
Sommaire

Introduction.....1

Première partie : Contexte et matériaux de l'étude

Chapitre I : Contexte industriel.....7

Chapitre II : Présentation du matériau.....10

Deuxième partie : Caractérisation mécanique à l'état sain et à l'ambiant

Chapitre III : Identification de la matrice de rigidité.....16

Chapitre IV : Description du comportement non-linéaire des éprouvettes découpées à 45°.....42

Chapitre V : Détermination des résistances d'interfaces au moyen du dispositif expérimental Arcan-Mines.....64

Troisième partie : Modélisation numérique

Chapitre VI : Validation de la matrice de rigidité.....92

Chapitre VII : Loi du comportement des éprouvettes découpées à 45°.....42

Chapitre VIII : Méthode des éléments finis appliquée à l'essai Arcan-Mines.....64

Chapitre IX : Critère d'amorçage du délaminage.....121

Quatrième partie : Influence de l'environnement sur le comportement mécanique

Chapitre X : Caractérisation expérimentale de la tenue en fatigue.....	148
Chapitre XI : Caractérisation expérimentale de l'influence de différentes conditions de vieillissement.....	176
Conclusion et perspectives.....	209

Introduction

Les composites à matrice thermodurcissable, tel que l'époxy, sont largement utilisés depuis la mise en service dans les années 50 du Boeing 707. Dotés d'excellentes propriétés mécaniques, ils souffrent cependant de quelques désavantages notables tels que la nécessité d'un stockage à basse température, un temps de cuisson important, la présence de défauts irréversibles après mise en forme, et une réaction exothermique lors de la réticulation. Ainsi les résines thermoplastiques hautes performances telles que le polysulfure de phénylène (PPS) ou le polyétheréthercétone (PEEK) constituent une alternative prometteuse. Ces résines présentent de nombreuses qualités, à savoir de bonnes propriétés mécaniques sur une large gamme de température, peu d'absorption d'humidité ainsi que de bonnes résistances aux attaques chimiques, aux dommages et aux chocs. Toutes ces caractéristiques les prédisposent à des applications aéronautiques. Elles permettent également l'utilisation de techniques de mise en œuvre, comparables à celles utilisées pour les métaux, telles que l'estampage [Chen *et al.*, 2000]

C'est dans ce contexte que s'inscrit ce travail de thèse, réalisé dans le cadre du projet **TOUPIE** (maîtrise des cOMposites carbone/thermoplastique hautes Performances pour pièces de structurEs) et financé par le pôle de compétitivité **MOV'EO**. L'objectif est de valider l'intérêt technique (performances thermiques, mécaniques et sensibilité à l'environnement), d'identifier les paramètres (température de chauffage, pression) et les capacités du procédé d'estampage (type de pièce réalisable) appliquée à des matériaux composites constitués de résines thermoplastiques hautes performances (PEEK et PPS) renforcées par des tissus de fibres de carbone. Ce projet regroupe des industriels **Aircelle** (groupe Safran), **AMPA** (groupe Décienne Plasturgie) et **AXS Ingénierie**, ainsi que des laboratoires de recherche : l'Université du Havre, l'INSA Rouen, l'ENSI Caen et le Centre des Matériaux de l'Ecole des Mines de Paris.

Nous avons donc principalement étudié des composites tissés en carbone/PPS susceptibles d'applications dans un contexte aéronautique. Néanmoins avant la réalisation de pièces structurelles pour nacelles, une connaissance précise du comportement mécanique est nécessaire en statique, en fatigue et suite à des vieillissements. Pour répondre à cette problématique, nous avons apporté des caractérisations mécaniques et physico-chimiques portant sur ces trois aspects. Dans le cas des composites tissés, lorsque le délaminate, défini comme le décollement entre deux couches adjacentes, se produit ; cela peut signifier une ruine totale et rapide de la structure. Cet endommagement particulier est donc très néfaste. Par conséquent, nous avons cherché à établir un critère capable de prédire son amorçage.

Ce mémoire de thèse s'articule en quatre parties :

- **Première partie : Contexte et matériaux de l'étude**

La première partie porte sur les présentations du contexte industriel et du matériau étudié.

- **Deuxième partie : Caractérisation mécanique à l'état et à l'ambiant**

La deuxième partie aborde le comportement du matériau étudié sous chargements quasi-statiques. Ainsi le troisième chapitre présente la caractérisation mécanique (essais de traction, de flexion trois points, de compression dans l'épaisseur) qui a permis d'obtenir la matrice de rigidité orthotrope. Cette matrice permet de connaître le comportement élastique dans n'importe quelle direction de sollicitation via la théorie des stratifiés. Or lors des essais de traction hors axe (soit à 45°), la non-linéarité du comportement, due à la résine thermoplastique semi-cristalline, a été mise en évidence. Le quatrième chapitre traite des essais propres aux éprouvettes découpées à 45° (banc de torsion, charge-décharges, fluage-recouvrance et charge-relaxation) qui nous ont orientés vers un modèle élastoviscoplastique avec un écrouissage isotrope et une viscosité de type Norton. Mais ce modèle ne comporte pas de critère d'amorçage des endommagements et notamment du délaminate. Pour combler ce manque, nous avons eu l'idée de valoriser un dispositif expérimental habituellement utilisé pour les assemblages

collés : le montage Arcan-Mines. Le cinquième chapitre souligne la faisabilité de son utilisation, pour caractériser l'interface fibre/matrice en traction et en cisaillement. En associant à ce dispositif expérimental une chaîne d'émission d'acoustique, permettant de classifier les endommagements par les ondes sonores qu'ils émettent, nous avons pu mettre en évidence que pour les deux modes de sollicitation (traction ou cisaillement), les points de non-linéarité observés expérimentalement correspondaient aux seuils d'amorçage du déclaminage. Ces valeurs nous ont donc permis d'identifier un critère d'amorçage du déclaminage en statique.

- **Troisième partie : Modélisation numérique**

La troisième partie est consacrée aux modélisations numériques suite aux comportements observés. Le sixième chapitre s'intéresse à la validation de la matrice de rigidité orthotrope par simulations des essais de flexion trois points. Puis, dans le septième chapitre, nous avons identifié les paramètres de la loi de comportement non-linéaire des éprouvettes à 45°. Cette identification par optimisation numérique, basée sur la comparaison des résultats d'essais et de simulations numériques sur élément de volume via une méthode des moindres carrés, donne une bonne prédition du comportement jusqu'à 5% de déformation. Nous avons choisi d'arrêter l'identification à ce seuil de déformation car expérimentalement nous observons l'apparition de déclaminages accompagnés d'un réalignement des fibres suivant l'axe de sollicitation expliquant le rhéodurcissement du comportement. Nous ne souhaitons pas englober ce phénomène dans nos paramètres. En outre, pour les assemblages collés, nous avons porté une attention tout particulière à l'entrée en plasticité liée à la modélisation numérique de l'essai Arcan-Mines. Ainsi dans le huitième chapitre, nous avons identifié un critère d'entrée en plasticité de type Drucker-Prager qui tient compte de la pression hydrostatique. Il en résulte que pour tous les angles de sollicitation, l'entrée en plasticité est correctement modélisée. Enfin dans le neuvième chapitre, nous avons identifié et validé notre critère d'amorçage du déclaminage basé sur la loi de Coulomb décrivant le frottement entre deux corps. Suite à la campagne d'essais Arcan-Mines, un seul coefficient restait à déterminer : celui exprimant la capacité de frottement entre deux plis. Pour cela, nous avons procédé à des comparaisons entre observations in-situ lors d'essais de traction plane et simulations numériques avec des éléments 2D 1/2. Or, numériquement au bord libre de l'éprouvette, il y a présence de singularités de contraintes qui vont faire tendre le critère vers l'infini et donc par réciprocité faire tendre ce paramètre vers l'infini. C'est physiquement invraisemblable. Il faut donc s'assurer de l'indépendance du critère vis-à-vis du maillage par l'utilisation de méthodes dites non locales. Nous en avons couplé deux : celle sur grandeur (moyenne sur cette certaine zone) et celle sur gradient. Au final, la prédition faite par le critère s'avère être corrélée par rapport à l'expérimental mais reste conservatrice.

- **Quatrième partie : Influence de l'environnement sur le comportement mécanique**

La quatrième partie traite des endommagements relatifs à une sollicitation cyclique et des dégradations constatées après différentes conditions de vieillissement. Dans ce but, nous décrirons au dixième chapitre les résultats obtenus suite à une campagne d'essais de fatigue de type traction-traction sur éprouvette droite. A partir de ces résultats, nous proposons pour dimensionner en fatigue d'appliquer le critère d'amorçage du déclaminage identifié en statique en tenant compte d'un abattement de la rigidité puis de s'assurer que la contrainte maximale soit inférieure un seuil donné et lié à la contrainte d'amorçage du déclaminage en statique. Pour étendre notre critère en fatigue, nous avons également effectué des essais Arcan-Mines en fatigue sur du carbone/PPS. Pour terminer au onzième chapitre, nous nous sommes intéressés à comment établir quel environnement était le plus nocif. A cet effet, le matériau étudié a subi quatre conditions différentes de vieillissement (une chimique, une thermique et deux hygrothermiques). Suite à ces vieillissements, des essais mécaniques (traction, flexion trois points) et physico-chimiques (mdsc, pendule de torsion) ont été réalisés. Les vieillissements hygrothermiques, et plus particulièrement l'immersion, s'avèrent être les plus critiques. A l'opposé, le vieillissement thermique améliore les propriétés du matériau par une recristallisation partielle au sein de la matrice et aussi une relaxation des contraintes internes créées lors de sa consolidation. Comparativement aux matériaux composites à matrice thermodurcissable, le carbone/PPS s'avère peu sensible à la fatigue et au vieillissement.

Rapport: Gratuit.com

Première partie

Contexte et matériaux de l'étude

Chapitre I

Contexte industriel

Dans ce chapitre, nous présentons les objectifs, les motivations, les partenaires du projet TOUPIE. Seront également précisés le procédé d'estampage et les applications visées.

Sommaire

I.1 Objectifs généraux.....	6
I.2 Motivations industrielles et scientifiques	6
I.3 Partenaires	7
I.4 Estampage	7
I.5 Applications visées.....	8

I.1 Objectifs généraux

Le projet scientifique et industriel **TOUPIE** intitulé «maîTrise des cOmposites carbone/thermoplastique hautes Performances pour pIèces de structurEs» a pour objectifs généraux :

- d'évaluer et de valider l'intérêt technique (performance thermique, mécanique et sensibilité à l'environnement) et économique de ce nouveau procédé de fabrication composite,
- d'identifier les paramètres significatifs et les limites du procédé de thermoformage.

I.2 Motivations industrielles et scientifiques

Les matériaux composites à matrice organique utilisés pour des applications aéronautiques sont historiquement majoritairement à base de résines thermodurcissables. Ces résines ont des caractéristiques mécaniques très intéressantes mais présentent en contrepartie des contraintes d'utilisation indéniables :

- durée d'utilisation limitée avant mise en œuvre et nécessitant un stockage à basse température ;
- problématique de la réticulation entraînant de nombreux défauts irréversibles et nécessitant une parfaite maîtrise et contrôle des cycles thermiques et de pression durant la réticulation ;
- procédés de réticulation nécessitant beaucoup de produits d'environnement consommables et des temps de cuisson longs ;
- opération manuelle de drapage chronophage et génératrice de la majorité des défauts de fabrication ;
- matériaux non recyclables.

