

# Thermoplastiques renforcés de fibres **de** verre courtes : bibliographie et démarche

#### Sommaire

1.1	Matériau et procédé de fabrication		
	1.1.1	Caractéristiques générales du matériau	
	1.1.2	Obtention des pièces	
1.2	Prése	ntation des thermoplastiques semi-cristallins	
	1.2.1	Microstructure	
	1.2.2	Mécanismes physiques de déformation	
1.3	Orien	tation des fibres lors de l'injection et notion de tenseurs d'orientation 13	
	1.3.1	Mécanismes d'orientation des fibres en injection	
	1.3.2	Description de l'orientation des fibres à l'aide de tenseurs d'orientation $.15$	
1.4	Comp	portement et modélisation	
	1.4.1	Comportement et ruine à l'échelle des fibres	
	1.4.2	Caractérisation du comportement cyclique 22	
	1.4.3	Influence de l'orientation des fibres	
	1.4.4	Influence de l'environnement thermo-hygrométrique	
	1.4.5	Modélisation du comportement cyclique	
1.5	Tenue	e en fatigue	
	1.5.1	Caractéristiques générales	
	1.5.2	Influence de l'orientation des fibres 36	
	1.5.3	Influence de l'environnement thermo-hygrométrique 39	
	1.5.4	Influence du chargement mécanique 40	
	1.5.5	Approches et critères de dimensionnement 44	
1.6	Bilan des problématiques industrielles et scientifiques    49		
1.7	Démarche et plan du manuscrit 50		

# 1.1 Matériau et procédé de fabrication

## 1.1.1 Caractéristiques générales du matériau

Le matériau choisi pour cette thèse est un polyamide 6.6 renforcé de 50% en masse de fibres de verre courtes (PA66-GF50). Celui-ci est commercialisé par Solvay *engineering plastics* sous l'ap-

pellation TECHNYL A 218 V50. Ce matériau est principalement utilisé dans l'industrie électrique et dans l'industrie automobile pour fabriquer certains composants du moteur. La matrice du matériau composite considéré (polyamide 6.6) est un polymère thermoplastique semi-cristallin, dont la structure chimique est représentée sur la figure 1.1. Les fibres de verre utilisées comme renfort permettent d'augmenter sensiblement la raideur du matériau par rapport à celle de la matrice thermoplastique. Les propriétés les plus intéressantes du PA66-GF50 par rapport aux applications dans l'industrie automobile, sont sa bonne résistance à la température (plage d'utilisation jusqu'à 140°C), sa faible masse volumique (1529kg/m<sup>3</sup>) et son coût. Ces deux premières propriétés permettent de concevoir des pièces significativement plus légères qu'avec les matériaux métalliques et pouvant être utilisées dans des environnements chauds comme par exemple au voisinage du moteur d'une voiture.

Le polyamide 6.6 est un matériau sensible à la température, par conséquent, il faut caractériser le comportement sur toute la gamme de température d'utilisation lors de la vie en service. Celui-ci est également fortement hydrophile, pouvant absorber jusqu'à 8.5% d'eau en masse, ce qui affecte les propriétés physiques. L'évolution des propriétés peut être mise en évidence à l'aide de la température de transition vitreuse qui diminue en fonction de la prise en eau du matériau. Cette double sensibilité à la température et à la prise en eau de la matrice polyamide explique que les caractéristiques mécaniques soient très variables en fonction de l'environnement hygrothermique. Les conditions de service des pièces utilisées au voisinage du moteur des voitures, peuvent ainsi faire varier le module d'Young du matériau entre 400 et 3100 MPa.



FIGURE 1.1 – Structure chimique d'un Polyamide 6.6.

# 1.1.2 Obtention des pièces

Les pièces en thermoplastiques renforcés de fibres de verre courtes pour l'industrie automobile sont obtenues par moulage par injection. Ce procédé de fabrication permet d'obtenir les pièces en grande série, avec une vitesse de production conforme aux besoins industriels et en offrant une grande liberté de géométries.

#### Injection des thermoplastiques renforcés de fibres de verre courtes

La matière première pour l'injection de pièces se présente sous forme de granulés, constitués d'un enrobage de polymère (PA6.6) et de fibres de verre. Les fibres ont un diamètre d'environ 10 microns et une longueur de l'ordre de 200 microns. Les granulés sont séchés et ensuite déposés dans une trémie (réservoir de matière) et tombent par gravité dans une vis actionnée en rotation, où les granulés sont progressivement chauffés, fondus et homogénéisés. La matière fondue est amenée à la température d'injection. A l'extrémité de cette vis, un clapet « anti-

retour » permet le dosage d'une certaine quantité de matière fondue à injecter. Cette matière est ensuite injectée et pendant le remplissage, les fibres s'orientent dans des directions privilégiées suivant l'écoulement de la matière. Finalement, lorsque la cavité est remplie, une pression élevée est maintenue, jusqu'au figeage de la matière au seuil d'injection. D'après Trotignon [107], ce procédé peut être résumé en 7 étapes (cf. Fig.1.2) :

- l'accostage de l'unité d'injection (contenant la matière fondue préalablement dosée) sur le moule fermé et verrouillé;
- le remplissage (ou injection) correspond à la phase « dynamique » durant laquelle le polymère remplit l'empreinte. La vis est alors utilisée comme un piston;
- le maintien (ou compactage) est une phase « statique » permettant la mise sous pression du polymère jusqu'au figeage du seuil (point d'entrée de la matière dans le moule). Il a pour fonction de minimiser les effets du retrait lors de la solidification en phase de refroidissement et ainsi de garantir les dimensions et la géométrie de la pièce ;
- le refroidissement permet enfin au polymère d'atteindre un certain niveau de solidification permettant l'éjection de la pièce ;
- un nouveau dosage pour l'injection suivante;
- l'ouverture du moule, suivie de l'éjection de la pièce;
- la fermeture du moule et son verrouillage.

Dans le but de bien comprendre l'influence de ce procédé de fabrication sur les propriétés finales du matériau, il faut, tout d'abord, présenter les principales caractéristiques des polymères thermoplastiques semi-cristallins, notamment la microstructure formée pendant la solidification. Ensuite, il faut expliquer l'influence de l'injection sur la distribution de l'orientation des fibres.

# 1.2 Présentation des thermoplastiques semi-cristallins

Dans cette section, une description à plusieurs échelles des polymères thermoplastiques semicristallins sera tout d'abord réalisée. Puis nous présenterons les mécanismes physiques de déformation et de rupture à l'échelle microstructurale.

# 1.2.1 Microstructure

La description de la microstructure des thermoplastiques semi-cristallins peut se faire tout d'abord à l'échelle « supramoléculaire », c'est-à-dire, à l'échelle de l'organisation spatiale de l'ensemble des macromolécules (chaînes polymériques). A cette échelle, les polymères thermoplastiques peuvent être classés en deux familles, les thermoplastiques amorphes et les thermoplastiques semi-cristallins.



FIGURE 1.2 – Description du procédé d'injection des polymères thermoplastiques [107].

#### Notion de phase amorphe et de phase cristalline

La phase amorphe est caractérisée par une structure où les chaines polymériques n'ont aucun ordre particulier. Les chaines se replient et se déploient dans l'espace en formant des pelotes statistiques aléatoires. Les pelotes des chaînes voisines sont alors étroitement imbriquées et enchevêtrées. A basse température, la phase amorphe présente un comportement vitreux, où les mouvements entre chaînes sont fortement limités. A haute température, celle-ci présente un comportement caoutchoutique, avec des chaînes plus mobiles, ce qui induit une diminution de la rigidité du matériau et une augmentation de l'allongement à la rupture. La température caractérisant le passage entre les deux états est appelée la température de transition vitreuse, notée  $T_g$ , marquée par une baisse significative de la raideur du matériau et des effets visqueux qui sont maximum au passage de la  $T_g$ . La phase amorphe n'a pas de température de fusion  $T_f$ , appellation réservée aux cristaux, mais une température de transition vers l'état liquide. Pour des températures plus élevées, le matériau se dégrade (au-delà de la température de dégradation, notée  $T_d$ ).

La phase cristalline est caractérisée par l'assemblage périodique de chaînes ayant une configuration régulière, appelée cristallites ou cristaux. Une mesure par diffraction aux rayons X peut mettre en évidence un phase ordonnée [49][53], qui diffracte les rayons X et présente une compacité et une rigidité supérieures par rapport à une phase amorphe. Contrairement à la phase amorphe, la phase cristalline présente une température de fusion  $T_f$  et n'est pas sensible à la température de transition vitreuse  $T_g$ .

Dans un polymère, la cristallisation n'est possible que s'il y a apport d'énergie externe (thermique et/ou mécanique) permettant la reptation des chaînes dans une configuration minimisant l'en-

tropie. Si l'énergie est apportée sous forme de chaleur, il faut chauffer le polymère à partir de l'état vitreux et amener le matériau à une température supérieure à sa température de transition vitreuse, ou bien le refroidir à partir de l'état liquide. Les cristaux se forment alors naturellement par nucléation autour de micro-défauts. Si l'énergie est apportée par un travail mécanique (cristallisation sous contrainte ou par déformation), la cristallisation devient un phénomène d'orientation des chaînes sous l'action d'une extension, les chaînes sous forme de pelotes statistiques amorphes peuvent donc s'aligner et s'organiser en structures micellaires puis lamellaires (cf. fig.1.3).

Lors du procédé d'injection (refroidissement à partir de l'état liquide), le degré de cristallisation d'un polymère thermoplastique est affectée par plusieurs paramètres [113], par exemple, la longueur des chaînes, la présence d'irrégularités et de défauts dans le structure moléculaire, la complexité des chaînes, etc. Par conséquent, tout thermoplastique cristallisable est toujours semi-cristallin, car ceux-ci présentent un mélange de phase amorphe et de phase cristalline. Un thermoplastique semi-cristallin est alors caractérisé par son taux de cristallinité. La plupart des polymères thermoplastiques semi-cristallins ont un taux de cristallinité compris entre 20 à 80%. Le Polyamide 6.6 a un taux de cristallinité variant entre 30 et 35%.



FIGURE 1.3 – Schéma des évolutions structurales du réseau polymérique lors d'une cristallisation induite par déformation dans le cas du P.E.T., d'après Marco [79].

#### Microstructure semi-cristalline

Un thermoplastique semi-cristallin est composé de structures cristallines (cristallites ou lamelles), dotées d'une organisation précise, dans une phase amorphe désorganisée. Les cristallites croissent sous forme de lamelles (épaisseur de l'ordre de 10 nm), lesquelles sont l'entité de base formée lors de la cristallisation d'un thermoplastique sous conditions statiques [23]. Cellesci sont formées par le repliement périodique des chaînes polymériques sur elles-mêmes. Les chaînes voisines peuvent alors s'aggréger suivant le même schéma et participer à la formation de la lamelle. Les chaînes repliées s'orientent généralement quasi-perpendiculairement à la surface des lamelles [72].Les lamelles cristallines sont séparées par des molécules à l'état amorphe, et sont reliées entre elles par des chaînes de liaison qui participent donc à deux lamelles ou plus (cf. Fig.1.4a).

#### Thermoplastiques renforcés de fibres de verre courtes : bibliographie et démarche

Le sphérolite est la plus grosse entité (à l'échelle « supramoléculaire ») formée lors de la solidification d'un thermoplastique semi-cristallin. Ceux-ci sont des superstructures plus ou moins sphériques (taille caractéristique entre 1µm et 1mm) constituées par des lamelles radiales, séparées par des zones amorphes (cf. Fig.1.4b). La taille, la forme et l'orientation des sphérolites dépendent de paramètres liés au procédé de fabrication (injection dans le cas étudié ici). Le mécanisme de formation des sphérolites est schématisé sur la figure 1.5. Dans le cas de thermoplastiques injectés, les sphérolites sont majoritairement localisés à cœur et une certaine isotropie peut être observée au microscope optique à l'aide de polariseurs et analyseurs croisés [98]. Une structure plus orientée, plus plate et empilée apparait lorsque nous nous rapprochons de la paroi du moule. Les travaux de Viana [109] mettent également en évidence une peau plus orientée et plus cristallisée.



10 nm), d'après Mégally [92].

(a) Amas lamellaire (taille caractéristique : (b) Structure sphérolitique de type  $\beta$  et sous-structure lamellaire, d'après Fond et G'sell [44].





FIGURE 1.5 – Formation d'un sphérolite, d'après Benard et Advani [12].

# 1.2.2 Mécanismes physiques de déformation

Le caractère multiphasique des thermoplastiques semi-cristallins entraîne l'existence de plusieurs micro-mécanismes physiques de déformation, qui apparaissent à chaque échelle d'observation par rapport à une déformation macroscopique. Dans cette partie, les principaux mécanismes seront évoqués.

D'après les travaux de Bowden et Young [19] et de Lin et Argon [72], nous pouvons identifier les principaux mécanismes de déformation dans les thermoplastiques semi-cristallins : la déformation des lamelles cristallines, la déformation de la phase amorphe et la déformation des sphérolites. Ces travaux portent essentiellement sur le polyéthylène, dont l'architecture simple des chaînes polymériques permet qu'il soit facilement cristallisable. Cependant, les résultats sont généralisables à l'ensemble des thermoplastiques semi-cristallins.

