$ et $-50\text{ }^\circ\text{C}$. Dans Har-

ris (2003), l'auteur mentionne également la possibilité de création de fissures dans la matrice lors de cycles thermiques.

D'autres observations sur les effets des cycles thermiques se trouvent dans l'article de Lord et Dutta (1988). Il indique entre autres que, même si un composite présente un grand nombre de fissures, les propriétés statiques dépendant fortement des fibres sont peu affectées tandis que les propriétés dépendantes de la matrice sont fortement réduites. Finalement, il mentionne l'effet plastifiant de l'humidité dissoute dans le composite qui pourrait réduire les contraintes résiduelles dans ce dernier en relaxant la matrice.

Bulmanis *et al.* (1991) présentent un résumé des recherches de plusieurs chercheurs sur les effets du conditionnement nordique. Des échantillons ont été laissés à découvert à l'extérieur et dans un bâtiment non chauffé pendant deux ans pour déterminer si le vieillissement hivernal affecte les propriétés mécaniques des composites. Les auteurs estiment qu'une exposition naturelle au climat nordique de plus de 10 ans pourrait réduire de l'ordre de 30% certaines propriétés mécaniques de laminés de fibre de carbone. Les laminés de fibre de verre ont présenté une meilleure résistance aux effets du froid. Également, les laminés unidirectionnels ont présenté une meilleure durabilité que les laminés multidirectionnels.

Dans ses travaux plus récents Dutta (1998) et Dutta (2001), Dutta étudie plus particulièrement les effets des cycles thermiques en milieu sec et humide. Ses recherches ont trouvé une réduction des propriétés statiques indiquant une possible dégradation de la matrice dans des laminés multidirectionnels après des cycles de gel et de dégel. Les dégradations trouvées sont fonction du nombre et de la sévérité des cycles thermiques. Par exemple, lors d'un test avec une fissure remplie d'eau, la pression de l'eau qui gèle combinée à une réduction de la ductilité a été suffisante pour induire la rupture d'échantillons unidirectionnels.

Ces derniers résultats peuvent être mis en parallèle avec les recherches de Roy *et al.* (2002a), Roy *et al.* (2002b) et Roy *et al.* (2007) sur l'analyse des contraintes induites par une inclusion d'eau dans une fissure. Les deux premiers articles présentent un modèle micromécanique permettant d'évaluer les contraintes dans le composite à proximité de l'inclusion et la validation

de ce modèle par la méthode des éléments finis. Pour le troisième article, ils s'associent avec Dutta pour valider ses modèles en laboratoire. Ces essais ont démontré de façon théorique et expérimentale la formation d'une fissure dans un composite après un cycle à basse température en raison de l'augmentation du volume de la glace et de la réduction de la résistance à la fissuration de la matrice. Ces articles tentent également d'introduire une formule pour calculer la propagation de fissure et donc une durée de vie aux cycles de gel et de dégel comme application possible de ces modèles. On doit toutefois ajouter un bémol à ces observations. Lors de ces expériences, une large fissure entre les plis du laminé était remplie d'eau. L'effet observé, en raison du volume et de la position de cette inclusion d'eau, n'est pas nécessairement représentatif de l'effet de l'eau qui pourrait se retrouver dans le faible volume de porosité distribué uniformément dans la matrice.

Cusson et Xi (2002) et Koller *et al.* (2007) s'intéressaient aux tiges de composites de fibres de verre et de carbone obtenues par pultrusion et utilisées pour renforcer les structures de béton des infrastructures routières. Ils se sont intéressés aux cycles de gel et de dégel en effectuant 250 cycles thermiques entre $-29\text{ }^{\circ}\text{C}$ et $20\text{ }^{\circ}\text{C}$. Les résultats en laboratoire ont démontré des réductions de la résistance en traction allant jusqu'à 10% après des cycles thermiques. Les auteurs croient que la dégradation observée peut être liée au nombre de cycles thermiques et à la sévérité de ceux-ci. En ce qui concerne le module de Young, les propriétés en fatigue et la résistance à la traction, les résultats ont montré une forte dépendance à la vitesse de chargement. Une vitesse de chargement plus rapide a mené à des résistances plus élevées. Une très faible baisse du module de Young après conditionnement est également visible.

1.3 Effets des conditions nordiques sur les propriétés en fatigue des composites

Le comportement en fatigue des composites n'est pas une copie conforme des propriétés statiques. Certaines conditions qui ont un impact négligeable lors des essais statiques peuvent avoir un effet non négligeable en fatigue. Par exemple, la résistance de l'interface qui provoque très peu d'effets lors d'essais en traction longitudinale a un effet marqué sur la durée de vie en fatigue selon Gamstedt et Andersen (2001). Également, tel qu'indiqué par Sutherland (2000), les effets environnementaux sur les composites des pales d'éoliennes ne sont pas bien compris.

L'utilisation des bases de données actuelles pour prédire la durée de vie en fatigue peut donner des indications trompeuses qui sous-estiment les effets environnementaux.

1.3.1 Effets de l'humidité

Hull et Clyne (2001) indiquent que l'augmentation de la ductilité et de l'élongation à la rupture lors de la présence d'eau peut permettre d'augmenter la durée de vie en fatigue. Il ne faut cependant pas négliger la réduction du module élastique, de la limite élastique et de la résistance de l'interface qui interviennent également dans ces conditions. L'ensemble de ces effets peut augmenter ou réduire la durée de vie en fatigue selon la géométrie du laminé, la nature des fibres et la nature de la matrice.

Cette augmentation de la durée de vie en fatigue dans certaines conditions est dénotée par Kensch (2006). Ses essais ont démontré qu'à faible charge un échantillon obtient une durée de vie plus longue lorsqu'il est saturé en humidité, mais qu'à forte charge la durée de vie est réduite. Il a réalisé des essais de fatigue avec contrainte complètement renversée. Il explique le comportement observé par une réduction de la rigidité de la matrice permettant une meilleure redistribution des contraintes, mais également par un microflambage accru à forte contrainte en compression.

1.3.2 Effets des basses températures

Les travaux présentés par Komorowski (1983b) ont porté sur des laminés de fibres de carbone et d'époxy $[0^\circ / \pm \theta^\circ / 0^\circ]_S$ avec θ inférieur à 45° . Ses recherches ont exposé que, pour les laminés dont les propriétés sont dominées par la matrice en raison d'un angle θ plus élevé, la résistance en fatigue a été affectée par les cycles thermiques et la température. Un décalage de la courbe de fatigue par rapport aux chargements a été observé. Cependant, la pente des courbes de Wöhler n'est pas affectée. Cette sensibilité aux conditions environnementales ne s'est pas reflétée dans les laminés dont les propriétés sont dominées par les fibres.

Harris (2003) présente des courbes de Wöhler en contraintes absolues et en contraintes relatives à différentes températures pour des laminés de tissus de fibres de verre et d'époxy. Les résul-

tats en contraintes absolues indiquent une augmentation de la durée de vie en fatigue à basse température pour une même contrainte. L'ensemble des courbes présente une augmentation de la contrainte maximale accompagnant la réduction en température pour une même durée de vie. Cependant, lorsque les résultats sont présentés en contraintes relatives, aucun effet de la température n'est visible sur les courbes qui se superposent. Ses observations indiquent donc que la variation de la durée de vie en fatigue serait proportionnelle à la variation des propriétés statiques.

Cette augmentation de la durée de vie en fatigue est aussi visible dans les résultats de Bureau et Denault (2004). Ces essais sur des composites à base de tissus de fibres de verre et de résine de polypropylène ont été réalisés à $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$, $23\text{ }^{\circ}\text{C}$ et $50\text{ }^{\circ}\text{C}$. Les résultats à $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ démontrent une augmentation de la durée de vie en fatigue sur les courbes en contraintes relatives. Ces observations doivent cependant tenir compte de la température T_g aux alentours de $-10\text{ }^{\circ}\text{C}$ pour ce polymère. Dans le cas de l'époxy utilisé dans le cadre de ce mémoire, cette température se situe au-dessus des températures de test.

Cette augmentation n'est cependant pas remarquée par tous les chercheurs. Les résultats présentés dans le rapport Nijssen et Cormier (2011) du projet UpWind démontrent, pour des laminés composés principalement de fibres de verre unidirectionnelles et d'époxy, une dégradation de la durée de vie en fatigue à haute température, mais aucune amélioration à basse température.

De tels résultats se retrouvent également dans les travaux de Cormier *et al.* (2012) à propos des composites unidirectionnels de fibres de verre et d'époxy. Les résultats démontrent une augmentation de la pente de la courbe de Wöhler et une réduction de la dispersion des résultats lors des essais à basse température. Cependant, les courbes obtenues à basse température se situent à l'intérieur des intervalles de confiance des essais à température ambiante. Aucun effet sur la durée de vie n'est alors dénoté.

1.3.3 Effets combinés de la température et de l'humidité

Tang *et al.* (2000) étudie l'effet de la température sur la durée de vie en fatigue en tension dans le cas d'échantillons saturés en humidité. Les expériences présentées sont basées sur des composites vinylester et fibres de verre. Les renforts des échantillons sont composés de fibres unidirectionnelles jumelées à un tissu de fibres continues d'orientation aléatoire. Les essais ont été réalisés à 4 °C, 30 °C et 65 °C. Les résultats, en contraintes relatives à basse température, démontrent une augmentation de la durée de vie en fatigue à plus basse contrainte, mais aucune variation pour les essais à 65 °C.

1.4 Synthèse de la revue de la littérature

En tenant compte de toutes les recherches présentées dans ce chapitre, nous pouvons résumer les effets individuels des conditions nordiques sur la durée de vie en fatigue des composites verre/époxy.

Tout d'abord, il est généralement admis que l'humidité augmente la ductilité et la plasticité de la matrice. Ces modifications additionnées à la dégradation probable de l'interface devraient affecter la durée de vie en fatigue. À basse contrainte, on devrait observer des durées de vies plus longues tandis qu'à fortes contraintes on devrait remarquer une réduction de la durée de vie en fatigue.

Ensuite, une réduction de la température produit une réduction de la ductilité de la matrice et la formation de contraintes thermiques en raison de la différence de coefficient de dilatation thermique. Les recherches antérieures indiquent une possible augmentation de la durée de vie en fatigue ou un possible changement dans la pente de la courbe de Wöhler à basse température.

Finalement, plusieurs auteurs s'entendent pour dire que les contraintes thermiques répétées lors de cycles thermiques peuvent induire des fissures et des délaminations dans les laminés multidirectionnels. Cette dégradation pourrait avoir un impact sur la durée de vie en fatigue en tension.

CHAPITRE 2

MÉTHODOLOGIE

Ce chapitre présente la méthodologie utilisée pour la réalisation de ce projet. Afin de mieux visualiser les limites du travail actuel, il commence par une description globale de l'ensemble du projet du WESNet traitant des effets environnementaux sur les propriétés mécaniques des composites. Les sections suivantes traitent du choix des matériaux et des procédés de fabrication, de la préparation des échantillons et de leur conditionnement. Ce chapitre se conclut avec la description des procédures employées.

2.1 Démarche expérimentale

Le projet de caractérisation des propriétés dynamiques des composites verre/époxy UD s'inscrit dans le cadre plus large du projet 2.2a du WESNet : « Wind Turbine Composite Materials for the Canadian Context ». Selon WESNet (2011), ce projet examine le design structurel, les matériaux et la fabrication des éoliennes et leurs composantes pour les conditions nordiques, et vise à développer des méthodologies et des technologies pour optimiser le design des éoliennes pour le climat canadien. Un projet de caractérisation, débuté par Cormier (2009), vise à déterminer les effets du climat nordique sur les propriétés statiques et dynamiques des composites verre/époxy UD. L'ensemble de ce projet peut être divisé en quatre blocs distincts tels que présentés à la figure 2.1.

Le bloc 1 a permis de définir les charges à appliquer pour réaliser les essais du bloc 2, et les blocs 1 et 2 ont permis de développer et de tester les méthodes qui pourront être utilisées pour les blocs 3 et 4. Le projet présenté dans ce mémoire vise à recueillir les données de caractérisation du bloc 2 pour le comportement en tension. On peut remarquer que le début du projet se concentre sur les composites UD. Par la suite, l'éventail de composition s'élargira pour inclure des composites multidirectionnels.

Afin d'isoler les divers phénomènes à étudier, le plan d'expérience présenté à la figure 2.2 a été développé. Ce plan d'expérience vise à déterminer les effets de l'humidité, des cycles

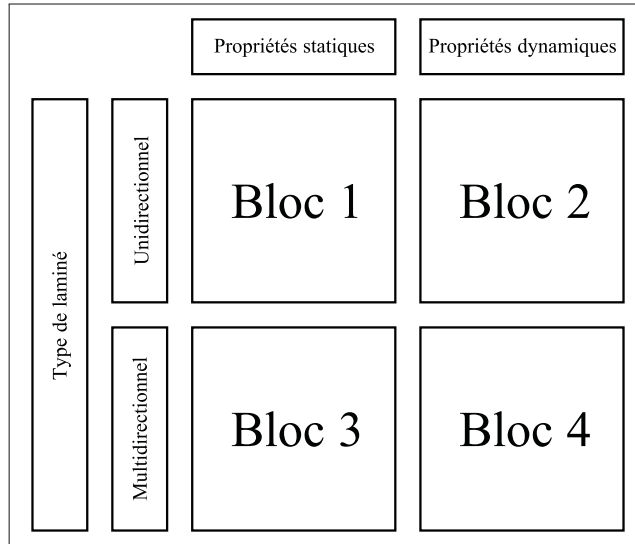


Figure 2.1 Division du projet de caractérisation

thermiques et des basses températures. Il a été jugé préférable de bâtir un plan d'expérience complet couvrant toutes les combinaisons de conditionnement afin de pouvoir détecter les effets de synergie qui peuvent se présenter.

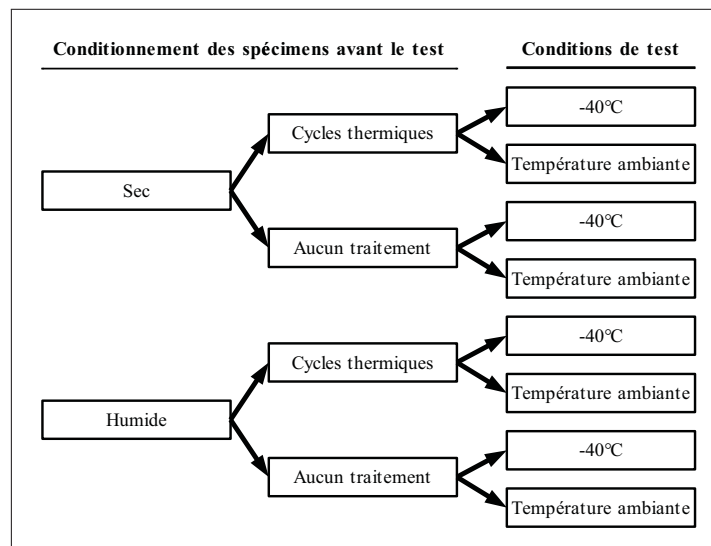


Figure 2.2 Plan d'expérience

La réalisation de ces essais s'appuie autant que possible sur les standards du domaine. Le contrôle de qualité des laminés après infusion a été réalisé par pyrolyse en suivant la procédure G de la norme ASTM D3171-99 Test Method for Constituent Content of Composite Materials pour l'évaluation du taux de fibre et de l'ASTM D0792-00 Test Methods for Density and Specific Gravity (Relative Density) of Plastics by Displacement pour évaluer la densité. Les essais en fatigue ont suivi la norme ASTM D3479M-96 Test Method for Tension-Tension Fatigue of Polymer Matrix Composite Materials pour les paramètres de test et la norme ASTM D3039-00 Test Method for Tensile Properties of Polymer Matrix Composite Materials pour les dimensions des échantillons. La préparation des échantillons avant leur conditionnement a été réalisé en suivant la norme ASTM D5229-92 Test Method for Moisture Absorption Properties and Equilibrium Conditioning of Polymer Matrix Composite Materials. Finalement, le calcul des courbes de tendance pour les résultats de fatigue suit les recommandations de la norme ASTM E0739-91 Practice for Statistical Analysis of Linear or Linearized Stress-Life and Strain-Life Fatigue Data.

2.2 Choix et fabrication des matériaux

Les renforts sont constitués d'un tissu de fibre de verre E d'une masse de 605 g/m^2 . Ce tissu est principalement composé de 5,5 faisceaux/cm de fibres UD avec une masse de 594 g/m^2 . Une trame de 1 faisceau/cm de fibre de verre et de thermoplastique avec une masse de 11 g/m^2 aide à la manipulation du tissu. Les fibres de ce tissu possèdent un ensimage compatible avec les résines polyester, vinylester et époxy.

La matrice est constituée d'une résine époxy au bisphénol-A produit par GURIT sous la dénomination PRIME 20LV combinée à un durcisseur lent. Cette résine à faible viscosité est spécialement conçue pour l'infusion sous vide de grandes pièces. La polymérisation se produit à température ambiante, mais une post-cuisson à 65 °C est ensuite réalisée afin d'obtenir les propriétés mécaniques énoncées par le fabricant. La fiche technique du producteur de cet époxy est présentée à l'annexe I.

Les échantillons de test ont été découpés à partir de cinq plaques fabriquées par le procédé d'infusion sous vide. La figure 2.3 présente le schéma du montage d'infusion utilisé lors de la fabrication. Un moule en acier recouvert d'un agent démoulant a servi comme base à ce montage. Un tissu d'arrachage a été utilisé sur les deux faces du composite afin d'obtenir des échantillons dont les deux côtés présentaient des propriétés de surface semblables. De plus, l'utilisation d'un tissu d'arrachage sur les deux faces permet de faciliter l'imprégnation des fibres et facilite la préparation de surface pour le collage des talons. Pour obtenir une épaisseur conforme aux normes, trois plis de fibres de verre, alignés avec soin, ont été utilisés pour la fabrication du laminé. Les fibres ont été découpées aux dimensions de 320 mm par 350 mm et les laminés après infusion avaient une épaisseur variant entre 1,35 mm et 1,50 mm.

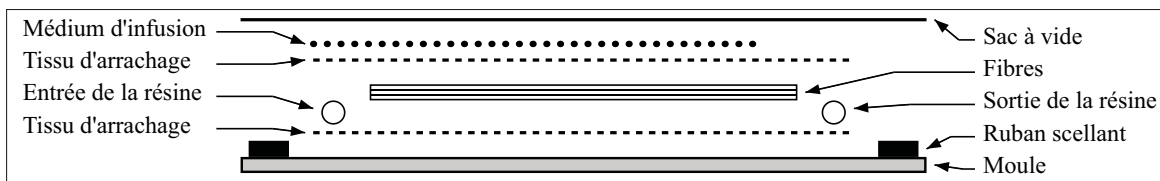


Figure 2.3 Schéma du montage d'infusion

L'infusion des plaques s'est faite sous vide complet. Après l'imprégnation des fibres, le vide a été relâché à 250 mBar pour le temps de consolidation du laminé. Une post-cuisson de 24 heures à 65 °C a suivi la consolidation afin de terminer la polymérisation et d'obtenir les propriétés mécaniques optimales.

2.3 Évaluation des taux de constituants

Lors de la découpe des échantillons, afin de s'assurer de l'uniformité des laminés, une évaluation des taux de constituants a été effectuée. Pour ce faire, en plus des échantillons de test, six échantillons par plaque ont été découpés pour évaluer le taux volumique de fibre, de matrice et de vide. La densité d'un échantillon a d'abord été évaluée à l'aide de la poussée d'Archimède selon les spécifications de la norme ASTM D792-00. Les taux de constituants ont pu ensuite

être déterminés en effectuant une pyrolyse de l'échantillon. Les données ont été reportées et les résultats ont été calculés selon la procédure G de la norme ASTM D3171-99.

2.4 Préparation des échantillons

Les côtés des échantillons pour les tests de fatigue ont été usinés, selon les dimensions fournies par la norme ASTM D3039-00, dans la plaque à l'aide d'un centre d'usinage à commande numérique. Les échantillons n'ont pas été séparés lors de cet usinage. Le tableau 2.1 présente les paramètres de coupe utilisés pour l'usinage et le schéma à la figure 2.4 montre l'état de la plaque après l'usinage.

Tableau 2.1 Paramètres de coupe

Paramètres	Valeurs
Vitesse d'avance [mm/min]	150
Vitesse de rotation [RPM]	4000
Outil	Fraise WALTER AH3027419-1/4

Des talons ont par la suite été collés sur les plaques d'échantillons. Ceux-ci étaient constitués de laminés $[\pm 45^\circ]_s$ de 1,5 mm d'épaisseur avec un chanfrein à 7° afin de réduire la concentration de contraintes. Les talons ont été collés à l'aide de la colle époxy ARALDITE 2015 de HUNTSMAN. Une post-cuisson des plaques avec les talons à 65°C a permis de terminer la polymérisation. Les échantillons ont été séparés à l'aide d'une scie abrasive. Par la suite, les restants de talons ont été sablés avec une ponceuse à bande. Finalement, les côtés des échantillons ont été sablés grossièrement au papier 240 grains et terminés au papier 600 grains afin d'obtenir le fini de surface et les tolérances géométriques demandées par les normes.

2.5 Conditionnement des échantillons

Tel qu'il est décrit plus tôt et comme présenté à la figure 2.2, le conditionnement des échantillons vise à détecter tout effet, direct ou combiné, de ce dernier sur la durée de vie en fatigue des échantillons. Pour cette raison, un programme de conditionnement représentant le milieu

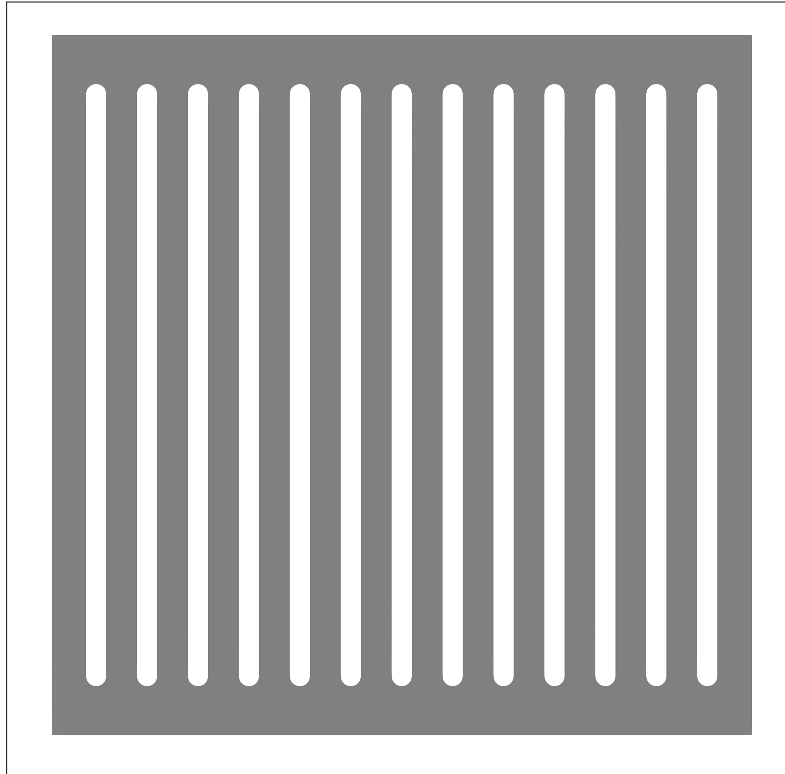


Figure 2.4 Schéma de la plaque après usinage

nordique a été développé. Ce conditionnement vise à produire un vieillissement accéléré à l'aide de cycles thermiques à l'état humide et anhydre.