Il existe aujourd'hui des résines thermoplastiques hautes performances (ex : PEEK et PPS) pouvant rivaliser en terme de performances mécaniques au sein d'un renfort carbone avec les résines thermodurcissables de type époxydes. Mais ces résines ont aussi le principal avantage que la structure thermoplastique permet de supprimer les cinq inconvénients principaux de mise en œuvre cités ci-dessus. En effet,

- elles ne présentent pas de durée de vie limitée avant mise en œuvre et ne nécessitent pas de stockage à basse température car la résine n'évolue pas chimiquement en fonction de la température ;
- les cycles de mise en œuvre correspondent à une transformation physique réversible de la résine et peuvent par conséquent être repris en cas de problème ;
- la mise en œuvre peut se faire par estampage à la presse permettant de supprimer les produits consommables ;
- le drapage manuel et les défauts engendrés peuvent être supprimés en approvisionnant directement des plaques drapées et déjà consolidées ;
- les matériaux sont potentiellement recyclables.

Ces matériaux semblent par conséquent très intéressants d'un point de vue industriel car cette technologie d'estampage devrait pouvoir apporter des gains économiques, compte tenu de son caractère plus automatisé que le drapage manuel traditionnel des composites et de son cycle de fabrication plus court. D'un point de vue scientifique, ce travail collaboratif entre laboratoires de recherche et industriels doit permettre d'apporter des avancées dans les domaines de la conception, de calcul de structure, de simulations numériques du procédé d'estampage, d'essais de caractérisation de lois de comportement pour des pièces composites en général et à matrice thermoplastique en particulier.

I.3 Partenaires

Aircelle (groupe Safran), leader des nacelles de moteurs avions, s'est entouré de partenaires scientifiques : Université du Havre, INSA Rouen, ENSI Caen et l'Ecole des Mines de Paris pour appréhender les phénomènes physiques chimiques des composites à matrice thermoplastique et a recherché des partenaires industriels de taille moyenne AMPA (du groupe Dédienne Plasturgie) et AXS Ingénierie pour la mise au point de démonstrateurs technologiques sur respectivement deux aspects : pièces prototypes réalisées par ce nouveau procédé de fabrication et, calculs de structure ainsi que les essais mécaniques d'une des pièces prototypes.

I.4 Estampage

L'estampage consiste à former, après chauffage, des pièces brutes par pression entre deux moules aussi appelées matrices, en général métalliques mais des poinçons en silicones peuvent être utilisés, ayant la forme exacte à réaliser (voir figure I.1). Cette technique de fabrication nécessite donc l'usinage préalable des matrices. Cette technique est donc destinée à des pièces produites en grande quantité. Dans le cadre du projet, la procédure se déroule en trois phases :

- en a, préchauffage de la plaque drapée et déjà consolidée jusqu'à la température de fusion de la résine puis un transfert vers la presse ;
- en b, fermeture des moules puis application de la pression toujours en température ;
- en c, ouverture des moules afin d'accélérer le refroidissement et de démouler la pièce.

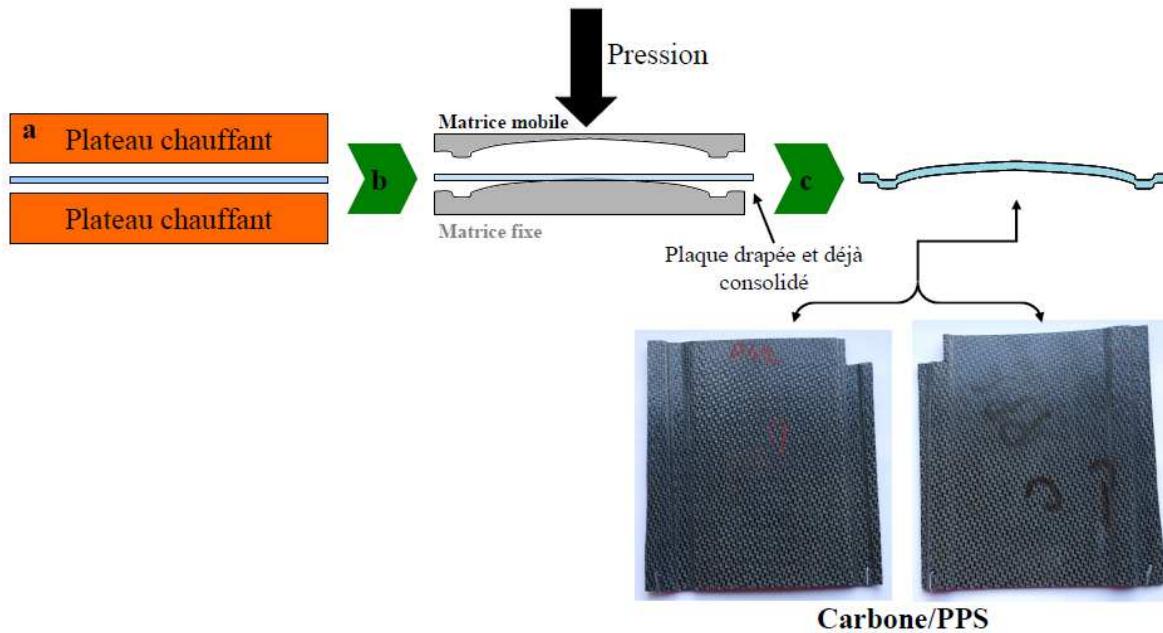


Figure I.1 – Procédé d'estampage appliqué au carbone/PPS

I.5 Applications visées

La nacelle, soit le carénage entourant un turboréacteur (voir figure I.2), doit remplir cinq grandes fonctions :

- aérodynamique et thermique en assurant la protection du moteur, la canalisation du flux d'air froid et en gérant les différences de températures entre l'extérieur et le moteur ;
- structurelle par la reprise des efforts entre le moteur et le mât de liaison ;
- acoustique en atténuant le bruit émis par le moteur ;
- freinage par les inverseurs de poussé qui génèrent une force opposé à au mouvement de l'avion lors de l'atterrissement.

Dans cet environnement, les pièces pouvant être réalisées par estampage sont des raidisseurs, des cloisons, ou des carénages appartenant soit à l'entrée d'air soit au capot de soufflante. Les limitations sont d'avoir une forme ouverte compatible avec le moulage par compression, d'être en fibres continues afin de viser des applications sollicitées mécaniquement et d'être monolithique (voir figure I.3). A l'issu du projet, un prototype, une cloison d'entrée d'air, a été assemblé sur la nacelle NAIAD, qui est un démonstrateur de nacelle acoustique innovante.

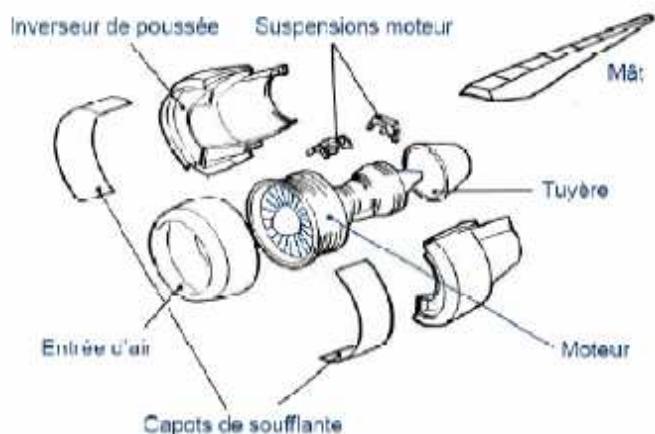


Figure I.2 – Vue éclatée d'une nacelle englobant un turboréacteur [Chevalier, 2008]

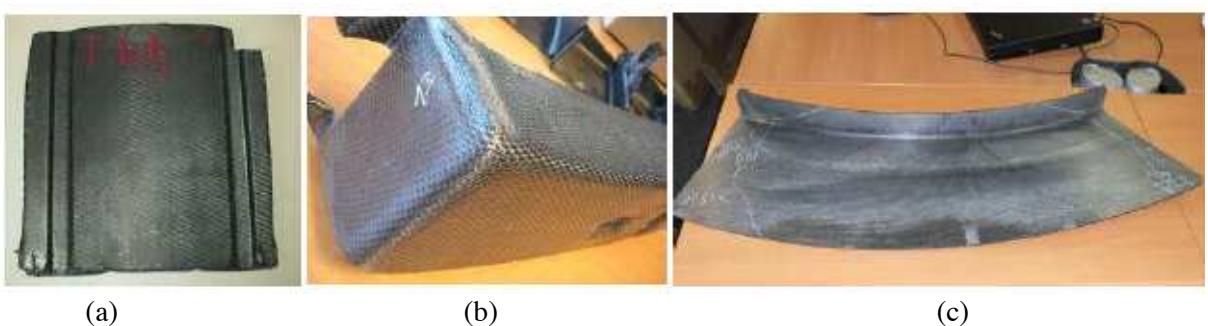


Figure I.3 – Vues des trois prototypes réalisés lors du projet TOUPIE [Marin, 2010]
(a) Soyage, (b) Coin valise, (c) Cloison d'entrée d'air

Références Bibliographiques

[Chen *et al.*, 2000] Chen, J., Sherwood J.A., Buso, P., Chow, S., Lussier, D. (2000). Stamping of continuous fiber thermoplastic composites. *Polymer Composites*, Vol. 21, N° 4, pp. 539-547.

[Chevalier, 2008] Chevalier, N. (2008). Projet TOUPIE : Cahier des charges matériau et sélection matériau. Rapport N° DITT-08-0248.

[Marin, 2010] Marin, M. (2010). Projet TOUPIE- Applications des composites à matrice thermoplastique aux nacelles d'avions. Présentation lors du séminaire TOUPIE, Centre des matériaux des Mines de Paris.

Chapitre II

Présentation du matériau

Dans ce chapitre, nous présentons le matériau composite à matrice thermoplastique de l'étude.

Sommaire

II.1 Les matériaux composites en général.....	11
II.2 Les fibres	11
II.3 La matrice	11
II.4 Le toron	12
II.5 Le satin 5.....	13

II.1 Les matériaux composites en général

Par définition, un matériau composite est constitué d'une matrice et d'un renfort fibreux. Le renfort apporte au matériau composite ses performances mécaniques élevées alors que la matrice a pour rôle de transmettre aux fibres les sollicitations mécaniques extérieures et de protéger les fibres vis-à-vis des agressions extérieures. Ainsi ces matériaux présentent trois facultés majeures : 1) des propriétés dites spécifiques, comme le rapport de la contrainte à rupture suivant l'axe des fibres sur la masse volumique ou celui du module élastique suivant l'axe des fibres sur la masse volumique, très élevés comparativement aux métaux, 2) en orientant les renforts dans la direction des efforts, un dimensionnement optimisé en fonction de la sollicitation peut être réalisé et 3) une faible sensibilité à la fatigue et à la corrosion. Pour des pièces aéronautiques, cela signifie potentiellement des gains de masse impliquant des économies de carburant, une durée de vie augmentée donc un fort amortissement et enfin diminution des visites de maintenance donc diminution des coûts d'exploitation. Ceci explique l'accroissement de leurs utilisations dans ce secteur.