#### Déformation des lamelles cristallines

Les mécanismes de déformation de la phase cristalline sont similaires à ceux trouvés dans le cas des métaux. Au fur et à mesure que la déformation macroscopique augmente, le réseau cristallin formé par les alignements de chaînes voisines subit des dislocations qui se traduisent par le glissement d'un plan cristallin par rapport à un autre. Ces glissements locaux se traduisent par une rotation globale des cristaux dans la direction de plus grande élongation [19]. La figure 1.6a illustre la déformation de la phase cristalline pour différents niveaux de déformation macroscopique.

Les sites communément admis de nucléation des dislocations sont les extrémités des chaînes situées sur les faces des lamelles. Les mouvements de dislocations sont thermiquement activés, comme pour les métaux, mais dans des proportions plus importantes et présentent une sensibilité marquée à la pression hydrostatique [72]. Ainsi, une augmentation de la température abaisse la contrainte de cission critique et la pression hydrostatique fait augmenter la contrainte effective activant le glissement [72].

#### Déformation de la phase amorphe

Suivant sa position par rapport aux structures cristallines, la phase amorphe peut subir différents types de sollicitation. Celle-ci peut être soumise à des effort de cisaillement, à des élongations lors de séparations inter lamellaires des cristaux voisins ou encore à des déformations engendrées par les rotations de piles de lamelles (cf. Fig.1.6b). Lorsque la pression hydrostatique augmente, la séparation interlamellaire des cristaux se fait de façon plus difficile, ce qui génère des mécanismes d'endommagement par cavitation dans la phase amorphe confinée [44].

#### Déformation des sphérolites

A l'échelle d'un sphérolite, le mécanisme le plus global de déformation observé est un aplatissement (cf. Fig.1.7a). Cet aplatissement peut être homogène et réversible ou bien localisé dans des zones particulières et il est alors souvent irréversible [72]. Les mécanismes de déformations déjà montrés pour les phases amorphes et cristallines et le niveau de contrainte considéré expliquent les modes de déformation que nous pouvons trouver à l'intérieur du sphérolite. Lorsque le niveau de contrainte est faible (aplatissement réversible), seule la phase amorphe se déforme, soit par cisaillement ou par élongation interlamellaire. Au fur et à mesure que la contrainte augmente, les mécanismes de déformation se font aussi bien dans la phase amorphe interlamellaire que dans la phase cristalline (aplatissement irréversible), nous pouvons alors distinguer différents types de déformation suivant la position au sein du sphérolite :

• au niveau des pôles, où les lamelles sont bien orientées par rapport à l'axe de traction.





(a) Déformation lamellaire générée par glissement cristallin sous l'action d'efforts de traction-cisaillement d'intensité croissante, d'après Fond et G'sell [44].

(b) Modes de déformation de la phase amorphe [72].

FIGURE 1.6 – Déformation des lamelles cristalines et de la phase amorphe.

Nous y observons une fragmentation des cristaux ainsi qu'un basculement global des cristaux dans la direction de traction;

- au niveau de l'équateur, nous observons une forte déformation de la phase amorphe interlamellaire, des glissements transverses dans la phase cristalline sont aussi possibles;
- aux zones intermédiaires entre les pôles et l'équateur, nous observons des mécanismes de cisaillement de la phase amorphe interlamellaire et des glissements lamellaires dans la direction du chargement.

Les travaux de Ferreiro *et al.* [41] illustrent ces mécanismes de déformation des sphérolites pour le PA 6 en étudiant des films soumis à une contrainte de traction uni-axiale. D'après les travaux de Castagnet *et al.* [25], Kuksenko et Tamuz [61], Galeski *et al.* [47] et Pawlak et Galeski [93], nous pouvons associer la déformation de la phase amorphe interlamellaire avec un comportement viscoélastique. La déformation de la phase cristalline (glissements cristallins) et/ou l'apparition de phénomènes de cavitation dans la phase amorphe est associée au comportement viscoplastique. Lors de grandes déformations, la viscoplasticité est aussi associée à des phénomènes de fibrillation (striction locale du matériau à l'échelle macroscopique).

#### Scénario d'endommagement en traction monotone

Les travaux de Regrain [98] sur du PA 6, montrent que des porosités ou hétérogénéités initiales existent dans le matériau à l'état vierge, et sont de l'ordre de 1.5% en volume. L'auteur conclut à la croissance des micro-vides par un mécanisme de cavitation inter sphérolitique initiateur de craquelures se propageant et menant à la rupture finale (cf. Fig.1.7b). L'évolution de l'endommagement peut alors être décrite en trois étapes :

• les défauts présents à l'état initial (cf. Fig.1.7b-1) croissent, ce qui entraîne une diminution de la densité de matière à la frontière des sphérolites (cf. Fig.1.7b-2 et Fig.1.7b-3);

- lorsque la croissance des micro-vides est assez importante, des fibrilles très étirées apparaissent aussi (cf. Fig.1.7b-4) ;
- les zones ductiles se rencontrent et la rupture finale s'initie (cf. Fig.1.7b-5).

Ces résultats sont principalement basés sur des mesures par micro-tomographie aux rayons X et des observations au MEB. Avec ces outils, la mesure des porosités s'avère difficile à cause de leur petite taille (de l'ordre du micron).



(a) Modes de déformation suivant la position au sein du sphérolite, d'après Etienne et David [38]. (b) Interprétation de l'évolution de l'endommagement d'une éprouvette sollicitée en traction [98].

FIGURE 1.7 – Modes de déformation au sein du sphérolite et évolution de l'endommagement lors d'un essai de traction.

# 1.3 Orientation des fibres lors de l'injection et notion de tenseurs d'orientation

Le moulage par injection induit un certain nombre de problématiques concernant la qualité géométrique, les propriétés mécaniques et même les caractéristiques esthétiques de la pièce obtenue. En effet, la plastification, le remplissage et le compactage impliquent des phénomènes rhéologiques, mécaniques et physiques qui ne sont pas toujours bien maîtrisés. Une bonne description de ces problématiques peut être trouvée dans l'*injection molding handbook* [100] et dans les travaux de Megally [84]. L'analyse de chaque problématique est en dehors du cadre de ces travaux de thèse, mais il faut intégrer le fait que la cinématique locale de l'écoulement de matière a une importante influence sur la distribution d'orientation des fibres dans la pièce finale. Cette distribution d'orientation a elle même une influence forte sur les propriétés mécaniques locales.

# 1.3.1 Mécanismes d'orientation des fibres en injection

Dans les travaux de Redjeb [97], une bonne description des mécanismes d'orientation mis en jeu lors de l'injection de thermoplastiques renforcés de fibres de verre courtes est présentée. Dans le cas de structures minces (cas usuel pour les applications qui nous concernent), les

fibres s'organisent selon une structure appelée « peau-cœur-peau ». La figure 1.8 illustre les mécanismes et montre l'orientation des fibres dans un disque injecté par le centre, où nous pouvons observer plusieurs couches distinctes, avec une symétrie par rapport au plan médian du disque :

- une fine couche de peau (A), près des parois, dans laquelle les fibres semblent orientées de manière isotrope;
- deux couches de peau (B) où les contraintes de cisaillement sont importantes et donc, les fibres sont orientées selon la direction de l'écoulement;
- une couche de cœur (D) caractérisée par des contraintes d'élongation prépondérantes : les fibres sont orientées perpendiculairement au sens de l'écoulement ;
- enfin, les deux dernières couches (C), dans lesquelles l'orientation des fibres est aléatoire, sont des couches de transition entre les états d'orientation (B) et (D).

D'après les travaux de Klimkeit [59], si nous supposons que le moule est un conduit à section constante, nous observons un gradient de vitesse latéral ainsi qu'un gradient de vitesse vertical. L'écoulement s'organise selon un champ de vitesse quasi-parabolique (cf. Fig.1.9a) ce qui implique que les fibres positionnées aux endroits de fort gradient (Fibre I) pivotent dans la direction de l'écoulement. Seules les fibres au centre du conduit (Fibre II) conservent leur orientation (souvent perpendiculaire au sens de l'écoulement). Si nous ne prenons pas en compte les fines couches de peau et les couches de transition présentées dans la figure 1.8, lesquelles ont un épaisseur négligeable devant les autres couches, la structure d'orientation peut alors être divisée en 2 couches de peau et 1 couche de cœur (cf. Fig.1.9b).

Les thermoplastiques renforcés de fibres de verre courtes présentent donc différentes échelles d'observation : l'échelle « fibre/matrice », où il faut analyser les interactions entre les fibres de verre et la matrice thermoplastique ; l'échelle du « pli », où nous pouvons analyser le matériau comme un empilement de couches ayant chacune un comportement homogène (peau-cœurpeau) et l'échelle « homogénéisée », où le comportement du matériau est homogénéise sur l'épaisseur.



FIGURE 1.8 – Orientation des fibres dans un disque injecté par le centre, tiré de [9].



FIGURE 1.9 – Champ de vitesse quasi-parabolique et structure peau-cœur-peau dans un conduit à section constante, d'après Klimkeit [59].

## **1.3.2** Description de l'orientation des fibres à l'aide de tenseurs d'orientation

Dans cette partie, l'objectif est de décrire l'orientation des fibres dans le matériau composite à l'aide d'outils mathématiques. Ici, le terme de microstructure désignera uniquement la distribution d'orientation des fibres, puisque les éventuelles hétérogénéités de la matrice thermoplastique (gradients de cristallinité, structure sphérolitique) semblent négligeables devant le fort contraste de propriétés mécaniques entre le polyamide 66 et les fibres de verre. De même, la fraction volumique de fibres sera considérée comme homogène dans la structure.

#### Représentation vectorielle de l'orientation d'une fibre

En considérant un repère global de directions principales  $(\underline{e}_1, \underline{e}_2, \underline{e}_3)$ , l'orientation d'une fibre peut être caractérisée à l'aide de deux angles  $(\theta, \varphi)$ , comme illustré sur la figure 1.10a, qui permettent de définir un vecteur unitaire d'orientation *p* comme suit :

$$\underline{p} = (p_1, p_2, p_3)^T = (\sin\theta\cos\varphi, \sin\theta\sin\varphi, \cos\theta)^T.$$

Dans les pièces injectées, en raison du grand nombre de fibres, il faut utiliser la notion de distribution d'orientation des fibres  $\psi$ , qui permet d'analyser la probabilité de trouver une fibre dans un angle solide  $\omega$  donné [1]. Ainsi, la probabilité *P* de trouver une fibre entre les angles  $(\theta \, et \, \theta + d\theta)$  et  $(\varphi \, et \, \varphi + d\varphi)$  est donnée par :

$$P = \int_{\theta}^{\theta+d\theta} \int_{\varphi}^{\varphi+d\varphi} \psi(\theta,\varphi) \sin\theta d\theta d\varphi.$$
(1.1)

Cette fonction de distribution doit respecter deux conditions :

• puisque le vecteur <u>p</u> ne différencie pas les deux extrémités de la fibre,  $\psi$  doit être inchangée pour la transformation  $p \rightarrow -p$ , c'est-à-dire :

$$\psi(\theta, \varphi) = \psi(\pi - \theta, \varphi + \pi)$$
(1.2)

$$\psi\left(\underline{p}\right) = \psi\left(-\underline{p}\right);\tag{1.3}$$

• comme l'ensemble des orientations possibles est contenu dans une sphère de rayon unitaire, l'évaluation de la probabilité sur le sphere unité doit être égale à 1, alors :

$$\int_{0}^{2\pi} \int_{0}^{\pi} \psi(\theta, \varphi) \sin \theta \, d\theta \, d\varphi = 1 \tag{1.4}$$

$$\int_{\Omega} \psi\left(\underline{p}\right) d\omega = 1 \tag{1.5}$$

où  $\Omega$  désigne la sphère unité.

#### Modèle d'évolution de l'orientation lors de l'injection

Dans les travaux de Folgar et Tucker III [43], un modèle pour prédire l'orientation des fibres lors du procédé d'injection est proposé. Le modèle décrit le mouvement d'une fibre dans un fluide newtonien soumise aux interactions avec une population de fibres de distribution d'orientation locale  $\psi$ , de façon que :

$$\frac{\mathrm{d}p}{\mathrm{d}t} = -\frac{1}{2}\underline{\underline{\omega}} \cdot \underline{p} + \frac{1}{2}\lambda\left(\underline{\dot{\gamma}} \cdot \underline{p} - \underline{\dot{\gamma}} : \left(\underline{p} \otimes \underline{p} \otimes \underline{p}\right)\right) - \frac{C_I \dot{\gamma}}{\psi} \frac{\partial \psi}{\partial p}$$
(1.6)

où  $\underline{\underline{\omega}}$  et  $\underline{\dot{\gamma}}$  sont respectivement la vorticité et le taux de déformation du fluide. Cette équation fait intervenir le coefficient  $\lambda = \frac{r^2 - 1}{r^2 + 1}$  qui dépend directement du rapport d'aspect des fibres r, et  $C_I$  qui mesure de façon phénoménologique l'intensité des interactions entre les fibres.  $\dot{\gamma}$  est la norme quadratique de  $\dot{\gamma}$ .

D'après Advani et Tucker III [1], l'équation 1.6 peut être modifiée de façon à utiliser la distribution d'orientation des fibres  $\psi$  à la place du vecteur unitaire d'orientation <u>p</u>. Le calcul de  $\psi$ fournit une connaissance complète et précise de l'état d'orientation des fibres. Cependant, la résolution de cette équation exige des ressources informatiques très importantes en terme de calcul et de stockage. C'est pourquoi dans le cadre industriel  $\psi$  n'est pas utilisable directement. Il faut chercher des outils de description plus compacts permettant de connaître l'orientation des fibres dans un milieu, ce sont les tenseurs d'orientation.