2.5.1 Saturation en humidité

Le premier conditionnement auquel les échantillons sont soumis est la saturation en humidité. La moitié des échantillons ont été saturés en humidité tandis que l'autre moitié a été conservée à l'état sec. Tous les échantillons ont été initialement séchés dans une étuve sous vide afin de bien mesurer leur masse initiale. Par la suite, la moitié des échantillons a été conservée sous vide tandis que l'autre moitié a été immergée dans de l'eau douce jusqu'à ce que leur masse se stabilise. Il a été considéré que la saturation des échantillons est atteinte quand le gain de masse, sur une période de référence de 24 heures, est inférieur à 0,01% . La procédure utilisée respectait la norme ASTM D5229-92.

2.5.2 Cycles thermiques

Afin de simuler un vieillissement causé par les variations de température saisonnières, les échantillons ont été soumis à une série de cycles thermiques allant de -40 °C à 40 °C dans des conditions humides et anhydres. Ce vieillissement accéléré a été réalisé à l'aide d'une chambre environnementale. Un ordinateur a servi à mesurer et enregistrer les conditions environnementales à des fins de contrôle de la qualité. Les échantillons à l'état sec ont subi ce cycle thermique au plus bas niveau d'humidité pouvant être maintenu par l'appareil (10 à 30%RH) tandis que les échantillons saturés en humidité ont subi des cycles à près de 100% d'humidité relative. Le profil de température est présenté à la figure 2.5

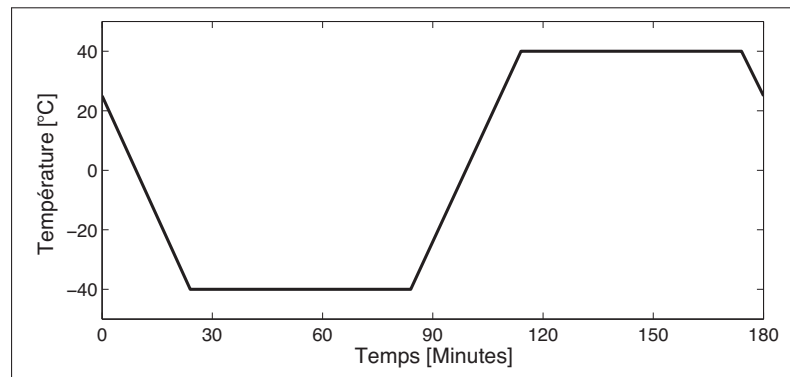


Figure 2.5 Cycle thermique

2.6 Caractérisation

Une fois les échantillons conditionnés selon les directives du plan expérimental, il est possible d'effectuer les essais en fatigue et l'évaluation des faciès de rupture.

2.6.1 Caractérisation en fatigue

Le chargement en fatigue mène à des ruptures en dessous de la limite ultime des matériaux. Les résistances ultimes dans les diverses conditions d'opérations ont été préalablement déterminées expérimentalement par Cormier (2009). À l'aide de ces données, il a été possible d'établir un

plan d'expérience couvrant une grande plage opératoire. En fatigue, les paramètres R et r , définis par les équations 2.1 et 2.2, permettent de caractériser les tests effectués.

$$R = \frac{\sigma_{min}}{\sigma_{max}} \quad (2.1)$$

$$r = \frac{\sigma_{max}}{S_u} \quad (2.2)$$

Le rapport de chargement noté R définit le type de chargement (tension-tension, tension-compression, compression-compression) ainsi que sa valeur relative au chargement nul. Quant à lui, le niveau de charge, noté r , permet de déterminer la sévérité du chargement en fonction de la résistance maximale en tension du matériau. Les paramètres σ_{max} et σ_{min} utilisés dans ces calculs sont présentés à la figure 2.6.

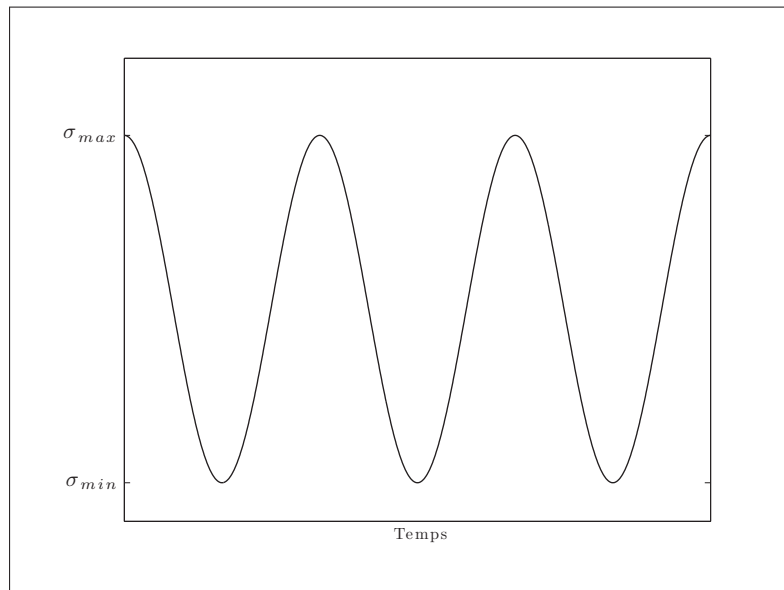


Figure 2.6 Cycles de chargement en fatigue

Pour une même contrainte, le chargement en fatigue peut s'effectuer à fréquence constante ou à vitesse de déformation constante tel qu'il est indiqué dans le texte de la norme ASTM D3479M-96. Il a été choisi d'effectuer les essais en fatigue en utilisant un chargement à fréquence

constante. Des essais préliminaires ont été effectués afin de valider la pression de serrage des mâchoires et pour vérifier que la fréquence choisie ne causait pas d'échauffement hystérétique en cascade. La pression de serrage a été testée aux limites ultimes en traction du matériau afin de couvrir toute la plage de test. Comme il a été présenté dans la revue de la littérature, un échauffement hystérétique peut affecter les propriétés des matériaux et fausser les résultats. Un thermomètre infrarouge sans contact a été utilisé pour valider que la température des échantillons se stabilisait à un maximum de 2 °C au-dessus de la température ambiante. Cette augmentation de température est en accord avec les recommandations qui se trouvent dans Harris (2003) indiquant de limiter l'augmentation de température en dessous de 10 °C. C'est ainsi qu'une fréquence de 5 Hz a été sélectionnée pour le programme de test.

Puisque les essais à basse température nécessitent un approvisionnement constant d'azote liquide, certains tests ont dû être interrompus avant la rupture de l'échantillon. Lors de la suspension d'un test, les échantillons secs sont retournés dans l'étuve sous vide et les échantillons saturés sont conservés dans l'eau jusqu'à la reprise du test.

Les niveaux de charges (r) du plan de test ainsi que la quantité d'échantillons et leur répartition ont été déterminés à l'aide de la norme ASTM D3479M-96. Cette dernière recommande, pour des essais exploratoires, un minimum de six échantillons et un taux de réplication de 50%, ce qui se traduit par six échantillons sur trois niveaux de charges. Également, il a été décidé de couvrir une plage de r allant de 30% à 50%. La limite ultime en traction étant différente pour presque chaque condition de test, les chargements calculés en utilisant des niveaux de charges définis pour l'ensemble des essais auraient tous été différents. Puisqu'une comparaison à contraintes égales pour plusieurs conditionnements était également souhaitable, trois niveaux, soit 30%, 40% et 50%, ont été utilisés pour calculer trois contraintes maximales pour la condition sèche, sans cycles thermiques et testé à température ambiante. Les contraintes calculées ont été reportées aux autres conditions et un chargement supplémentaire a été ajouté pour couvrir la totalité de la plage de test. Pour chacune des contraintes calculées, deux échantillons sont testés, ce qui donne un total de six à huit échantillons pour chacune des huit conditions

de test. Le tableau 2.2 présente l'ensemble du programme de test avec le conditionnement des échantillons, les températures de test ainsi que les contraintes (σ_{max}) qui ont été utilisés.

Tableau 2.2 Paramètres des essais en fatigue

Teneur en humidité	Cycles thermiques	Température de test	σ_{uts} [MPa]	r	σ_{max} [MPa]
Sec	non	20 °C	1050	0,30	314
				0,40	419
				0,50	524
		-40 °C	1232	0,25	314
	0,34			419	
	0,43			524	
	oui	20 °C	1050	0,50	616
				0,30	314
0,40				419	
-40 °C		1232	0,50	524	
	0,25		314		
	0,34		419		
Saturé	non	20 °C	700	0,30	210
				0,45	314
				0,60	419
				0,75	524
		-40 °C	804	0,30	241
				0,39	314
	oui	20 °C	700	0,52	419
				0,65	524
				0,30	210
				0,45	314
		-40 °C	804	0,60	419
				0,75	524
oui	-40 °C	804	0,30	241	
			0,39	314	
	20 °C	700	0,52	419	
			0,65	524	

En raison des variations dans les procédés de fabrication, l'épaisseur des échantillons varie. Pour tenir compte de cette variation, la force maximale à laquelle chaque échantillon est soumis est calculée en fonction de l'aire de sa section moyenne. La section moyenne est définie comme étant la section calculée à partir de la moyenne de trois mesures d'épaisseur et trois mesures de largeur de l'échantillon.

Afin d'éliminer l'effet de lot au travers des échantillons puisque ceux-ci ont été fabriqués à partir de cinq plaques différentes, ils ont été identifiés et distribués au hasard à l'aide d'un système de génération de nombres aléatoires.

Également, la durée maximale des essais en fatigue pour ce plan de test a été fixé à 2 millions de cycles. Tout essai dépassant cette durée a été suspendu sans attendre la rupture. Les résultats rapportent le nombre de cycle effectué pour cet échantillon, mais celui-ci n'est pas utilisé pour calculer les courbes de tendances tel qu'il est indiqué dans la norme ASTM D0739-91.

L'analyse comparative des résultats en fatigue est réalisée à l'aide de deux méthodes. Tout d'abord, les courbes de tendance ainsi que les intervalles de confiance sont présentés afin de visualiser rapidement certains effets. Par la suite, la méthode d'analyse de covariance (ANCOVA) est utilisée afin de comparer les conditions de test pour valider la présence des effets détectés à l'aide des courbes de tendance. La méthode d'ANCOVA repose sur l'hypothèse nulle indiquant que deux groupes de données ne présentent pas de variations significatives entre eux. Le test d'ANCOVA permet d'invalider l'hypothèse nulle si le résultat du test de Student est faible et indique alors une variation significative entre les deux groupes de données. Une valeur élevée ne permet pas de rejeter l'hypothèse nulle. Un résultat négatif ne garantit pas que les deux groupes de données sont identiques, mais peut indiquer un manque de données afin d'obtenir un résultat positif. Le tableau 2.3 présente les seuils significatifs pour la valeur-p ainsi que leurs significations.

2.6.2 Caractérisation de l'interface fibre-matrice

La caractérisation de faciès de rupture peut permettre d'effectuer une analyse post-mortem des échantillons et d'évaluer la qualité de l'interface fibre-matrice comme il est indiqué dans Ber-

Tableau 2.3 Seuils significatifs de la valeur-p

Seuil	Signification
$p \leq 0,01$	Très forte présomption contre l'hypothèse nulle
$0,01 < p < 0,05$	Forte présomption contre l'hypothèse nulle
$0,05 < p < 0,10$	Faible présomption contre l'hypothèse nulle
$p > 0,10$	Pas de présomption contre l'hypothèse nulle

geret et Krawczak (2006). La qualité de l'interface peut être estimée en observant l'adhérence entre les différentes phases au microscope électronique à balayage (MEB). C'est pourquoi des échantillons ont été prélevés sur tous les échantillons après leur rupture afin d'observer les faciès de rupture.

Les échantillons destinés à l'observation ont été découpés à l'aide de pinces et déposés sur un support d'observation. Le support ainsi que les échantillons ont été couverts d'un revêtement d'or et de platine afin de faciliter leur observation. Un MEB Hitachi S3600N a été utilisé pour obtenir les images. La tension d'accélération a été réglée à 5KV en raison de la nature isolante des échantillons. Une tension plus faible ne permet pas l'obtention d'une image assez nette et une tension plus élevée cause une saturation électrique de l'échantillon lors de l'observation.

Afin d'éliminer le biais d'observation, les conditions des essais en fatigue n'étaient pas prises en compte lors de la prise des images. Les échantillons étaient placés en rang sans indications sur leurs conditions de test. Un croquis de la position des échantillons avec leurs conditions était cependant réalisé au préalable afin de relier les observations aux conditions de test après les observations.

Tableau 2.4 Classification des états de surface après rupture

Classement	État
0	Fibre complètement nue
1	Présence de petits morceaux de matrice
2	Présence de morceaux visiblement adhérents
3	Fibres presque totalement recouvertes
4	Rupture des fibres sans décohésion

L'analyse de la qualité de l'interface s'est effectuée en observant l'adhésion entre les restants de résine et les fibres au point de rupture. Une fibre totalement dénudée est signe d'une mauvaise adhérence ou d'un décollement de l'interface. L'ensemble des images a été évalué et une note a été attribuée à chacune en fonction de la qualité de l'interface visible. Le tableau 2.4 présente les critères de classification des échantillons ainsi que leurs notes. La moyenne de ces notes permet d'évaluer de façon qualitative la résistance de l'interface pour chaque type de conditionnement. Afin encore une fois d'éliminer les biais d'observations, la classification des interfaces s'est faite en lot sans égard aux conditions de test. Les figures 2.7, 2.8, 2.9 et 2.10 présentent des exemples d'interfaces qui se classeraient avec des notes respectivement de 0 à 3.

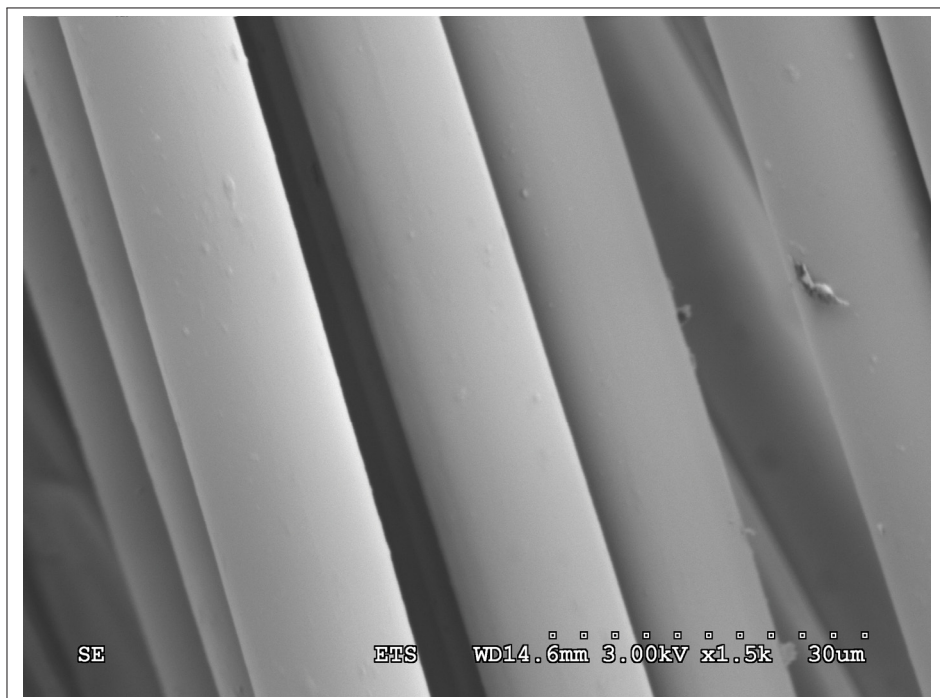


Figure 2.7 Fibres nues

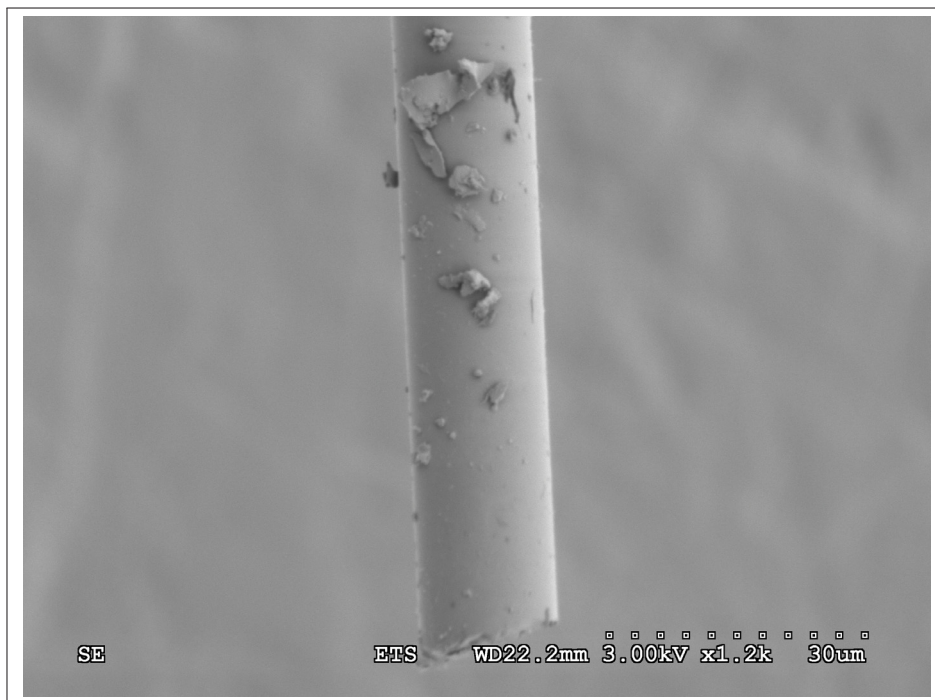


Figure 2.8 Mauvaise adhésion de l'interface

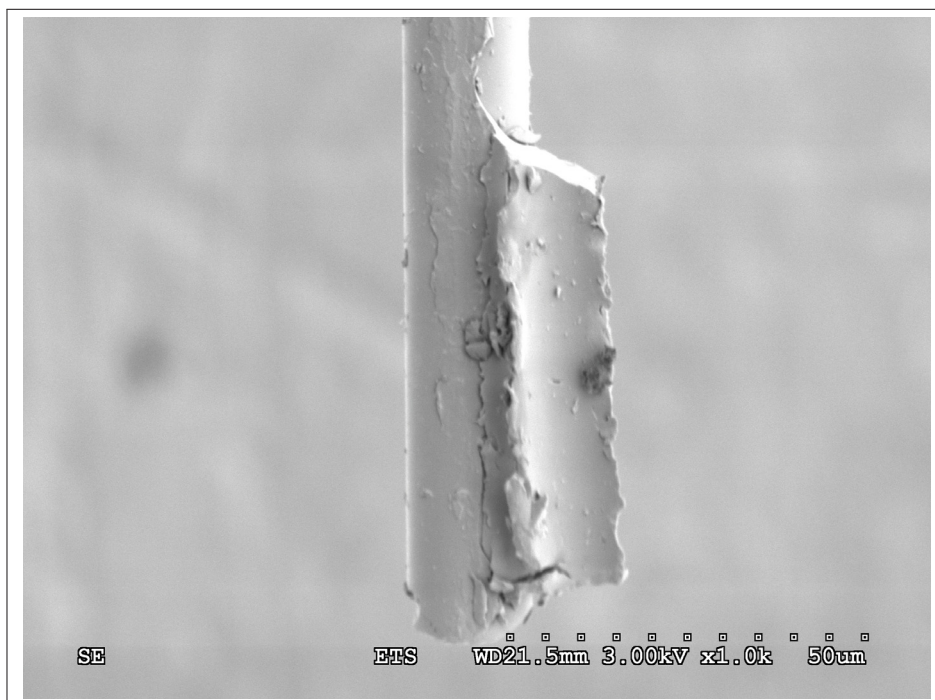


Figure 2.9 Adhésion partielle de l'interface

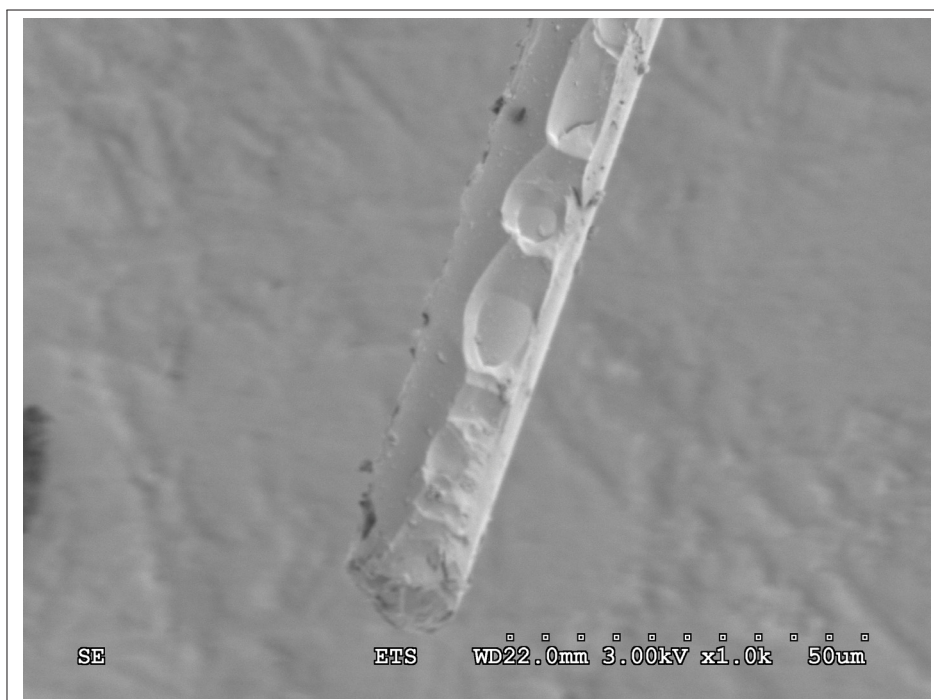


Figure 2.10 Bonne adhésion de l'interface

CHAPITRE 3

RÉSULTATS

Ce chapitre présente les résultats expérimentaux obtenus. Ces résultats sont ensuite analysés dans le chapitre suivant.

3.1 Évaluation des taux de constituants

Aucune anomalie n'a été détectée dans l'uniformité de la composition des laminés à la suite de l'évaluation des taux de constituants. Le tableau 3.1 présente un résumé des résultats pour chaque plaque. Les résultats détaillés sont inclus à l'annexe II.

Tableau 3.1 Taux de constituants moyen des plaques

Plaque	v_f moyen [%]	v_m moyen [%]	v_v moyen [%]
2	59,22	40,99	-0,22
3	57,42	43,23	-0,65
4	56,43	43,41	0,16
5	58,94	39,75	1,31
6	56,77	41,84	1,39
7	57,90	41,80	0,30

3.2 Résultats de la saturation en humidité

Le taux d'humidité dans les échantillons a atteint un niveau stable après près de 50 jours avec un niveau de saturation de 0,6% massique.

3.3 Résultats des essais en fatigue

Les résultats des essais en fatigue sont présentés dans les tableaux 3.2, 3.3, 3.4 et 3.5. Les essais atteignant 2 000 000 de cycles ont été arrêtés et leurs durées de vie ne sont pas prises en compte pour le calcul des courbes de tendance même si les points sont représentés dans les courbes de

Wöhler. Ces résultats sont présentés entre crochets pour les différencier des échantillons ayant atteint la rupture.

Pour les échantillons humides et ayant subi des cycles thermiques, les essais à basse température avec une contrainte de 241 MPa n'ont pas été effectués en raison des résultats obtenus au préalable. Les résultats à 314 MPa suggèrent que les échantillons testés à 241 MPa n'atteindraient pas la rupture avant 2 000 000 de cycles.