II.2 Les fibres

Dans notre cas, le renfort est constitué de fibres de carbone dont le comportement est élastique linéaire avec une très bonne tenue thermique et un faible coefficient de dilatation. Les fibres utilisées ici sont des fibres de carbone Haute Résistance 3K HS fabriquées à partir du précurseur polyacrylonitrile (PAN) par carbonisation en atmosphère inerte. Leurs caractéristiques géométriques et mécaniques sont les suivantes :

- diamètre moyen : $7 \mu\text{m}$;
- module d'élasticité en traction : 230 GPa ;
- contrainte à rupture en traction : 3,53 GPa ;
- déformation à rupture : 1,5% ;
- masse volumique : $1,77\text{g/cm}^3$.

II.3 La matrice

Pour ces travaux de thèse, nous nous concentrons sur le polysulfure de phénylène (PPS) comme matrice. Ce polymère, l'un des thermoplastiques hautes performances, a été développé par Edmonds *et al.* en 1967 [Edmonds *et al.*, 1967] pour la société Phillips Petroleum Compagny. C'est un polysulfure cristallin formé d'une chaîne de noyaux benzéniques réunis entre eux par un atome de soufre (voir figure II.1). Il est obtenu en faisant réagir du para-dichlorobenzène avec du sulfure de sodium dans un solvant polaire [Pardos, 2002]. Les liaisons chimiques très stables de sa structure moléculaire lui confèrent une stabilité thermique très substantielle. Ainsi son point de fusion T_f est d'environ 280°C . Sous sa forme solide, ce polymère est dit semi-cristallin, c'est-à-dire qu'il comporte à la fois une structure très organisée dite cristalline sous forme de sphérolites [Tanzawa *et al.*, 1998] (voir figure II.2) et à la fois une structure enchevêtrée à l'image de « spaghetti » dite amorphe. Il a donc une température de transition vitreuse T_g (voir définition chapitre XI.4.3) et une température de fusion des sphérolites T_f (voir définition chapitre XI.4.2). Son autre caractéristique majeure est le taux de cristallinité, rapport la phase cristalline et celle amorphe (voir définition XI.4.2). Cette grandeur va conditionner les propriétés mécaniques du matériau. Plus le taux de cristallinité est élevé, plus les propriétés mécaniques et physico-chimiques sont élevées [Boey *et al.*, 1995]. D'après les travaux de thèse d'Aucher [Aucher ; 2009], son comportement en traction est viscoplastique avec un adoucissement thermique au dessus de la température de transition vitreuse. Entre l'ambiant et 120°C , le module d'Young et la contrainte à rupture décroissent lorsque la température croît.

II. Présentation du matériel

Les caractéristiques physico-chimiques et mécaniques de la résine sont les suivantes :

- température de transition vitreuse T_g : 90°C ;
 - température de fusion T_f : 280°C ;
 - module d'élasticité en traction : $2,3 \text{ GPa}$;
 - contrainte à rupture en traction : 93 MPa ;
 - déformation à rupture : 15% ;
 - masse volumique : $1,34 \text{ g/cm}^3$.

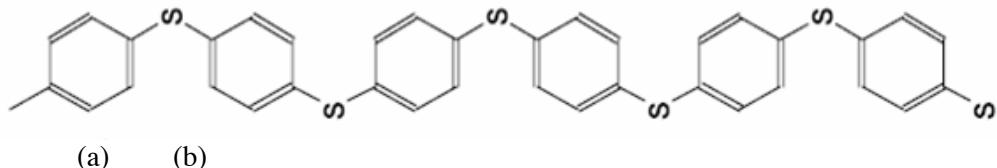


Figure II.1 – Polysulfure de phénylène : (a) noyau benzénique, (b) atome de soufre

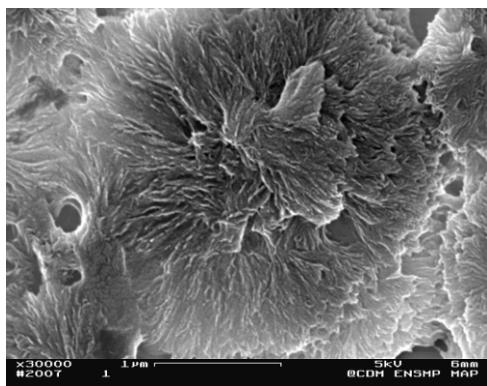


Figure II.2 – Observation par microscopie électronique à balayage d'une sphérolite d'un polymère semi-cristallin révélée par attaque chimique

II.4 Le toron

Le toron est un groupement d'environ 3 000 fibres de carbone (voir figure II.3). Les performances mécaniques du matériau composite sont conditionnées par la grosseur des torons et par l'amplitude des ondulations. Pour notre étude, d'après [Aucher, 2009], la section d'un toron est assimilable à une ellipse dont l'aire S égale à $0,147\text{mm}^2$ donnée par le produit de son demi grand axe a égal à $0,55\text{mm}$ et de son demi petit axe b égale à $0,085\text{mm}$ avec pour formule approchée $S=\pi ab$.



Figure II.3 – Observation par microscopie optique d'un toron d'un carbone/PPS satin 5 consolidée

II.5 Le satin 5

Le matériau composite étudié est un matériau tissé 2D. Le pli de base le composant est un satin 5, tissu constitué de fils de chaîne, par définition fils tendus lors du tissage, et de fils de trame, par définition fils tissés, qui couvrent quatre fils de chaîne avant de passer sous le cinquième (voir figure II.4). Le comportement en traction du tissu sec, c'est-à-dire sans résine, est linéaire élastique et globalement indépendant de la température [Aucher, 2009]. Le tissu satin 5 étudié, ayant le même nombre de fils de chaîne que de fils de trame ($7,0 \times 7,0$ fils/cm), est dit équilibré. Les directions de chaîne et de trame jouent donc des rôles similaires vis-à-vis des propriétés thermomécaniques. D'ailleurs, les caractéristiques mécaniques dans ces deux sens seront données ultérieurement (voir chapitre III.2.3). La période ou motif élémentaire représentatif du tissu mesure environ $7,4 \times 7,4$ mm² d'après [Daggumati *et al.*, 2010]. Ainsi, pour qu'une éprouvette soit jugée représentative du tissu, elle doit contenir au moins une fois cette période. Les autres caractéristiques du tissu imprégné sont les suivantes :

- épaisseur du pli : 0,317 mm ;
- taux volumique de fibres V_f : 50 % ;
- taux volumique de résine V_r : 50 % ;
- taux massique de fibres M_f : 57 % ;
- taux massique de résine M_r : 43 % ;
- masse volumique du composite stratifié : 1,56g/cm³ ;
- orientation : orthogonale ;
- taux de cristallinité X_c : 38% ;
- température de transition vitreuse T_g : 96°C.

Le composite stratifié testé au cours de cette étude est composé de 7 plis identiques sauf dans le cas du vieillissement (voir chapitre XI). La majorité du matériau composite étudié appelé par la suite carbone/PPS consolidé a été fournis par la société Porcher. Les plaques sont réalisées par thermo-compression avec une pression de 10 bars et une température $310 \pm 15^\circ\text{C}$.

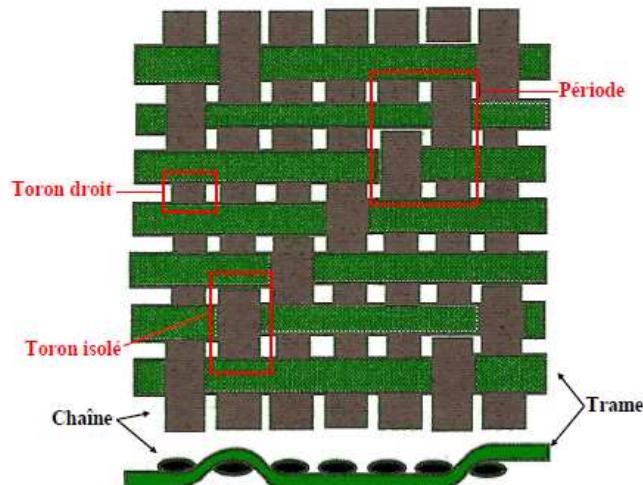


Figure II.4 – Schéma d'une armure de type satin 5

Références Bibliographiques

[Aucher, 2009] [Aucher, 2009] Aucher, J. (2009). Etude comparative du comportement de composites à matrice thermoplastique ou thermodurcissable. Manuscrit de thèse de l’Institut National des Sciences Appliquées de Rouen.

[Boey *et al.*, 1995] Boey, F.Y.C, Lee, T.H., Khor, K.A. (1995). Polymer crystallinity and its effect on the non-linear bending creep rate for a polyphenylene sulphide thermoplastic composite. *Polymer Testing*, Vol. 14, N° 5, pp. 425-438.

[Daggumati *et al.*, 2010] Daggumati, S., Van Paepegem, W., Degrieck, J., Xub, J., Lomov, S.V., Verpoest, I. (2010). Local damage in a 5-harness satin weave composite under static tension: Part II – Meso-FE modelling. *Composites Science and Technology*, Vol. 70, N° 13, pp. 1934-1941.

[Edmonds *et al.*, 1967] Edmonds, Jr., J.T., Wayne Hill, Jr., H. (167). Production of polymers from aromatic compounds. United States Patent, US3354129.

[Pardos, 2002] Pardos, F. (2002). Polysulfure de phénylène (PPS) – Aspects économiques. Techniques de l’ingénieur, N° AM3396.

[Tanzawa *et al.*, 1998] Tanzawa, Y. Ohde, Y. (1998). Dependence of spherulite growth rate of poly(p-phenylene sulfide) on film thickness: limitation on growth rate in multinucleation regime. *Polymer*, Vol. 39, N° 17, pp. 3993-3999.

Deuxième partie

Caractérisation mécanique à l'état sain et à l'ambiant

Chapitre III

Identification de la matrice de rigidité

Dans ce chapitre, nous présentons la méthode expérimentale permettant d'évaluer la matrice de rigidité du matériau étudié (Carbone/PPS) nécessaire à tout dimensionnement.