#### Notion de tenseurs d'orientation

Afin de décrire la microstructure des thermoplastiques renforcés de fibres de verre courtes, il faut introduire la notion de tenseurs d'orientation. Hand [51], dans ses travaux sur la structure microscopique d'un fluide chargé, introduit un tenseur d'ordre 2, noté  $\underline{\underline{a}}^{\Psi}$  défini comme la moyenne spatiale du double produit tensoriel de p, c'est-à-dire :

$$\underline{\underline{a}}^{\psi} = \int_{\Omega} p_i p_j \psi(\underline{p}) d\omega \quad \underline{\underline{e}}_i \otimes \underline{\underline{e}}_j \quad i, j \in [1,3]$$
(1.7)

ou de manière équivalente :

$$\underline{\underline{a}}^{\psi} = \int_{0}^{2\pi} \int_{0}^{\pi} \begin{pmatrix} \sin^{2}\theta\cos^{2}\varphi & \sin^{2}\theta\sin\varphi\cos\varphi & \sin\theta\cos\theta\cos\varphi \\ \sin^{2}\theta\sin\varphi\cos\varphi & \sin^{2}\theta\sin^{2}\varphi & \sin\theta\cos\theta\sin\varphi \\ \sin\theta\cos\theta\cos\varphi & \sin\theta\cos\theta\sin\varphi & \cos^{2}\theta \end{pmatrix} \psi(\theta,\varphi)\sin\theta d\theta d\varphi.$$
(1.8)

Par définition,  $\underline{\underline{a}}^{\psi}$  est un tenseur symétrique ayant une trace  $Tr(\underline{\underline{a}}^{\psi}) = 1$ , donc seulement 5 des 9 composantes de celui-ci sont indépendantes.

Dans la base orthonormée considérée  $(\underline{e}_1, \underline{e}_2, \underline{e}_3)$ , les composants  $a_{11}^{\psi}, a_{22}^{\psi}$  et  $a_{33}^{\psi}$  quantifient respectivement le degré d'alignement des fibres suivant les axes 1,2 et 3. Donc, si  $a_{11}^{\psi} = 1$  signifie que toutes les fibres sont alignées par rapport à la direction  $\underline{e}_1$ . Par contre, si  $a_{11}^{\psi} = 0$  toutes les fibres sont orientées de façon perpendiculaire à la direction  $\underline{e}_1$ , c'est-à-dire que celles-ci appartiennent au plan  $(\underline{e}_2, \underline{e}_3)$ . Les composantes non diagonales de  $\underline{a}^{\psi}$ , quantifient le degré de dissymétrie de la distribution d'orientation par rapport aux directions principales du repère considéré. Sur la figure 1.11, quelques exemples de tenseurs d'orientation d'ordre 2 sont montrés pour de cas d'orientation planaires ( $\theta = \frac{\pi}{2}$  pour toutes les fibres considérées). Sur ces exemples la signification des composantes est mise en évidence.

Il faut remarquer que les équations 1.7 et 1.8 sont définies par rapport à un nombre non déterminé de fibres (notion donnée par la distribution d'orientation). Si nous considérons une seule fibre k, d'orientation ( $\theta^k, \varphi^k$ ), le tenseur d'orientation <u> $a^k$ </u> s'écrit alors :

$$\underline{\underline{a}}^{k} = \begin{pmatrix} \sin^{2}\theta^{k}\cos^{2}\varphi^{k} & \sin^{2}\theta^{k}\sin\varphi^{k}\cos\varphi^{k} & \sin\theta^{k}\cos\theta^{k}\cos\varphi^{k} \\ \sin^{2}\theta^{k}\sin\varphi^{k}\cos\varphi^{k} & \sin^{2}\theta^{k}\sin^{2}\varphi^{k} & \sin\theta^{k}\cos\theta^{k}\sin\varphi^{k} \\ \sin\theta^{k}\cos\theta^{k}\cos\varphi^{k} & \sin\theta^{k}\cos\theta^{k}\sin\varphi^{k} & \cos^{2}\theta^{k} \end{pmatrix}.$$
(1.9)

Donc, si nous considérons un ensemble de fibres *n* d'orientation connue, dans un volume *V*, le tenseur d'orientation total sur le volume considéré  $\underline{\underline{a}}^V$  est obtenu en faisant la moyenne des tenseurs d'orientation de chaque fibre, c'est-à-dire :

$$\underline{\underline{a}}^{V} = \frac{1}{n} \sum_{k=1}^{n} \underline{\underline{a}}^{k}.$$
(1.10)

Le tenseur d'orientation d'ordre 2 peut être mesuré à l'aide de plusieurs méthodes [84], par exemple : analyse optique d'images, microscopie confocale, microtomographie, etc. Sur la figure 1.10b, l'évolution des composantes du tenseur d'orientation d'ordre 2 dans l'épaisseur d'une plaque injectée est montrée, mesurée à partir d'une analyse optique. La méthode consiste à observer la surface d'un échantillon, qui est au préalable poli, où nous pouvons estimer l'orientation de chaque fibre à partir de l'ellipse formée par l'intersection du plan de coupe et de la fibre. Donc, avec l'équation 1.10, il est possible d'obtenir le tenseur d'orientation total sur la surface considérée. Si nous supposons que l'orientation est homogène suivant la largeur et la longueur de la plaque (ce qui est parfois le cas pour les plaques injectées), la mesure surfacique dans l'épaisseur représente une mesure volumique. L'évolution du tenseur dans l'épaisseur de la plaque met en évidence la structure peau-cœur-peau.



(a) Définition du vecteur d'orientation d'une fibre dans le repère global.



(b) Tracé du tenseur  $\underline{\underline{a}}^V$  obtenu après mesure optique et reconstruction numérique d'un échantillon de PPGF30 prélevé dans une plaque de 1.8mm d'épaisseur [84].

FIGURE 1.10 – Orientation d'une fibre et tracé du tenseur  $\underline{a}^{V}$  dans une plaque.

L'utilisation du tenseur d'orientation d'ordre 2 comme outil de description entraîne une perte d'information par rapport à la distribution d'orientation des fibres. C'est-à-dire que si nous connaissons le tenseur d'orientation d'ordre 2, en général, nous ne pouvons pas reconstruire la distribution d'orientation de fibres de façon exacte [1]. Ce problème est mis en évidence par le fait qu'il est possible d'avoir le même tenseur d'orientation d'ordre 2 pour des états d'orientation des fibres différents. Sur la figure 1.12, un cas d'orientation planaire où le tenseur d'orientation d'ordre 2 reste inchangé par rapport à une orientation isotrope est montré. Dans cet exemple 50% des fibres sont alignées par rapport à l'axe 1 et le 50% restant est aligné par rapport à l'axe 2. Évidemment, dans ce cas particulier, le tenseur d'orientation d'ordre 2 est indépendant de la rotation dans le plan.

Dans le but d'améliorer la description de l'orientation des fibres en restant compact, il faut utiliser des tenseurs d'orientation des fibres d'ordre supérieur. Des travaux, comme par exemple celui de Altan *et al.* [3], utilisent le tenseur d'orientation d'ordre 4, défini par :

$$\mathbb{A}^{\psi} = \int_{\Omega} p_i p_j p_k p_l \psi\left(\underline{p}\right) d\omega \quad \underline{e}_i \otimes \underline{e}_j \otimes \underline{e}_k \otimes \underline{e}_l \ i, j, k, l \in [1, 3].$$
(1.11)

Ce tenseur est aussi symétrique et unitaire. 14 de ses 81 composantes sont indépendantes. Advani *et al.* [1] [2], ont reconstruit des distributions d'orientation de fibres à partir des tenseurs d'ordre 2 et de tenseurs d'ordre 2 et 4, ils ont remarqué que, pour une population de fibres fortement orientée, la description de l'orientation est moins performante dans le cas de l'utilisation du tenseur d'ordre 2 uniquement.

#### Modèle d'évolution de l'orientation à l'aide de tenseurs d'orientation

Le modèle proposé par Folgar et Tucker III (cf. Equation 1.6), peut être modifié de façon à calculer l'évolution temporelle de tenseurs d'orientation au lieu de la distribution d'orientation des fibres,



FIGURE 1.11 – Exemples du tenseur d'orientation d'ordre 2 (orientations planaires), tiré d'Arif [7]. Exemple a-orientation parfaitement alignée avec l'axe 1, exemple b-orientation isotrope et exemple c-orientation parfaitement alignée à 45° de l'axe 1.



FIGURE 1.12 – Exemple d'orientations planaires ayant le même tenseur d'orientation d'ordre 2 par rapport à un cas d'orientation isotrope.

la nouvelle equation s'écrit :

$$\frac{\mathrm{d}\underline{\underline{a}}^{\psi}}{\mathrm{d}t} = \underbrace{-\frac{1}{2}\left(\underline{\underline{\omega}} \cdot \underline{\underline{a}}^{\psi} - \underline{\underline{a}}^{\psi} \cdot \underline{\underline{\omega}}\right)}_{1} + \underbrace{\frac{1}{2}\lambda\left(\underline{\dot{\gamma}} \cdot \underline{\underline{a}}^{\psi} + \underline{\underline{a}}^{\psi} \cdot \underline{\dot{\gamma}} - 2\mathbb{A}^{\psi} : \underline{\dot{\gamma}}\right)}_{2} + \underbrace{2C_{I}\dot{\gamma}\left(\underline{\underline{1}} - 3\underline{\underline{a}}^{\psi}\right)}_{3} \tag{1.12}$$

où le terme 1 est associé avec l'écoulement élongationnel, le terme 2 avec le cisaillement et le terme 3 caractérise l'interaction entre les fibres.

La plupart de codes de simulation d'injection utilisent l'équation 1.12 (en fonction de tenseurs d'orientation) pour calculer l'évolution de l'orientation des fibres lors du remplissage, car la vitesse de calcul est beaucoup plus rapide par rapport à l'équation 1.6 (en fonction de la distribution d'orientation des fibres) [27].

Dans l'équation 1.12 apparait le tenseur d'orientation d'ordre 4 ( $\mathbb{A}^{\Psi}$ ), qui ne pourrait être calculé qu'à partir de sa propre equation d'évolution, laquelle ferait alors intervenir le tenseur d'orientation d'ordre 6 et ainsi de suite. Pour ne pas avoir cette dépendance il faut « fermer » le problème au sens mathématique, c'est-à-dire qu'il faut une deuxième relation où nous pouvons estimer  $\mathbb{A}^{\Psi}$  à partir de  $\underline{a}^{\Psi}$ . Cette relation est appelée équation de fermeture. La qualité de l'estimation de  $\mathbb{A}^{\Psi}$  joue un rôle très important dans la prédiction de l'orientation des fibres. C'est pourquoi plusieurs types d'équation de fermeture ont été proposées dans la littérature, où les auteurs s'intéressent à illustrer la qualité de l'estimation pour un certain nombre d'écoulements dans le but de cibler les cas d'écoulement adaptés à chaque équation de fermeture. Le choix de l'équation de fermeture dépend aussi du coefficient d'interaction ( $C_I$ ), lequel est très difficile à identifier puisqu'il dépend de la nature du matériau, du type d'écoulement, de la concentration en particules, du rapport de forme et de l'état d'orientation. Donc, il est très difficile de choisir, a priori, une équation de fermeture pour un thermoplastique renforcé et une géométrie donnée. Dans les travaux de Redjeb [97], 5 types d'équation de fermeture sont présentées : linéaire [51], quadratique [54], Hybride [2], naturelle 2D [108] et orthotrope [27]. Dans les travaux de Verleye [108], une comparaison des prédictions en utilisant différentes equations de fermeture est montrée pour des écoulements simples. Le choix de la meilleure équation de fermeture suivant les conditions du problème est hors du cadre de cette thèse.

Sur la figure 1.13, un exemple de la littérature sur les comparaisons entre les mesures et les prédictions de l'orientation des fibres pour une géométrie simple est montré. Pour les prédictions, le logiciel de simulation rhéologique MoldFlow<sup>®</sup> est utilisé. Celui-ci utilise le modèle de Folgar et Tucker III (cf. Equation 1.12) en y ajoutant une modification liée au contrôle de la distribution d'orientation à travers l'épaisseur via un paramètre supplémentaire, noté  $D_Z$ . Ce paramètre permet de limiter les surestimations de l'orientation engendrées par le coefficient associé à l'intensité d'interaction entre les fibres  $C_I$  (dont la valeur exacte est souvent inconnue) notamment proche des parois du moule. Le logiciel permet donc d'ajuster les paramètres  $C_I$  et  $D_Z$  soit par leur calcul automatique à l'aide d'algorithmes internes du logiciel (cas présenté), soit par définition manuelle de l'utilisateur. Nous pouvons observer des écarts supérieurs à 30% entre les mesures et les prédictions. Dray [34] montre que les prédictions peuvent être fortement améliorées en jouant sur les paramètres  $C_I$  et  $D_Z$ , mais qu'à partir de l'ajustement sur une des plaques, il n'est pas possible de connaitre l'évolution de ces paramètres même pour d'autres cas d'épaisseur de plaque. Les méthodes de calcul des paramètres  $C_I$  et  $D_Z$  utilisées par MoldFlow <sup>®</sup> sont encore en développement, car l'orientation des fibres est un paramètre très important vis-à-vis du comportement thermo-mécanique de ce type de matériaux. En effet, des erreurs dans son calcul limitent fortement les capacités des modèles mécaniques pour prédire le comportement de façon réaliste. Dans le cadre de cette thèse, le logiciel MoldFlow<sup>®</sup> sera utilisé, le choix des paramètres  $C_I$  et  $D_Z$  sera optimisé et ceux-ci seront considérés constants pour les cas présentés. Par rapport à l'équation de fermeture, MoldFlow<sup>®</sup> utilise la formulation orthotrope, en améliorant les prédictions avec des bases d'interpolation qui sont gardées confidentielles.