Les résultats sont également présentés aux graphiques 3.1 et 3.2. Afin de simplifier les légendes des graphiques, certaines abréviations ont été utilisées pour nommer les conditions de test. Les abréviations «C» et «NC» indiquent respectivement si l'échantillon a subi ou n'a pas subi de conditionnement par cycles thermiques avant les essais en fatigue. Les résultats détaillés ainsi que la nomenclature permettant d'identifier les familles de résultats sont présentés entre parenthèses dans les tableaux 3.2, 3.3, 3.4 et 3.5.

Il est à noter que les axes des ordonnées pour les courbes de Wöhler portent la nomenclature S qui correspond à la contrainte en fatigue maximale permettant un nombre de cycles présenté à l'axe des abscisses. Même si les essais sont initialement effectués à une contrainte σ_{max} afin de déterminer le nombre de cycles $[N]$, le tableau s'emploie normalement de la façon inverse. Le concepteur de la structure détermine un nombre de cycle $[N]$ que devra subir la structure et ensuite il retrouve la contrainte maximale en fatigue S indiquée dans le graphique. C'est pourquoi les résultats obtenus selon la contrainte σ_{max} sont reportés sur l'axe nommé S .

Tableau 3.2 Résultats des essais en fatigue pour les échantillons secs et nomenclature utilisée pour l'identification dans les graphiques présentée entre parenthèses

Teneur en humidité	Cycles thermiques	Température de test	r [%]	σ_{max} [MPa]	Numéro	Aire de la section [mm ²]	Force maximale [N]	Nombre de cycles	Rupture		
Sec (Sec)	non (NC)	20 °C (20 °C)	0,30	314	T05-06	21,19	6 654	36 709	Oui		
			0,30	314	T03-08	22,31	7 005	47 741	Oui		
			0,30	314	T06-04	21,54	6 779	256 473	Oui		
			0,40	419	T06-06	21,33	8 937	21 452	Oui		
			0,40	419	T06-07	21,36	8 950	26 487	Oui		
				-40 °C (-40 °C)	0,50	524	T07-06	21,10	11 056	7 699	Oui
					0,50	524	T06-12	21,55	11 292	9 641	Oui
					0,26	314	T06-10	21,72	6 822	112 243	Oui
					0,26	314	T07-09	19,67	6 176	137 211	Oui
					0,34	419	T05-10	21,24	8 901	10 273	Oui
			0,34	419	T07-08	21,68	9 082	17 320	Oui		
			0,42	524	T03-12	20,40	10 691	6 458	Oui		
			0,42	524	T03-02	21,68	11 359	5 972	Oui		
			0,50	616	T03-07	21,84	13 456	1 250	Oui		

Tableau 3.4 Résultats des essais en fatigue pour les échantillons saturés et nomenclature utilisée pour l'identification dans les graphiques présentée entre parenthèses

Teneur en humidité	Cycles thermiques	Température de test	r [%]	σ_{max} [MPa]	Numéro	Aire de la section [mm ²]	Force maximale [N]	Nombre de cycles	Rupture
Sec (Sec)	oui (C)	20 °C (20 °C)	0,30	314	T03-05	21,79	6 841	37 341	Oui
			0,30	314	T03-03	21,26	6 677	439 138	Oui
			0,40	419	T05-02	21,92	9 184	4 093	Oui
			0,40	419	T03-10	21,86	9 159	41 094	Oui
			0,50	524	T06-09	22,29	11 680	3 234	Oui
		0,50	524	T07-05	21,53	11 283	6 245	Oui	
		0,25	314	T05-01	20,01	6 282	44 064	Oui	
		0,25	314	T02-02	19,37	6 082	169 202	Oui	
		0,34	419	T06-01	19,91	8 343	14 322	Oui	
		0,34	419	T03-09	20,99	11 001	4 423	Oui	
Sec (Sec)	oui (C)	-40 °C (-40 °C)	0,43	524	T02-06	19,82	10 385	10 691	Oui
			0,43	524	T07-02	20,85	10 923	9 522	Oui
			0,50	616	T05-05	20,75	12 784	1 536	Oui
			0,50	616	T06-08	20,90	12 876	3 527	Oui

Tableau 3.5 Résultats des essais en fatigue pour les échantillons saturés et nomenclature utilisée pour l'identification dans les graphiques présentée entre parenthèses

Teneur en humidité	Cycles thermiques	Température de test	r [%]	σ_{max} [MPa]	Numéro	Aire de la section [mm ²]	Force maximale [N]	Nombre de cycles	Rupture
Sec (Sec)	oui (C)	20 °C (20 °C)	0,30	314	T03-05	21,79	6 841	37 341	Oui
			0,30	314	T03-03	21,26	6 677	439 138	Oui
			0,40	419	T05-02	21,92	9 184	4 093	Oui
			0,40	419	T03-10	21,86	9 159	41 094	Oui
			0,50	524	T06-09	22,29	11 680	3 234	Oui
		0,50	524	T07-05	21,53	11 283	6 245	Oui	
		0,25	314	T05-01	20,01	6 282	44 064	Oui	
		0,25	314	T02-02	19,37	6 082	169 202	Oui	
		0,34	419	T06-01	19,91	8 343	14 322	Oui	
		0,34	419	T03-09	20,99	11 001	4 423	Oui	
-40 °C (-40 °C)		0,43	524	T02-06	19,82	10 385	10 691	Oui	
		0,43	524	T07-02	20,85	10 923	9 522	Oui	
		0,50	616	T05-05	20,75	12 784	1 536	Oui	
		0,50	616	T06-08	20,90	12 876	3 527	Oui	

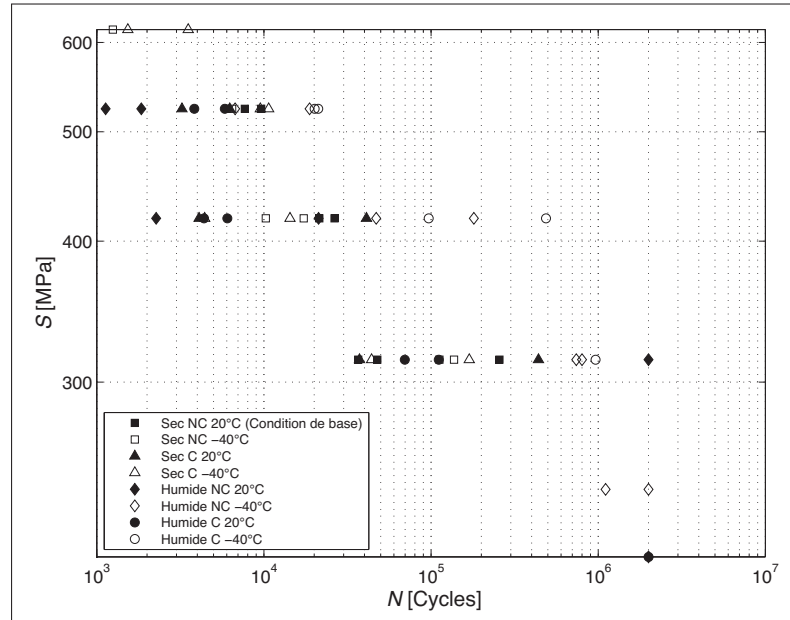


Figure 3.1 Résultats des essais de fatigue représentés en contraintes absolues

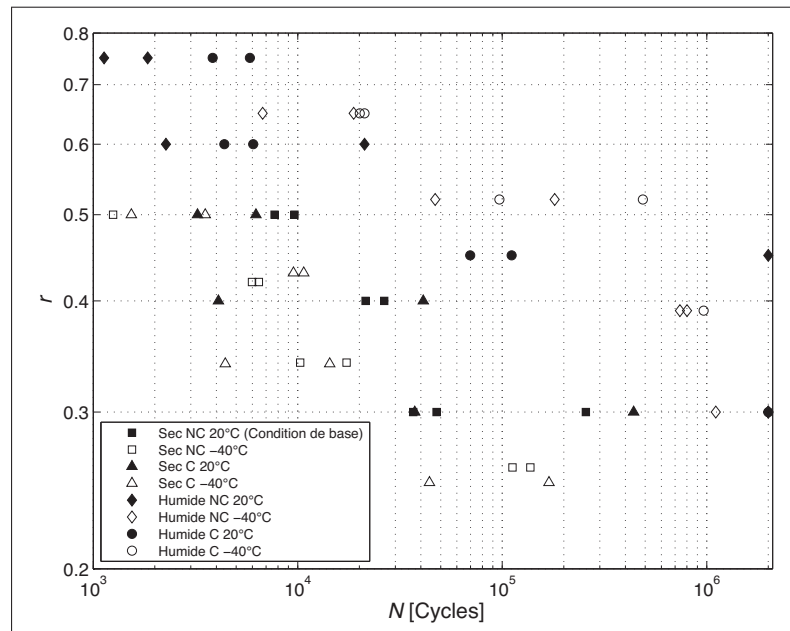


Figure 3.2 Résultats des essais de fatigue représentés en contraintes relatives

3.4 Caractérisation des interfaces

L'observation des faciès de rupture au MEB a produit 1 722 clichés. Des images, prises au hasard pour chaque classement d'état sont montrées en exemple aux figures 3.3 à 3.6. L'état d'une fibre nue a également été observé et est présenté à la figure 3.7. Tel qu'il est mentionné au chapitre précédent, l'ensemble des micrographies a été utilisé pour évaluer la qualité de l'interface. Les moyennes des notes attribuées en fonction de la qualité des interfaces ainsi que les quantités de clichés pour chaque type d'échantillon sont présentées au tableau 3.6.

Tableau 3.6 Évaluation des interfaces

Teneur en humidité	Cycles thermiques	Température de test	σ_{max} [MPa]	Moyenne	Nombre de clichés
Sec	non	20 °C	314	2,00	94
			419	1,50	70
			524	1,50	73
		-40 °C	314	2,00	84
			419	2,00	102
			524	1,50	65
	oui	20 °C	616	1,50	28
			314	1,75	66
			419	1,50	61
		-40 °C	524	1,50	67
			314	1,75	63
			419	1,75	75
Saturé	non	20 °C	524	1,75	53
			616	1,75	72
			419	2,25	43
		-40 °C	524	1,75	59
			314	2,25	120
			419	2,50	122
	oui	20 °C	524	2,00	127
			314	1,75	35
			419	1,50	23
		-40 °C	524	1,50	58
			314	2,00	6
			419	1,75	71
			524	1,50	85

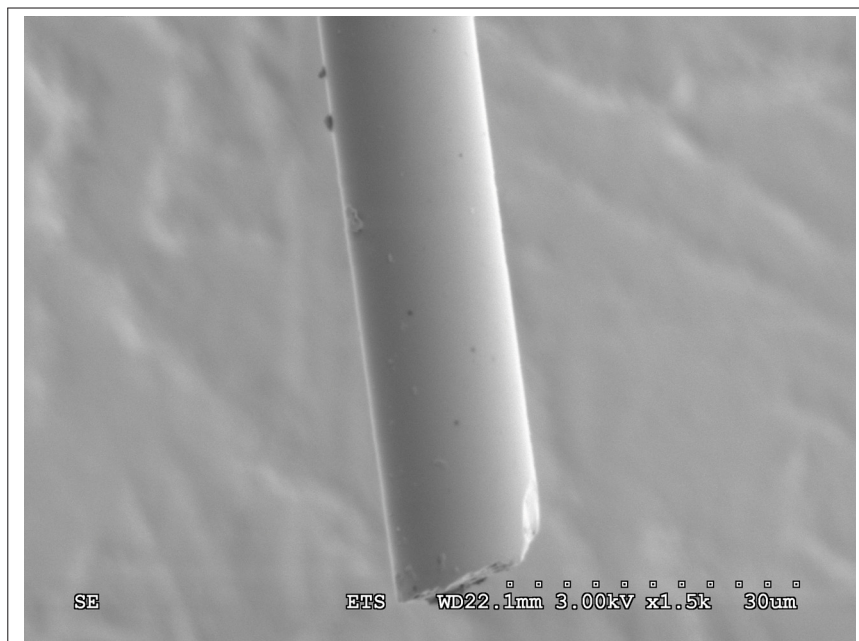


Figure 3.3 Interface notée 0 observée sur l'échantillon T05-06 après des essais à sec, sans cycles thermiques, à température ambiante sous une contrainte cyclique maximale de 314 MPa

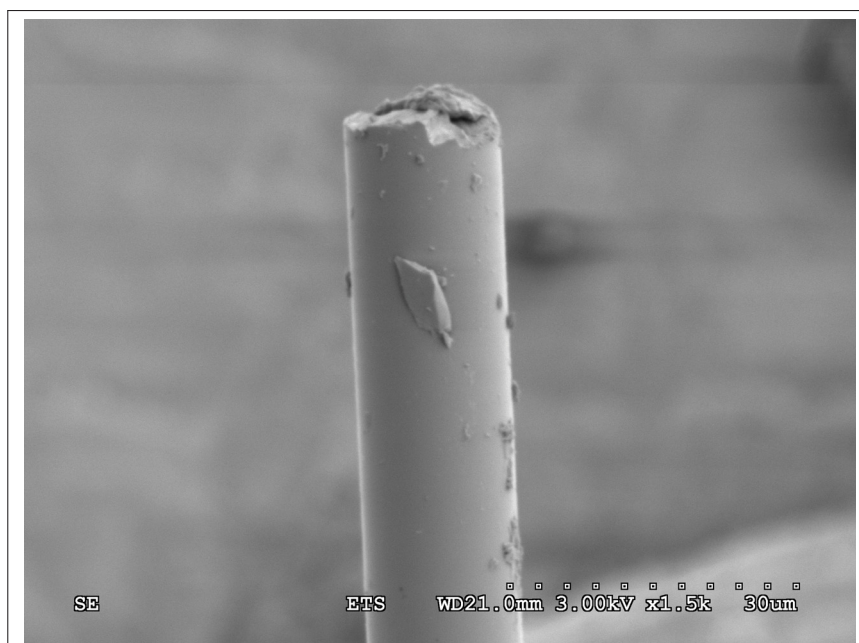


Figure 3.4 Interface notée 1 observée sur l'échantillon T03-10 après des essais à sec, avec cycles thermiques, à température ambiante sous une contrainte cyclique maximale de 419 MPa

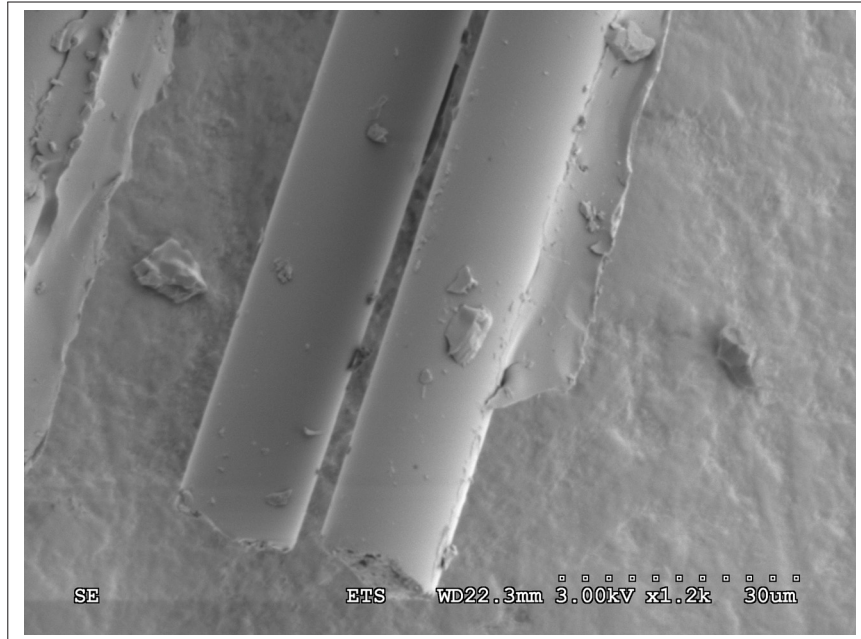


Figure 3.5 Interface notée 2 observée sur l'échantillon T05-06 après des essais à sec, sans cycles thermiques, à température ambiante sous une contrainte cyclique maximale de 314 MPa

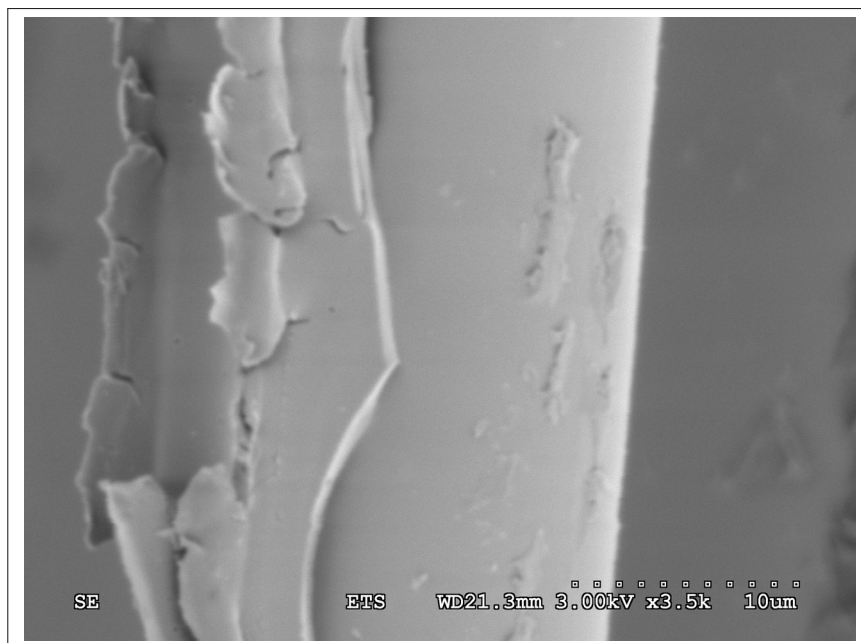


Figure 3.6 Interface notée 3 observée sur l'échantillon T02-04 après des essais saturés en humidité, sans cycles thermiques, à -40 °C sous une contrainte cyclique maximale de 314 MPa

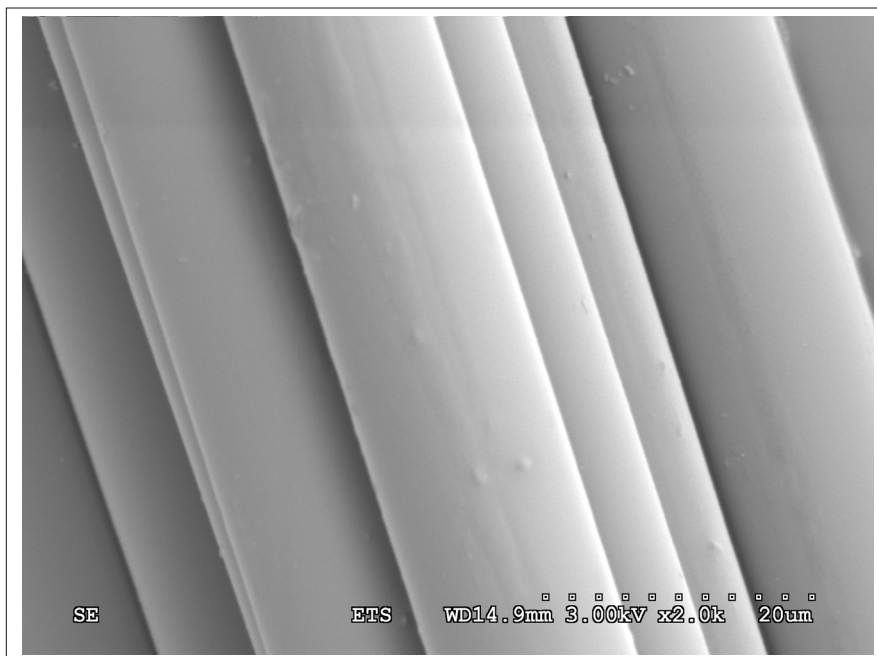


Figure 3.7 Apparence des fibres nues avant la fabrication

CHAPITRE 4

ANALYSE

L'analyse des résultats expérimentaux permet de détecter et de qualifier les possibles effets des basses températures, de l'humidité et des cycles thermiques sur la durée de vie en fatigue des composites de fibres de verre/époxy. La recherche d'effets potentiels débute avec le paramètre des cycles thermiques. Une comparaison graphique des différentes conditions de test permet de détecter la présence ou l'absence d'impact sur la durée de vie en fatigue. La méthode d'ANCOVA permet également de comparer les différentes conditions entre elles. Par la suite, individuellement, les paramètres de saturation en humidité et de température sont analysés de la même façon afin d'évaluer leurs possibles impacts. L'analyse tente par la suite de détecter des effets de synergie entre les paramètres environnementaux. Finalement, l'analyse des résultats obtenus au MEB permettent de qualifier l'adhérence à l'interface lors de la rupture.

4.1 Comparaison des vies en fatigue

Pour cette analyse, tel qu'il est présenté dans la méthodologie, les courbes de tendance ainsi que les intervalles de confiance à 95% sont établis à l'aide de la norme ASTM E0739-91 Practice for Statistical Analysis of Linear or Linearized Stress-Life and Strain-Life Fatigue Data. La nomenclature abrégée présentée au chapitre précédent est utilisée pour les légendes des figures.

Les graphiques 4.1 et 4.2 présentent l'ensemble des données des essais en fatigue avec les courbes de tendances et les intervalles de confiance pour la condition de base en contraintes absolues et relatives. La condition de base est définie comme étant un échantillon sec, n'ayant pas subi de cycles thermiques et testé à température ambiante. On peut remarquer un grand nombre de points à l'extérieur des intervalles de confiance qui tendent à supporter l'hypothèse que certains effets environnementaux peuvent avoir un impact sur la durée de vie en fatigue.