Sommaire

III.1 Définition de la matrice d'élasticité	17
III.2 Essais de traction	18
III.2.1 Objectifs	18
III.2.2 Eprouvettes et moyens d'essais	19
III.2.3 Résultats expérimentaux	20
III.3 Essais de compression dans l'épaisseur sur disque	27
III.3.1 Objectifs	27
III.3.2 Eprouvettes et moyens d'essais	27
III.3.3 Résultats expérimentaux	28
III.4 Essais de flexion trois points sur appuis rapprochés	32
III.4.1 Objectifs	32
III.4.2 Eprouvettes et moyens d'essais	32
III.4.3 Résultats expérimentaux	33
III.5 Conclusion.....	39

III.1 Définition de la matrice d'élasticité

Dans ce chapitre, le matériau étudié est un composite stratifié de sept plis drapés à 0° , et constitué d'une résine thermoplastique PPS et d'un tissu de type satin 5 de fibres de carbone. En effet la matrice d'élasticité le caractérisant permettra de calculer celle de n'importe quel empilement par simple rotation. Le renfort présente donc des torons de fils unidirectionnels croisés perpendiculairement. L'un se nomme le sens chaîne et l'autre le sens trame (Figure III. 1). On associe au matériau un repère orthonormé global, noté $R = (O, \vec{x}_1, \vec{x}_2, \vec{x}_3)$. Les directions principales définies par les vecteurs \vec{x}_1 et \vec{x}_2 correspondent respectivement au sens chaîne et au sens trame. Le vecteur \vec{x}_3 orthogonal au plan 1,2 définit la direction principale coïncidant avec celle de l'épaisseur.



Figure III.1 – Illustration du tissu de type satin 5 et repère global associé au matériau composite

A l'échelle mésoscopique, chacun des plis est considéré comme homogène. Le pli présente trois plans de symétrie orthogonaux deux à deux et donc dans le domaine élastique non endommagé, se comporte comme un matériau orthotrope. Ce comportement peut être décrit par des constantes de rigidité C_{ij} (avec $i, j = 1, 2, 3$) ou de souplesse S_{ij} . La loi de Hooke s'écrit alors avec la notation de Voigt sous la forme matricielle suivante :

$$\begin{pmatrix} \sigma_1 \\ \sigma_2 \\ \sigma_3 \\ \sigma_4 \\ \sigma_5 \\ \sigma_6 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{13} & 0 & 0 & 0 \\ C_{21} & C_{22} & C_{23} & 0 & 0 & 0 \\ C_{31} & C_{32} & C_{33} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & C_{55} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & C_{66} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \varepsilon_1 \\ \varepsilon_2 \\ \varepsilon_3 \\ \varepsilon_4 \\ \varepsilon_5 \\ \varepsilon_6 \end{pmatrix} \Leftrightarrow \begin{pmatrix} \varepsilon_1 \\ \varepsilon_2 \\ \varepsilon_3 \\ \varepsilon_4 \\ \varepsilon_5 \\ \varepsilon_6 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} S_{11} & S_{12} & S_{13} & 0 & 0 & 0 \\ S_{21} & S_{22} & S_{23} & 0 & 0 & 0 \\ S_{31} & S_{32} & S_{33} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & S_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & S_{55} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & S_{66} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \sigma_1 \\ \sigma_2 \\ \sigma_3 \\ \sigma_4 \\ \sigma_5 \\ \sigma_6 \end{pmatrix} \quad (\text{III.1})$$

Les modules dits « ingénieur » à savoir les trois modules d'Élasticité (E_1, E_2, E_3), les trois coefficients de Poisson ($\nu_{12}, \nu_{13}, \nu_{23}$) et les trois modules de Cisaillement (G_{12}, G_{13}, G_{23}). sont directement liés aux constantes de la matrice de souplesse. On obtient la matrice d'élasticité suivante :

III. Identification de la matrice de rigidité

$$\begin{pmatrix} \varepsilon_1 \\ \varepsilon_2 \\ \varepsilon_3 \\ \varepsilon_4 \\ \varepsilon_5 \\ \varepsilon_6 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \frac{1}{E_1} & -\frac{v_{12}}{E_1} & -\frac{v_{13}}{E_1} & 0 & 0 & 0 \\ -\frac{v_{21}}{E_2} & \frac{1}{E_2} & -\frac{v_{23}}{E_2} & 0 & 0 & 0 \\ -\frac{v_{31}}{E_3} & -\frac{v_{32}}{E_3} & \frac{1}{E_3} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \frac{1}{G_{23}} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{1}{G_{13}} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{1}{G_{12}} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \sigma_1 \\ \sigma_2 \\ \sigma_3 \\ \sigma_4 \\ \sigma_5 \\ \sigma_6 \end{pmatrix} \quad (\text{III.2})$$

Par définition, les matrices de souplesse et de rigidité sont symétriques ce qui implique que $S_{12}=S_{21}$, $S_{13}=S_{31}$ et $S_{23}=S_{32}$. Ainsi, on a la relation supplémentaire suivante :

$$\frac{v_{21}}{E_2} = \frac{v_{12}}{E_1}, \frac{v_{31}}{E_3} = \frac{v_{13}}{E_1}, \frac{v_{23}}{E_2} = \frac{v_{32}}{E_3} \quad (\text{III.3})$$

La matrice d'élasticité précédente devient donc :

$$\begin{pmatrix} \varepsilon_1 \\ \varepsilon_2 \\ \varepsilon_3 \\ \varepsilon_4 \\ \varepsilon_5 \\ \varepsilon_6 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \frac{1}{E_1} & -\frac{v_{12}}{E_1} & -\frac{v_{13}}{E_1} & 0 & 0 & 0 \\ -\frac{v_{12}}{E_1} & \frac{1}{E_1} & -\frac{v_{23}}{E_2} & 0 & 0 & 0 \\ -\frac{v_{13}}{E_1} & -\frac{v_{23}}{E_2} & \frac{1}{E_3} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \frac{1}{G_{23}} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{1}{G_{13}} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{1}{G_{12}} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \sigma_1 \\ \sigma_2 \\ \sigma_3 \\ \sigma_4 \\ \sigma_5 \\ \sigma_6 \end{pmatrix} \quad (\text{III.4})$$

Pour déterminer expérimentalement l'ensemble de ces modules, nous avons réalisé les essais suivants :

- essais de traction dans les sens chaîne, trame et à 45° afin d'évaluer les modules élastiques E_1 , E_2 , v_{12} , v_{21} et G_{12} ;
- essais de compression dans l'épaisseur sur disque afin de quantifier le module élastique E_3 ;
- essais de flexion trois points sur appuis rapprochés afin d'obtenir les modules élastiques G_{23} et G_{13} .

III.2 Essais de traction

III.2.1 Objectifs

Pour déterminer les caractéristiques mécaniques du composite à sept plis drapés à 0° dans les sens chaîne et trame, à l'état sain (étuvage à 70°C pendant quelques jours avant essai) et à température ambiante, un nombre significatif d'essais de traction ont été réalisés. Ainsi les modules apparents et les propriétés à rupture ont été évalués. De plus, différentes vitesses de sollicitation restant dans le domaine quasi-statique ont été appliquées afin d'apprécier l'effet de la viscosité au sein du matériau.

III.2.2 Eprouvettes et moyens d'essais

III.2.2.1 Eprouvettes

Les plaques de composite tissé carbone/PPS (600mm x 600mm), dans lesquelles les éprouvettes ont été débitées, correspondent à un empilement de sept plis. Les éprouvettes sont découpées selon trois orientations données :

- à 0° pour étudier le comportement dans le sens chaîne ;
- à 90° pour étudier le comportement dans le sens trame ;
- à 45° pour étudier le comportement en cisaillement plan.

En accord avec la norme NF EN 2561, les éprouvettes de géométrie rectangulaire, obtenues à l'aide d'une meule diamantée refroidie à l'eau, ont pour dimensions : 250mm x 25mm (figure III.2). Afin d'observer une rupture en dehors des mors de la machine de traction, quatre talons verre/époxy (unidirectionnels drapés à 45° de 2mm d'épaisseur) d'une longueur de 60mm sont collés aux extrémités de l'éprouvette au moyen d'un adhésif époxy (Araldite 2011). Pour garantir un contact constant entre l'éprouvette et le talon tout au long de l'essai, il est nécessaire de préparer correctement les surfaces à coller [Ryton, 2002]. Pour cela, il faut suivre les étapes suivantes :

- ponçage manuel au papier de verre (grain 400) ;
- dégraissage à l'acétone ;
- attaque chimique à l'acide nitrique (concentré à 66% pendant 45s) ;
- flammage.

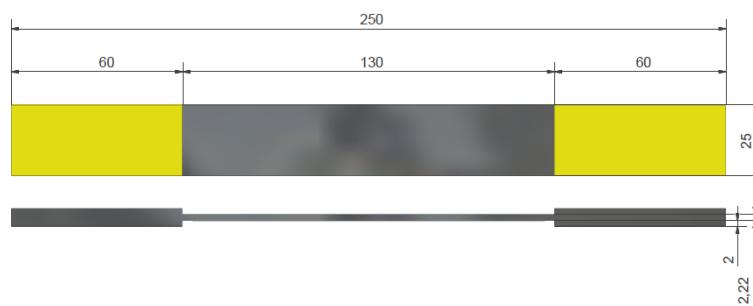


Figure III.2 – Dimensions des éprouvettes pour essais de traction

III.2.2.2 Moyens d'essais

Les essais de traction en quasi-statique sont réalisés sur une machine Instron équipée d'une cellule de charge de 10 000daN (Figure III.3) pour les éprouvettes découpées dans le sens chaîne et trame. Pour celles découpées à 45° , afin d'avoir une précision adéquate, une cellule de charge supplémentaire de 2 500daN est montée en série sur celle de la machine. Le pilotage de chaque essai se fait en contrôle de déformation et correspond à une rampe. Les valeurs des rampes testées sont :

- 10^{-5}s^{-1} , 10^{-4}s^{-1} et 10^{-3}s^{-1} pour les sens chaîne et trame;
- 10^{-5}s^{-1} , 10^{-4}s^{-1} , 10^{-3}s^{-1} et 10^{-2}s^{-1} pour les éprouvettes découpées à 45° par rapport au sens chaîne.

Chaque éprouvette dispose de deux capteurs extensométriques (figure III.3) afin de mesurer l'allongement longitudinal (soit dans l'axe de sollicitation) et l'allongement transversal suivant à la largeur de l'éprouvette (soit perpendiculairement à l'axe de sollicitation). La base de mesure du capteur longitudinal est égale à 46mm. Les lames pouvant glisser sur la surface lisse du matériau, le capteur est fixé sur la tranche de l'éprouvette. Dans le but de ne pas l'entailler et donc d'obtenir une rupture prématuée, deux rubans adhésifs en aluminium (de la largeur de la lame) sont placés entre l'éprouvette et la lame. La base de mesure du capteur transverse est égale à la largeur de l'éprouvette soit 25mm.