# 1.4 Comportement et modélisation

Dans cette section, le comportement mécanique des thermoplastiques renforcés de fibres de verre courtes sera présenté. Tout d'abord, les changements des modes de déformation et du scénario d'endommagement liés à l'ajout des renforts à la matrice thermoplastique seront illustrés. Ensuite, la réponse mécanique sera décrite à l'aide d'une base expérimentale suffisamment riche permettant d'illustrer les différents comportements mécaniques (viscoélasticité, plasticité, etc.) à l'échelle macroscopique. Puis, l'influence de l'orientation et de l'environnement thermohygrométrique sera mise en évidence. Finalement, quelques exemples de la modélisation du comportement cyclique en considérant des approches phénoménologiques et micromécaniques seront présentés.



(a) Prédictions pour une plaque de 1mm d'épaisseur.

(b) Prédictions pour une plaque de 3mm d'épaisseur.



(c) Comparaisons entre les mesures et les prédictions pour les deux plaques (évolution dans l'épaisseur au centre des plaques).

FIGURE 1.13 – Comparaison entre les valeurs de  $a_{11}^{\psi}$  mesurées et prédites (logiciel MoldFlow<sup>®</sup>) pour deux plaques d'épaisseur différentes (matériau PA66GF30), d'après Dray [34].

#### 1.4.1 Comportement et ruine à l'échelle des fibres

Pour un chargement macroscopique donné, les efforts sont transférés de la matrice thermoplastique aux fibres de verre comme schématisé sur la figure 1.14a pour un cas de traction simple. Le transfert du chargement dépend principalement de deux paramètres : la surface de contact entre la fibre et la matrice (imposée par les dimensions des fibres) et la qualité de l'adhésion entre les deux matériaux. Les travaux de Curtis *et al.* [29] et d'Eriksson *et al.* [36] montrent que pour un rapport d'aspect des fibres (*r*) plus important, le pourcentage de l'effort transféré aux fibres augmente. Ceci entraine une augmentation de la rigidité globale du matériau, laquelle est maximale lorsque les fibres sont alignées avec la direction de sollicitation. La qualité de l'adhésion dépend de certaines propriétés de la matrice thermoplastique et de traitements chimiques spécifiques faits aux fibres [45]. Il faut remarquer qu'à cause des accidents géométriques en bout des fibres, une mauvaise adhésion locale peut y avoir lieu [104]. C'est pourquoi des porosités en bout des fibres sont possibles à l'état initial, et que celles-ci sont les sites privilégiés pour l'amorçage de fissures.

Le scénario d'endommagement à l'échelle des fibres a été décrit dans les travaux de Sato *et al.* [103] [102] [101], lesquels sont basés sur des essais *in situ* au MEB. Le scénario proposé (lors d'un essai de traction monotone) peut être divisé en cinq étapes (cf. Fig. 1.14b) :

- dû à la concentration de contraintes et à la mauvaise adhésion locale, des fissures apparaissent en bout des fibres ;
- celles-ci se propagent au niveau de la matrice à l'interface;
- au fur et à mesure que les fissures se propagent, une déformation plastique locale apparait au niveau de la matrice (en forme de bandes);
- les fissures et les zones déformées plastiquement coalescent avec une propagation stable (rupture ductile);
- lorsque les fissures atteignent leur taille critique, la rupture catastrophique du matériau a lieu (rupture fragile).



(a) Schéma de la déformation de la matrice autour d'une fibre soumise à une contrainte de traction [21].

(b) Mécanismes de rupture d'un thermoplastique renforcé en 5 étapes (PA66GF30) [103].

FIGURE 1.14 – Déformation de la matrice autour d'une fibre et mécanismes de rupture d'un thermoplastique renforcé.

## 1.4.2 Caractérisation du comportement cyclique

Des auteurs comme Castagnet [24] et Rémond [99] ont mis en évidence que l'étude du comportement des thermoplastiques semi-cristallins (renforcés ou non) doit faire intervenir des histoires de chargement complexes de façon à bien comprendre l'influence des mécanismes de déformation mis en jeu. Nous décrirons le comportement des thermoplastiques renforcés de fibres de verre courtes d'après les travaux de Launay *et al.* [64], où nous pouvons trouver une base expérimentale riche qui rend possible une description détaillée du comportement d'un PA66GF35.

#### Effets de vitesse

Sur la figure 1.15, des essais de traction-rupture à différentes vitesses de sollicitation sont présentés pour deux conditionnements (voir sous-section 1.4.4). La gamme de vitesses considérée est représentative de celle trouvée dans les applications automobiles. Nous pouvons y remarquer que la raideur initiale du matériau est très sensible à la vitesse de sollicitation, ce qui est caractéristique d'un comportement viscoélastique. Le temps caractéristique viscoélastique observé ici est de l'ordre de la seconde. Nous pouvons aussi apprécier la non linéarité de la réponse mécanique.



FIGURE 1.15 – Courbes de traction-rupture à différentes vitesses de sollicitation d'un PA66GF35 DAM (*Dry As Moulded*) et RH50 [64].

#### Fluage-recouvrance

Sur la figure 1.16 est montré le schéma d'un essai de fluage-recouvrance cyclique (FRC) piloté en contrainte et les courbes contrainte-déformation issues d'un tel essai, en parallèle d'une courbe de traction monotone. Nous pouvons remarquer que pour de faibles niveaux de contrainte, la déformation est entièrement recouvrée, réponse qui est caractéristique d'un comportement viscoélastique. Par contre, le temps caractéristique constaté dans cet essai est bien supérieur à celui associé à la vitesse de sollicitation. Nous pouvons donc séparer la viscoelasticité du matériau en deux parties, la première, appelée court-terme, est associée à la sensibilité de la raideur à la vitesse de sollicitation. La deuxième, appelée long-terme, est associée au fluage pour de faibles niveaux de contrainte. Cette dernière a un temps caractéristique de l'ordre de la centaine de secondes. Pour des contraintes plus importantes, une déformation résiduelle de plus en plus importante est constatée en fin du palier de recouvrement. Pour connaître le mécanisme à l'origine de cette déformation, il faut faire des essais où nous pouvons justifier si celle-ci provient de mécanismes recouvrables (visqueux) ou non (plastiques ou visqueux à très long terme). En se basant sur des courbes de traction-relaxation-recouvrance (TRR), l'auteur associe cette déformation à des mécanismes plastiques.

#### Boucle d'hystérèse

Des essais de traction répétée par paliers croissants sont considérés ici. Chacun des paliers est composé de trois cycles charge-décharge et d'une pause d'une minute avant de passer au palier suivant. Deux vitesses de sollicitation sont imposées : 2.5*MPa/s* (cf. Fig 1.17a) et 250*MPa/s* (cf. Fig 1.17b). Nous pouvons observer sur ces courbes que pour le même niveau de contrainte maximale, l'aire de la boucle d'hystérèse est plus importante pour une vitesse de chargement de 2.5*MPa/s*, ce qui est cohérent avec les modèles viscoélastiques classiques. Nous pouvons aussi

#### Thermoplastiques renforcés de fibres de verre courtes : bibliographie et démarche



FIGURE 1.16 – Essai de fluage-recouvrance Cyclique (FRC) [64].

observer que la déformation résiduelle diminue avec la vitesse de chargement. C'est pourquoi l'auteur propose de la considérer comme un mécanisme irréversible dépendant du temps, c'està-dire un mécanisme viscoplastique. Finalement, nous constatons un adoucissement cyclique du matériau, mis en évidence par la différence du module sécant de la courbe monotone et la pente de la boucle d'hystérèse des essais cycliques, celui-ci est associé à des mécanismes d'endommagement survenus lors des chargements cycliques [91] [72].



(a) 2.5*MPa*/*s*, 3 cycles par palier (50, 75, 100, 125 MPa).

(b) 250*MPa*/*s*,3 cycles par palier (40, 70, 95, 120, 140 MPa).

FIGURE 1.17 – Essais de traction répétée par paliers croissants, à différentes vitesses de chargement [64].

Les différents types de comportement observés sont tous sensibles aux conditions environnementales et à l'orientation des fibres. Ces dépendances seront illustrées dans les sous-sections qui suivent.

# 1.4.3 Influence de l'orientation des fibres

L'orientation des fibres affecte bien évidemment la réponse mécanique des thermoplastiques renforcés et nous l'illustrons ici sur des résultats issus des travaux de Jegou [55]. Les propriétés mécaniques sont mesurées lors d'essais de traction monotone sur des éprouvettes ayant une orientation des fibres maitrisée et le matériau utilisé est un PA66GF50 (matériau utilisé dans le cadre de cette thèse). Les éprouvettes sont usinées à partir d'une plaque injectée, la cartographie de la composante sur la direction principale d'écoulement du tenseur d'orientation des fibres

d'ordre 2 (simulation avec MoldFlow<sup>®</sup>) en peau est montrée dans la figure 1.18. Nous pouvons observer que les fibres sont mieux orientées aux bords de la plaque qu'au centre. Dans l'épaisseur de la plaque, une structure peau-cœur-peau est visible, où le cœur a une orientation majoritaire des fibres perpendiculaire à la direction principale d'écoulement (comme expliqué dans la partie sur l'influence de l'injection sur l'orientation des fibres), la taille du cœur est ici d'environ  $250\mu$ m (12.5% de l'épaisseur totale).

Pour maîtriser l'orientation moyenne des fibres des éprouvettes, les éprouvettes sont découpées à des angles différents par rapport à la direction principale d'écoulement. Il faut remarquer que les éprouvettes sont usinées au centre de la plaque, où l'orientation des fibres est moins bien alignée par rapport aux bords, ce choix a été réalisé pour rendre comparables tous les essais mécaniques. Ainsi, l'angle d'usinage considéré fixera une orientation des fibres « réputée » au niveau des peaux.



FIGURE 1.18 – Orientation et géométrie des éprouvettes considérées (Matériau PA66GF50), d'après Jegou [55].

Les angles d'usinage considérés dans l'étude de Jegou [55] sont : 0°, 15°, 30°, 45°, 60° et 90°. Les courbes contrainte nominale-déformation nominale des essais de traction monotone sont présentées sur la figure 1.19a. Nous pouvons y observer que l'éprouvette la plus rigide et résistante est celle à 0° et la moins rigide et résistante est celle à 45°. Il faut remarquer que pour les angles entre 45° et 90°, le cœur est mieux orientée que la peau par rapport à la direction de sollicitation et apporte une contribution non négligeable à la réponse mécanique globale. Ceci explique que les éprouvettes à 45° soient les moins rigides, puisque c'est le pire des cas d'alignement pour l'empilement peau-cœur-peau. Ce fait est mieux illustré sur les figures 1.19b et 1.19c, où le module d'Young décroit régulièrement entre 0° et 45°, puis réaugmente pour des angles supérieurs du fait de l'alignement du cœur. La contrainte à la rupture présente la même tendance. Notons également l'effet majeur de l'épaisseur de la peau vis-à-vis de celle du cœur. En effet les éprouvettes à 0° (peaux alignées) sont bien plus rigides que les éprouvettes à 90° (cœur aligné).

La méthode idéale pour étudier l'effet de l'orientation des fibres serait d'analyser la réponse mécanique pour des éprouvettes ayant une orientation homogène dans l'épaisseur, mais il n'est pas possible d'obtenir un tel état d'orientation à partir du procédé d'injection. Une possibilité pour obtenir un état d'orientation plus homogène serait de modifier les éprouvettes présentes sur la figure 1.18 de façon à tester uniquement la couche de cœur ou une des couches de peau.

160 8000 140 7000 120 6000 (WDa) 80 120 5000 E<sub>1</sub> (MPa) 100 4000 (MPa) 6 60 3000 60 H2 15 2000 40 -H2 90 H2 1000 0.05  $\varepsilon_1$  (a) ില (b) Module d'Young (c) Contrainte à la rupture (a) Essais en traction uniaxiale

Cette problématique sera abordée dans cette thèse.

FIGURE 1.19 – Essais de traction monotone  $(15kN.min^{-1})$  sur les éprouvettes usinées (RH40) pour différentes orientations « réputées » de fibres [55].

### 1.4.4 Influence de l'environnement thermo-hygrométrique

#### **Illustration des effets**

Comme évoqué dans la section 1.2.1, les propriétés mécaniques des thermoplastiques semicristallins sont sensibles à la température. La figure 1.20a illustre le comportement mécanique d'un PA66 sollicité en traction pour différentes températures. La dépendance de la rigidité et des propriétés plastiques du matériau en fonction de la température est évidente. Dans le but de mieux connaître l'évolution des propriétés mécaniques en fonction de la température, il est possible de caractériser le comportement à l'aide d'un analyseur dynamique mécanique (DMA). Celui-ci permet de mesurer la raideur en fonction de la température et aussi d'estimer la température de transition vitreuse ( $T_g$ ). Jegou [55], dans ses travaux de thèse, a caractérisé le comportement du PA66GF50 DAM (dry as moulded) à l'aide d'une DMA (cf. Fig. 1.20b et 1.20c). A partir de ces résultats, il y a plusieurs façons de déterminer la  $T_g$ . L'auteur fait ici l'estimation en se basant sur l'évolution du facteur de perte<sup>1</sup> (tan  $\delta$ ) en fonction de la température, et la  $T_g$ est la température pour laquelle tan $\delta$  est maximum. Dans le cas considéré la  $T_g$  se situe autour de 60°C pour un matériau sec (DAM).