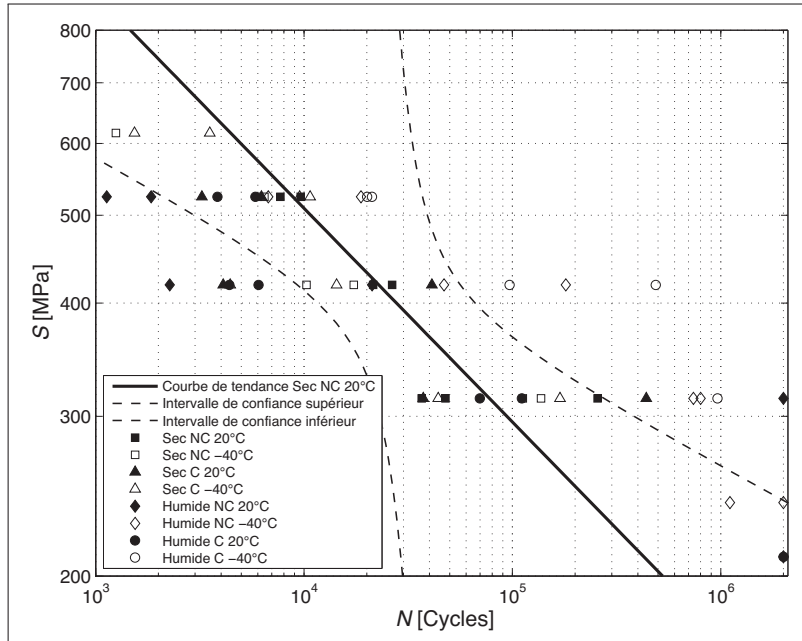


Figure 4.1 Résultats des essais de fatigue représentés en contraintes absolues avec courbe de tendance sec, non cyclé, température ambiante

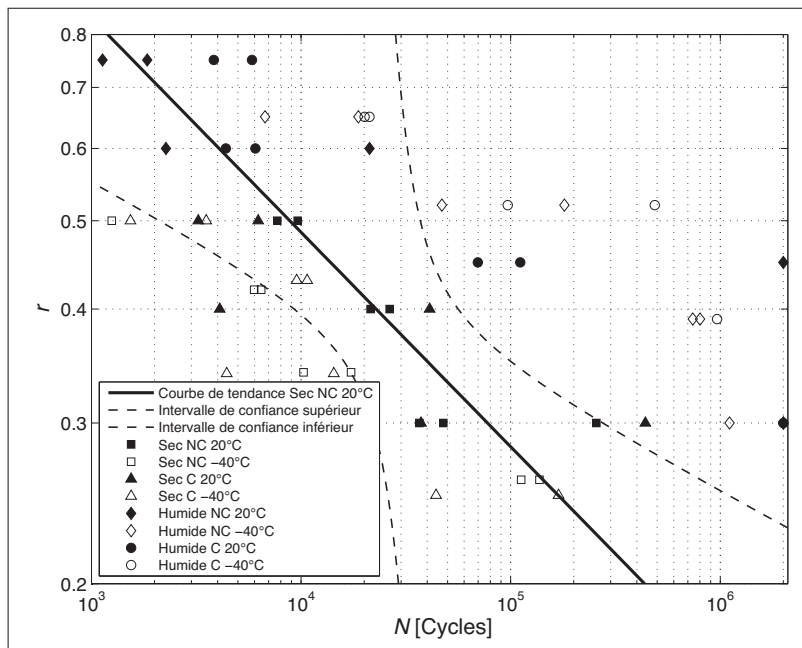


Figure 4.2 Résultats des essais de fatigue représentés en contraintes relatives avec courbe de tendance sec, non cyclé, température ambiante

4.1.1 Effet des cycles thermiques

Le premier effet environnemental étudié est l'effet des cycles thermiques. Afin de vérifier si ce paramètre a un impact sur la durée de vie, les courbes de tendance pour chaque condition de test doivent être comparées.

Pour les échantillons secs et testés à température ambiante, les résultats sont présentés aux figures 4.3 et 4.4. Nous constatons que la courbe de tendance des échantillons ayant subi des cycles thermiques se situe à l'intérieur de l'intervalle de confiance des échantillons n'ayant reçu aucun cycle thermique. Nous observons cependant une augmentation des intervalles de confiance pour les échantillons ayant subi des cycles thermiques. On peut donc constater une légère augmentation de la dispersion des résultats dans ces conditions de test, mais pas d'effet marqué sur la courbe de tendance centrale.

Pour les échantillons saturés en humidité et testés à température ambiante, les résultats sont présentés aux figures 4.5 et 4.6. En raison du faible nombre de résultats valides pour les échantillons n'ayant pas subi de cycles thermiques, l'intervalle de confiance couvre la quasi-totalité du graphique. La courbe de tendance des échantillons n'ayant pas subi de cycles thermiques est donc comparée à l'intervalle de confiance des échantillons ayant subi des cycles thermiques. Nous constatons de nouveau que la courbe de tendance se situe à l'intérieur de l'intervalle de confiance. Nous ne pouvons donc pas associer d'effets visibles aux cycles thermiques pour cette condition de test.

Les résultats pour les échantillons secs et testés à $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ sont présentés aux figures 4.7 et 4.8. Les courbes de tendance des échantillons ayant subi des cycles thermiques se situent à l'intérieur des intervalles de confiance des échantillons n'ayant pas subi de cycles thermiques. La dispersion des résultats est encore une fois légèrement supérieure pour les échantillons ayant subi des cycles thermiques.

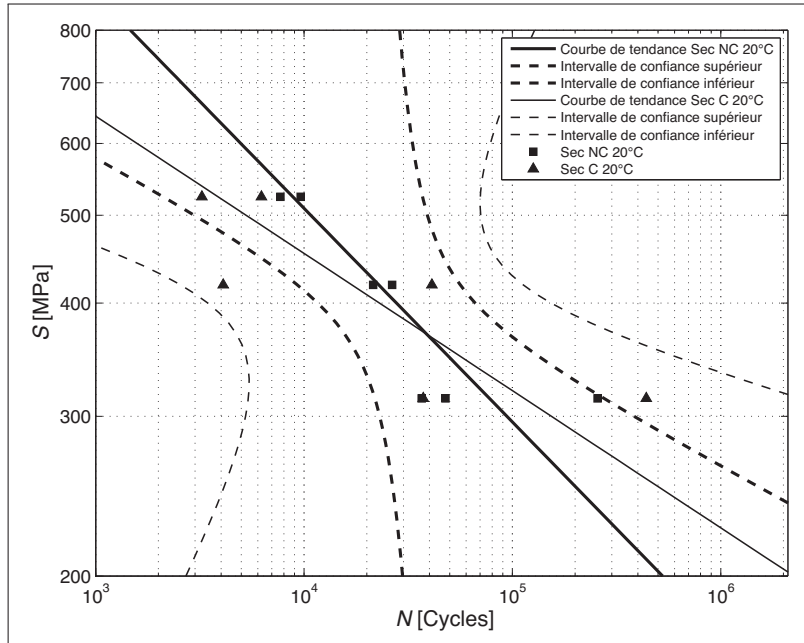


Figure 4.3 Effets des cycles thermiques sur les échantillons secs testés à température ambiante représentés en contraintes absolues

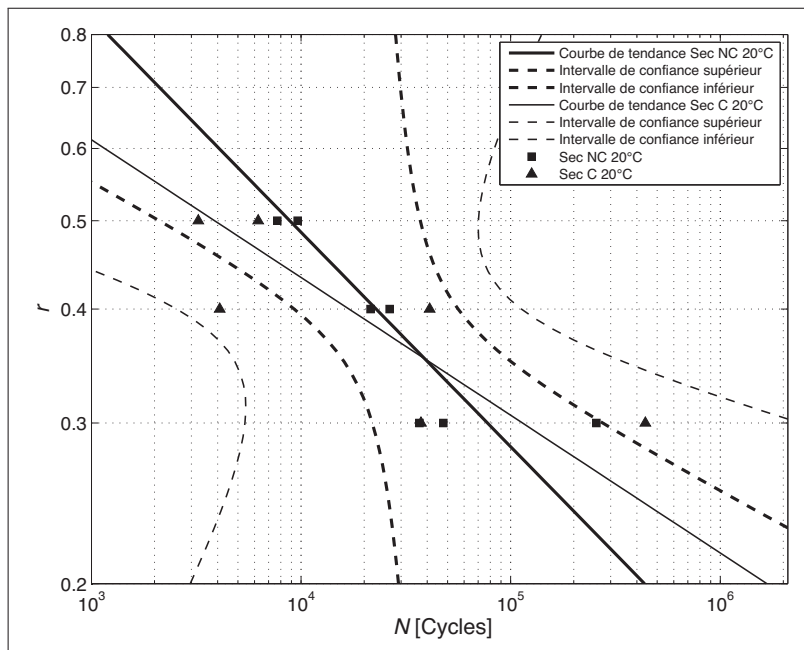


Figure 4.4 Effets des cycles thermiques sur les échantillons secs testés à température ambiante représentés en contraintes relatives

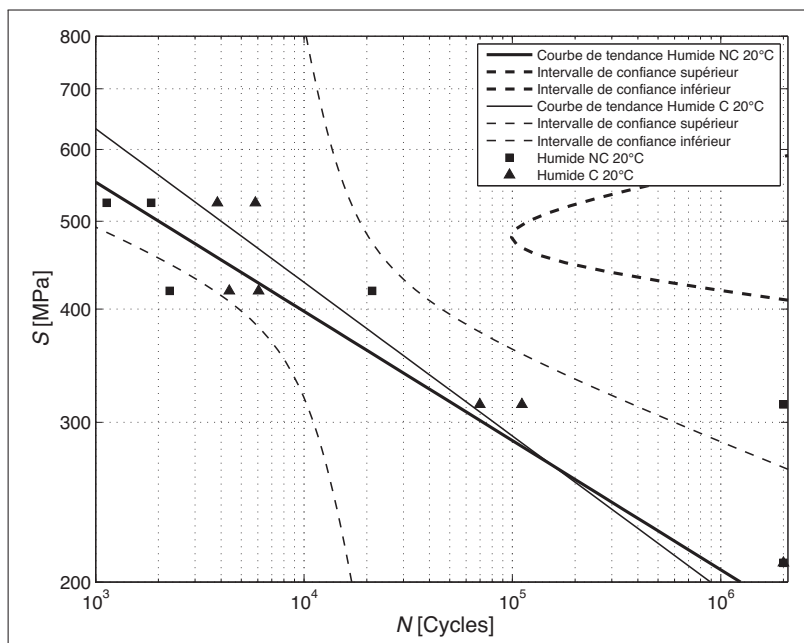


Figure 4.5 Effets des cycles thermiques sur les échantillons humides testés à température ambiante représentés en contraintes absolues

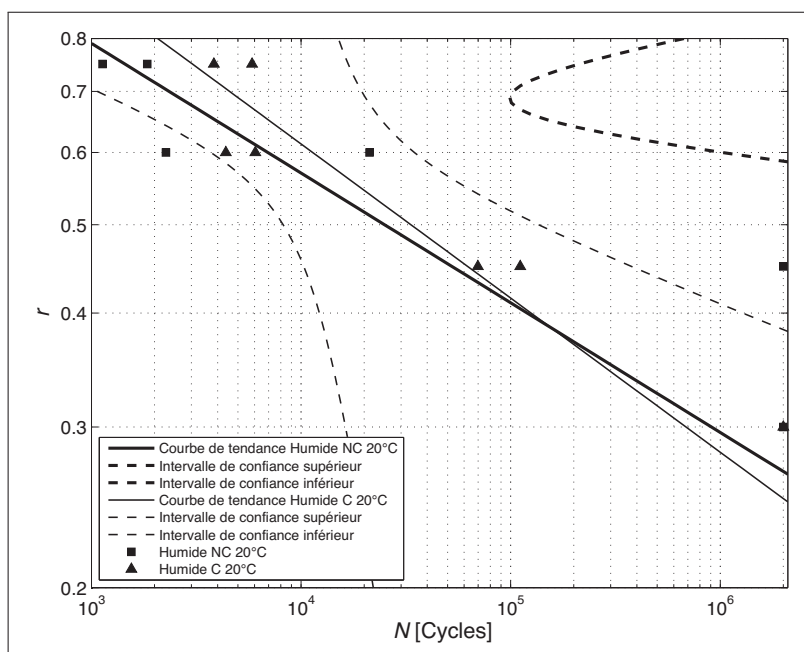


Figure 4.6 Effets des cycles thermiques sur les échantillons humides testés à température ambiante représentés en contraintes relatives

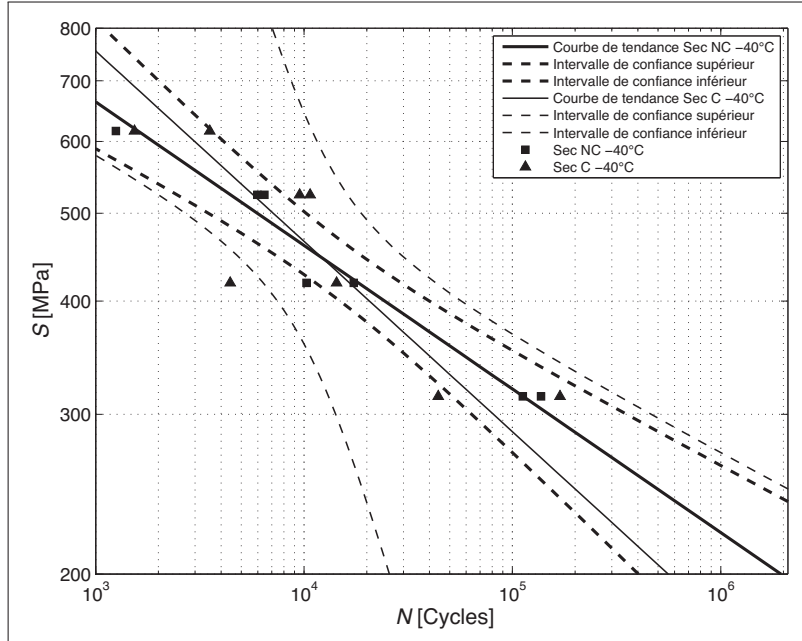


Figure 4.7 Effets des cycles thermiques sur les échantillons secs testés à basse température représentés en contraintes absolues

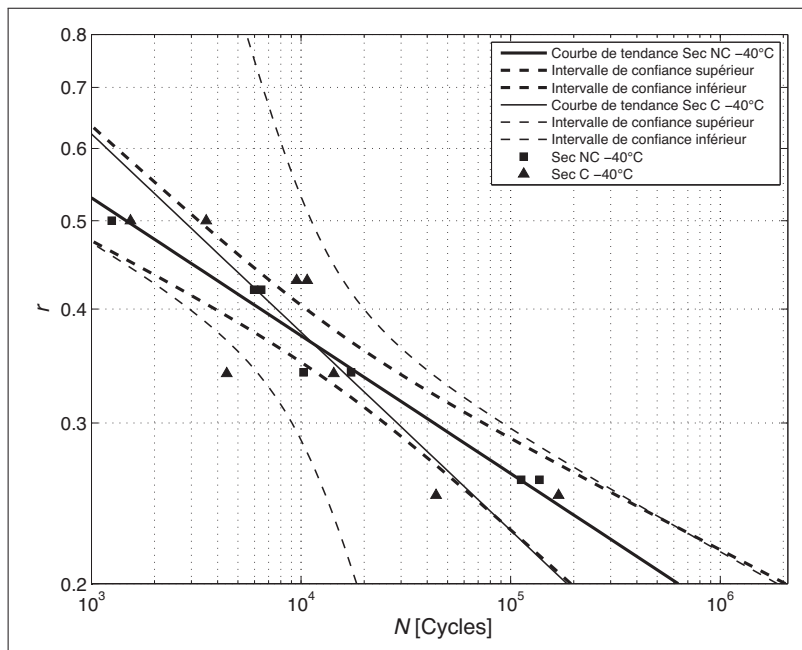


Figure 4.8 Effets des cycles thermiques sur les échantillons secs testés à basse température représentés en contraintes relatives

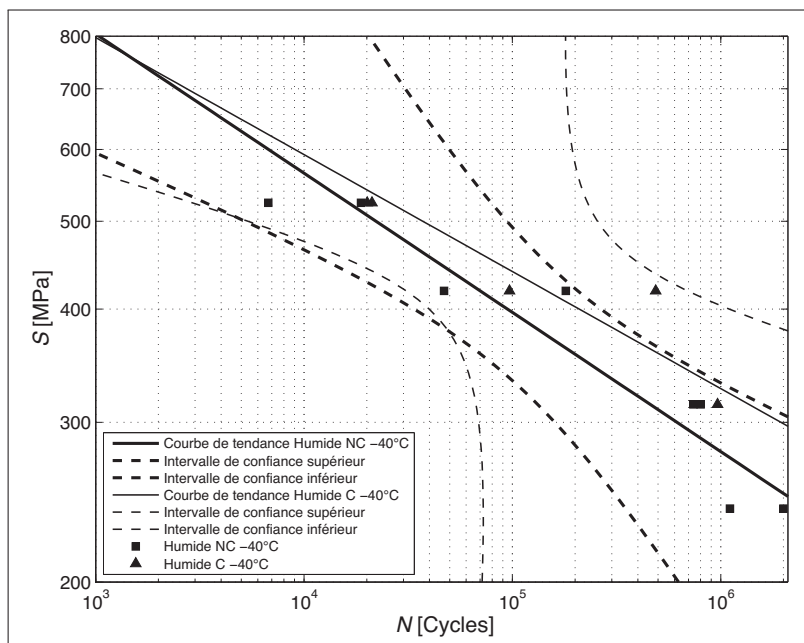


Figure 4.9 Effets des cycles thermiques sur les échantillons saturés testés à basse température représentés en contraintes absolues

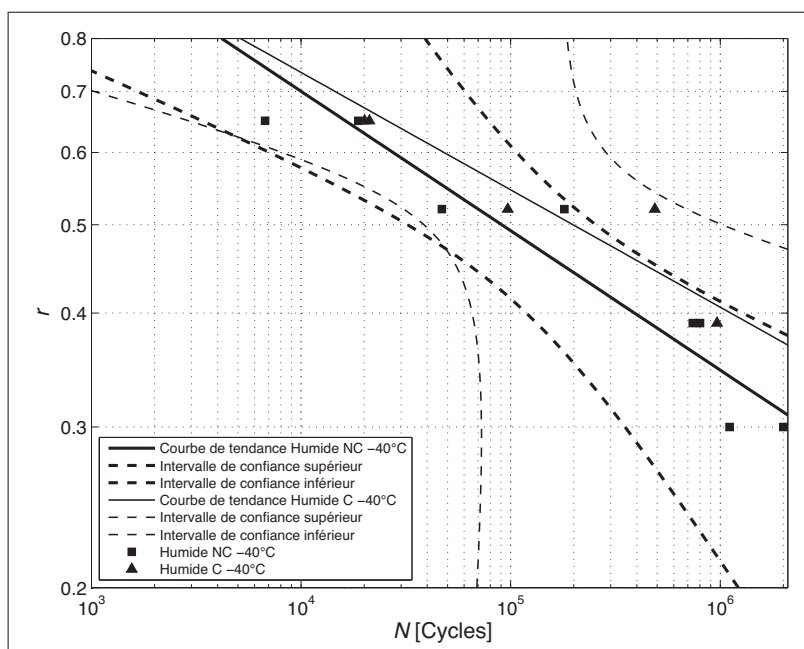


Figure 4.10 Effets des cycles thermiques sur les échantillons saturés testés à basse température représentés en contraintes relatives

Les résultats pour les échantillons saturés en humidité et testés à $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ sont présentés aux figures 4.9 et 4.10. Encore une fois, il est possible de remarquer une légère augmentation de la dispersion chez les résultats ayant subi des cycles thermiques, mais la courbe de tendance est à l'intérieur des intervalles de confiance alors aucun effet ne peut être confirmé.

La comparaison des courbes à l'aide d'une ANCOVA permet d'évaluer la présence ou l'absence d'effets causés par les cycles thermiques. Cette analyse compare, pour chaque condition de saturation en humidité et de température de test, les conditions ayant reçu des cycles thermiques aux conditions vierges. Un résultat négatif indique que les courbes de tendance ne sont pas statistiquement différentes. Nous pouvons alors poser l'hypothèse que les cycles thermiques n'ont pas d'effets sur la durée de vie en fatigue. Un résultat positif quant à lui indique que les deux courbes sont statistiquement différentes et, par le fait même, que les cycles thermiques ont un effet sur la durée de vie en fatigue. Cette analyse corrobore les résultats obtenus lors de l'analyse des courbes de tendance.

Le tableau 4.1 présente les résultats de cette analyse pour chaque condition de test. Les valeurs obtenues étant toutes supérieures à 5%, nous ne pouvons donc pas rejeter l'hypothèse nulle. Ce résultat ne signifie pas que les deux groupes d'échantillons sont statistiquement identiques, mais plutôt que la variation entre les deux groupes est inférieure à la variation interne de chaque groupe pris individuellement.

Tableau 4.1 Résultats des ANCOVA pour détecter les effets des cycles thermiques

Teneur en humidité	Température de test	Valeur-p pour l'ANCOVA en contraintes absolues	Valeur-p pour l'ANCOVA en contraintes relatives
Sec	20°C	0,7089	0,7089
	-40°C	0,9736	0,9201
Saturé	20°C	0,3329	0,3328
	-40°C	0,142	0,1414

Au regard de ces deux analyses, nous pouvons poser l'hypothèse que les résultats obtenus pour les échantillons ayant subi des cycles thermiques ne sont pas statistiquement différents

des résultats pour les échantillons sans cycles thermiques. Malgré une hausse légère de la dispersion dans les résultats, nous pouvons indiquer que les cycles thermiques n'ont pas eu d'effets marqués sur la durée de vie en fatigue.

En conséquence de cette hypothèse, dans les prochaines sections, les calculs des courbes de tendance et des intervalles de tolérance pour l'évaluation des effets environnementaux prennent en considération l'ensemble des données en combinant les échantillons ayant subi des cycles thermiques à ceux n'ayant pas reçu de traitement.

Malgré cette combinaison des conditions de test ayant reçu des cycles thermiques aux conditions vierges pour le calcul des courbes de tendance et des intervalles de confiance, les marqueurs restent spécifiques pour chaque condition.

4.1.2 Effet de l'humidité

Les figures 4.11 et 4.12 permettent d'isoler l'effet de la saturation en humidité pour les essais à température ambiante en contraintes absolues et relatives. Dans le graphique en contraintes absolues, nous remarquons une légère différence pour les contraintes plus élevées où les deux courbes de tendance quittent localement les intervalles de confiance entre 400 et 450 MPa. Pour le graphique en contraintes relatives, nous remarquons cependant une augmentation pour les plus faibles contraintes, puisque la courbe de tendance est à l'extérieur de l'intervalle de confiance à 95%.

L'ANCOVA permet de confirmer ces observations. L'analyse en contraintes absolues donne une valeur-p de 5,33% qui indique une faible présomption contre l'hypothèse nulle. L'analyse en contraintes relatives donne cependant une valeur-p de 1,05% qui permet de rejeter l'hypothèse nulle. Nous pouvons donc confirmer que les deux groupes de données sont statistiquement différents. Cette différence confirme la présence d'un effet causé par la saturation en humidité.

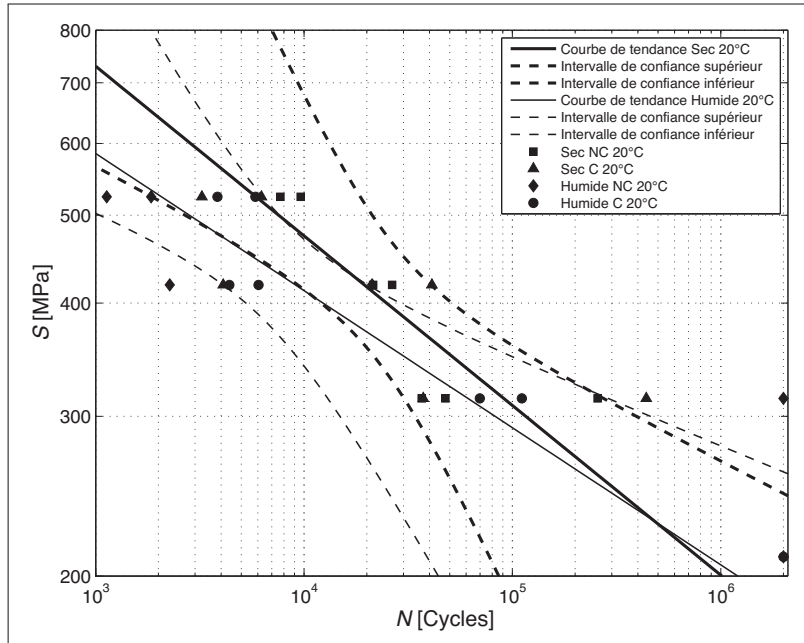


Figure 4.11 Effet de l'humidité représenté en contraintes absolues

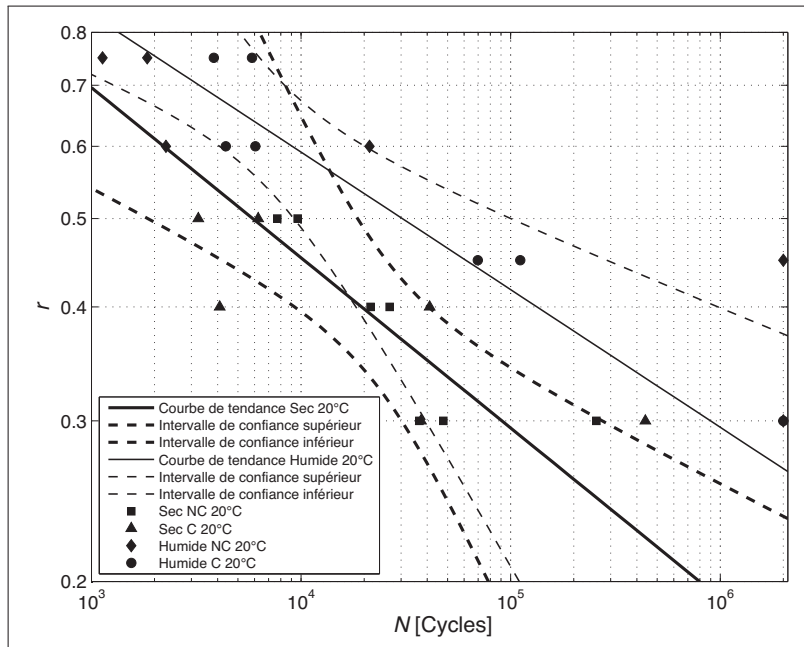


Figure 4.12 Effet de l'humidité représenté en contraintes relatives

Les résultats permettent d'observer que, même si la limite en traction pour les échantillons saturés est inférieure à celle des échantillons secs, cette réduction ne semble pas produire une réduction équivalente de la durée de vie en fatigue à faibles contraintes. Également, la réduction de la résistance à fortes contraintes n'est pas proportionnelle à la réduction des propriétés statiques, puisque malgré une réduction des propriétés en contraintes absolues nous constatons une légère amélioration à fortes contraintes en contraintes relatives. Cette augmentation relative de la durée de vie est probablement due à l'augmentation de la ductilité de la matrice.