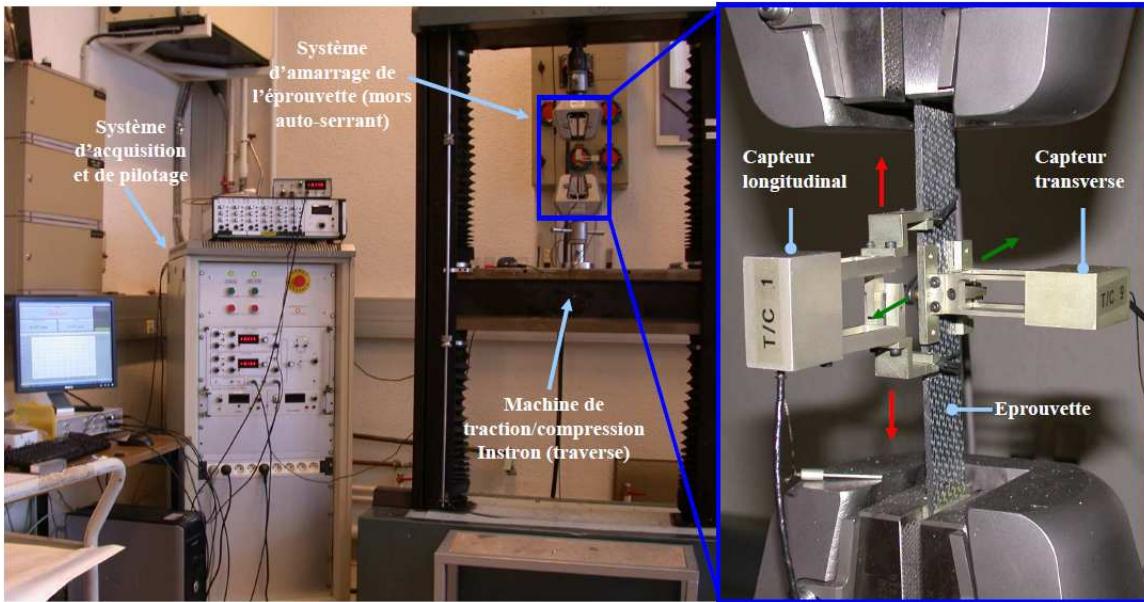


Figure III.3 – Dispositif expérimental d'essais de traction

III.2.3 Résultats expérimentaux

III.2.3.1 Essais de traction dans le sens chaîne

Dans le sens chaîne, trois essais de traction par vitesse de sollicitation ont été réalisés. Compte tenu des faibles allongements longitudinaux (inférieurs à 0,5mm) enregistrés lors des essais par rapport à la base de mesure initiale du capteur, l'hypothèse des petites perturbations reste valide. Nous pouvons donc travailler en contraintes et déformations dites nominales, notées respectivement σ_n et ε_n , définies par les relations suivantes :

$$\sigma_n = F/S_0 \quad (\text{III.5}) \quad \text{et} \quad \varepsilon_n = \Delta l/l_0 \quad (\text{III.6})$$

Avec F la force mesurée, S_0 la section transversale initiale de l'éprouvette, Δl l'allongement mesuré et l_0 la base de mesure initiale du capteur extensométrique. Le module d'élasticité E est la pente passant par zéro de la courbe contrainte nominale - déformation nominale longitudinale. Le coefficient de Poisson est la valeur absolue du rapport de la déformation nominale transverse sur la déformation nominale longitudinale.

Pour le sens chaîne, les notations suivantes sont adoptées :

- σ_{11} pour la contrainte nominale suivant l'axe de sollicitation ;
- ε_{11} pour la déformation nominale longitudinale ;
- E_1 pour le module d'élasticité ;
- ν_{12} pour le coefficient de Poisson.

La moyenne des résultats est présentée sur la figure III.4. Pour l'ensemble des essais, le comportement observé est de type élastique linéaire-fragile avec rupture de l'éprouvette dans sa longueur utile. Dans le domaine quasi-statique, la vitesse de sollicitation n'a pas d'influence significative sur le module d'élasticité E_1 . Les propriétés mécaniques déduites des essais sont récapitulées dans le tableau III.1. On peut donc considérer cette grandeur comme indépendante du temps. Cela signifie que pour le sens chaîne, la viscosité de la résine thermoplastique a une contribution mineure dans le comportement de l'empilement de plis tissés à 0°.

En effet dans cette direction de sollicitation, ce sont les torons de fibres de carbone qui reprennent exclusivement l'effort. Hors le carbone est un matériau non visqueux. On note peu de dispersion au niveau du module d'élasticité E_1 . Pour le coefficient de Poisson ν_{12} , la dispersion plus importante est due à la difficulté de mesurer l'allongement transverse. En effet, celui-ci est quasi-nulle (inférieure à -0,01mm). Ce sont les torons de fibres de carbone du sens trame qui limitent la contraction transversale de l'éprouvette. En tout cas, la valeur moyenne est cohérente avec celles fournies dans la littérature [De Baere *et al.*, 2009]. Les propriétés à rupture (contrainte et déformation) sont également dispersées à cause du caractère aléatoire de la rupture liée à proportion de défauts au sein du matériau. Le ratio moyen ν_{12}/E_1 est égal à $7,853e^{-4}$. En conclusion, le tableau III.2 résume, pour l'ensemble du domaine quasi-statique, les propriétés mécaniques de l'empilement à 0° sollicité dans le sens chaîne.

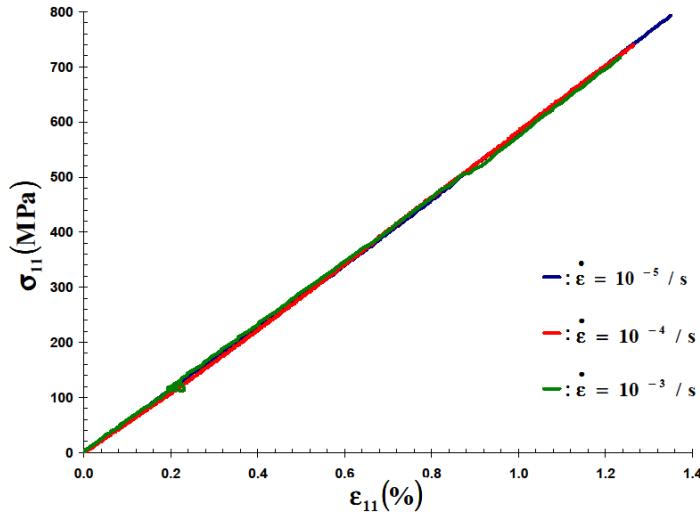


Figure III.4 – Contrainte vs déformation longitudinale, essais de traction dans le sens chaîne

Vitesse de sollicitation	• $\dot{\epsilon}_{11} = 10^{-5} / s$ (courbe bleue)	• $\dot{\epsilon}_{11} = 10^{-4} / s$ (courbe rouge)	• $\dot{\epsilon}_{11} = 10^{-3} / s$ (courbe verte)
E_1 (GPa)	$62,106 \pm 3,536$	$58,252 \pm 6,699$	$61,088 \pm 8,068$
ν_{12} (-)	$0,0471 \pm 0,0313$	$0,0339 \pm 0,0165$	$0,0429 \pm 0,0091$
σ_{11}^R (MPa)	$659,488 \pm 118,983$	$668,086 \pm 76,903$	$675,569 \pm 34,944$
ϵ_{11}^R (%)	$1,065 \pm 0,252$	$1,134 \pm 0,205$	$1,104 \pm 0,135$

Tableau III.1 – Bilan des propriétés mécaniques en traction du composite tissé satin 5 carbone/PPS constitué de 7 plis à 0° dans le sens chaîne pour différentes vitesses de sollicitation

Propriétés	Moyenne	Ecart-type
E_1 (GPa)	60,592	6,322
ν_{12} (-)	0,0476	0,0129
σ_{11}^R (MPa)	669,143	67,465
ϵ_{11}^R (%)	1,102	0,171

Tableau III.2 – Bilan des propriétés mécaniques en traction du composite tissé satin 5 carbone/PPS constitué de 7 plis à 0° dans le sens chaîne pour l'ensemble du domaine quasi-statique

III. Identification de la matrice de rigidité

III.2.3.2 Essais de traction dans le sens trame

Dans le sens trame, trois essais de traction par vitesse de sollicitation ont été réalisés. Etant donné les faibles allongements longitudinaux (inférieurs à 0,6mm) mesurés lors des essais par rapport à la base de mesure initiale du capteur, comme pour le sens chaîne nous pouvons travailler en contrainte et déformations nominales. Pour le sens trame, les notations suivantes sont choisies :

- σ_{22} pour la contrainte nominale suivant l'axe de sollicitation ;
- ε_{22} pour la déformation nominale longitudinale ;
- E_2 pour le module d'élasticité ;
- ν_{21} pour le coefficient de Poisson.

La moyenne des résultats est présentée sur la figure III.5. A l'image des éprouvettes sollicitées dans le sens chaîne, toutes les courbes obtenues montrent un comportement élastique linéaire-fragile avec rupture de l'échantillon dans sa longueur utile. Dans le domaine quasi-statique, la vitesse de sollicitation n'a pas d'influence significative sur le module d'élasticité E_2 . Les propriétés mécaniques déduites des essais sont récapitulées dans le tableau III.3. On peut donc considérer cette grandeur également comme indépendante du temps. Cela signifie que pour le sens trame, la viscosité de la résine thermoplastique a une contribution négligeable dans le comportement de l'empilement de plis tissés à 0°. En effet dans cette direction de sollicitation, ce sont là encore les torons de fibres de carbone qui reprennent exclusivement l'effort. On note peu de dispersion au niveau du module d'élasticité E_2 . Pour le coefficient de Poisson ν_{21} , la dispersion plus importante est due à la difficulté de mesurer l'allongement transverse. En effet, celui-ci est quasi-nulle (inférieure à -0,025mm). Ce sont les torons de fibres de carbone du sens chaîne qui limitent la contraction transversale de l'éprouvette. Le tissu satin 5 étant dit « équilibré » (il y a autant de fils de chaîne que de fils de trame), les propriétés mécaniques dans le sens trame sont très proches de celles dans le sens chaîne. On note que le matériau est plus rigide dans le sens trame (écart relatif de 4,61%). Cette tendance a été confirmée par un des partenaires du projet Toupie, à savoir l'ENSI-CAEN. Le rapport moyen ν_{21}/E_2 est égal à $8,219e^{-4}$. On peut donc considérer la relation III.3 comme vérifiée et donc valider les mesures d'allongements transverses. En conclusion, le tableau III.4 résume, pour l'ensemble du domaine quasi-statique, les propriétés mécaniques de l'empilement à 0° sollicité dans le sens trame.