Comme évoqué dans la section 1.2.1 le caractère hydrophile du polyamide 6.6 entraîne une dépendance de la  $T_g$  à la prise en eau du matériau. Les propriétés mécaniques dépendent donc de la température et de la prise en eau. Les travaux d'Arif [7] montrent la dépendance des propriétés mécaniques d'un PA66GF30 en fonction de la prise en eau (cf. Fig.1.21a) pour des essais de flexion. Ces travaux illustrent aussi l'évolution des mécanismes d'endommagement à l'échelle des fibres pour différentes teneurs en humidité (cf. Fig.1.21b), où nous pouvons observer les mécanismes à 95% de la contrainte à la rupture  $\sigma_f$  pour 3 cas de RH (0, 50 et 100). Il faut remarquer que la prise en eau considérée est donnée par rapport à l'état saturé du matériau pour une certaine humidité relative ambiante. Par exemple, **une teneur en humidité de RH50 représente l'état saturé du matériau pour une humidité relative ambiante de 50%**. Les éprouvettes sont conditionnées dans des enceintes hygrothermiques à une certaine température, où les éprouvettes absorbent de l'eau par diffusion. Une méthode de mesure de la teneur en humidité sera montrée par la suite.

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>Défini comme la tangente du déphasage entre la contrainte et la déformation lors d'un chargement cyclique.



(a) Comportement en traction d'un PA6.6 d'après Dupont de Nemours [35].

(b) Évolution du module E' (PA66GF50 DAM) [55].

(c) Évolution du  $tan(\delta)$  (PA66GF50 DAM) [55].

FIGURE 1.20 – Influence de la température sur le comportement.



(a) Courbe Effort normalisédéplacement.



(b) Mécanismes d'endommagement a) Rupture de fibres et microfissures dans la matrice (95%  $\sigma_f RH = 0$ ), b) microfissures dans la matrice (95%  $\sigma_f RH = 50$ ), c) microfissures dans la matrice et bandes de déformation au niveau de la matrice (95%  $\sigma_f RH = 100$ ).

FIGURE 1.21 – Influence de la teneur en humidité sur le comportement. Eprouvettes PA66GF30, chargement en flexion d'après Arif [7].



(a) Gravimétrie d'absorption de vapeur d'eau (température de 40°C).

(b) Fraction volumique d'eau (à saturation) pour plusieurs températures.

FIGURE 1.22 – Illustration de la prise en eau du polyamide 6.6 [20].

#### Introduction aux aspects diffusion

La gravimétrie d'absorption de vapeur d'eau est une méthode qui permet de mesurer la variation de masse d'un échantillon en fonction de l'activité de l'eau (humidité relative/100). Les travaux de Broudin *et al.* [20] à l'aide d'une machine DVS (*dynamic vapor sorption*) appliquent cette méthode sur des échantillons de PA66 (cf. Fig.1.22a). Nous pouvons y observer que la masse de l'échantillon augmente jusqu'à saturation pour chaque niveau d'activité de l'eau. La vitesse de diffusion de l'eau au sein du matériau dépend de la température et les auteurs montrent que pour des valeurs d'activité de l'eau importantes, la prise en eau à saturation dépend aussi de la température (cf. Fig.1.22b). C'est pourquoi il est nécessaire de spécifier le niveau d'activité de l'eau ainsi que la température pour caractériser le conditionnement d'un échantillon.

#### Équivalence Temperature/RH via l'écart à la température de transition vitreuse $(T - T_g)$

Dans le but de prendre en compte l'influence des conditions thermo-hygrométriques sur les propriétés mécaniques au moyen d'un seul paramètre, il est possible de traduire les deux effets via l'écart à la température de transition vitreuse [85]. Launay *et al.* [66] ont appliqué cette méthode sur du PA66GF35. Tout d'abord ils déterminent la  $T_g$  en fonction de la teneur en humidité (cf. Fig.1.23a) en considérant une relation linéaire identifiée à partir de quelques points expérimentaux. Ensuite, ils font des essais de traction sur des éprouvettes ayant des conditions thermo-hygrométriques différentes, mais le même écart à la  $T_g$  (cf. Fig.1.23b). Ils montrent que, du point de vue de la réponse mécanique, ces deux conditions sont bien équivalentes, y compris pour les composantes non linéaires du comportement.



(a) Influence de la teneur en humidité sur la  $T_g$ .

(b) Essais de traction monotone  $T - T_g \approx +73^{\circ}C$ .

FIGURE 1.23 – Évolution de la température de transition vitreuse du PA66-GF35 en fonction de la teneur en humidité et mise en évidence expérimentale de l'équivalence température-humidité sur des essais de traction monotone [66].

## 1.4.5 Modélisation du comportement cyclique

#### Approche micromécanique

L'approche micromécanique consiste à construire la réponse mécanique (par rapport à un chargement macroscopique) à partir de la connaissance des propriétés de chaque phase considérée (fibres et matrice). Les méthodes de changement d'échelle pour l'étude du comportement des matériaux hétérogènes reposent toutes sur la notion de VER (Volume Élémentaire Représentatif). Il faut choisir la taille du VER de façon à ce que le comportement homogénéisé soit représentatif de la réponse macroscopique. L'homogénéisation consiste à calculer les propriétés mécaniques du VER en fonction de celles de chacune des phases en prenant en compte la distribution spatiale des phases (orientation des fibres dans le cas étudié). Le problème de l'inclusion homogène d'Eshelby [37] montre que si nous supposons une matrice infinie et élastique sans aucun type de déformation libre<sup>2</sup> sauf dans une inclusion ellipsoïdale présentant une déformation libre homogène<sup>3</sup>  $\underline{\varepsilon}_{L}$ , la déformation totale dans l'inclusion résultant des interactions entre la matrice et l'inclusion vaut  $\underline{\varepsilon}_{I} = \mathbb{E}^{I,0} : \underline{\varepsilon}_{L}$ . Le tenseur  $\mathbb{E}^{I,0}$  est appelé tenseur d'Eshelby, il ne dépend que des modules élastiques de la matrice et de la forme de l'inclusion.

Tous les modèles d'homogénéisation sont construits à partir de ce résultat. Le problème de l'inclusion hétérogène (schématisé dans la figure 1.24a) utilise ce résultat pour obtenir une relation entre la déformation macroscopique  $\underline{\underline{E}} \in \underline{\underline{\varepsilon}}_{I}$ . Ceci permet de construire une loi de comportement homogénéisée sur un composite comportant une faible fraction de renforts, et où chaque fibre peut être considérée isolée [17], de façon que :

$$\underline{\underline{\Sigma}} = \left[\mathbb{C}^0 + f_I \left(\mathbb{C}^I - \mathbb{C}^0 : \mathbb{A}^I\right)\right] : \underline{\underline{E}}$$
(1.13)

$$\mathbb{A}^{I} = \left(\mathbb{C}^{*} + \mathbb{C}^{I}\right)^{-1} : \left(\mathbb{C}^{*} + \mathbb{C}^{0}\right)$$
(1.14)

où  $\mathbb{C}^* = \mathbb{C}^0 : ((\mathbb{E}^{I,0})^{-1} - \mathbb{I})$  est le tenseur d'influence de Hill, qui décrit la réaction de la matrice infinie sur l'inclusion et  $f_I$  est la fraction volumique des fibres. Les contraintes et les déformations macroscopiques  $(\underline{\Sigma}, \underline{E})$  sont appliquées aux limites du VER. Pour des fractions volumiques des fibres plus importantes, il faut aussi prendre en compte les interactions entre les particules. Ponte Castañeda et Willis [96] ont montré que si les centres des particules sont distribués de façon isotrope, alors il est possible d'écrire la relation entre contrainte et déformation macroscopiques sous la forme :

$$\underline{\underline{\Sigma}} = \left[ \mathbb{C}^{0} + \left[ \left( f_{I} \left( \mathbb{C}^{I} - \mathbb{C}^{0} \right) : \left( \mathbb{C}^{*} + \mathbb{C}^{I} \right)^{-1} : \mathbb{C}^{0} : \left( \mathbb{E}^{I,0} \right)^{-1} \right]^{-1} - \mathbb{E}^{d,0} : \left( \mathbb{C}^{0} \right)^{-1} \right]^{-1} \right] : \underline{\underline{E}}$$
(1.15)

où  $\mathbb{E}^{d,0}$  est le tenseur d'Eshelby associé à une particule sphérique. Si nous faisons l'hypothèse que les renforts sont sphériques, on aboutit au modèle de Mori-Tanaka [86]. Dans le cas des thermoplastiques renforcés de fibres de verre courtes, plusieurs auteurs [34] [101] [94] [106] proposent de modèles d'homogénéisation basés sur le modèle de Mori-Tanaka (valable pour des particules sphériques) en utilisant un tenseur d'Eshelby calculé pour des particules non sphériques. Par exemple, Tandon et Weng [106] ont travaillé sur un composite constitué d'une matrice élastique isotrope renforcée de fibres courtes unidirectionnellement alignées, modélisées par des sphéroïdes et distribuées de façon isotrope. Le composite résultant est globalement isotrope transverse, et les auteurs ont proposé une expression analytique de cinq modules d'élasticité

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup>Déformation d'un milieu sans générer de contraintes, si le milieu est libre de changer de morphologie.

<sup>&</sup>lt;sup>3</sup>Déformation que présenterait l'inclusion à l'état libre, c'est-à-dire en l'absence de la réaction induite par la matrice extérieure.

homogénéisés.

Les méthodes évoquées précédemment sont applicables uniquement lorsque toutes les fibres sont identiques et ont la même orientation. Pour prendre en compte l'effet de l'orientation différente des fibres causé par l'injection, il faut utiliser la méthode proposée par Advani et Tucker III [1], puis formalisée par Camacho *et al.* [22]. La méthode consiste en une procédure d'homogénéisation en deux étapes (cf. Fig.1.24b). La première étape consiste à calculer les modules d'élasticité d'un composite unidirectionnel  $\mathbb{C}^{UD}$  (en utilisant par exemple la méthode de Tandon et Weng [106]). La deuxième étape consiste à obtenir les propriétés macroscopiques en pondérant par la distribution d'orientation des fibres, c'est-à-dire :

$$\hat{\mathbb{C}} = \int_{\Omega} \mathbb{C}^{UD}(\theta, \varphi) \psi(\theta, \varphi) \, d\omega.$$
(1.16)

Cette expression ne peut pas être utilisée dans un cadre industriel, car la distribution d'orientation des fibres n'est pas systématiquement calculée dans les codes de simulation d'injection (cf. Section 1.3.2). Il faut alors reformuler l'équation 1.16 en faisant apparaître les tenseurs d'orientation d'ordre 2 et 4. Advani et Tucker III [1] ont démontré l'expression suivante de  $\hat{\mathbb{C}}$ :

$$\hat{\mathbb{C}} = K_1 \mathbb{A}^{\psi} + K_2 \left(\underline{\underline{a}}^{\psi} \otimes \underline{\underline{1}} + \underline{\underline{1}} \otimes \underline{\underline{a}}^{\psi}\right) + K_3 \mathbb{D} \left(\underline{\underline{a}}^{\psi}, \underline{\underline{1}}\right) + 3K_4 \mathbb{J} + 2K_5 \mathbb{I},$$
(1.17)

$$K_1 = \mathbb{C}_{1111}^{UD} - 2\mathbb{C}_{1122}^{UD} + \mathbb{C}_{2233}^{UD} - 4\mathbb{C}_{1212}^{UD} + 2\mathbb{C}_{2323}^{UD},$$
(1.18)

$$K_2 = \mathbb{C}_{1122}^{UD} - 2\mathbb{C}_{2233}^{UD}, \tag{1.19}$$

$$K_3 = \mathbb{C}_{1212}^{UD} - 2\mathbb{C}_{2323}^{UD}, \tag{1.20}$$

$$K_4 = \mathbb{C}_{2233}^{UD}, \tag{1.21}$$

$$K_5 = \mathbb{C}_{2323}^{UD}. \tag{1.22}$$

Où I est le tenseur d'identité d'ordre 4, J est le projecteur sur la partie sphérique et D est un opérateur sur les tenseurs d'ordre 2 défini par :  $\mathbb{D}_{ijkl}\left(\underline{s}, \underline{t}\right) = s_{ik}t_{jl} + s_{il}t_{jk} + s_{jl}t_{ik} + s_{jk}t_{il}$ . L'homogénéisation dans le cadre des comportements inélastiques (viscoélasticité, plasticité, etc.) fait l'objet de travaux de recherche d'actualité [75] [94], lesquels ne seront pas présentés dans cette thèse.



(a) Problème de l'inclusion hétérogène dans une matrice infinie soumise à un chargement.

(b) Schéma d'homogénéisation en deux étapes d'après Doghri et Tinel [31].

FIGURE 1.24 – Problème de l'inclusion hétérogène et schéma d'homogénéisation en deux étapes.