Il faut également rappeler que les échantillons n'ayant pas atteint la rupture ne sont pas considérés dans le calcul de la courbe de tendance. En tenant compte de ces échantillons, la durée de vie à faibles contraintes indique une augmentation même en contraintes absolues. L'ensemble de ces résultats sont en accord avec les effets rapportés par Kensche (2006).

4.1.3 Effet de la température

Les figures 4.13 et 4.14 présentent les effets de la basse température pour les échantillons secs. La superposition des courbes de tendance dans le graphique en contraintes absolues indique que la basse température n'a pas d'effets sur la durée de vie des échantillons secs. L'ANCOVA confirme cette observation avec une valeur-p de 73,09% qui indique qu'il est impossible de rejeter l'hypothèse nulle. En contraintes absolues, les deux courbes ne sont donc pas statistiquement différentes et nous ne pouvons confirmer la présence d'effet.

Nous remarquons cependant un décalage vers le bas de la courbe de tendance pour le graphique en contraintes relatives. L'ANCOVA nous donne pour cette comparaison une valeur-p de 0,26% et donc une très forte indication de la différence entre les deux courbes de tendance.

L'augmentation de la résistance en traction à basse température n'a pas produit l'augmentation proportionnelle de la durée de vie suggérée dans Harris (2003). L'augmentation de la résistance de la matrice ne semble pas avoir été suffisante pour contrer les effets causés par la réduction de la ductilité de la matrice.

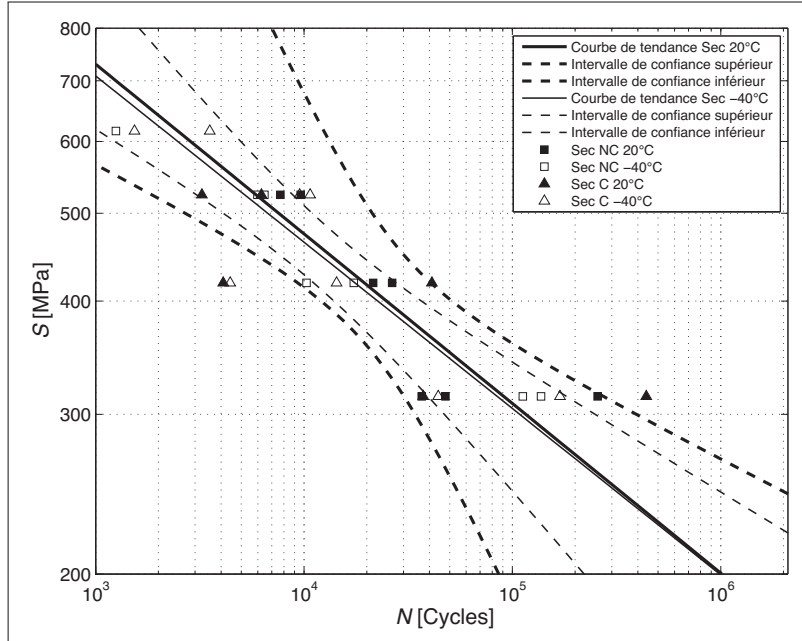


Figure 4.13 Effet de la température représenté en contraintes absolues

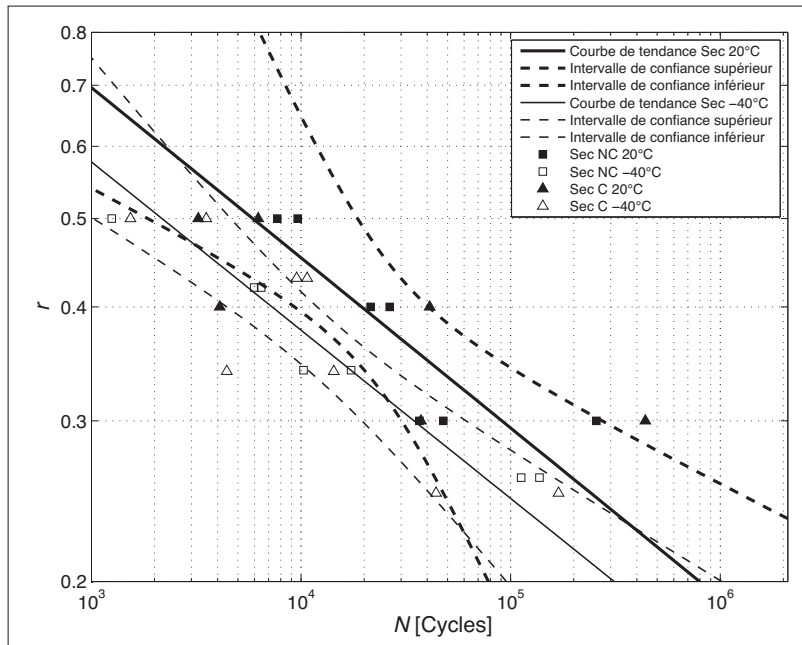


Figure 4.14 Effet de la température représenté en contraintes relatives

4.1.4 Effet combiné de l'humidité et de la température

En plus de l'analyse des effets isolés, il est important de vérifier la présence ou l'absence d'effets de synergie. Les résultats permettant d'évaluer l'effet combiné de la saturation et des basses températures sont présentés aux figures 4.15 et 4.16. Il est possible de constater une nette augmentation de la durée de vie des échantillons pour cette condition de test comparativement aux conditions de base. L'ANCOVA permet de confirmer ces observations avec des valeurs-p de $1,11 \times 10^{-4}$ en contraintes absolues et de $5,5 \times 10^{-8}$ en contraintes relatives. Ces valeurs-p indiquent que nous pouvons rejeter l'hypothèse nulle et confirmer un effet lorsque l'on combine les basses température à la saturation en humidité.

Ces résultats démontrent un effet de synergie entre les basses températures et la saturation en humidité. Une raison pouvant possiblement expliquer ce phénomène serait que la réduction de la ductilité de la matrice à basse température soit compensée par une augmentation de la ductilité en raison de la saturation en humidité. L'augmentation de la résistance qui en résulte permettrait une augmentation de la durée de vie en fatigue malgré la réduction de la résistance en traction notée dans les travaux de Cormier (2009).

Il est possible de valider cette synergie en comparant les résultats obtenus à l'état anhydre avec ceux à l'état saturé en humidité lors des essais à basse température. Les figures 4.17 et 4.18 présentent les résultats pour les échantillons saturés en humidité et anhydres lors des essais à basse température. Comparativement aux essais à température ambiante qui présentaient une légère réduction de la durée de vie, un comportement très différent lors de la saturation en humidité peut être observé. Le décalage observé est confirmé par l'ANCOVA avec des résultats pour la valeur-p de 6,28% en contraintes absolues et 2,86% en contraintes relatives.

Ces résultats viennent appuyer l'hypothèse que l'augmentation de la ductilité de la matrice en raison du taux d'humidité vient annuler la réduction de la ductilité en raison des basses températures.

Finalement, les figures 4.19 et 4.20 présentent les effets de la température pour les échantillons saturés en humidité. Une augmentation simple de la ductilité n'est pas suffisante pour aug-

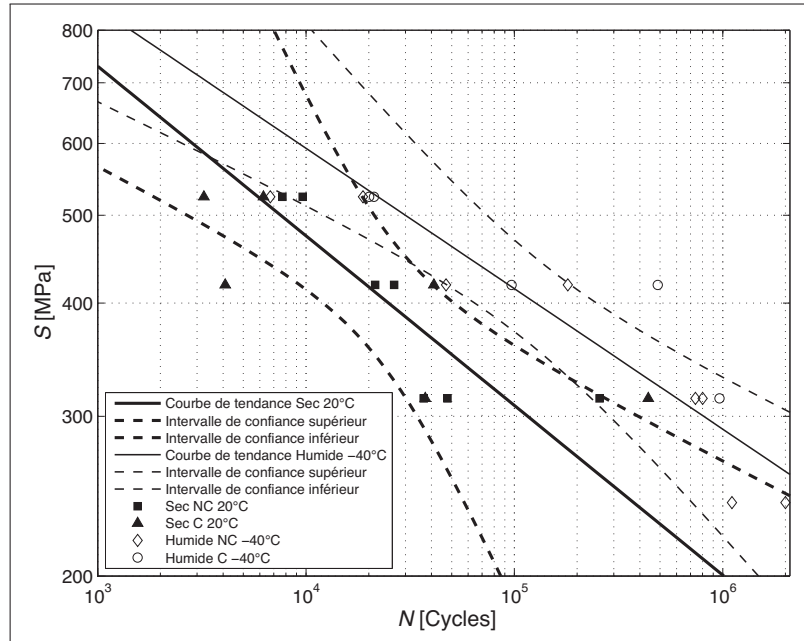


Figure 4.15 Effet combiné de la température et de l'humidité représenté en contraintes absolues

menter la durée de vie en fatigue comme démontré précédemment. Cependant, lorsque cette dernière est jumelée à une augmentation de la résistance de la matrice à basse température, une augmentation de la durée de vie en fatigue est notable pour la condition de saturation en humidité. Cette augmentation est clairement visible dans les figures 4.19 et 4.20. La présence de cet effet sur les courbes de tendance est aussi confirmée par l'ANCOVA qui donne des valeurs- p de 2×10^{-6} en contraintes absolues et 0,16% en contraintes relatives.

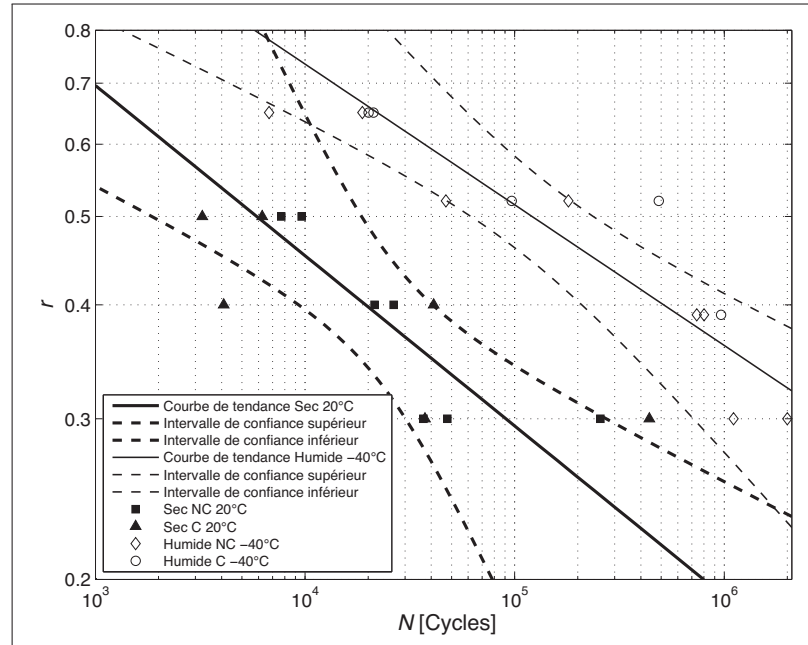


Figure 4.16 Effet combiné de la température et de l'humidité représenté en contraintes relatives

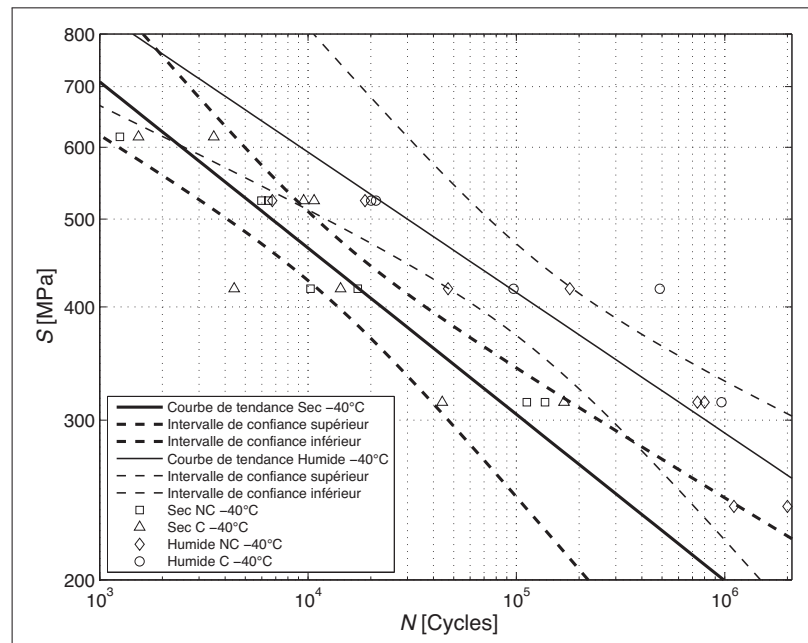


Figure 4.17 Effet de la saturation à basse température représenté en contraintes absolues

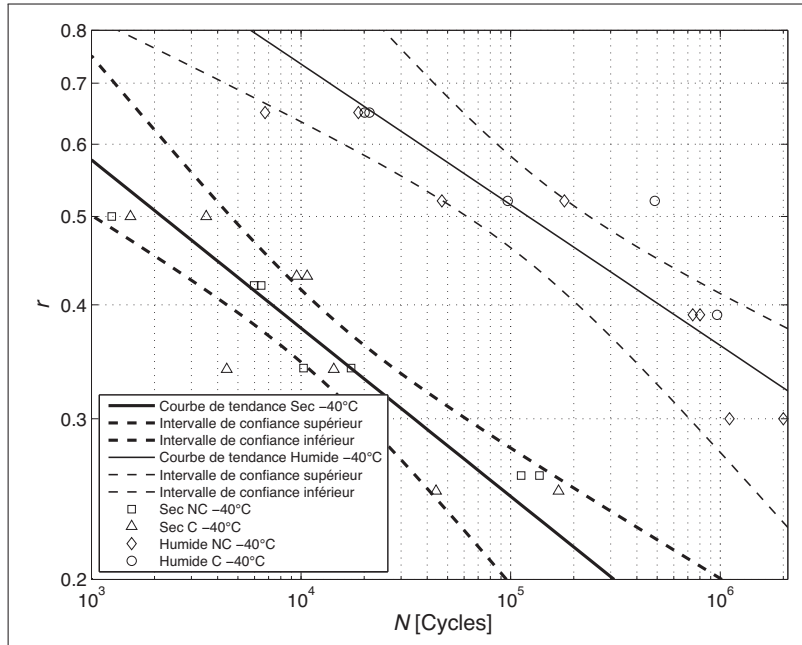


Figure 4.18 Effet de la saturation à basse température représenté en contraintes relatives

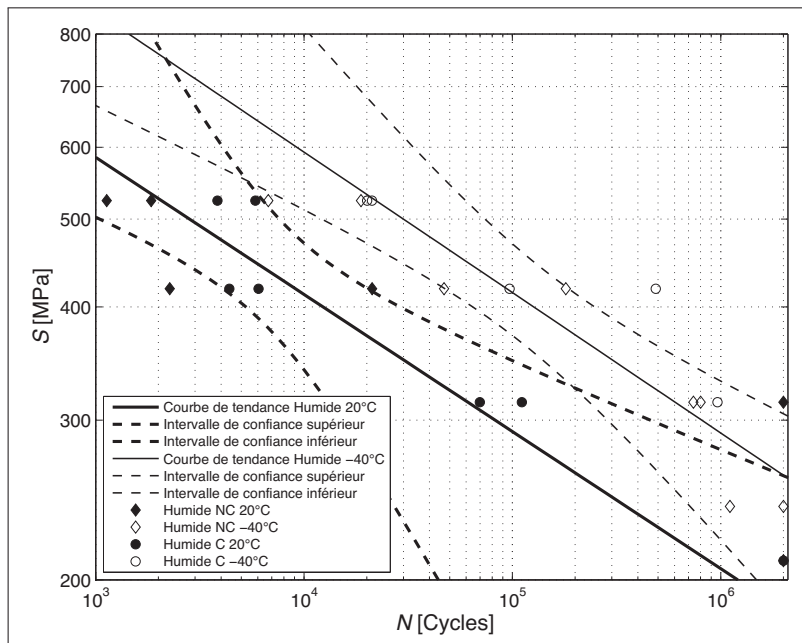


Figure 4.19 Effet de la température pour les échantillons saturés représenté en contraintes absolues

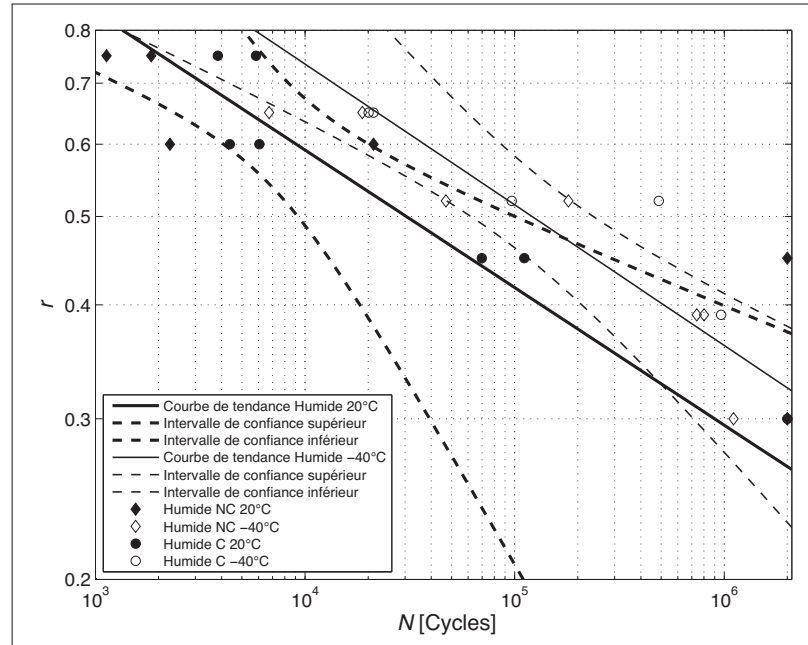


Figure 4.20 Effet de la température pour les échantillons saturés représenté en contraintes relatives

4.2 Analyse de l'adhérence à l'interface

L'observation de l'adhérence à l'interface permet d'analyser les effets des conditions de test et des cycles thermiques par une autre approche. Ces observations peuvent permettre de confirmer des effets qui ont été présentés aux sections précédentes ou encore de déceler des effets qui n'ont pas été décelés précédemment.

Le tableau 4.2 présente les moyennes des résultats de l'évaluation des interfaces. L'adhérence de la matrice a été évaluée pour un grand nombre d'échantillons et des notes de 0 à 4 ont été attribuées en fonction de l'état de l'interface après la rupture. Une moyenne plus élevée indique une plus grande adhérence entre la fibre et la matrice. Ce tableau compare les échantillons en fonction du conditionnement par cycles thermiques pour deux niveaux de contraintes. Le premier résultat qui ressort de l'analyse de la qualité de l'adhérence est l'écart entre les échantillons ayant subi des cycles thermiques et les échantillons vierges. Nous remarquons une réduction de l'adhérence de la matrice pour les échantillons ayant subi des cycles thermiques. Ce changement à l'interface n'a toutefois pas entraîné de modification de la durée de vie en fatigue pour un composite unidirectionnel.

Tableau 4.2 Évaluation de l'effet des cycles thermiques sur la résistance de l'interface

Cycles thermiques	Contrainte maximale [MPa]		
	Toutes	419	524
Oui	1,67	1,63	1,56
Non	1,90	2,06	1,69

En second lieu, il est possible de comparer les faciès de rupture pour l'ensemble des échantillons saturés en humidité et secs. Les données nécessaires à cette comparaison sont présentées au tableau 4.3. Pour l'ensemble des niveaux de contraintes, la saturation en humidité semble avoir amélioré l'adhérence de la matrice. Les effets négatifs de l'humidité pour l'interface re-

portés dans la littérature pourraient donc avoir été compensés par l'augmentation de la ductilité de la matrice.

Tableau 4.3 Évaluation de l'effet de l'humidité sur la résistance de l'interface

Taux d'humidité	Contrainte maximale [MPa]		
	Toutes	419	524
Saturé	1,89	2,00	1,69
Sec	1,70	1,69	1,56

En ce qui concerne la température, l'augmentation de la durée de vie à basse température est également accompagnée d'une amélioration de l'adhérence de la matrice lors de la rupture. Ces données sont présentées au tableau 4.4.

Tableau 4.4 Évaluation de l'effet de la température sur la résistance de l'interface

Température	Contrainte maximale [MPa]		
	Toutes	419	524
20 °C	1,68	1,69	1,56
-40 °C	1,86	2,00	1,69

Finalement, on peut également noter que, pour l'ensemble des résultats présentés aux tableaux 4.2, 4.3 et 4.4, les niveaux de contraintes plus élevés ont donné lieu à une plus grande dégradation des interfaces.

CONCLUSION

En vue d'exploiter le fort potentiel éolien des régions nordiques, il est nécessaire de bien comprendre les effets du climat sur la durée de vie en fatigue des composites. Ce mémoire a présenté une étude des effets de la saturation en humidité, des basses températures et des cycles thermiques sur la durée de vie en fatigue en tension des composites de fibres de verre unidirectionnelles et de matrice époxy.

Une revue de la littérature a révélé un manque de documentation dans le domaine de la fatigue des composites à basse température. Aucune recherche complète concernant les effets des conditions nordiques sur la durée de vie en fatigue en tension n'a été produite antérieurement. Les effets individuels du froid et de l'humidité ont été documentés, mais aucune étude ne s'est attardée aux possibles effets de synergie entre ces paramètres. En ce qui concerne les cycles thermiques, plusieurs auteurs ont spéculé sur les effets de ces derniers sur la durée de vie en fatigue, mais aucun résultat ne vient supporter ces hypothèses.

À la suite d'expériences en laboratoire, les résultats obtenus ont mené à plusieurs observations.