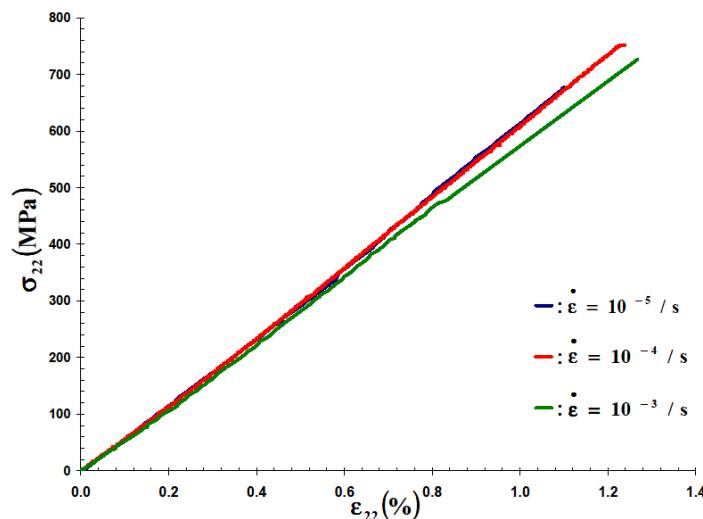


Figure III.5 – Contrainte vs déformation longitudinale, essais de traction dans le sens trame

Vitesse de sollicitation	$\dot{\epsilon}_{22} = 10^{-5} / s$ (courbe bleue)	$\dot{\epsilon}_{22} = 10^{-4} / s$ (courbe rouge)	$\dot{\epsilon}_{22} = 10^{-3} / s$ (courbe verte)
$E_2(\text{GPa})$	62,672±1,943	64,547±3,755	62,931±5,249
$\nu_{21} (-)$	0,0432±0,0092	0,0440±0,0246	0,0574±0,0173
$\sigma_{22}^R(\text{MPa})$	639,685±56,492	666,884±74,320	620,770±92,073
$\epsilon_{22}^R (\%)$	1,001±0,108	1,030±0,185	0,999±0,235

Tableau III.3 – Bilan des propriétés mécaniques en traction du composite tissé satin 5 carbone/PPS constitué de 7 plis à 0° dans le sens chaîne pour différentes vitesses de sollicitation

Propriétés	Moyenne	Ecart-type
$E_2(\text{GPa})$	63,383	3,483
$\nu_{21} (-)$	0,0521	0,0119
$\sigma_{22}^R(\text{MPa})$	642,446	68,564
$\epsilon_{22}^R (\%)$	1,010	0,160

Tableau III.4 – Bilan des propriétés mécaniques en traction du composite tissé satin 5 carbone/PPS constitué de 7 plis à 0° dans le sens chaîne pour l'ensemble du domaine quasi-statique

III.2.3.3 Essais de traction à 45° ou essais de cisaillement plan

A 45°, trois essais de traction par vitesse de sollicitation ont été réalisés. Du fait des allongements longitudinaux importants (proche de 7mm), mesurés lors des essais, comparés à la base de mesure initiale du capteur, l'hypothèse des petites perturbations ($\epsilon < 5\%$) n'est plus valide. Nous devons donc travailler en contrainte et déformations dites vraies, définies par les formules suivantes [Gourgues-Lorenzon, 2010] :

$$\epsilon_{\text{vraie}} = \int_{l_0}^l \delta l / l = \ln(l/l_0) = \ln((\Delta l + l_0)/l_0) = \ln(1 + \Delta l/l_0) = \ln(1 + \epsilon_n) \quad (\text{III.7})$$

$$\sigma_{\text{vraie}} = F/S = Fl/(S_0 l_0) = F(\Delta l + l_0)/(S_0 l_0) = F/S_0(1 + \Delta l/l_0) = \sigma_n(1 + \epsilon_n) \quad (\text{III.8})$$

Avec F la force mesurée, Δl l'allongement mesuré, S_0 la section transversale initiale et l_0 la base de mesure initiale du capteur extensométrique.

Pour la relation III.8, l'hypothèse de la conservation du volume a été faite ainsi $Sl=S_0l_0$. (III.9)

La figure III.7 illustre la nécessité d'utiliser les notations dites vraies afin de ne pas sous-estimer la contrainte et surestimer la déformation lors d'un essai de traction à 45°. Les contraintes et déformations vraies font distinctement apparaître la rigidification du comportement à partir de 5% de déformation. On a donc une meilleure description de la partie non-linéaire.

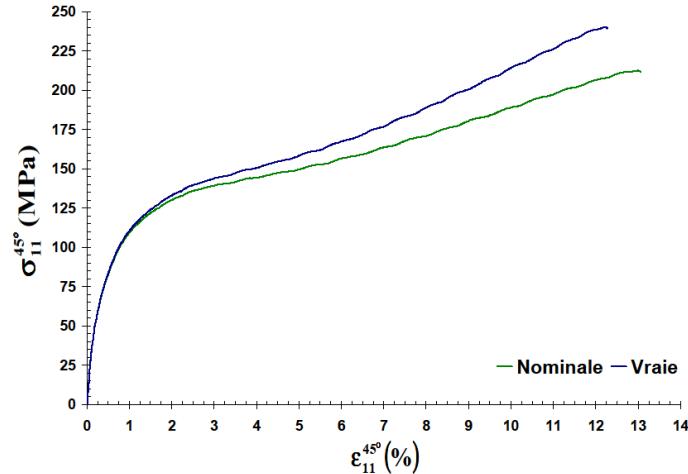


Figure III.7 – Comparaison entre nominale et vraie, essais de traction à 45°

A 45°, les notations suivantes sont adoptées :

- $\sigma_{11}^{45^\circ}$ pour la contrainte vraie suivant l'axe de sollicitation ;
- $\epsilon_{11}^{45^\circ}$ pour la déformation vraie suivant l'axe de sollicitation ;
- $\epsilon_{22}^{45^\circ}$ pour la déformation vraie perpendiculaire à l'axe de sollicitation ;
- G_{12} pour le module de cisaillement ;
- τ_{12} pour la contrainte tangentielle ;
- γ_{12} pour l'angle de glissement.

La moyenne des résultats est présentée sur la figure III.8. A contrario des éprouvettes sollicitées dans les sens chaîne et trame, toutes les courbes expérimentales présentent un comportement linéaire puis, au delà d'un certain seuil (environ 100MPa), non-linéaire avec rupture dans la longueur utile après striction. Ces essais mettent aussi en évidence, dans le domaine quasi-statique, la dépendance de la partie non-linéaire du comportement vis-à-vis de la vitesse de sollicitation. De plus, il y a rigidification du comportement à partir de 5% de déformation longitudinale. En effet, suivant cet angle découpé, la charge est reprise principalement par la matrice du composite [Vieille *et al.*, 2009]. Il est donc logique d'observer un comportement comparable à celui d'un polymère semi-cristallin [Ehrenstein, 2000].

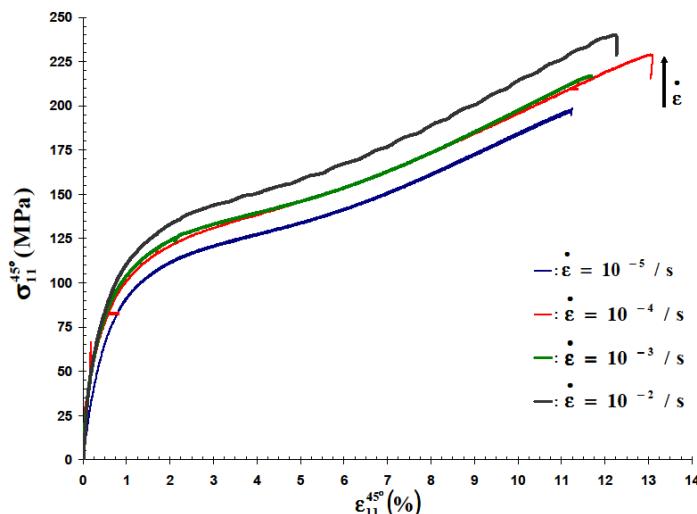


Figure III.8 – Contrainte vs déformation, essais de traction à 45°

III. Identification de la matrice de rigidité

Ces essais permettent de déterminer les propriétés mécaniques en cisaillement dans le plan (1,2) au moyen des relations suivantes :

$$\tau_{12} = F / 2S = \sigma_{11}^{45^\circ} / 2 \quad (\text{III.10}) \quad \text{et} \quad \gamma_{12} = \varepsilon_{11}^{45^\circ} - \varepsilon_{22}^{45^\circ} \quad (\text{III.11})$$

Or le module de cisaillement G_{12} par définition est tel que $G_{12} = \tau_{12} / \gamma_{12}$. (III.12)

On en déduit que $G_{12} = \sigma_{11}^{45^\circ} / (2(\varepsilon_{11}^{45^\circ} - \varepsilon_{22}^{45^\circ}))$. (III.13)

Cette relation linéaire n'est valable que dans le domaine élastique. Il faut donc fixer de façon la plus objective possible la fin du domaine linéaire, notée Re_{12} , sur la courbe contrainte - déformation. Nous proposons de la définir comme étant le point où la valeur de l'indice de corrélation d'une régression linéaire passant par zéro est maximum. Nous le noterons par la suite r . Il est défini comme la racine carré de la part de variance expliquée par rapport à la variance totale et donc par la formule suivante :

$$r = \sqrt{1 - SCR / SCT} \quad (\text{III.14})$$

Avec SCR la somme des carrés des résidus et SCT la somme des carrés totale.

Cela signifie graphiquement quand l'indice de corrélation est égale à un alors les points de la courbe sont parfaitement alignés sur la droite de régression. Dans le cadre d'un essai de traction à 45° (figure III.9), nous constatons que la valeur du coefficient tend rapidement vers un puis diminue avant d'augmenter à nouveau. Ainsi le maximum de l'indice de corrélation indique de façon explicite la fin du domaine linéaire et donc du domaine élastique. Nous pouvons après-en calculer pour l'ensemble des essais le module de cisaillement G_{12} .

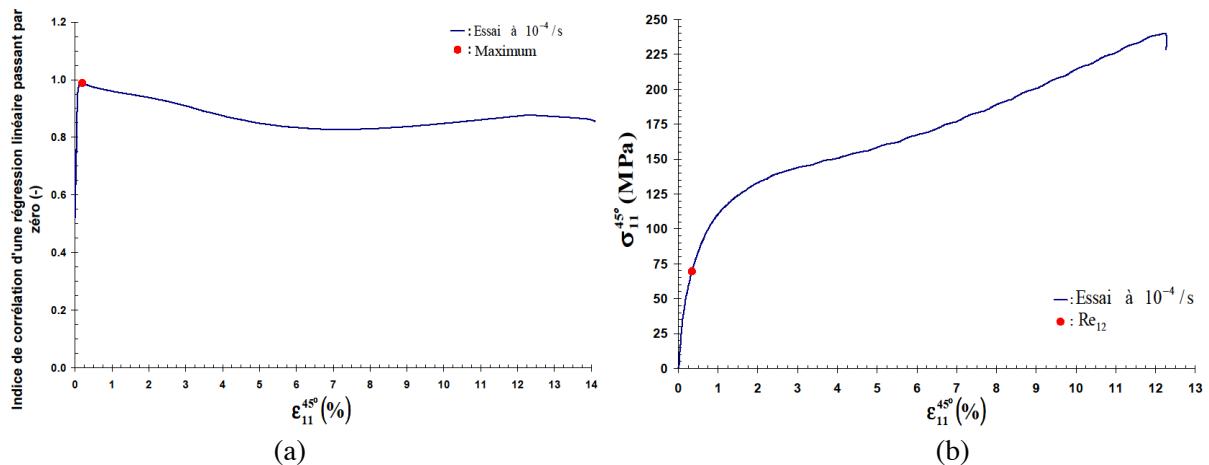


Figure III.9 – Détermination de la fin du domaine linéaire pour un essai de traction à 45° , (a) Coefficient de détermination de la régression linéaire passant par zéro vs déformation, (b) Contrainte vs déformation pour le même essai

Les propriétés mécaniques déduites des essais de traction à 45° sont récapitulées dans le tableau III.5. Du fait de la dispersion expérimentale, il nous semble que dans le domaine quasi-statique, l'influence de la vitesse de sollicitation sur la valeur du module de cisaillement G_{12} ne soit pas manifeste. Par la suite, nous supposerons cette valeur indépendante du temps. Ainsi nous ne considérons l'apport de la viscosité de la résine que dans la partie non-linéaire de la courbe contrainte - déformation lors sa modélisation. La valeur moyenne du module de cisaillement est très proche de la valeur du module d'Young de la résine thermoplastique donnée dans la littérature [Verdeau, 1988], [Aucher, 2009]. On note que les autres propriétés mécaniques sont peu dispersées. En conclusion, le tableau III.6 résume, pour l'ensemble du domaine quasi-statique, les propriétés mécaniques de l'empilement à 0° sollicité dans le sens trame.