#### Approche phénoménologique

Dans cette partie, deux exemples récents sur la modélisation phénoménologique des thermoplastiques renforcés de fibres de verre courtes seront présentés, lesquelles sont basées sur la compréhension des mécanismes physiques microscopiques de déformation et/ou d'endommagement considérés. Le premier exemple de modélisation est celui d'Andriyana *et al.* [5] formulée en grandes transformations sur du PA66GF30. Le modèle suppose que le matériau est composé d'une phase matricielle (viscoélastique) et d'une phase fibre à laquelle est liée un volume de matrice, appelé interface. Cette seconde phase est supposée avoir un comportement élastoplastique anisotrope (cf. Fig.1.25). Le comportement est obtenu en sommant les contributions de chaque phase. La loi d'évolution élasto-plastique est formulée en fonction de  $\underline{a}^{\psi}$ . Cette approche permet une bonne prédiction du comportement charge/décharge et aussi de la relaxation du matériau (cf. Fig.1.26).





(a) La phase 1 (matrice), phase 2 (fibres et interphase).

(b) La phase 1 est supposée viscoélastique, tandis que la phase 2 est élastoplastique anisotrope.

FIGURE 1.25 – Schéma rhéologique proposé par Andriyana et al. [5].



(b) Essal charge/decharge avec pallers de relaxa-

FIGURE 1.26 – Comparaison calcul-essai à partir du modèle d'Andriyana *et al.* [5], pour une éprouvette prélevée dans une plaque à un angle de 0°.

La seconde exemple de modélisation est celle de Launay *et al.* [64], qui, à partir d'une base expérimentale riche (essais de traction répété, de fluage et recouvrance cyclique, courbe anhys-térétique et traction-relaxation-recouvrance) sur du PA66GF35, propose un modèle ayant quatre composantes principales (cf. Fig.1.27) :

- une composante d'élasticité avec prise en compte de l'adoucissement;
- une viscoélasticité « court terme » pour prendre en compte la sensibilité à la vitesse de chargement;
- une viscoélasticité « long terme » pour prendre en compte les effets de fluage et relaxation à faible niveau de contrainte ;
- une viscosité et un écrouissage non-linéaires pour prendre en compte des phénomènes non recouvrables du matériau.

La validation du modèle est réalisée sur des essais de traction-relaxation-recouvrance (non utilisés pour l'identification des paramètres du modèle), pour différents niveaux de contrainte maximale (cf. Fig.1.28). Nous pouvons remarquer que pour des faibles contraintes la réponse mécanique est très bien décrite. Pour des contraintes élevées, la raideur à la décharge et la déformation résiduelle sont légèrement surestimées. Vu la complexité de la réponse mécanique étudiée, les prédictions du modèle sont satisfaisantes. Il faut remarquer que la notion d'anisotropie sur les composantes viscoplastiques du modèle est donnée par un coefficient matériel supplémentaire qui traduit la sensibilité de la contrainte équivalente (utilisée pour la loi d'écoulement) à la microstructure.



FIGURE 1.27 – Schéma rhéologique unidimensionnel proposé par Launay et al. [64].



FIGURE 1.28 – Comparaison calcul-essai à partir du modèle proposé par Launay *et al.* [64], pour des éprouvettes injectées, orientation moyenne proche de 0°.

# 1.5 Tenue en fatigue

Cette section est consacrée à l'étude de la fatigue des thermoplastiques renforcés, phénomène présentant une importance majeure dans la conception de pièces pour l'industrie automobile. Celles-ci subissent des sollicitations mécaniques variables lors de leur vie en service, qui répétées un certain nombre de fois, peuvent les endommager. Les caractéristiques générales du phénomène et le scénario d'endommagement à l'échelle des fibres seront tout d'abord présentés. Puis, les influences de l'orientation des fibres, des conditions thermo-hygrométriques et du chargement mécanique seront mises en évidence. Finalement, les principales approches et critères de dimensionnement seront décrits.

# 1.5.1 Caractéristiques générales

#### Amorçage/propagation/dispersion

Pendant un essai de fatigue sur une éprouvette ou une structure mené jusqu'à la rupture finale, l'évolution de la raideur macroscopique peut être divisée en trois étapes (cf. Fig.1.29) : une première étape transitoire pendant laquelle s'établissent l'équilibre thermique du matériau (dissipation liée au chargement cyclique) et des éventuelles accommodations mécaniques. Une seconde étape où la variation de la raideur est très faible, les fissures à l'échelle microscopique sont assez petites pour ne pas influencer la réponse macroscopique. Une dernière étape correspondant à la propagation d'une ou plusieurs fissures macroscopiques jusqu'à la rupture finale. Nous pouvons alors définir le nombre de cycles à amorçage  $N_a$  comme le point de passage entre la seconde et la troisième étape<sup>4</sup>. Le dimensionnement en fatigue des thermoplastiques renforcés est de préférence réalisé par rapport à  $N_a$ .



FIGURE 1.29 – Evolution classique de la raideur d'une éprouvette ou d'une structure lors d'un essai de fatigue.

La corrélation entre la durée de vie en fatigue et le chargement cyclique imposé<sup>5</sup> prend la forme de courbes d'endurance appelées « courbes de Wöhler » (cf. Fig.1.30a). Ce graphique peut être décomposée en trois domaines : le premier appelé « oligocyclique » où la rupture survient après un petit nombre de cycles (moins de  $10^4$  par exemple) et est précédée d'une déformation plastique considérable. Le deuxième est appelé « endurance limitée » pour une plage de durées

<sup>&</sup>lt;sup>4</sup>Classiquement définie comme une diminution d'entre 5 et 10% de la raideur stationnaire.

<sup>&</sup>lt;sup>5</sup>Pour un rapport de charge et une amplitude de contrainte constants.

de vie entre 10<sup>4</sup> et 10<sup>7</sup> cycles. Le troisième est appelé « endurance illimitée » où la durée de vie peut être considérée comme infinie au sens de l'ingénieur, c'est-à-dire que la rupture ne surviendra pas avant un très grand nombre de cycles (entre 10<sup>6</sup> et 10<sup>7</sup>), considéré comme en dehors de la gamme d'application. Les essais de fatigue sont dispersés, le même niveau de contrainte imposée donne des durées de vie différentes (cf. Fig.1.30b). Cette dispersion est surtout due à des hétérogénéités liées au matériau, à la dispersion dans l'obtention des éprouvettes ou des structures (dispersion dimensionnelle par exemple) et aux conditions des essais (mise en position des éprouvettes par exemple). C'est pourquoi il faut faire plusieurs essais par niveau de contrainte, de façon à identifier les courbes de Wöhler en fonction de la probabilité de survie. Sur la figure 1.30b sont montrées les courbes à 90%,50% et 10% de probabilité de survie respectivement.



FIGURE 1.30 – Représentation schématique d'une courbe de « Wöhler » et illustration de la dispersion des essais de fatigue [71].

#### Mécanismes d'endommagement en fatigue des thermoplastiques renforcés de fibres courtes

Plusieurs auteurs se basent sur l'analyse au MEB des faciès de rupture ainsi que sur le suivi du trajet de fissuration pour comprendre les mécanismes d'endommagement en fatigue [56] [63] [77]. Le caractère ductile ou fragile de la rupture peut s'observer sur les faciès de rupture, la rupture ductile étant caractérisée par de fortes déformations au sein de la matrice, qui commencent généralement au bout des fibres, la rupture a lieu lorsque la matrice atteint sa déformation maximale. D'après les travaux d'Horst et Spoormaker [56], cette élongation importante entraine une contraction dans le sens traverse par effet Poisson qui facilite la décohésion fibre-matrice. Au contraire, la rupture fragile ne présente pas de zone de grandes déformations matricielles, l'endommagement se produit plutôt par propagation d'une microfissure de façon rapide et instable. La figure 1.31 montre des clichés de ruptures ductile et fragile sur du PA66GF30 RH50. Lang *et al.* [63] mettent par ailleurs en évidence l'effet néfaste de la fatigue sur la cohésion fibre/matrice, ce qui se traduit par le nombre plus important de fibres mises à nu par rapport à une rupture sous chargement monotone.

Le scénario d'amorçage et de propagation à l'échelle des fibres a été décrit dans les travaux de



l'interface fibre/matrice.



(b) Rupture ductile.



(c) Rupture fragile.

FIGURE 1.31 – Différence de chargement local à l'interface fibre/matrice en fonction du caractère fragile ou ductile de la matrice et clichés des faciès de rupture, d'après [56].

Noda *et al.* [90] pour un chargement cyclique uniaxial. Les auteurs observent que les mécanismes d'endommagement dépendent des conditions thermo-hygrométriques. Ils proposent donc un scénario d'endommagement en fonction de la température de transition vireuse  $T_g$ , qui prend en compte la température et la teneur en humidité (cf. §1.4.4).

Si  $T < T_g$ , le scénario est le suivant (cf. Fig.1.32a) :

- des microfissures apparaissent en bout de fibres, qui sont les sites privilégiées pour l'amorçage de fissures (cf. §1.4.1);
- les microfissures se propagent alors perpendiculairement à la direction de chargement;
- celles-ci coalescent et rejoignent les extrémités de fibres voisines en devenant progressivement des macrofissures;
- lorsque les fissures atteignent une taille critique une propagation instable a lieu, et le mode de rupture est essentiellement fragile.

Si  $T > T_g$ , le scénario est le suivant (cf. Fig.1.32b) :

- des microfissures apparaissent en bout de fibres, comme pour le premier cas;
- les microfissures se propagent cette fois le long de l'interface fibre/matrice et conduisent à des décohésions plus ou moins importantes ;
- celles-ci coalescent et des microfissures apparaissent entre les fibres dont l'interface est endommagée;
- finalement les fissures atteignent une taille critique et une propagation instable a lieu : le mode de rupture est fortement ductile.

Les travaux d'Horst et Spoormaker [56] illustrent les différences dans le scénario d'endommagement sur du PA6 renforcé pour deux cas de teneur en humidité (DAM et RH50) et à température ambiante (cf. Fig.1.33). Nous pouvons remarquer que pour le cas DAM il y a peu de zones de matrice déformée et peu de fibres qui ressortent de la matrice. Par contre, pour le cas RH50, il y a de fortes déformations induites par la décohésion de l'interface fibre/matrice, donc une matrice



FIGURE 1.32 – Description des mécanismes d'endommagement d'un PA renforcé [90].

très étirée dans la direction de chargement avec des fibres qui ressortent sur une grande longueur. Des auteurs comme Lang *et al.* [63] et Klimkeit [59] se sont intéressés au cas d'éprouvettes où les fibres sont orientées perpendiculairement au sens de chargement. Ceux-ci observent les mêmes mécanismes, la seule différence est que les zones ductiles sont moins étirées. Ceci est dû au fait que la décohésion fibre/matrice intervient de façon plus précoce.



FIGURE 1.33 – Faciès de rupture en fonction de la tenue en humidité à temperature ambiante, d'après [56].

#### 1.5.2 Influence de l'orientation des fibres

Plusieurs auteurs ont démontré la dépendance des propriétés en fatigue à l'orientation des fibres. Tout d'abord, Horst et Spoormaker [56] obtiennent les courbes de Wöhler d'éprouvettes prélevées dans plusieurs positions sur une plaque injectée, comme montré sur la figure 1.34. Ils observent que la tenue en fatigue s'améliore lorsque les fibres sont mieux alignées dans le sens de chargement. Bernasconi *et al.* [13] ont étudié l'effet de l'orientation sur la tenue en fatigue d'un PA6GF30, en utilisant des éprouvettes découpées dans des plaques à des angles de 0°,

30°, 60° et 90° par rapport à la direction principale d'écoulement. Ils observent que plus l'angle entre la direction de sollicitation et les fibres augmente, plus la tenue en fatigue est diminuée (cf. Fig.1.35). Partant du constat que la contrainte ultime en traction monotone suit la même tendance, les auteurs proposent une courbe de Wöhler « normalisée » (cf. Fig.1.35b) par rapport à celle-ci.





(a) Orientation à cœur des plaques en PA renforcé injectée en nappe.

(b) Courbe de Wöhler pour différentes positions d'éprouvettes : croix AL, rond BL, carré CL, losange noir éprouvette non renforcée.

FIGURE 1.34 – Tenue en fatigue d'éprouvettes prélevées dans des plaques en fonction de la position du prélèvement [56].



FIGURE 1.35 – Courbes de Wöhler pour différentes orientations de fibres pour un PA6GF30 [13].

Plus récemment, Arif *et al.* [6] ont travaillé avec des éprouvettes prélevées dans des plaques tel que montré dans la figure 1.36a. Ils s'intéressent tout d'abord à la tenue en fatigue de chaque type d'éprouvette (cf. Fig.1.36b). Ils vérifient que pour les éprouvettes ayant une orientation des fibres en peaux bien alignée avec le sens de chargement (éprouvettes longitudinales) la tenue en fatigue est beaucoup plus importante. Ensuite, les auteurs ont étudié les mécanismes d'endommagement (microtomographie) pour chaque type d'éprouvette comme montré sur la figure 1.37. Ils observent que la décohésion fibre/matrice est le mécanisme dominant, laquelle initie en bout de fibres (cf. Fig.1.37a et 1.37c). Ils montrent de plus, que dans le cas des éprouvettes transversales où le cœur est mieux aligné avec la direction de sollicitation que les peaux, des microfissures apparaissent à cœur avec une direction de propagation préférentielle perpendiculaire au sens de chargement (cf. Fig.1.37b).



(a) Éprouvettes longitudinal(en haut) et transversal(en bas).



(b) Courbes de Wöhler des éprouvettes longitudinales et transversales.

FIGURE 1.36 – Courbes de Wöhler obtenues en traction sur des éprouvettes usinées dans une plaque injectée (PA66GF30 DAM) [6].