En accord avec la littérature, une faible réduction de la durée de vie à forte contrainte pour les échantillons saturés en humidité a été remarquée. À plus faible contrainte, les résultats suggèrent une augmentation de la durée de vie en raison de l'augmentation de la ductilité de la matrice.

Pour les essais à $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$, les résultats sont fortement dépendants du taux d'humidité de l'échantillon. Pour les échantillons secs, les basses températures n'ont pas affecté la durée de vie. L'augmentation de la résistance de la matrice est neutralisée par la réduction de la ductilité. Par contre, pour les échantillons humides, un effet de synergie entre la saturation en humidité et la température a conduit à une forte augmentation de la durée de vie en fatigue.

Finalement, les essais en fatigue n'ont démontré aucun effet pour les cycles thermiques. Cependant, l'analyse des résultats au MEB laisse croire à un effet sur l'interface qui n'est pas visible dans un composite unidirectionnel. Il est donc recommandé de poursuivre les essais sur

des composites multidirectionnels, car leur comportement dépend principalement de la matrice et non des fibres.

RECOMMANDATIONS

Les résultats obtenus dans le cadre de ce projet permettent de poser quelques recommandations concernant l'utilisation des composites en milieu nordique et la poursuite des recherches dans ce domaine.

En premier lieu, les performances des composites sont sensibles aux conditions environnementales. Même si les résultats de ce mémoire suggèrent une amélioration de la durée de vie des composites unidirectionnels en condition de saturation à basse température, ces résultats sont dépendants du type de matrice, de la nature des fibres et du taux de fibres. Les résultats obtenus ne couvrent qu'une seule combinaison de ces paramètres et ne doivent pas être généralisés sans égards à ces différences.

Ensuite, les cycles thermiques n'ont pas eu d'effets sur la durée de vie en fatigue pour des composites unidirectionnels. Ce résultat peut changer totalement dans le cas de composites multidirectionnels. Comme il est présenté dans la littérature, la durée de vie en fatigue des composites unidirectionnels dépend avant tout des propriétés des fibres. Quant à elles, les propriétés des composites multidirectionnels dépendent principalement des propriétés de la matrice et de l'interface. Les effets dénotés sur l'adhérence de la matrice pourraient affecter la durée de vie en fatigue des composites multidirectionnels. Cependant, les basses températures jumelées à la saturation affectent principalement la matrice. On peut donc s'attendre à des variations plus marquées des durées de vie pour les composites multidirectionnels.

Finalement, à la lumière des résultats de ce mémoire, les concepteurs devant concevoir des structures en composites unidirectionnels soumises à des chargements en fatigue en tension n'ont pas à prévoir de facteur de réduction de la durée de vie. Les résultats obtenus pour toutes les conditions nordiques ont présenté soit un maintien des propriétés, soit une augmentation de la durée de vie.

ANNEXE I

FICHES TECHNIQUES



PRIME™ 20LV

Système d'infusion à base d'époxy

- Très basse viscosité
- Temps d'infusion variables
- Très basse exotherme, même dans les sections épaisses
- Convient à l'infusion de grandes structures
- Approuvé par les organismes Lloyds et Germanischer Lloyds*

Introduction

PRIME™ 20LV est la nouvelle génération de système d'infusion à base d'époxy de la gamme PRIME™ 20 et est spécialement conçu pour les procédés d'infusion tels que RTM (Resin Transfer Moulding), SCRIMP™ et RIFT (Resin Infusion Under Flexible Tooling).

La réduction de la viscosité et l'augmentation du temps d'emploi avant gel font que PRIME™ 20LV est le produit idéal pour l'infusion en une seule étape de grandes structures à renforcements complexes. Ses propriétés exceptionnelles comme la basse exotherme ont été maintenues, permettant à des sections très épaisses d'être mise en oeuvre sans risque de durcissement prématuré due à la chaleur de la réaction exothermique. Cette basse exotherme aide également à prolonger la durée de vie du moule.

Les expériences très réussies de l'utilisation de PRIME™ 20LV pour le moulage en une seule étape s'étendent de la mise en oeuvre de mâts fins en carbone jusqu'aux coques de bateaux « 80' yacht » et des pâles d'éolienne. D'excellentes propriétés mécaniques et physiques sont maintenues à partir d'une simple cuisson ultérieure à 50°C; les propriétés finales du laminé sont comprises entre les propriétés d'un laminé stratifié par voie humide manuellement et les propriétés d'un laminé mise en oeuvre avec des préimprégnés à basse température de cuisson.

Le système PRIME™ 20LV est disponible avec 4 durcisseurs, offrant une vaste gamme de temps d'emploi et de vitesse de cuissons. Cela permet au temps de gel de la résine d'être proche du temps d'infusion nécessaire quelque soit la taille de la pièce à infuser.

Le durcisseur haut-Tg est idéal pour les applications qui demande une capacité thermique a plus de 100°C.

*Durcisseur haut Tg exclue

Tableau 1. Propriétés des composants					
	Resiné LV	Durcisseur			
		Rapide	Lent	Très Lent	Haut Tg
Rapport de mélange (par poids)	100	26	26	26	24
Rapport de mélange (par volume)	100	31.4	31.4	31.4	32.50
Viscosité @20°C (cP)	1010-1070	25-27	22-24	16-18	29-31
Viscosité @25°C (cP)	600-640	20-22	15-17	13-15	25-27
Viscosité @30°C (cP)	390-410	16-18	12-14	10-12	21-23
Durée de vie (mois)	12	12	12	12	12
Couleur (Gardener)	1	7	Transparent	1	Transparent
Couleur du mélange (Gardner)	-	3	1	1	1
Densité des composants (g/cm ³)	1.123	0.983	0.936	0.931	0.926
Densité du mélange (g/cm ³)	-	1.089	1.084	1.083	1.078

Mélange et Maniement

La résine PRIME™ 20LV est mélangée au durcisseur PRIME™ 20 avec le rapport de mélange suivant :

Résine PRIME™ 20LV : Durcisseur PRIME™ 20 (Rapide, Lent, Très Lent)

100 : 26 (par poids)

100 : 31.4 (par volume)

PRIME™ 20LV resin: Durcisseur PRIME™ Haut Tg

100 : 24 (par poids)

100 : 29.1 (par volume)

Le durcisseur rapide n'est pas habituellement utilisé tout seul avec la résine – il peut bien sur être utilisé tout seul, mais il est généralement pré-mélangé avec un autre durcisseur PRIME™ 20 pour créer des temps de gel plus rapides que ceux obtenus uniquement avec les durcisseurs Lent et Très Lent. La combinaison de durcisseurs pré-mélangés (Rapide + Lent ou Rapide + Très Lent) est alors mélangée à la résine au rapport de mélange habituel 100 : 26 par poids.

Soyez aussi précis que possible; la vitesse de cuisson ne changera pas de manière significative avec la quantité de durcisseur mais elle réduira des propriétés physiques telle que la solidité du matériau cuit. Mélanger minutieusement la résine et le durcisseur pour un minimum de deux minutes, en portant une attention particulière aux cotés et au fond du pot de mélange. La réaction chimique commence dès que les matériaux sont mélangés; elle dégage de la chaleur (exotherme) qui accélère la vitesse de réaction. Si le matériau mélangé est laissé dans un système renfermé, l'énergie de la réaction chimique résine / durcisseur ne peut pas être dissipée et la réaction peut devenir incontrôlable. Se référer à la section « Propriétés de Mise en oeuvre ».

Application

Le système PRIME™ 20LV est destiné à l'infusion suivant des procédés de mise en oeuvre précédemment prouvés. Les informations résumées dans les tableaux de cette fiche de données devraient permettre à l'utilisateur d'obtenir des résultats très satisfaisants avec le système PRIME™ 20LV. Toutefois, si des informations supplémentaires sont nécessaires, veuillez contacter le Service Technique de Gurit.

Cycles de cuisson

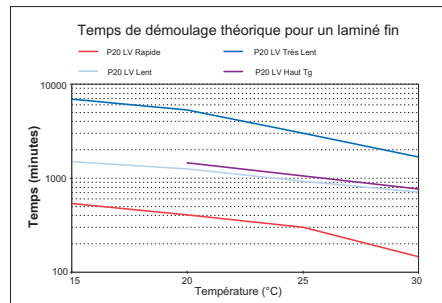
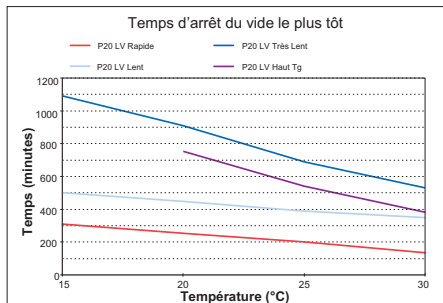
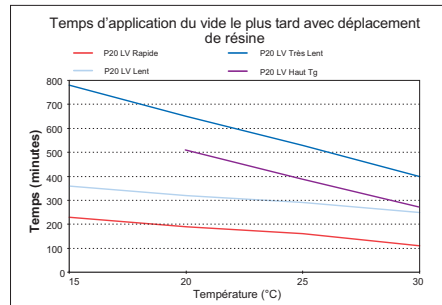
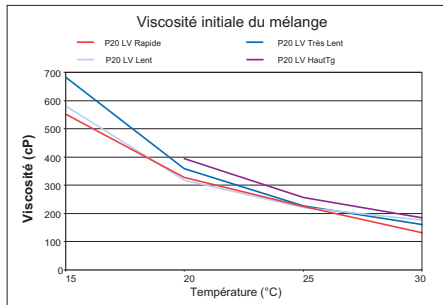
Pour générer les propriétés mécaniques optimales de ce système, une cuisson à température élevée est nécessaire. Les cycles de cuisson minima recommandés sont de 7 heures à 65°C ou 16 heures à 50°C. La cuisson à température ambiante de ce système (15-25°C) ne permettra pas de générer les propriétés adéquates et n'est donc pas recommandée.

Des pièces peuvent être « précuites » dans le moule juste au-dessus de la température ambiante (i.e. 35-45°C) pour donner suffisamment de maintien et de rigidité à la pièce et permettre un démoulage plus tôt. De telles pièces doivent toutefois toujours être cuites ultérieurement au temps et à la température minima recommandés ci-dessus. Veuillez contacter le Service Technique de Gurit pour la recommandation de températures et temps de pré-cuissons.

Table 2. Propriétés de Mise en Oeuvre

	Durcisseur Rapide				Durcisseur Lent				Durcisseur Très Lent				Durcisseur Haut Tg		
	15°C	20°C	25°C	30°C	15°C	20°C	25°C	30°C	15°C	20°C	25°C	30°C	20°C	25°C	30°C
Viscosité initiale du mélange (cP)	535-568	318-338	219-232	127-134	564-598	308-328	214-228	172-182	662-702	347-369	220-234	155-165	397	265	181
Temps de gel – 150g de mélange, dans l'eau (heures:minutes)	1:30	1:09	0:30	0:17	6:20	5:00	3:20	2:20	13:30	10:20	8:00	6:15	7:45	6:30	4:08
Durée de vie dans un pot – 500g de mélange exposé à l'air (heures:minutes)	0:35	0:28	0:23	0:16	1:30	1:15	1:00	0:45	7:55	6:00	4:05	2:10	3:20	2:10	1:10
Dernier déplacement de la résine sous vide (théorique, film fin, heures:minutes)	3:50	3:10	2:40	1:50	6:00	5:20	4:50	4:10	13:00	10:50	8:50	6:40	8:25	6:30	4:40
Temps d'arrêt du vide le plus tôt (théorique, film fin, heures:minutes)	5:10	4:15	3:20	2:15	8:20	7:30	6:30	5:50	18:10	15:10	11:30	8:50	12:30	9:00	6:30
Temps de Démoulage (heures:minutes)	9:00	6:45	5:00	2:30	25:00*	21:00*	15:30*	11:50*	115:00*	88:00*	50:00*	28:00*	24:30*	18:45*	13:00*

Notes: Toutes les données regroupées dans ce document doivent être utilisées de manière indicative. De faibles variations peuvent exister entre les lots.
 *Le démoulage des pièces mises en oeuvre avec les durcisseurs Lent ou Très Lent ne devrait s'effectuer qu'une fois que les pièces ont été cuites à une température élevée dans le moule.



Propriétés du système après cuisson

Propriétés thermiques du système après cuisson

Les propriétés thermiques du système Gurit PRIME™ 20LV déterminées avec la DSC (Differential Scanning Calorimeter, Mettler Toledo DSC821E), et la DMTA (Dynamic Mechanical Thermal Analysis, Rheodyne Thermal Analyser MkIII) sont regroupées dans le Tableau 3.

Tableau 3. Propriétés thermiques du système après cuisson

Durcisseur utilisé	Rapide	Lent	Très Lent	Haut Tg
Cycle de cuisson	16hrs 50°C	16hrs 50°C	16hrs 50°C	16hrs 50°C
Tg (DMTA - pic tan δ)	82.8	82.6	82.9	87
Tg absolue - DMTA (°C)	74-76	87-89	90-92	112-115
Tg1 (DMTA)	68-70	68-70	69-71	72-74
ΔH - DSC (J/g)	1.54	7.3	0.00	0.00
Estimation HDT	67	68	67	72

Propriétés mécaniques du système après cuisson (propriétés de la matrice)

Les propriétés mécaniques de la matrice sont représentés dans le Tableau 4.

Tableau 4. Propriétés mécaniques du système après cuisson

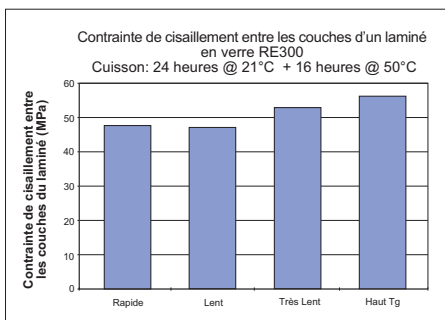
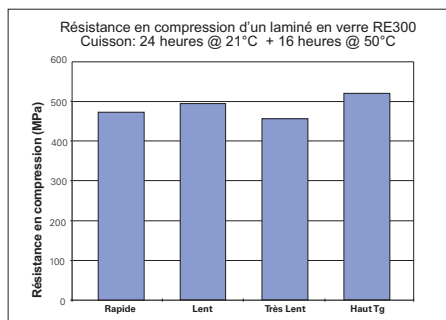
Durcisseur utilisé	Rapide	Lent	Très Lent	Haut Tg
Cycle de cuisson	16hrs 50°C	16hrs 50°C	16hrs 50°C	16hrs 50°C
Résistance en Tension de la matrice (MPa)	75	73	69	69.7
Module de Résistance en Tension de la matrice (GPa)	3.2	3.5	3.5	3.2
Déformation à la rupture de la matrice (%)	4.1	3.5	3.1	3
Absorption d'humidité (%)	tba	tba	tba	tba
Densité après cuisson (g/cm³)	1.153	1.144	1.132	1.13
Rétrécissement linéaire (%)	1.830	1.765	1.541	1.747
Dureté - Test Barcol	21	27	25	34.1

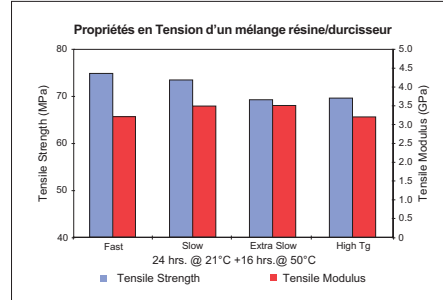
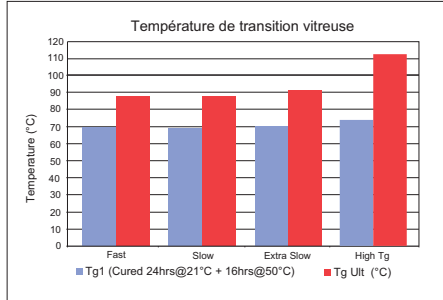
Propriétés du laminé après cuisson

Les propriétés du laminé après cuisson sont présentées dans le Tableau 5. Le laminé est construit à partir de 8 couches de renfort tissé de fibres de verre satiné RE301 et Gurit PRIME™ 20LV / Très Lent.

Tableau 5. Propriétés du laminé après cuisson

Durcisseur utilisé	Rapide	Lent	Très Lent	Haut Tg
Cycle de cuisson	16hrs 50°C	16hrs 50°C	16hrs 50°C	16hrs 50°C
Résistance en compression du laminé (MPa)	473	492	456	519
Contrainte de cisaillement entre les couches du laminé (MPa)	47.6	47.0	52.8	56.9
Contrainte de cisaillement entre les couches du laminé après immersion dans l'eau (%)	tba	tba	85	tba





Santé et Sécurité

Système PRIME™ 20LV

La résine et les durcisseurs PRIME™ 20LV ont été conçus pour l'emploi dans des moules complètement fermés et des procédés de mise en oeuvre contrôlés. Cela inclus la phase de mélange qui ne doit être effectuée que par des mixers automatiques. Ce produit ne convient pas aux procédés de mise en oeuvre de moules ouverts et les consignes de santé et de sécurité regroupés dans la MSDS (Materials Safety Data Sheet) doivent être suivies à la lettre.

Les utilisateurs doivent s'assurer que le matériau a été cuit à une température élevée avant tout usinage. Si une pièce en PRIME™ 20LV n'a pas été cuite à température élevée, elle ne sera cuite que partiellement. Par conséquent, la poussière après ponçage sera plus irritante que de la poussière créée à partir d'un laminé cuit à plus haute température où la quantité de chaînes réticulée sera plus importante.

Gurit peut fournir une fiche de données de sécurité complète des matériaux (MSDS Materials Safety Data Sheet) pour ce produit couvrant l'usage, le transport, le stockage et la démarche à suivre en cas d'urgence. Veuillez vous assurer que vous possédez le correct MSDS à portée de main pour tous les matériaux que vous utilisez avant de commencer tout travail. Un guide plus détaillé sur l'utilisation sans danger des systèmes de résine de Gurit est aussi disponible à partir du site internet: « Conseils de santé et de sécurité pour les systèmes de résines et de durcisseurs de Gurit à base d'époxy », www.gurit.com

Tout renversement accidentel doit être absorbé avec du sable, de la sciure, des tissus en coton ou tout autre matériau absorbant. La zone contaminée doit ensuite être nettoyée (se référer à la MSDS appropriée).

Référence des Risques et Sécurité applicables

Reportez-vous à MSDS.

Les points suivants doivent être considérés:

1. Éviter tout contact avec la peau en portant des gants de protection. Gurit recommande l'utilisation de gants jetables en nitrile pour la plupart des applications. L'utilisation d'une crème d'écran de protection pour la peau n'est pas recommandée; toutefois pour conserver la peau dans de bonnes conditions, une crème hydratante devrait être utilisée après chaque lavage des mains.

2. Porter des vêtements de protection convenables lors du mélange, de l'imprégnation par voie humide et du ponçage. Nettoyer de manière minutieuse les vêtements sales avant les réutiliser.

3. Éviter tout contact avec les yeux – des lunettes de protection devraient être portées s'il y a des risques de contamination des yeux avec de la résine, du durcisseur, des solvants ou de la poussière. En cas de contact, rincer abondamment avec de l'eau pendant 15 minutes en maintenant la paupière ouverte et consulter un spécialiste.

4. S'assurer que la ventilation est adéquate dans toutes les zones de travail. Un appareil de protection respiratoire devrait être porté si la ventilation est insuffisante. Les vapeurs de solvants ne devraient pas être inhalées parce qu'elles peuvent engendrer des étourdissements, des maux de tête, la perte de conscience et peuvent avoir des effets néfastes à long terme pour la santé.

5. En cas de contamination de la peau, la zone contaminée doit être immédiatement nettoyée. N'utiliser sur la peau en contact avec la résine que des crèmes/savons conçus pour retirer ces résines. Finir en lavant la peau avec du savon et de l'eau tiède. Ne jamais utiliser de solvants sur la peau pour retirer de la résine.

Cette routine de nettoyage devrait être suivie:

- avant de manger ou boire
- avant de fumer
- avant d'utiliser les toilettes
- à la fin d'une journée de travail

6. Lors du ponçage, éviter de respirer de la poussière et tout contact avec les yeux. Si la poussière semble rester sur la peau, rincer immédiatement avec de l'eau. Après le ponçage d'une pièce d'une taille considérable, une douche ou un bain est recommandé ainsi que le lavage des cheveux.



Transport et Stockage

Le stockage devrait se faire dans un endroit suffisamment chaud, sec, loin du contact direct des rayons du soleil et protégé contre le gel. La température devrait être entre 18°C et 25°C. Les conteneurs doivent être maintenus fermés: en particulier, les durcisseurs se dégraderont s'ils sont exposés à l'air.

Durée de vie

Des conditions de stockage adéquates permettront à la résine et aux durcisseurs de conserver une durée de vie d'un an.

Notice

All advice, instruction or recommendation is given in good faith but Gurit AG (the company) only warrants that advice in writing is given with reasonable skill and care. No further duty or responsibility is accepted by the Company. All advice is given subject to the terms and conditions of sale (the Conditions) which are available on request from the Company or may be viewed at the Company's Website: www.gurit.com/termsandconditions_en.html.

The Company strongly recommends that Customers make test panels and conduct appropriate testing of any goods or materials supplied by the Company to ensure that they are suitable for the Customer's planned application. Such testing should include testing under conditions as close as possible to those to which the final component may be subjected. The Company specifically excludes any warranty of fitness for purpose of the goods other than as set out in writing by the Company. The Company reserves the right to change specifications and prices without notice and Customers should satisfy themselves that information relied on by the Customer is that which is currently published by the Company on its website. Any queries may be addressed to the Technical Services Department.

Gurit are continuously reviewing and updating literature. Please ensure that you have the current version, by contacting Gurit Marketing Communications or your sales contact and quoting the revision number in the bottom right-hand corner of this page.

E gurit@gurit.com

W www.gurit.com

Advanced Materials

Araldite® 2015

Structural Adhesives

TECHNICAL DATA SHEET

Araldite® 2015 Two component epoxy paste adhesive

Key properties

- Toughened paste
- Ideal for bonding GRP, SMC and dissimilar substrates
- Low shrinkage
- Gap filling, non sagging up to 10mm thickness
- High shear and peel strength

Description

Araldite 2015 is a two component, room temperature curing paste adhesive giving a resilient bond. It is thixotropic and non sagging up to 10mm thickness. It is particularly suitable for SMC and GRP bonding.

Product data

Property	2015 A	2015 B	Mixed Adhesive
Colour (visual)	neutral paste	neutral paste	neutral paste
Specific gravity	1.4	1.4	1.4
Viscosity at 25°C (Pas)	thixotropic	thixotropic	thixotropic
Pot Life (100 gm at 25°C)	-	-	30 - 40 minutes

Processing

Pretreatment

The strength and durability of a bonded joint are dependent on proper treatment of the surfaces to be bonded.

At the very least, joint surfaces should be cleaned with a good degreasing agent such as acetone, iso-propanol (for plastics) or other proprietary degreasing agents in order to remove all traces of oil, grease and dirt.

Low grade alcohol, gasoline (petrol) or paint thinners should never be used.

The strongest and most durable joints are obtained by either mechanically abrading or chemically etching ("pickling") the degreased surfaces. Abrading should be followed by a second degreasing treatment.

Mix ratio	Parts by weight	Parts by volume
Araldite 2015/A	100	100
Araldite 2015/B	100	100

Araldite 2015 is available in cartridges incorporating mixers and can be applied as ready to use adhesive with the aid of the tool recommended by Huntsman Advanced Materials.



Application of adhesive

The resin/hardener mix may be applied manually or robotically to the pretreated and dry joint surfaces. Huntsman's technical support group can assist the user in the selection of a suitable application method as well as suggest a variety of reputable companies that manufacture and service adhesive dispensing equipment.