III. Identification de la matrice de rigidité

Si la mesure de l'allongement transverse est irréalisable alors le module de cisaillement G_{12} peut être déduit à partir du module d'élasticité suivant l'axe de sollicitation, noté $E_{11}^{45^\circ}$, mesuré lors de l'essai à 45° et des valeurs moyennes obtenues lors des essais de traction dans les sens chaîne et trame. En effet, on a d'après [Renard, 2005] :

$$G_{12} = \left(4/E_{11}^{45^\circ} - 1/E_{11} - 1/E_{22} + 2v_{12}/E_{11} \right)^{-1} \quad (\text{III.15})$$

Par cette méthode, on obtient, pour l'ensemble du domaine quasi-statique, une valeur moyenne de G_{12} égale à 4,332 GPa. Alors que celui obtenu par la relation III.12 est égale à 3,971 GPa soit un écart relatif d'environ 9%. Etant donné que la relation III.14 est dépendante des incertitudes liés à trois essais distincts, ce résultat est plus que satisfaisant.

Vitesse de sollicitation	$\dot{\varepsilon}_{11}^{45^\circ} = 10^{-5} / \text{s}$ (courbe bleue)	$\dot{\varepsilon}_{11}^{45^\circ} = 10^{-4} / \text{s}$ (courbe rouge)	$\dot{\varepsilon}_{11}^{45^\circ} = 10^{-3} / \text{s}$ (courbe verte)	$\dot{\varepsilon}_{11}^{45^\circ} = 10^{-2} / \text{s}$ (courbe noire)
$G_{12}(\text{GPa})$	$3,368 \pm 0,250$	$3,752 \pm 0,469$	$4,003 \pm 0,751$	$4,821 \pm 1,241$
$Re_{12}(\text{MPa})$	$31,229 \pm 8,094$	$33,533 \pm 4,054$	$34,359 \pm 6,473$	$37,884 \pm 4,633$
$\gamma e_{12}(\%)$	$0,992 \pm 0,063$	$0,880 \pm 0,136$	$0,931 \pm 0,316$	$0,907 \pm 0,370$
$\tau_{12}^R(\text{MPa})$	$107,767 \pm 14,720$	$120,201 \pm 4,867$	$119,433 \pm 16,976$	$131,441 \pm 11,539$
$\gamma_{12}^R(\%)$	$25,325 \pm 4,269$	$25,792 \pm 7,245$	$28,993 \pm 1,788$	$32,806 \pm 4,619$

Tableau III.5 – Bilan des propriétés mécaniques en traction du composite tissé satin 5 carbone/PPS constitué de 7 plis à 0° découpé à 45° pour différentes vitesses de sollicitation

Propriétés	Moyenne	Ecart-type
$G_{12}(\text{GPa})$	3,971	0,858
$Re_{12}(\text{MPa})$	34,207	5,671
$\gamma e_{12}(\%)$	0,924	0,276
$\tau_{12}^R(\text{MPa})$	118,161	12,960
$\gamma_{12}^R(\%)$	26,690	7,076

Tableau III.6 – Bilan des propriétés mécaniques en traction du composite tissé satin 5 carbone/PPS constitué de 7 plis à 0° découpé à 45° pour l'ensemble du domaine quasi-statique

III.3 Essais de compression dans l'épaisseur sur disque

III.3.1 Objectifs

Pour déterminer les modules élastiques du composite à sept plis drapés à 0° dans l'épaisseur, à l'état sain (étuvage à 70°C pendant quelques jours avant essai) et à température ambiante, un nombre significatif d'essais de compression sur disque ont été réalisés.

III.3.2 Eprouvettes et moyens d'essais

III.3.2.1 Eprouvettes

Pour les essais de compression dans l'épaisseur, les éprouvettes utilisées sont des disques de diamètre égale à 18mm afin d'y inclure au moins deux fois le motif représentatif répétitif du tissu satin 5 (figure III.10) [Kim *et al.*, 2010]. Les échantillons sont réalisés par carottage sous eau.



Figure III.10 – Eprouvette de compression de 18mm de diamètre (échelle 1/4)

III.3.2.2 Moyens d'essais

Le disque est placé au centre de deux plateaux de compression montés sur une machine Instron équipée d'une cellule de charge de 10 000daN (figure III.11). Le déplacement entre les plateaux de compression est mesuré par un LVDT. Afin de rester dans le domaine quasi-statique, tous les essais sont effectués à une faible et constante vitesse de traverse (égale à 0.1mm/min équivalent à une vitesse de déformation de $10^{-3}/s$). Pour ne pas détériorer la cellule de charge, les essais sont arrêtés au voisinage de la charge maximum (soit 9 900daN équivalents à une contrainte de 370 MPa). Pour limiter au mieux l'effet des forces de frottement, chaque éprouvette est lubrifiée avant essai au moyen d'une huile de synthèse.

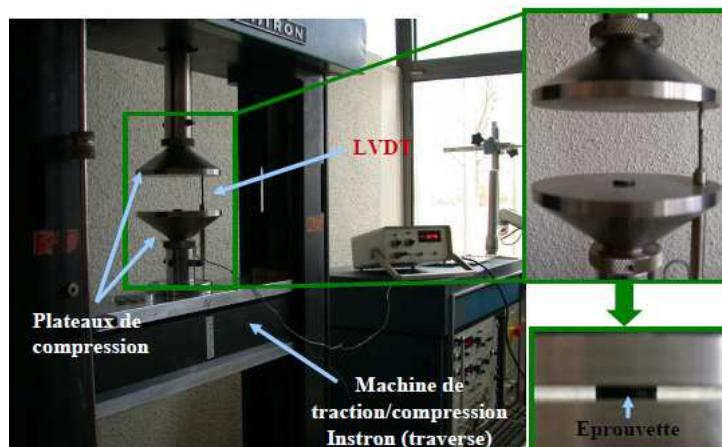


Figure III.11 – Dispositif expérimental de compression

III.3.3 Résultats expérimentaux

Neuf essais de compression dans l'épaisseur sur disque ont été réalisés. La force et le déplacement mesurés lors de l'essai permettent de calculer la contrainte σ_{nc} et la déformation ϵ_{nc} nominales de compression s'exerçant sur l'échantillon grâce aux formules suivantes :

$$\sigma_{nc} = 4F / \pi\phi_0^2 \quad (\text{III.16}) \quad \text{et} \quad \epsilon_{nc} = d / e_0 \quad (\text{III.17})$$

Avec F la force mesurée, ϕ_0 le diamètre initial de l'éprouvette, d le déplacement mesuré par le LVDT et e_0 l'épaisseur initiale du disque.

Lors des essais, les déplacements mesurés par le LVDT seront avérés conséquents (proche de 0,15mm) par rapport à l'épaisseur du composite (égale à 2,22mm). Nous avons donc décidé de travailler en contrainte et déformation vraies en injectant dans les relations III.7 et III.8, les deux formules précédentes. L'ensemble des résultats est présenté sur la figure III.12.

Pour les essais de compression, les notations suivantes sont adoptées :

- σ_{33} pour la contrainte vraie de compression ;
- ϵ_{33} pour la déformation vraie de compression ;
- R pour la rigidité telle que $R=F/d$;
- E_3 pour le module d'élasticité ;
- σ_{33}^{\max} pour la contrainte maximale ;
- ϵ_{33}^{\max} pour la déformation maximale imposée.

Sur la figure III.12a, les débuts de chacune des courbes sont faussés par la mise en place des plateaux de compression et des forces de frottements. A partir d'une contrainte inférieure à -30MPa, ce phénomène disparaît et jusqu'à l'arrêt de l'essai vers -370MPa, l'ensemble des échantillons ont un comportement linéaire avec un coefficient de corrélation d'une régression linéaire pratiquement égale à un. Pour faciliter le traitement des données d'essais, le début des courbes a été approximé par une régression linéaire (figure III.12b). Le module d'élasticité E_3 sera donc déterminé, comme la pente de la courbe contrainte - déformation, pour des contraintes comprises entre -50MPa et -350MPa (matérialisées par des traits pointillés rouges). De plus aucun endommagement, même au niveau de l'interface fibre/matrice, n'a été observé au sein des disques testés (voir figure III.13).

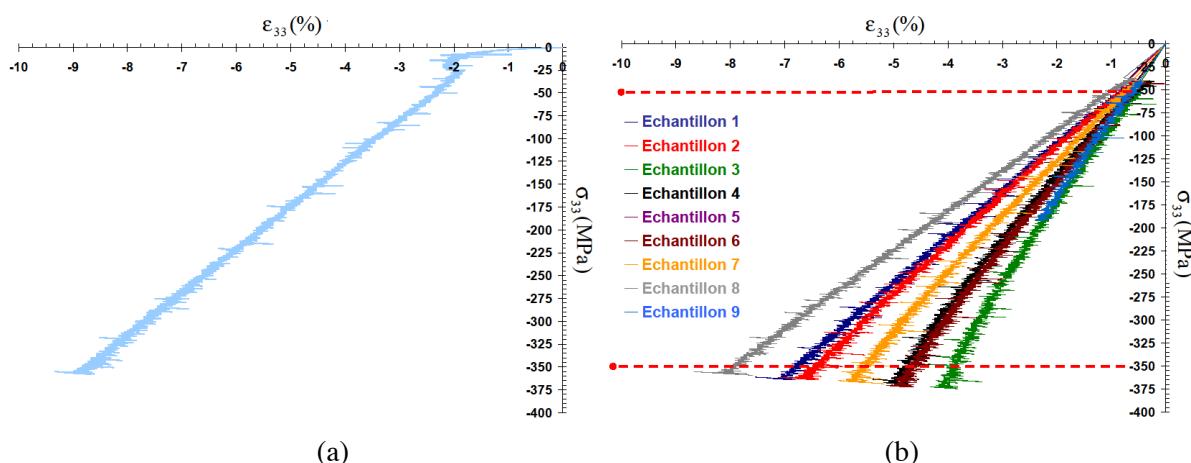


Figure III.12 – Contrainte vs déformation, essais de compression dans l'épaisseur sur disque :
(a) Courbe brute, (b) Courbes traitées