(a) Peau d'une éprouvette longitudinale, (a) décohésion fibre/matrice, (b) cavités en bout des fibres, et (c) rupture des fibres.



(b) Cœur d'une éprouvette transversale, microfissures.



(c) Microtomographie au niveau de la peau d'une éprouvette longitudinale, zones bleus-fibres, zones verts-endommagement (forte décohésion fibre/matrice).

FIGURE 1.37 – Mecanismes d'endommagement observés sur les éprouvettes longitudinales et transversales (aprés rupture, contrainte maximale du 60% de la contrainte à la rupture en traction, rapport de charge R = 0.1) [6].

#### Influence de l'obtention des éprouvettes pour des orientation similaires

Jegou [55] utilise deux types d'éprouvettes ayant une orientation majoritaire des fibres dans la direction de chargement. Le premier type (H2) sont des éprouvettes prélevées dans des plaques et le deuxième type (ISO527) sont des éprouvettes injectées. La section de chaque type d'éprouvette est différente (facteur 4 entre les deux éprouvettes) et la teneur en humidité est la même pour chaque éprouvette (cf. Fig.1.38a). Il montre que la tenue en fatigue des éprouvettes H2 est très proche de celle des éprouvettes ISO527 (cf. Fig.1.38b). L'auteur montre aussi que les mécanismes d'endommagement en fatigue observées au MEB sur les faciès de rupture sont similaires pour les deux éprouvettes. Ces deux constats valident le fait qu'une caractérisation du comportement en fatigue réalisée sur des éprouvettes prélevées peut être utilisée pour le cas des éprouvettes injectées. Donc, l'identification du comportement en fatigue des structures

injectées peut être réalisée à partir des éprouvettes prélevées.





(a) Modélisation de la structure d'orientation des fibres pour les éprouvettes ISO527 et H2.

(b) Comparaison des essais de fatigue réalisés sur un PA66GF50 pour des éprouvettes ISO527 RH40% et des éprouvettes H2 RH40%, à R=0, f=1Hz et Tamb=23°C.

FIGURE 1.38 – Influence de la géométrie des éprouvettes sur la tenue en fatigue, d'après Jegou [55].

## 1.5.3 Influence de l'environnement thermo-hygrométrique

Comme nous l'avons déjà illustré, la température et la teneur en humidité (ou bien l'écart à la  $T_g$ ) interagissent sur les mécanismes engagés en fatigue (cf. §1.4.4). Les travaux d'Handa *et al.* [52] montrent l'influence de la température sur la tenue en fatigue d'un PA66GF30 (cf. Fig.1.39a) : d'un côté, la tenue en fatigue diminue avec l'augmentation de température et de l'autre, la pente de la courbe de Wöhler est constante lorsque  $T < T_g$  et commence à chuter dès le passage de la  $T_g$ , tel que montré sur la figure 1.39b. Il faut remarquer que le vieillissement thermique a une influence mineure sur la tenue en fatigue [57].





(a) Influence de la température sur la tenue en fatigue d'un PA66-GF33, d'après Noda *et al.* [90]. Les éprouvettes de traction sont sollicitées en traction répétée à 20 Hz, et Tg=323 K.

(b) Relation en température ambiante et pente de la courbe de Wöhler [52].

FIGURE 1.39 – Influence de la température ambiante sur la courbe de Wöhler des polyamides renforcés.

Barbouchi *et al.* [8] montrent l'influence de la teneur en humidité d'un PA66GF30 sur les propriétés en fatigue à température ambiante. Ils observent une évolution des courbes de Wöhler en fonction de la teneur en humidité (cf. Fig.1.40a). Ils montrent de plus que les éprouvettes ayant une teneur en humidité moins importante présentent deux régimes de fatigue (pente de la courbe de Wöhler). Les auteurs associent ce comportement à l'auto-échauffement dû au chargement cyclique, qui, pour un fréquence de 10Hz et à des faibles durées de vie, devient assez important pour influencer le comportement à la fatigue. Jegou [55] illustre également la dépendance à la teneur en humidité sur un PA66GF50 (cf. Fig.1.40b).

Ces résultats entraînent un certain nombre de questions par rapport aux variables qui gèrent la durée de vie en fatigue : comment l'augmentation de température due à l'auto-échauffement influence la tenue en fatigue suivant la teneur en humidité (ou bien la  $T_g$ )? Pour des durées de vie importantes et suivant la fréquence de chargement considérée, est-ce que c'est le fluage ou la température qui contrôle la durée de vie en fatigue? Quelques éléments de réponse à ces questions seront proposés dans ces travaux de thèse.



(a) Courbes de Wöhler réalisées pour un PA66GF30, à R=-1, 10Hz, 23°C pour des échantillons contenant 0.2% d'eau en masse (points bleus) et 3.5% d'eau en masse (points rouges)[8].



(b) Comparaison des courbes de fatigue pour différents taux de reprise en humidité d'un PA66GF50, à f=1Hz et R=0, à température ambiante [55].

FIGURE 1.40 – Influence de la teneur en humidité sur la courbe de Wöhler des polyamides renforcés.

# 1.5.4 Influence du chargement mécanique

Dans cette partie la tenue en fatigue des polyamides renforcés suivant les caractéristiques du chargement mécanique sera illustrée. Ces caractéristiques jouent un rôle important dans la conception de pièces pour l'industrie automobile, car celles-ci subissent des chargements complexes en terme de fréquence, rapport de charge, multi-axialité, etc.

#### Influence de la fréquence de chargement

Comme nous l'avons déjà mentionné, les polyamides renforcés peuvent présenter une augmentation importante de température lors de chargements cycliques, qui dépend de la fréquence de chargement. Si la fréquence de sollicitation est assez élevée, la durée de vie en fatigue sera affectée en raison de l'augmentation de température, comme montré dans la figure 1.41a. Benaarbia *et al.* [10] ont mesuré l'augmentation de température d'un PA66 non renforcé RH50. Ils montrent que passer d'une fréquence de 1Hz à 10Hz augmente l'auto-échauffement de façon considérable (cf. Fig.1.41b). Mourglia [88] montre dans ses travaux que pour des températures éloignées de la  $T_g$ , la frequence n'a pas d'influence sur le module élastique, et propose donc une courbe de Wöhler normalisée pour différentes fréquences et différentes températures (cf. Fig.1.42). Il faut remarquer que pour des fréquences faibles (jusqu'à 4 Hz) la tenue en fatigue serait contrôlée par le fluage (pour une  $T_g$  autour de 23°C) [14].



(a) Influence de la fréquence sur l'endurance d'un PA66GF33 DAM [52].



(b) Suivi de la température surfacique pendant des essais de fatigue sur PA66, illustration de l'effet de la fréquence de chargement sur l'augmentation de température [10].

FIGURE 1.41 – Influence de la fréquence de chargement sur la courbe de Wöhler des polyamides renforcés.

#### Effets de la contrainte moyenne

Les effets de la contrainte moyenne sont décrits par l'évolution du rapport de charge *R* :

$$R = \frac{\sigma_{min}}{\sigma_{max}} \Rightarrow \sigma_m = \frac{1+R}{1-R}\sigma_a$$

où  $\sigma_m$  est la contrainte moyenne,  $\sigma_a$  est l'amplitude de contrainte,  $\sigma_{min}$  est la contrainte minimale et  $\sigma_{max}$  est la contrainte maximale. De nombreux auteurs font varier *R* pour décrire les effets de la contrainte moyenne sur la tenue en fatigue [76] [50] [40] [60]. Sur la figure 1.43a sont montrées les courbes de Wöhler en fonction de l'amplitude de contrainte et du rapport de charge pour un PA66GF33. Nous observons que pour une amplitude de contrainte constante, la durée de vie diminue si la contrainte moyenne augmente. Dans le but de mieux observer cette dépendance, le diagramme de Haigh est aussi présenté (cf. Fig.1.43b).

#### Effets de la multi-axialité

Pour étudier les effets de la multi-axialité, les auteurs utilisent des éprouvettes tubulaires « diabolos », soumises à des sollicitations traction/torsion. De Monte *et al.* [30] obtiennent les





(a) Evolution du module élastique en fonction de la fréquence à différentes températures.



FIGURE 1.42 – Influence de la fréquence de chargement sur la durée de vie en fatigue d'un PA66GF30 à différentes températures [88].



(a) Courbes de Wöhler pour différentes rapports de charge.



(b) Diagramme de Haigh  $\sigma_a - \sigma_m$  avec tracé des paraboles de Gerber.

FIGURE 1.43 – Influence du rapport de charge R sur la tenue en fatigue d'un PA66-GF33 (à 23 °C), d'après Mallick et Zhou [76].

courbes de Wöhler en fonction du taux de bi-axialité<sup>6</sup>  $\lambda_2$  ainsi que du déphasage  $\delta$  entre les deux signaux, pour deux rapports de charges à température ambiante (cf. Fig.1.44). Klimkeit [59] obtient des courbes de Wöhler en fonction du chargement bi-axial sur du PBT+PET GF30 (cf. Fig. 1.45). Les deux auteurs arrivent à la conclusion que la sollicitation la plus néfaste vis-à-vis la durée de vie en fatigue est le cisaillement pur. Cependant, pour améliorer les observations, il faudrait identifier la durée de vie en cisaillement pur suivant l'orientation, ce qui à présent n'a pas été étudié.

<sup>&</sup>lt;sup>6</sup>Définie comme le ratio entre la contrainte de cisaillement maximale et la contrainte de traction maximale.



axialité/déphasage R = 0.

(b) Influence de l'interaction biaxialité/déphasage R = -1.

FIGURE 1.44 – Courbes de Wöhler obtenues en traction-torsion sur éprouvettes « diabolos tubulaires » injectées en PA66GF35, à température ambiante [30].



FIGURE 1.45 – Courbes de Wöhler en traction, traction/torsion et torsion à R = -1 et R = 0, pour des éprouvettes tubulaires faites en PBT+PET GF30 (comportement mécanique similaire de celui du PA66 GF35), d'après Klimkeit [59].

#### Effets de cumul

Pour illustrer les effets de cumul, nous nous basons sur les travaux de Katoh *et al.* [58], où est étudié la durée de vie en fatigue d'un PA66GF33 soumis à deux blocs de chargement sinusoïdal d'amplitudes différentes pour la même température et une fréquence de 20Hz (cf. Fig. 1.46). Dans cet exemple, les auteurs considèrent un premier bloc de chargement constant pour toutes les éprouvettes (48% de la durée de vie estimée) et un deuxième bloc avec trois valeurs possibles d'amplitude de contrainte (il n'y a pas de pause entre le premier et le deuxième bloc). Les auteurs montrent que la loi de Miner classique (m = 1) ne décrit pas bien les résultats. Ils proposent d'autres exposants m pour mieux décrire les résultats. Il faut remarquer que ces résultats doivent être aussi vérifiés pour des fréquences de chargement moins importantes, sujet qui fera partie de ces travaux de thèse.



FIGURE 1.46 – Cumul de dommage pour des essais de fatigue en deux blocs avec différentes amplitudes de contrainte (PA66 GF33), d'après Katoh *et al.* [58].

## 1.5.5 Approches et critères de dimensionnement

Dans cette partie de l'étude bibliographique, nous présenterons quelques critères de dimensionnement en fatigue proposés dans la littérature pour les thermoplastiques renforcés de fibres de verre courtes.

#### Critères de fatigue exprimés en contrainte

#### • Normalisation par la contrainte à rupture en traction monotone

Comme nous l'avons montré sur la figure 1.35b, quelques auteurs utilisent la corrélation entre la contrainte à la rupture et la limite d'endurance pour normaliser les courbes de Wöhler pour plusieurs orientations des fibres. Cette première approche n'est utilisable que dans le cadre d'éprouvettes sollicitées de façon uni-axiale.

#### • Normalisation par le module élastique

Mourglia [88] propose de normaliser la courbe de Wöhler en fonction du module élastique (cf. Fig. 1.42b) pour différentes températures et différentes fréquences. Cette approche permet une bonne prédiction de la tenue en fatigue en prenant en compte les conditions environnementales. Par contre, le critère n'a pas été testé pour d'autres cas de microstructure et n'est applicable que pour des sollicitations uni-axiales. Il faut remarquer que ce critère dépend du mode de pilotage (en effort ou en déplacement).

#### • Critère de Tsai-Hill modifié

Le critère de Tsai-Hill a été initialement proposé dans le cadre de la rupture statique de composites stratifiés. Des auteurs comme Bernasconi *et al.* [13] utilisent le critère de Tsai-Hill adapté au cadre de la fatigue (critère de Tsai-Hill modifié). Le critère dit que l'amorçage  $N_a$  a lieu lorsque une fonction F atteint la valeur de 1. Cette fonction est définie comme

suit :

$$F = \sqrt{\left(\frac{\sigma_{1max}}{\sigma_{1fat}(N)}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_{2max}}{\sigma_{2fat}(N)}\right)^2 - \frac{\sigma_{1max}\sigma_{2max}}{\sigma_{1fat}^2(N)} + \left(\frac{\tau_{12max}}{\tau_{12fat}(N)}\right)^2$$
(1.23)

avec  $\sigma_{1max}$ ,  $\sigma_{2max}$  et  $\tau_{12max}$  les contraintes maximales normales et de cisaillement cycliques dans le plan selon les directions  $\underline{e}_1, \underline{e}_2$  et  $\sigma_{1fat}(N)$ ,  $\sigma_{2fat}(N)$  et  $\tau_{12fat}(N)$  les contraintes cycliques menant à la rupture après N cycles dans chaque direction considérée ( $\tau_{12}$  pour le cas de cisaillement). Ces valeurs doivent être déterminées en fonction de l'orientation des fibres (méthode non détaillée). Bernasconi *et al.* [13] appliquent ce critère sur les éprouvettes présentées sur la figure 1.35a (l'identification du critère est réalisée avec les éprouvettes à 0° et 90°). Les résultats sont montrés sur la figure 1.47, qui démontrent une bonne corrélation essais/prédictions dans le cas considéré.