A layer of adhesive 0.05 to 0.10 mm thick will normally impart the greatest lap shear strength to the joint. Huntsman stresses that proper adhesive joint design is also critical for a durable bond. The joint components should be assembled and secured in a fixed position as soon as the adhesive has been applied.

For more detailed explanations regarding surface preparation and pretreatment, adhesive joint design, and the dual syringe dispensing system, visit www.araldite2000plus.com.

Equipment maintenance

All tools should be cleaned with hot water and soap before adhesives residues have had time to cure. The removal of cured residues is a difficult and time-consuming operation.

If solvents such as acetone are used for cleaning, operatives should take the appropriate precautions and, in addition, avoid skin and eye contact.

Times to minimum shear strength

Temperature	°C	10	15	23	40	60	100
Cure time to reach	hours	12	7.5	4	1	-	-
LSS > 1MPa	minutes	-	-	-	-	17	6
Cure time to reach	hours	21	13	6	2	-	-
LSS > 10MPa	minutes	-	-	-	-	35	7

LSS = Lap shear strength.

Typical cured properties

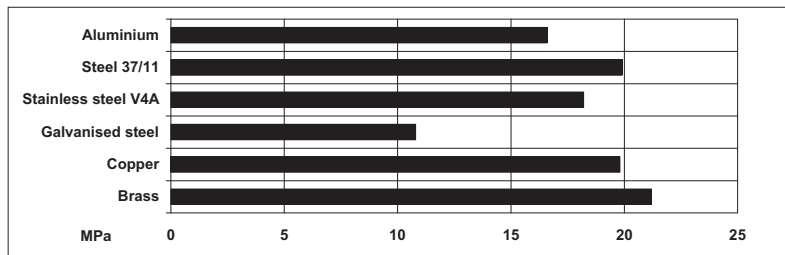
Unless otherwise stated, the figures given below were all determined by testing standard specimens made by lap-jointing 114 x 25 x 1.6 mm strips of aluminium alloy. The joint area was 12.5 x 25 mm in each case.

The figures were determined with typical production batches using standard testing methods. They are provided solely as technical information and do not constitute a product specification.

Average lap shear strengths of typical metal-to-metal joints (ISO 4587)

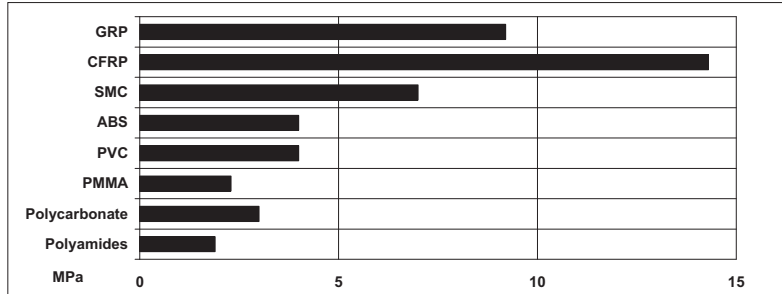
Cured for 16 hours at 40°C and tested at 23°C

Pretreatment - Sand blasting



Average lap shear strengths of typical plastic-to-plastic joints (ISO 4587)

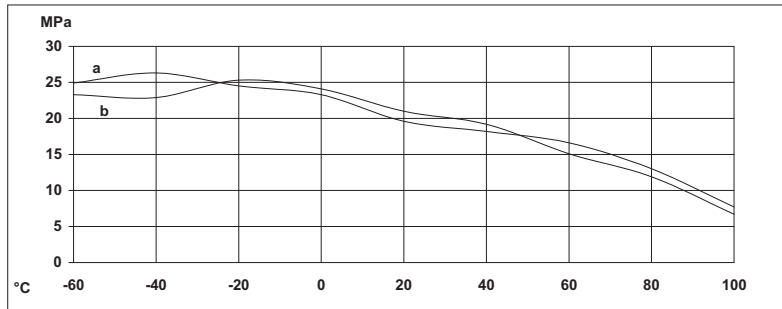
Cured for 16 hours at 40°C and tested at 23°C. Pretreatment – Lightly abrade and alcohol degrease.



Tensile strength at 23°C (ISO 527) 30 MPa
 Tensile modulus 2 GPa
 Elongation at break 4.4 %

Lap shear strength versus temperature (ISO 4587) (typical average values)

Cure: (a) = 7 days at 23°C; (b) = 24 hours at 23°C + 30 minutes at 80°C



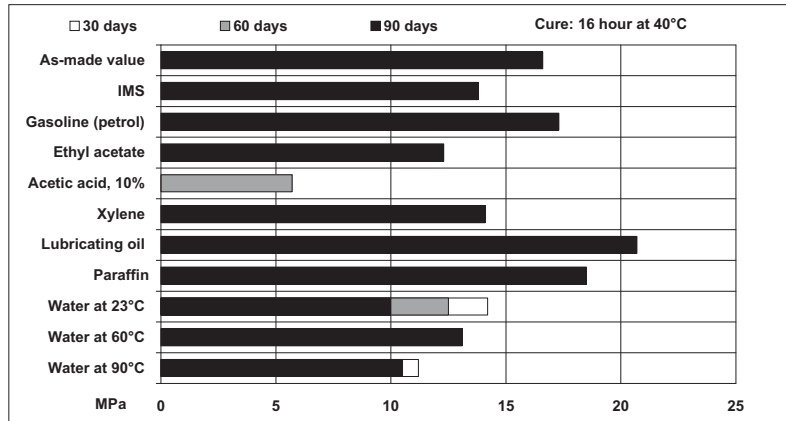
Roller peel test (ISO 4578)
 Cured: 16 hours at 40°C 4 N/mm

Glass transition temperature
 Cure: 16 hours at 40°C 67°C by DSC
 Cure: 1 hour at 80°C 87 by shear modulus
 DIN 53445
 Dielectric constant (500v at 25°C) 5.6 at 1 kHz



Lap shear strength versus immersion in various media (typical average values)

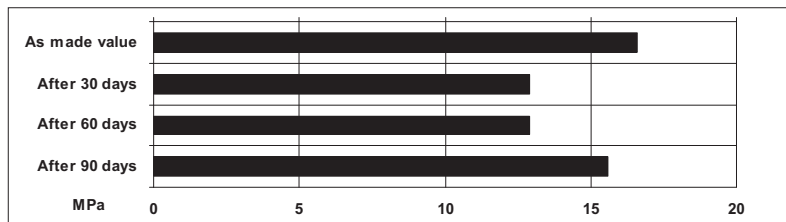
Unless otherwise stated, L.S.S. was determined after immersion for 90 days at 23°C



Lap shear strength versus tropical weathering

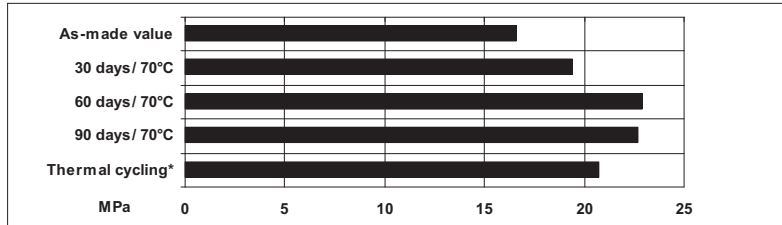
(40/92, DIN 50015; typical average values)

Cure: 16 hours at 40°C Test: at 23°C



Lap shear strength versus heat ageing

Cure: 16 hours at 40°C



*25 cycles -30°C to + 70°C

Shear modulus (DIN 53445)

Cure: 1 hour at 80°C

Temperature	G'	Δ
0°C	1.0 Gpa	0.25
25°C	0.9 Gpa	0.25
50°C	0.8 Gpa	0.35
75°C	0.2 Gpa	1.9
100°C	2 MPa	0.5

Flexural Properties (ISO 178) Cure 16 hours/ 40°C tested at 23°C

Flexural Strength 42.7 MPa
Flexural Modulus 1813.6 MPa

Resistance to fatigue (40 Hz at 23°C) (quoted as cycles to failure)

Maximum applied load	Sandblasted aluminium	Chromate pickled aluminium
20% of static failing load	>10 ⁷	>10 ⁷
25% of static failing load	>10 ⁷	10 ⁷
30% of static failing load	3 x 10 ⁶	8 x 10 ⁵

(Static failing load 16 MPa)

HUNTSMAN

Enriching lives through innovation

Storage Araldite 2015/A and Araldite 2015/B may be stored for up to 3 years at room temperature provided the components are stored in sealed containers. The expiry date is indicated on the label.

Handling precautions **Caution**

Our products are generally quite harmless to handle provided that certain precautions normally taken when handling chemicals are observed. The uncured materials must not, for instance, be allowed to come into contact with foodstuffs or food utensils, and measures should be taken to prevent the uncured materials from coming in contact with the skin, since people with particularly sensitive skin may be affected. The wearing of impervious rubber or plastic gloves will normally be necessary; likewise the use of eye protection. The skin should be thoroughly cleansed at the end of each working period by washing with soap and warm water. The use of solvents is to be avoided. Disposable paper - not cloth towels - should be used to dry the skin. Adequate ventilation of the working area is recommended. These precautions are described in greater detail in the Material Safety Data sheets for the individual products and should be referred to for fuller information.

Huntsman Advanced Materials

All recommendations for the use of our products, whether given by us in writing, verbally, or to be implied from the results of tests carried out by us, are based on the current state of our knowledge. Notwithstanding any such recommendations the Buyer shall remain responsible for satisfying himself that the products as supplied by us are suitable for his intended process or purpose. Since we cannot control the application, use or processing of the products, we cannot accept responsibility therefor. The Buyer shall ensure that the intended use of the products will not infringe any third party's intellectual property rights. We warrant that our products are free from defects in accordance with and subject to our general conditions of supply.

Huntsman Advanced Materials warrants only that its products meet the specifications agreed with the buyer. Typical properties, where stated, are to be considered as representative of current production and should not be treated as specifications.

The manufacture of materials is the subject of granted patents and patent applications; freedom to operate patented processes is not implied by this publication.

While all the information and recommendations in this publication are, to the best of our knowledge, information and belief, accurate at the date of publication, NOTHING HEREIN IS TO BE CONSTRUED AS A WARRANTY, EXPRESS OR OTHERWISE.

IN ALL CASES, IT IS THE RESPONSIBILITY OF THE USER TO DETERMINE THE APPLICABILITY OF SUCH INFORMATION AND RECOMMENDATIONS AND THE SUITABILITY OF ANY PRODUCT FOR ITS OWN PARTICULAR PURPOSE.

The behaviour of the products referred to in this publication in manufacturing processes and their suitability in any given end-use environment are dependent upon various conditions such as chemical compatibility, temperature, and other variables, which are not known to Huntsman Advanced Materials. It is the responsibility of the user to evaluate the manufacturing circumstances and the final product under actual end-use requirements and to adequately advise and warn purchasers and users thereof.

Products may be toxic and require special precautions in handling. The user should obtain Safety Data Sheets from Huntsman Advanced Materials containing detailed information on toxicity, together with proper shipping, handling and storage procedures, and should comply with all applicable safety and environmental standards.

Hazards, toxicity and behaviour of the products may differ when used with other materials and are dependent on manufacturing circumstances or other processes. Such hazards, toxicity and behaviour should be determined by the user and made known to handlers, processors and end users.

Except where explicitly agreed otherwise, the sale of products referred to in this publication is subject to the general terms and conditions of sale of Huntsman Advanced Materials LLC or of its affiliated companies including without limitation, Huntsman Advanced Materials (Europe) BVBA, Huntsman Advanced Materials Americas Inc., and Huntsman Advanced Materials (Hong Kong) Ltd.

Huntsman Advanced Materials is an international business unit of Huntsman Corporation. Huntsman Advanced Materials trades through Huntsman affiliated companies in different countries including but not limited to Huntsman Advanced Materials LLC in the USA and Huntsman Advanced Materials (Europe) BVBA in Europe.

[Araldite® 2015] is a registered trademark of Huntsman Corporation or an affiliate thereof.

Copyright © 2007 Huntsman Corporation or an affiliate thereof. All rights reserved.

Huntsman Advanced Materials
(Switzerland) GmbH
Klybeckstrasse 200
4057 Basel
Switzerland

Tel: +41 (0)61 966 33 33
Fax: +41 (0)61 966 35 19
www.huntsman.com/advanced_materials

ANNEXE II

RÉSULTATS DÉTAILLÉS DES PYROLYSES

Tableau-A II-1 Évaluation des taux de constituants de la plaque 2
selon la norme ASTM D792-00

		Plaque	2						
		Éprouvette	1	2	3	4	5	6	
ASTM D792-00 MÉTHODE A	Mesures	Température de l'eau	[°C]	22	22	22	22	22	22
		Température de l'air	[°C]	22	22	22	22	22	22
		Masse de l'éprouvette dans l'air	[g]	1,4684	1,5303	1,4990	1,5264	1,2729	1,5531
		Masse de l'éprouvette submergée+ mise à zéro crochet dans l'eau	[g]	0,7461	0,7667	0,7490	0,7666	0,6426	0,7826
	Calculs	Densité à 23°C		2,032	2,004	1,998	2,008	2,019	2,015
		Densité aux conditions de laboratoire Ta et Tw		2,033	2,004	1,999	2,009	2,020	2,016
		Masse volumique ramenée à 23°C	[kg/m ³]	2027,39	1998,58	1993,20	2003,45	2013,99	2010,19
		Densité moyenne à 23°C		2,013					
		Masse volumique moyenne à 23°C	[kg/m ³]	2007,80					
		Écart type de densité à 23°C		0,01					
		Écart type de masse volumique à 23°C	[kg/m ³]	12,21					

Tableau-A II-2 Évaluation des taux de constituants de la plaque 2
selon la norme ASTM D3171-99

		Plaque	2					
		Éprouvette	1	2	3	4	5	6
Données	Masse volumique des fibres (jb Martin)	[kg/m ³]	2600	2600	2600	2600	2600	2600
		[kg/m ³]	2,6	2,6	2,6	2,6	2,6	2,6
	Masse volumique de la matrice (fiche tech.)	[kg/m ³]	1141,6	1141,6	1141,6	1141,6	1141,6	1141,6
		[kg/m ³]	1,1416	1,1416	1,1416	1,1416	1,1416	1,1416
Mesures	Température du four	[°C]	565					
	Temps de pyrolyse	[minutes)	45min					
	Masse initiale de l'éprouvette	[g]	1,4684	1,5303	1,4990	1,5264	1,2729	1,5531
	Masse du creuset	[g]	32,4767	35,6362	13,2709	13,7998	31,2874	35,3892
	Masse du creuset et des résidus	[g]	33,6211	36,8014	14,4202	14,9653	32,2594	36,5801
Calculs	Teneur massique en renforts	[%]	77,94	76,14	76,67	76,36	76,36	76,68
	Teneur volumique en renforts (avec masse vol. moyenne)	[%]	60,77	58,53	58,78	58,84	59,15	59,28
	Teneur massique moyenne en renforts	[%]	76,69					
	Teneur volumique moyenne en renforts	[%]	59,22					
	Écart type de teneur massique en renforts	[%]	0,64					
	Écart type de teneur volumique en renforts	[%]	0,80					
	Teneur massique en résine	[%]	22,06	23,86	23,33	23,64	23,64	23,32
	Teneur volumique en résine (avec masse vol. moyenne)	[%]	39,19	41,77	40,73	41,50	41,71	41,07
	Teneur massique moyenne en résine	[%]	23,31					
	Teneur volumique moyenne en résine	[%]	40,99					
	Écart type de teneur massique en résine	[%]	0,64					
	Écart type de teneur volumique en résine	[%]	0,97					
	Teneur volumique en vide	[%]	0,04	-0,30	0,49	-0,33	-0,86	-0,35
	Teneur volumique moyenne en vide	[%]	-0,22					
	Écart type de teneur volumique en vide	[%]	0,45					

Tableau-A II-3 Évaluation des taux de constituants de la plaque 3
selon la norme ASTM D792-00

		Plaque	3						
		Éprouvette	1	2	3	4	5	6	
ASTM D792-00 MÉTHODE A	Mesures	Température de l'eau	[°C]	21	21	21	21	21	21
		Température de l'air	[°C]	21	21	21	21	21	21
		Masse de l'éprouvette dans l'air	[g]	1,6130	1,6896	1,3280	1,3738	1,4738	1,4679
		Masse de l'éprouvette submergée+ mise à zéro crochet dans l'eau	[g]	0,8189	0,8495	0,6648	0,6732	0,7258	0,7400
	Calculs	Densité à 23°C		2,030	2,010	2,001	1,960	1,969	2,016
		Densité aux conditions de laboratoire Ta et Tw		2,031	2,011	2,002	1,961	1,970	2,017
		Masse volumique ramenée à 23°C	[kg/m ³]	2025,19	2005,21	1996,46	1955,06	1964,46	2010,63
		Densité moyenne à 23°C		1,999					
		Masse volumique moyenne à 23°C	[kg/m ³]	1992,83					
		Écart type de densité à 23°C		0,03					
Écart type de masse volumique à 23°C	[kg/m ³]	27,43							

Tableau-A II-4 Évaluation des taux de constituants de la plaque 3
selon la norme ASTM D3171-99

		Plaque	3					
		Éprouvette	1	2	3	4	5	6
Données	Masse volumique des fibres (jb Martin)	[kg/m ³]	2600	2600	2600	2600	2600	2600
		[kg/m ³]	2,6	2,6	2,6	2,6	2,6	2,6
	Masse volumique de la matrice (fiche tech.)	[kg/m ³]	1141,6	1141,6	1141,6	1141,6	1141,6	1141,6
		[kg/m ³]	1,1416	1,1416	1,1416	1,1416	1,1416	1,1416
Mesures	Température du four	[°C]	565					
	Temps de pyrolyse	[minutes)	45min					
Calculs	Masse initiale de l'éprouvette	[g]	1,6130	1,6896	1,3280	1,3738	1,4738	1,4679
	Masse du creuset	[g]	12,8364	13,3842	13,9363	14,5338	13,8147	14,0103
	Masse du creuset et des résidus	[g]	14,0765	14,6737	14,9486	15,5397	14,9068	15,1238
	Teneur massique en renforts	[%]	76,88	76,32	76,23	73,22	74,10	75,86
	Teneur volumique en renforts (avec masse vol. moyenne)	[%]	59,88	58,86	58,53	55,06	55,99	58,66
	Teneur massique moyenne en renforts	[%]	75,15					
	Teneur volumique moyenne en renforts	[%]	57,42					
	Écart type de teneur massique en renforts	[%]	1,40					
	Écart type de teneur volumique en renforts	[%]	1,77					
	Teneur massique en résine	[%]	23,12	23,68	23,77	26,78	25,90	24,14
	Teneur volumique en résine (avec masse vol. moyenne)	[%]	41,01	41,60	41,58	45,86	44,57	42,52
	Teneur massique moyenne en résine	[%]	24,85					
	Teneur volumique moyenne en résine	[%]	43,23					
	Écart type de teneur massique en résine	[%]	1,40					
	Écart type de teneur volumique en résine	[%]	1,91					
	Teneur volumique en vide	[%]	-0,90	-0,46	-0,11	-0,92	-0,56	-1,19
Teneur volumique moyenne en vide	[%]	-0,65						
Écart type de teneur volumique en vide	[%]	0,42						

Tableau-A II-5 Évaluation des taux de constituants de la plaque 4
selon la norme ASTM D792-00

		Plaque	4						
		Éprouvette	1	2	3	4	5	6	
ASTM D792-00 MÉTHODE A	Mesures	Température de l'eau	[°C]	21,5	21,5	21,5	21,5	21,5	21,5
		Température de l'air	[°C]	21,5	21,5	21,5	21,5	21,5	21,5
		Masse de l'éprouvette dans l'air	[g]	1,1734	1,4109	1,8046	1,6960	1,3501	1,4236
		Masse de l'éprouvette submergée+ mise à zéro crochet dans l'eau	[g]	0,5792	0,7055	0,8838	0,8314	0,6660	0,6900
	Calculs	Densité à 23°C		1,974	1,999	1,959	1,961	1,973	1,940
		Densité aux conditions de laboratoire Ta et Tw		1,975	2,000	1,960	1,962	1,974	1,941
		Masse volumique ramenée à 23°C	[kg/m ³]	1969,12	1994,43	1954,22	1956,00	1967,91	1935,03
		Densité moyenne à 23°C		1,968					
		Masse volumique moyenne à 23°C	[kg/m ³]	1962,78					
		Écart type de densité à 23°C		0,02					
Écart type de masse volumique à 23°C	[kg/m ³]	19,79							

Tableau-A II-6 Évaluation des taux de constituants de la plaque 4
selon la norme ASTM D3171-99

		Plaque	4					
		Éprouvette	1	2	3	4	5	6
Données	Masse volumique des fibres (jb Martin)	[kg/m ³]	2600	2600	2600	2600	2600	2600
		[kg/m ³]	2,6	2,6	2,6	2,6	2,6	2,6
	Masse volumique de la matrice (fiche tech.)	[kg/m ³]	1141,6	1141,6	1141,6	1141,6	1141,6	1141,6
		[kg/m ³]	1,1416	1,1416	1,1416	1,1416	1,1416	1,1416
Mesures	Température du four	[°C]	565					
	Temps de pyrolyse	[minutes)	45min					
Calculs	Masse initiale de l'éprouvette	[g]	1,1734	1,4109	1,8046	1,6960	1,3501	1,4236
	Masse du creuset	[g]	33,1142	33,6348	13,561	32,4766	35,6367	13,2709
	Masse du creuset et des résidus	[g]	33,9931	34,7058	14,8953	33,7315	36,6579	14,3258
	Teneur massique en renforts	[%]	74,90	75,91	73,94	73,99	75,64	74,10
	Teneur volumique en renforts (avec masse vol. moyenne)	[%]	56,73	58,23	55,57	55,66	57,25	55,15
	Teneur massique moyenne en renforts	[%]	74,75					
	Teneur volumique moyenne en renforts	[%]	56,43					
	Écart type de teneur massique en renforts	[%]	0,87					
	Écart type de teneur volumique en renforts	[%]	1,18					
	Teneur massique en résine	[%]	25,10	24,09	26,06	26,01	24,36	25,90
	Teneur volumique en résine (avec masse vol. moyenne)	[%]	43,29	42,09	44,61	44,56	42,00	43,90
	Teneur massique moyenne en résine	[%]	25,25					
	Teneur volumique moyenne en résine	[%]	43,41					
	Écart type de teneur massique en résine	[%]	0,87					
	Écart type de teneur volumique en résine	[%]	1,16					
	Teneur volumique en vide	[%]	-0,02	-0,32	-0,19	-0,23	0,75	0,95
	Teneur volumique moyenne en vide	[%]	0,16					
Écart type de teneur volumique en vide	[%]	0,55						

Tableau-A II-7 Évaluation des taux de constituants de la plaque 5
selon la norme ASTM D792-00

		Plaque	5						
		Éprouvette	1	2	3	4	5	6	
ASTM D792-00 MÉTHODE A	Mesures	Température de l'eau	[°C]	21,5	21,5	21,5	21,5	21,5	21,5
		Température de l'air	[°C]	21,5	21,5	21,5	21,5	21,5	21,5
		Masse de l'éprouvette dans l'air	[g]	1,5740	1,9632	1,2064	1,4286	1,9107	1,1858
		Masse de l'éprouvette submergée+ mise à zéro crochet dans l'eau	[g]	0,7966	0,9750	0,5988	0,7096	0,9506	0,5862
	Calculs	Densité à 23°C		2,024	1,986	1,985	1,986	1,989	1,977
		Densité aux conditions de laboratoire Ta et Tw		2,025	1,987	1,986	1,987	1,990	1,978
		Masse volumique ramenée à 23°C	[kg/m ³]	2018,92	1980,97	1979,85	1981,25	1984,42	1972,01
		Densité moyenne à 23°C		1,992					
		Masse volumique moyenne à 23°C	[kg/m ³]	1986,24					
		Écart type de densité à 23°C		0,02					
Écart type de masse volumique à 23°C	[kg/m ³]	16,54							