#### • Critère en plan critique

Ce critère proposé par Zago et Springer [111], repris et enrichi par Gaier et al. [46], utilise une démarche applicable sur structures complexes capable de prendre en compte l'anisotropie du matériau via le tenseur d'orientation d'ordre 2. Le critère s'appuie sur un calcul par éléments finis de la réponse mécanique en considérant une loi de comportement élastique anisotrope. Les contraintes sont alors exprimées dans le repère matériel local, défini comme la base orthonormale des trois vecteurs propres du tenseur d'orientation d'ordre 2. Le principe est de déterminer la limite d'endurance dans la direction de chargement  $w_{\nu}$ par interpolation linéaire à partir des limites d'endurance dans les différentes directions du repère matériel  $w_i$  lesquelles sont identifiées sur des éprouvettes découpées dans des plaques à 0° et 90° par rapport à la direction principale d'écoulement (cf. Fig. 1.48). Il faut donc déterminer la direction *n* (direction normale du plan critique) pour laquelle le rapport entre la contrainte normale  $\sigma_{nn}$  et la résistance en fatigue est le plus important. Ce critère tient compte de l'influence de chargements de directions variables au moyen d'une loi de cumul d'endommagement non linéaire [112]. Ce critère est basé sur deux hypothèses : la validité de l'interpolation linéaire des propriétés en fatigue à partir de deux valeurs et le fait que seule la contrainte au plan critique pilote la durée de vie en fatigue. Les étapes de validation de ces hypothèses ne sont pas réalisées.



FIGURE 1.47 – Critère de Tsai-Hill modifiée.



FIGURE 1.48 – Détermination de la limite à la fatigue dans la direction de chargement en fonction de l'orientation des fibres dans un repère matériel local d'après Gaier *et al.* [46].

#### Critères énergétiques

Les critères montrés précédemment sont difficiles à appliquer dans les cas anisothermes et surtout en fatigue multiaxiale. C'est pourquoi les critères énergétiques présentent un intérêt particulier par leur capacité à relier la durée de vie en fatigue à une quantité physique intrinsèque au matériau qui soit un scalaire. Pour ces matériaux anisotropes, ce point peut également être considéré comme une difficulté, car il n'y a pas de prise en compte d'une direction. La grandeur considérée peut être l'énergie dissipée ou l'énergie de déformation.

#### • Critère en densité d'énergie élastique

Ce critère proposé par Klimkeit [59] dans le cadre de la fatigue multiaxiale des thermoplastiques renforcés de fibres de verre courtes, relie la durée de vie en fatigue à la densité d'énergie de déformation. Le critère postule que pour des durées de vie à grand nombre de cycles, la densité d'énergie de déformation peut être approximée comme la densité d'énergie élastique  $\Delta W_e$ . La relation entre celle-ci et la durée de vie en fatigue  $N_r$  s'écrit :

$$f\Delta W_e N_r^b = C \text{ avec } f^2 - \frac{1+R}{1-R}f - 1 = 0$$
 (1.24)

où *C* et *b* sont les paramètres du critère, *f* est un coefficient qui prend en compte l'effet de la contrainte moyenne via le rapport de charge *R*. Le critère s'appuie sur une simulation par éléments finis avec une loi de comportement élastique linéaire orthotrope (le chargement considéré est le maximum subit pendant un cycle de chargement) où l'énergie élastique est relevée à l'endroit le plus sévèrement sollicité. Le critère prédit bien la durée de vie d'un PBT+PET GF30 pour des sollicitations et des géométries (orientation des fibres) variées, pour un rapport de charge R = -1 (cf. Fig. 1.49a). Les erreurs deviennent importantes pour un rapport de charge R = 0.1 (cf. Fig. 1.49b). Ce critère s'avère pertinent pour un large champ d'applications. Mais le fait que celui-ci ne prenne pas en compte les composantes non linéaires du comportement et que son application ne soit possible que pour des chargements proportionnels limitent son utilisation.

#### Critères en densité d'énergie dissipée

Launay *et al.* [65], qui étudient un PA66GF35, testent trois critères reliant la densité d'énergie dissipée avec la durée de vie en fatigue pour un ensemble de chargements multiaxiaux sur éprouvettes tubulaires diabolos et pour des chargements uni-axiaux sur éprouvettes découpées dans des plaques. Deux teneurs en humidité (DAM et RH50) sont considérées



FIGURE 1.49 – Critère de fatigue énergétique (basé sur la densité d'énergie élastique) dans des cas de sollicitations différentes, des géométries différentes, pour un PBT+PET GF30 [59].

pour chaque type d'éprouvette. Le première critère considéré est celui de Morrow [87] qui suggère une corrélation entre la durée de vie en fatigue à l'amorçage  $N_a$  et la densité d'énergie dissipée par cycle en régime stationnaire  $\Delta W_{diss}$  comme suit :

$$\Delta W_{diss} N_a^b = C \text{ avec } \Delta W_{diss} = \int_{cycle} \underline{\underline{\sigma}}(t) : \underline{\dot{\varepsilon}}_{=in}(t) \, dt \tag{1.25}$$

où *C* et *b* sont les paramètres du critère,  $\underline{\sigma}$  le tenseur de contraintes,  $\underline{\dot{\varepsilon}}_{in}$  le taux de déformation inélastique. Il faut remarquer que le calcul de  $\Delta W_{diss}$  dépend des ingrédients du modèle de comportement, les auteurs utilisent le modèle présenté sur la figure 1.27 pour effectuer son calcul à l'aide d'une simulation par éléments finis sur un cycle à l'état stationnaire [65]. La densité d'énergie dissipée est alors divisée en trois contributions : viscoplasticité, viscoélasticité et adoucissement. Le deuxième critère considéré est celui de Amiable *et al.* [4] qui proposent une extension du critère de Morrow de façon à mieux décrire les effets du rapport de charge. Pour modéliser le fait que les micro-fissures ouvertes sous l'effet d'une pression hydrostatique positive sont des sites d'amorçage potentiels plus critiques que les fissures fermées, les auteurs ont ajouté une dépendance à la pression hydrostatique maximale par cycle selon :

$$(\Delta W_{diss} + \alpha P_{max}) N_a^b = C \tag{1.26}$$

où  $P_{max}$  est la pression hydrostatique positive maximale du cycle stabilisé et  $\alpha$  le paramètre supplémentaire du critère. Le dernier critère utilisé a été proposé par les auteurs. Ils observent que l'énergie dissipée par adoucissement est négligeable devant les deux autres contributions sur un cycle stabilisé. Ils proposent donc une alternative basée sur une combinaison linéaire des densités énergies dissipées selon les mécanismes viscoélastiques et viscoplastiques, formulée selon l'équation suivante :

$$\left(\Delta W_{\nu p} + \alpha W_{\nu e}\right) N_a^b = C. \tag{1.27}$$

Les chargements considérées sur les éprouvettes tubulaires diabolos sont : traction (Tr), torsion (To), traction-torsion en phase  $\left(\frac{1}{\lambda_2}Tr \propto To\right)$  avec  $\lambda_2$  le taux de bi-axialité, traction-



FIGURE 1.50 – Bilan des résultats donnés par trois critères en densité d'énergie dissipée, d'après Launay *et al.* [65].

torsion déphasé  $\left(\frac{1}{\lambda_2}Tr \neq To\right)$  où le déphasage entre la traction est la torsion est de 90°. Pour les éprouvettes découpées dans des plaques, les chargements considérés sont : traction sur des éprouvettes découpées à 0° par rapport à la direction principale d'écoulement  $(T \parallel)$  et traction sur des éprouvettes découpées à 90° par rapport à la direction principale d'écoulement  $(T \perp)$ . Les fréquences de chargement considérées sont comprises entre 1Hz et 5Hz. Les résultats sont montrés sur la figure 1.50. Nous pouvons observer que les critères en densité d'énergie dissipée s'avèrent prometteurs pour l'analyse de chargements, géométries et orientations complexes. Cependant, leur utilisation nécessite un modèle de comportement puissant capable de prédire avec precision le comportement cyclique du matériau. Comme nous l'avons déjà mentionné, le fait que la densité d'énergie dissipée soit une quantité scalaire présente des problèmes pour définir, par exemple, les directions critiques pour un chargement donné. Pour améliorer cette analyse, il faut aussi considérer la forme du champ de densité d'énergie dissipée qui peut donner des idées sur les directions

tions critiques. L'estimation du champ de densité d'énergie dissipée (par des méthodes expérimentales) est un des sujets principaux de ces travaux de thèse.

# 1.6 Bilan des problématiques industrielles et scientifiques

Notre travail bibliographique succinct sur les thermoplastiques renforcés de fibres de verre courtes nous permet d'apprécier leur complexité. Ceux-ci ont un comportent thermo-mécanique anisotrope dépendant des conditions environnementales (T, RH) et aussi des conditions de chargement (f, R, etc.). Dans le cadre de cette thèse, l'objectif principal est de comprendre les liens entre l'orientation des fibres, le chargement thermo (hygro)-mécanique et les mécanismes de fatigue (sites d'initiation, scénarios d'évolution, critère de rupture) pour un PA66GF50, en mettant l'accent sur l'évolution des propriétés en fatigue pour différents états d'orientation (de façon qu'un critère de fatigue identifié sur des éprouvettes simples soit applicable à des structures complexes). Vu les caractéristiques du matériau, les critères de fatigue en densité d'énergie dissipée s'avèrent les plus adaptés à la problématique. Cependant, la mise en place d'un tel critère requiert un modèle de comportement fiable et robuste, lequel est en cours de développement. En l'absence de celui-ci, il faut utiliser des méthodes expérimentales visant à mesurer l'énergie dissipée pendant les chargements cycliques. Dans le cadre de cette thèse, nous nous baserons sur le suivi thermique à l'aide d'une caméra infrarouge pour la mesure de la densité d'énergie dissipée.

Dans un premier temps, il faut travailler sur des états d'orientation des fibres simples (éprouvettes découpées dans des plaques) en ayant un conditionnement connu. Ceci nous permettra de comprendre les mécanismes et l'influence de différents facteurs sur la réponse thermomécanique et la tenue en fatigue en fonction de l'orientation, à conditions thermo-hygrométriques fixées. Cette étape permettra de décrire la dispersion en fatigue, l'influence de l'histoire de chargement sur la durée de vie et la précision du critère pour prédire le comportement en fatigue avec et sans histoire de chargement. Il faut aussi identifier le comportement en fatigue pour plusieurs conditions thermo-hygrométriques pour évaluer la capacité de prédiction du critère suivant le conditionnement. Dans un deuxième temps, il faut considérer l'influence des accidents géométriques trouvés dans les structures réelles, lesquels engendrent des états d'orientation complexes et des gradients de dissipation mécanique. Donc, des éprouvettes plus complexes doivent être proposées ayant des accidents géométriques représentatifs de ceux trouvés dans les structures réelles. Le premier pas sera alors de bien identifier leur état d'orientation (simulations rhéologiques, microtomographie, etc.) et ensuite de tester l'approche de dimensionnement en fatigue considérée. Le but final est de pouvoir alimenter la chaîne de dimensionnement en fatigue de façon qu'à partir de la connaissance de la distribution d'orientation des fibres et des gradients des propriétés mécaniques engendrés par celle-ci ainsi que du champ d'énergie dissipée pour un chargement donné (cf. Fig.1.51), le critère soit capable d'estimer le champ de durée de vie en fatigue de l'échantillon considéré à l'échelle pertinente (notion de VER).

Finalement, à partir d'une base de données de comportements à la fatigue des éprouvettes utilisées, l'objectif sera ensuite de tester la validité et les limites du critère considéré pour les structures réelles. Nous pouvons voir qu'une telle base de données nécessite l'identification



FIGURE 1.51 – Représentation de la cartographie de la distribution d'orientation des fibres, des propriétés mécaniques et de la densité d'énergie dissipée d'une éprouvette injectée ayant une entaille au milieu, image tirée de [80].

du comportement à la fatigue pour chaque type éprouvette, chaque conditionnement, chaque rapport de charge, etc. Ceci serait excessivement long à réaliser en considérant des méthodes d'identification classiques, lesquelles sont basées sur de longues campagnes d'essais permettant d'obtenir des courbes d'endurance (en contrainte, en énergie, etc.). C'est pourquoi nous devons utiliser des méthodes plus rapides. Dans le cadre de cette thèse, nous proposons d'appliquer un protocole d'identification du comportement à la fatigue basé sur des essais d'auto-échauffement, lequel a déjà été utilisé avec succès pour un PA66GF50 [55], pour l'étude des matériaux métal-liques [32] [95] [39] et des élastomères [68].

# 1.7 Démarche et plan du manuscrit

Dans les chapitres qui suivent, les outils de caractérisation thermomécanique en fatigue, les éprouvettes et les moyens expérimentaux seront présentés. Ensuite, les résultats seront abordés en trois étapes, tel que montrée sur la figure 1.52. Dans chaque étape, les résultats seront montrés suivant des schémas bien définis pour faire ressortir les données liées au comportement et à la ruine séparément.



FIGURE 1.52 – Plan de la thèse.