Tableau-A II-8 Évaluation des taux de constituants de la plaque 5
selon la norme ASTM D3171-99

		Plaque	5					
		Éprouvette	1	2	3	4	5	6
Données	Masse volumique des fibres (jb Martin)	[kg/m ³]	2600	2600	2600	2600	2600	2600
		[kg/m ³]	2,6	2,6	2,6	2,6	2,6	2,6
	Masse volumique de la matrice (fiche tech.)	[kg/m ³]	1141,6	1141,6	1141,6	1141,6	1141,6	1141,6
		[kg/m ³]	1,1416	1,1416	1,1416	1,1416	1,1416	1,1416
Mesures	Température du four	[°C]	565					
	Temps de pyrolyse	[minutes)	45min					
	Masse initiale de l'éprouvette	[g]	1,5740	1,9632	1,2064	1,4286	1,9107	1,1858
	Masse du creuset	[g]	13,7998	31,2875	35,3891	12,8363	13,3842	13,9363
	Masse du creuset et des résidus	[g]	15,0145	32,7906	36,3195	13,949	14,8589	14,8496
Calculs	Teneur massique en renforts	[%]	77,17	76,56	77,12	77,89	77,18	77,02
	Teneur volumique en renforts (avec masse vol. moyenne)	[%]	59,93	58,33	58,73	59,35	58,90	58,42
	Teneur massique moyenne en renforts	[%]	77,16					
	Teneur volumique moyenne en renforts	[%]	58,94					
	Écart type de teneur massique en renforts	[%]	0,43					
	Écart type de teneur volumique en renforts	[%]	0,60					
	Teneur massique en résine	[%]	22,83	23,44	22,88	22,11	22,82	22,98
	Teneur volumique en résine (avec masse vol. moyenne)	[%]	40,37	40,67	39,68	38,38	39,68	39,70
	Teneur massique moyenne en résine	[%]	22,84					
	Teneur volumique moyenne en résine	[%]	39,75					
	Écart type de teneur massique en résine	[%]	0,43					
	Écart type de teneur volumique en résine	[%]	0,79					
	Teneur volumique en vide	[%]	-0,30	1,00	1,59	2,27	1,42	1,89
	Teneur volumique moyenne en vide	[%]	1,31					
	Écart type de teneur volumique en vide	[%]	0,90					

Tableau-A II-9 Évaluation des taux de constituants de la plaque 6
selon la norme ASTM D792-00

		Plaque	6						
		Éprouvette	1	2	3	4	5	6	
ASTM D792-00 MÉTHODE A	Mesures	Température de l'eau	[°C]	21,5	21,5	21,5	21,5	21,5	21,5
		Température de l'air	[°C]	21,5	21,5	21,5	21,5	21,5	21,5
		Masse de l'éprouvette dans l'air	[g]	1,5766	1,4117	1,8650	1,5123	1,8003	1,7731
		Masse de l'éprouvette submergée+ mise à zéro crochet dans l'eau	[g]	0,7665	0,6934	0,9196	0,7385	0,8775	0,8711
	Calculs	Densité à 23°C		1,945	1,965	1,972	1,954	1,950	1,965
		Densité aux conditions de laboratoire Ta et Tw		1,946	1,965	1,973	1,954	1,951	1,966
		Masse volumique ramenée à 23°C	[kg/m ³]	1940,62	1959,72	1967,08	1948,80	1954,34	1960,13
		Densité moyenne à 23°C		1,959					
		Masse volumique moyenne à 23°C	[kg/m ³]	1953,62					
		Écart type de densité à 23°C		0,01					
Écart type de masse volumique à 23°C	[kg/m ³]	10,21							

Tableau-A II-10 Évaluation des taux de constituants de la plaque 6
selon la norme ASTM D3171-99

		Plaque	6					
		Éprouvette	1	2	3	4	5	6
Données	Masse volumique des fibres (jb Martin)	[kg/m ³]	2600	2600	2600	2600	2600	2600
		[kg/m ³]	2,6	2,6	2,6	2,6	2,6	2,6
	Masse volumique de la matrice (fiche tech.)	[kg/m ³]	1141,6	1141,6	1141,6	1141,6	1141,6	1141,6
		[kg/m ³]	1,1416	1,1416	1,1416	1,1416	1,1416	1,1416
Mesures	Température du four	[°C]	565					
	Temps de pyrolyse	[minutes)	45min					
	Masse initiale de l'éprouvette	[g]	1,5766	1,4117	1,8605	1,5123	1,8003	1,7731
	Masse du creuset	[g]	14,534	13,815	14,0104	33,1147	33,6349	13,5615
	Masse du creuset et des résidus	[g]	15,7163	14,8859	15,43	34,2424	34,9973	14,9108
Calculs	Teneur massique en renforts	[%]	74,99	75,86	76,12	74,57	75,68	76,10
	Teneur volumique en renforts (avec masse vol. moyenne)	[%]	55,97	57,18	57,59	55,89	56,62	57,37
	Teneur massique moyenne en renforts	[%]	75,55					
	Teneur volumique moyenne en renforts	[%]	56,77					
	Écart type de teneur massique en renforts	[%]	0,63					
	Écart type de teneur volumique en renforts	[%]	0,72					
	Teneur massique en résine	[%]	25,01	24,14	23,88	25,43	24,32	23,90
	Teneur volumique en résine (avec masse vol. moyenne)	[%]	42,52	41,44	41,15	43,42	41,45	41,04
	Teneur massique moyenne en résine	[%]	24,45					
	Teneur volumique moyenne en résine	[%]	41,84					
	Écart type de teneur massique en résine	[%]	0,63					
	Écart type de teneur volumique en résine	[%]	0,93					
	Teneur volumique en vide	[%]	1,51	1,38	1,26	0,69	1,93	1,59
	Teneur volumique moyenne en vide	[%]	1,39					
	Écart type de teneur volumique en vide	[%]	0,41					

Tableau-A II-11 Évaluation des taux de constituants de la plaque76
selon la norme ASTM D792-00

		Plaque	7						
		Éprouvette	1	2	3	4	5	6	
ASTM D792-00 MÉTHODE A	Mesures	Température de l'eau	[°C]	22	22	22	22	22	22
		Température de l'air	[°C]	22	22	22	22	22	22
		Masse de l'éprouvette dans l'air	[g]	1,3569	1,4649	1,8009	1,7872	2,1021	1,7631
		Masse de l'éprouvette submergée+ mise à zéro crochet dans l'eau	[g]	0,6796	0,7268	0,8950	0,8884	1,0410	0,8738
	Calculs	Densité à 23°C		2,003	1,984	1,987	1,988	1,981	1,982
		Densité aux conditions de laboratoire Ta et Tw		2,003	1,985	1,988	1,988	1,981	1,983
		Masse volumique ramenée à 23°C	[kg/m ³]	1997,91	1976,26	1982,53	1982,99	1975,64	1977,14
		Densité moyenne à 23°C		1,988					
		Masse volumique moyenne à 23°C	[kg/m ³]	1982,58					
		Écart type de densité à 23°C		0,01					
Écart type de masse volumique à 23°C	[kg/m ³]	8,05							

Tableau-A II-12 Évaluation des taux de constituants de la plaque 7
selon la norme ASTM D3171-99

		Plaque	7					
		Éprouvette	1	2	3	4	5	6
Données	Masse volumique des fibres (jb Martin)	[kg/m ³]	2600	2600	2600	2600	2600	2600
		[kg/m ³]	2,6	2,6	2,6	2,6	2,6	2,6
	Masse volumique de la matrice (fiche tech.)	[kg/m ³]	1141,6	1141,6	1141,6	1141,6	1141,6	1141,6
		[kg/m ³]	1,1416	1,1416	1,1416	1,1416	1,1416	1,1416
Mesures	Température du four	[°C]	565					
	Temps de pyrolyse	[minutes)	45min					
Calculs	Masse initiale de l'éprouvette	[g]	1,3569	1,4649	1,8009	1,7872	2,1021	1,7631
	Masse du creuset	[g]	33,6352	13,3846	13,7998	14,534	12,8365	13,5619
	Masse du creuset et des résidus	[g]	34,6711	14,4912	15,1658	15,8945	14,4279	14,902
	Teneur massique en renforts	[%]	76,34	75,54	75,84	76,12	75,71	76,01
	Teneur volumique en renforts (avec masse vol. moyenne)	[%]	58,66	57,51	57,84	58,06	57,53	57,80
	Teneur massique moyenne en renforts	[%]	75,93					
	Teneur volumique moyenne en renforts	[%]	57,90					
	Écart type de teneur massique en renforts	[%]	0,29					
	Écart type de teneur volumique en renforts	[%]	0,43					
	Teneur massique en résine	[%]	23,66	24,46	24,15	23,88	24,29	23,99
	Teneur volumique en résine (avec masse vol. moyenne)	[%]	41,40	42,41	41,94	41,47	42,05	41,55
	Teneur massique moyenne en résine	[%]	24,07					
	Teneur volumique moyenne en résine	[%]	41,80					
	Écart type de teneur massique en résine	[%]	0,29					
	Écart type de teneur volumique en résine	[%]	0,39					
	Teneur volumique en vide	[%]	-0,07	0,09	0,22	0,47	0,43	0,65
	Teneur volumique moyenne en vide	[%]	0,30					
Écart type de teneur volumique en vide	[%]	0,27						

BIBLIOGRAPHIE

- Adams, R.D. et M. M. Singh. 2001. « Low temperature transitions in fibre reinforced polymers ». *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, vol. 32, n° 6, p. 797-814.
- Ait-Driss, Bouaziz, Francis Pelletier, Louis Robert, Marie-Christine Giroux, Marion Hill, Nicolas Muszynski, Radenko Pavlovic, Richard Legault, et Simon Hébert. 2004. *Étude sur l'évaluation du potentiel éolien, de son prix de revient et des retombées économiques pouvant en découler au québec*. Technical Report Dossier R-3526-2004. Montréal (Québec) : Hélimax Énergie Inc.
- Bergeret, Anne et Patricia Krawczak. 2006. « Liaison renfort/matrice : Définition et caractérisation ». *Techniques de l'ingénieur Caractérisation et propriétés d'usage des composites*, vol. base documentaire : TIB144DUO., n° ref. article : AM5305, 19 pages, p. 1-19.
- Brassard, Diane, 2011. *Un juste prix pour l'énergie du Québec ?* Presse de l'Université du Québec, 181 p.
- Brøndsted, P., Hans Lilholt, et Aage Lystrup. 2005. « Composite materials for wind power turbine blades ». *Annual review of materials research*, vol. 35, n° 1, p. 505.
- Bulmanis, V. N., G. M. Gunyaev, V. V. Krivonos, G. P. Mashinskaya, V. M. Merkulova, G. I. Milyutin, A. A. Gerasimov, et S. A. Kuz'min. 1991. « Atmospheric durability of polymer-fiber composites in cold climates ». *Mechanics of Composite Materials*, vol. 27, p. 698-705.
- Bureau, M. N. et J. Denault. 2004. « Fatigue resistance of continuous glass fiber/polypropylene composites : Temperature dependence ». *Polym Compos*, vol. 25, n° 6, p. 622–629.
- Chamis, C. C. January 16-20 1984. « Simplified Composite Micromechanics Equations for Strength, Fracture Toughness, Impact Resistance and Environmental Effects. ». In *NASA Technical Memorandum 83696*. p. 28. Society of the Plastics Industry Reinforced Plastics/Composite Institute.
- Chateauinois, A., L. Vincent, B. Chabert, et J.P. Soulier. 1994. « Study of the interfacial degradation of a glass-epoxy composite during hygrothermal ageing using water diffusion measurements and dynamic mechanical thermal analysis ». *Polymer*, vol. 35, n° 22, p. 4766 - 4774.
- Chateauinois, A., B. Chabert, J.P. Soulier, et L. Vincent. 1995. « Dynamic mechanical analysis of epoxy composites plasticized by water : Artifact and reality ». *Polym Compos*, vol. 16, n° 4, p. 288–296.
- Cormier, Laurent. 2009. « Effets du froid, de l'humidité et des cycles de gel et dégel sur les propriétés mécaniques des composites verre/époxy utilisés pour la fabrication de pales d'éoliennes ». Master thesis, École de Technologie Supérieure, Montréal, Québec.

- Cormier, Laurent, Rogier P.L. Nijssen, et Sibrand Raijmaekers. April 2012. « Temperature and Frequency Effects on the Fatigue Properties of Unidirectional Glass Fiber-Epoxy Composites ». In *53rd AIAA/ASME/ASCE/AHS/ASC Structures, Structural Dynamics and Materials Conference*. p. 17 pages. American Institute of Aeronautics and Astronautics Inc., 1801 Alexander Bell Drive, Suite 500, Reston, VA 20191-4344, United States.
- Cusson, Renée et Yunping Xi. December 2002. *The behavior of fiber-reinforced polymer reinforcement in low temperature environmental climates*. Report CDOT-DTD-R-2003-4. Boulder, CO : University of Colorado.
- Dutta, P K. 1998. « Thermo-mechanical behavior of polymer composites ». In *Advanced multilayered and fibre-reinforced composites*. p. 541-554. Kluwer Academic Publishers.
- Dutta, Piyush K. 1988. « Structural Fiber Composite Materials for Cold Regions ». *Journal of Cold Regions Engineering*, vol. 2, n° 3, p. 124-134.
- Dutta, Piyush K. et David Hui. 1996. « Low-temperature and freeze-thaw durability of thick composites ». *Composites Part B : Engineering*, vol. 27, n° 3-4, p. 371-379.
- Dutta, P.K. 2001. « The fracturing processes of freezing composites ». In *Proceedings of the International Offshore and Polar Engineering Conference*. (Stavanger, Norway 2001), p. 118-123. International Society of Offshore and Polar Engineers.
- Environnement Canada. 2005. « Vitesse moyenne du vent à 50 m au dessus du sol ». en ligne, consulté le 26 janvier 2012. http://www.windatlas.ca/en/EU_50m_national.pdf.
- Fahmy, Abdel A. et Thomas G. Cunningham. 1976. *Investigation of thermal fatigue in fiber composite materials*. Contract rept. NASA CR-2641. NORTH CAROLINA STATE UNIVERSITY.
- Gamstedt, Kristofer et Svend Ib Smidt Andersen, 2001. *Fatigue degradation and failure of rotating composite structures - Materials characterisation and underlying mechanisms*. Number (Risø-R-1261(EN)). Risø National Laboratory, 55 p.
- Gibson, Ronald F., 2007. *Principles of Composite Material Mechanics*. éd. 2nd edition. CRC Press, 608 p.
- Harris, Bryan, 2003. *Fatigue in composites : science and technology of the fatigue response of fibre-reinforced plastics*. Boca Raton, Fla. [u.a.] : CRC Press [u.a.], 742 p.
- Hull, Derek et T. W. Clyne, 2001. *An introduction to composite materials*. Cambridge solid state science series. éd. Second Edition. Cambridge [u.a.] : Cambridge University Press, 326 p.
- IEA. 2008. *End-of-term report 2003-2008 and strategic plan for 2009-2013*. Technical report. International Energy Agency Implementing Agreement for Co-operation in the Research, Development, and Deployment of Wind Energy Systems.

- Janssen, L.G.J., A.M. van Wingerde, Ch. W. Kensche, T.P. Philippidis, P. Brøndsted, A.G. Dutton, R.P.L. Nijssen, et O. Krause. 2006. *Reliable optimal use of materials for wind turbine rotor blades*. Final Report NNE5-2001-00174. OPTIMAT BLADES.
- Kensche, Christoph W. 2006. « Fatigue of composites for wind turbines ». *International Journal of Fatigue*, vol. 28, n° 10, p. 1363-1374.
- Koller, Renee, Sunyoung Chang, et Yunping Xi. 2007. « Fiber-reinforced Polymer Bars Under Freeze-Thaw Cycles and Different Loading Rates ». *Journal of Composite Materials*, vol. 41, n° 1, p. 5-25.
- Komorowski, J.P. September 1983a. *Hygrothermal effects in continuous fibre reinforced composites - part iii : Mechanical properties 1 - static tests*. Aeronautical Note NAE-AN-11, NRC NO. 21299. National Research Council Canada - National Aeronautical Establishment.
- Komorowski, J.P. September 1983b. *Hygrothermal effects in continuous fibre reinforced composites - part iv : Mechanical properties 2 - fatigue and time-dependent properties*. Aeronautical Note NAE-AN-12, NRC NO. 21300. National Research Council Canada - National Aeronautical Establishment.
- Kong, C., J. Bang, et Y. Sugiyama. 2004. « Structural investigation of composite wind turbine blade considering various load cases and fatigue life ». *Energy*, vol. 30, n° 11-12, p. 2101-2114.
- Laakso, T., I. Baring-gould, M. Durstewitz, R. Horbaty, A. Lacroix, E. Peltola, G. Ronsten, L. Tallhaug, et T. Wallenius. October 2010. « State-of-the-art of wind energy in cold climates ». <<http://www.vtt.fi/publications/index.jsp>>.
- Li, Mei. March 2000. « Temperature and moisture effects on composite materials for wind turbine blades ». Master thesis, Montana State University, Bozeman, Montana.
- Lord, Harold W. et Piyush K. Dutta. September 1988. « On the Design of Polymeric Composite Structures for Cold Regions Applications ». *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, vol. 7, n° 5, p. 435-458.
- Mahieux, Celine, 2006. *Environmental Degradation of Industrial Composites*. Elsevier Science, 288 p.
- Mandell, J. F., R. M. Reed, et D. D. Samborsky. August 1992. *Fatigue of fiberglass wind turbine blade materials*. Technical Report SAND-92-7005. Sandia National Labs., Albuquerque, NM (United States) ; Montana State Univ., Bozeman, MT (United States). Dept. of Chemical Engineering.
- Mandell, J.F., D.D. Samborsky, P. Agastra, A.T. Sears, , et T.J. Wilson. 2010. *Analysis of snl/msu/doe fatigue database trends for wind turbine blade materials*. Contractor Report SAND2010-7052. Albuquerque, NM : Sandia National Laboratories.

- Marsh, L. L., R. Lasky, D. P. Seraphim, et G. S. Springer. 1984. « Moisture solubility and diffusion in epoxy and epoxy-glass composites ». *IBM J. Res. Dev.*, vol. 28, n° 6, p. 655-661.
- Maxwell, A S, W R Broughton, G Dean, et G D Sims. 2005. *Review of accelerated ageing methods and lifetime prediction techniques for polymeric materials*. NPL Report DEPC MPR 016. Hampton Road, Teddington, United Kingdom : NPL.
- Mortaigne, Bruno. 2005. « Vieillissement des composites Mécanismes et méthodologie d'étude ». *Techniques de l'ingénieur Matériaux : résistance à la corrosion et au vieillissement*, vol. base documentaire : TIB373DUO., n° ref. article : AM5320, 21 pages, p. 1-21.
- Mula, S., T. Bera, P. K. Ray, et B. C. Ray. Avril 2006. « Effects of Hydrothermal Aging on Mechanical Behavior of Sub-zero Weathered GFRP Composites ». *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, vol. 25, n° 6, p. 673–680.
- Nie, G. H., Samit Roy, et Piyush K. Dutta. Décembre 2004. « Failure in Composite Materials due to Volumetric Expansion of Freezing Moisture ». *J. Cold Reg. Engrg.*, vol. 18, n° 4, p. 135–154.
- Nijssen, R. et L. Cormier. 2011. *Experiments and modelling of influence and interaction of temperature and frequency on fatigue life*. Test Report Deliverable D 3.1.8 / WMC-2010-94. Knowledge Centre Wind turbine Materials and Constructions.
- Nijssen, Rogier et Arno van Wingerde. 2005. *Shear strength of ud material at -40°C - iosipescu test results at wmc -*. Optimat Report OB-TG3-R023. WMC.
- Nijssen, R.P.L., D.R.V. van Delft, P.A. Joosse, A.M. van Wingerde, C. W. Kensche, T. P. Philippidis, P. Brøndsted, et A.G. Dutton. 2006. *Optimat blades : Results and perspectives*. Technical report. OPTIMAT BLADES.
- Ray, B.C. 2006. « Temperature effect during humid ageing on interfaces of glass and carbon fibers reinforced epoxy composites ». *Journal of Colloid and Interface Science*, vol. 298, n° 1, p. 111–117.
- Roy, Samit, G.H. Nie, R. Karedla, et L. Dharani. 2002a. « Matrix cracking and delaminations in orthotropic laminates subjected to freeze-thaw : Model development ». *Polymers & Polymer Composites*, vol. Vol. 10, No. 5, n° 5, p. 327-340.
- Roy, Samit, G.H. Nie, R. Karedla, et L. Dharani. 2002b. « Stress intensity factor for an elliptic inclusion in orthotropic laminates subjected to freeze-thaw : Model verification ». *Polymers and Polymer Composites*, vol. 10, n° 8, p. 571–587.
- Roy, Sammit, G.H. Nie, et P.K. Dutta. 2007. « Modeling of failure due to freezing of moisture and freeze-thaw cycling in composite materials ». *Int. J. Materials and Product Technology*, vol. 28, n° 1/2, p. 141-159.

- Shen, Chi-Hung et George S. Springer. Juillet 1977. « Environmental Effects on the Elastic Moduli of Composite Materials ». *Journal of Composite Materials*, vol. 11, n° 3, p. 250–264.
- Shokrieh, Mahmood M. et Roham Rafiee. 2005. « Simulation of fatigue failure in a full composite wind turbine blade ». *Composite Structures*, vol. 74, p. 332-342.
- Sutherland, Herbert J. 2000. « A summary of the fatigue properties of wind turbine materials ». *Wind Energy*, vol. 3, n° 1, p. 1–34.
- Tang, Hai C., Tinh Nguyen, Tze jer Chuang, Joannie Chin, Felix Wu, et Jack Lesko. 2000. « Temperature Effects on Fatigue of Polymer Composites ». In *Composite Engineering, 7th Annual International Conference ICCE/7 Proceedings*. p. p. 861-862.
- Veers, Paul S., Thomas D. Ashwill, Herbert J. Sutherland, Daniel L. Laird, Donald W. Lobitz, Dayton A. Griffin, John F. Mandell, Walter D. Musial, Kevin Jackson, Michael Zuteck, Antonio Miravete, Stephen W. Tsai, et James L. Richmond. 2003. « Trends in the Design, Manufacture and Evaluation of Wind Turbine Blades ». *Wind Energ.*, vol. 6, n° 3, p. 245–259.
- WESNet. Décembre 2010. *Wind energy strategic network (wesnet) overview presentation*. Technical report. WESNet.
- WESNet. 2011. « Wesnet - Wind Energy Strategic Network ». En ligne. <http://www.wesnet.ca/>. consulté le 27 janvier 2012.
- Zhou, Jiming et James P. Lucas. Septembre 1999a. « Hygrothermal effects of epoxy resin. Part I : the nature of water in epoxy ». *Polymer*, vol. 40, n° 20, p. 5505–5512.
- Zhou, Jiming et James P. Lucas. Septembre 1999b. « Hygrothermal effects of epoxy resin. Part II : variations of glass transition temperature ». *Polymer*, vol. 40, n° 20, p. 5513–5522.