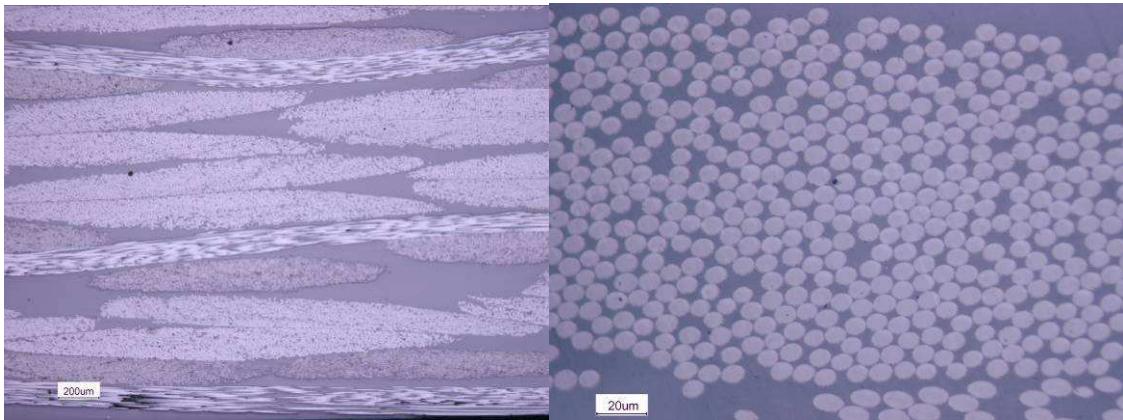


Figure III.13 – Observations par microscopie optique après un essai de compression

D'après [Qi *et al.*, 2004], le rapport entre l'épaisseur et le diamètre de l'éprouvette, noté λ , est le paramètre essentiel de cet essai ($\lambda = e_0 / \phi_0$). Ainsi il doit être compris entre 0,5 et 1. La borne supérieure permet d'éviter un flambage potentiel de l'échantillon. Tandis que la borne inférieure permet de limiter la contribution des forces de friction dues à l'interaction entre les plateaux métalliques et le matériau composite. Or dans notre cas, nous avons un rapport λ égal 0.117. Pour l'augmenter, il faudrait soit diminuer le diamètre ce qui est impossible à cause de la taille du motif élémentaire répétitif du satin 5, soit augmenter l'épaisseur ce qui est aussi impossible car les plaques dont nous disposons sont toutes constituées uniquement de sept plis. Pour y parvenir, nous avons superposé plusieurs éprouvettes. A partir de quatre carottes superposées (voir figure III.14), l'effet des forces de friction, sur le début de la courbe contrainte – déformation, s'estompe mais ne disparaît pas complètement. Dans la zone où nous avons déterminé le module d'élasticité E_3 le comportement reste inchangé avec néanmoins un signal plus net. Nous constatons que plus on superpose d'éprouvettes, plus le module élastique tend vers le maximum déduit des essais sur une seule carotte. Cette rigidification est due à l'alignement des carottes les unes par rapport aux autres (voir tableau III.7). Ainsi, ces essais démontrent que les forces de friction n'ont pas une incidence majeure sur notre approche pour déterminer le module d'élasticité E_3 ainsi les résultats précédents sont validés.

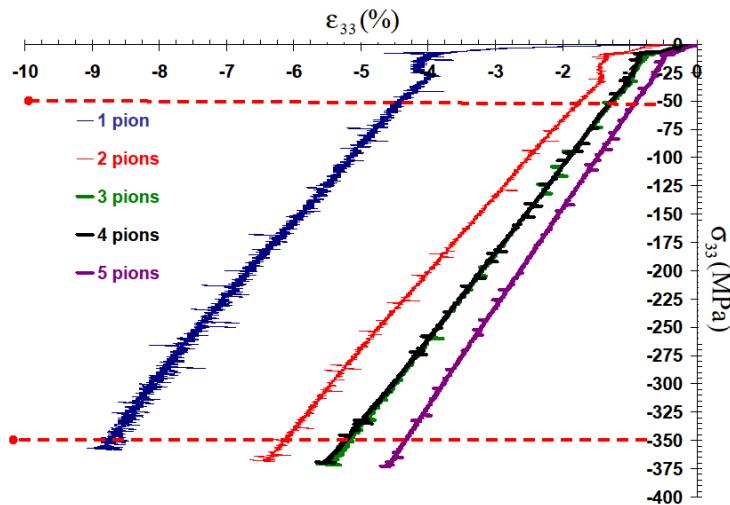


Figure III.14 – Contrainte vs déformation, essais de compression dans l'épaisseur avec plusieurs carottes superposées

III. Identification de la matrice de rigidité

Nombre de carottes	Ratio λ	Module d'élasticité E_3 (GPa)	Ecart-relatif par rapport à une carotte (%)	Indice de corrélation d'une régression linéaire
1	0,117	6,730	/	0,993
2	0,235	6,785	0,813	0,999
3	0,352	7,717	14,652	0,999
4	0,470	7,657	13,763	1,000
5	0,587	8,720	29,561	1,000

Tableau III.7 – Module d'élasticité du composite tissé satin 5 carbone/PPS constitué de 7 plis à 0° en fonction du rapport $\lambda = e_0 / \phi_0$

Les propriétés mécaniques déduites des essais de compression sont récapitulées dans le tableau III.8. La dispersion expérimentale est plus significative que pour les autres essais. En effet, il est difficile de positionner parfaitement l'éprouvette au centre des plateaux de compression et donc d'avoir un alignement idéal suivant l'axe de sollicitation.

Par une approche du type loi des mélanges, le module d'élasticité E_3 peut être approximé. Dans un tel cas, la tranche de l'échantillon est supposée comme étant formée simplement de trois strates ayant pour propriétés alternativement celles de la matrice puis celles du tissu 5 de fibres de carbone (voir figure III.15). La force de compression se transmettant entièrement de la matrice au tissu, il y a égalité des contraintes au sein de strates donc $\sigma_3 = \sigma_m = \sigma_t$. Par contre, les déformations respectives de la matrice et du tissu dépendent de leurs propriétés intrinsèques ainsi $\epsilon_m = \sigma_3 / E_m$ et $\epsilon_t = \sigma_3 / E_t$ avec E_m le module d'élasticité de la matrice égale à environ 2,3GPa et E_t le module d'élasticité du tissu égale environ à 122,50GPa.

La déformation totale des trois strates est égale à :

$$\epsilon_3 = (e_m \epsilon_m + e_t \epsilon_t) / (e_m + e_t) \quad (\text{III.18})$$

Avec e_m l'épaisseur de la matrice e_t et l'épaisseur du tissu.

Or les épaisseurs du tissu et de la matrice vérifient la fraction volumique de fibres du matériau composite, noté V_f égale à 50%.

On a donc :

$$\epsilon_3 = (1 - V_f) \epsilon_m + V_f \epsilon_t \quad (\text{III.19})$$

La contrainte et la déformation étant liées par le module d'élasticité E_3 , on obtient la relation suivante :

$$1/E_3 = (1 - V_f) / E_m + V_f E_t \quad (\text{III.20})$$

Ainsi le module d'élasticité E_3 peut être déduit de l'expression suivante :

$$E_3 = E_m / (1 + V_f (E_m / E_t - 1)) \quad (\text{III.21})$$

Par cette méthode simplificatrice, la valeur d' E_3 est égale à 4,52GPa soit un écart relatif de 32% par rapport à la valeur moyenne expérimentale. L'ordre de grandeur étant respecté, nous pouvons considérer nos essais comme valides. Ils démontrent que le tissu de satin 5 joue un rôle dans le comportement élastique du matériau composite suivant l'épaisseur. Nous faisons l'hypothèse que ce module d'élasticité déterminé en compression est équivalent à celui que nous aurions pu mesurer si nous avions réalisé un essai de traction. En conclusion, nous avons déterminé la valeur moyenne du module d'élasticité E_3 . Ces résultats pourraient être confirmés ou infirmés par des mesures de propagation d'ondes sonores à hautes fréquences par contact direct (figure III.16) [Chevalier, 2003].

Propriétés	Moyenne	Ecart-type
E_3 (GPa)	6,730	1,247
R (N/mm)	$9,019 \times 10^5$	$1,197 \times 10^5$
σ_{33}^{\max} (MPa)	-367,546	4,961
ϵ_{33}^{\max} (%)	-6,495	1,493

Tableau III.8 – Bilan des propriétés mécaniques en compression du composite tissé satin 5 carbone/PPS constitué de 7 plis à 0° dans le domaine quasi-statique

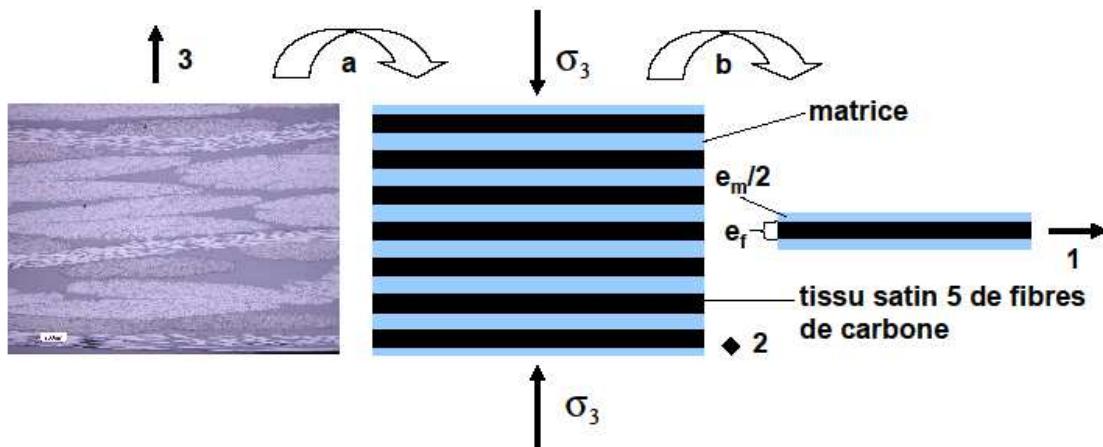


Figure III.15 – Représentations du composite tissé satin 5 carbone/PPS constitué de 7 plis à 0° lors d'un essai de compression

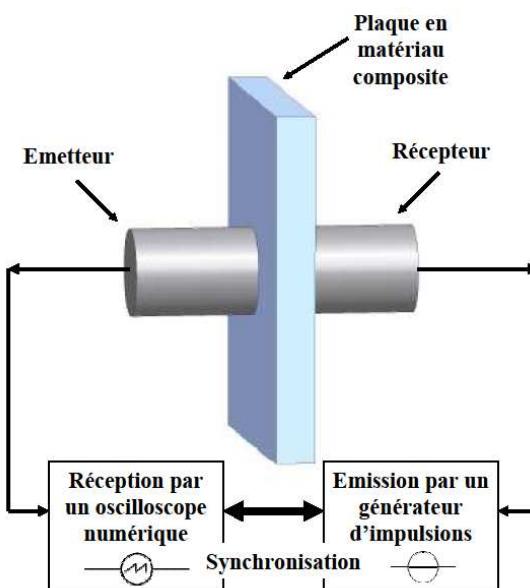


Figure III.16 – Schéma du banc de transmission des ondes sonores à hautes fréquences par contact direct

III.4 Essais de flexion trois points sur appuis rapprochés

III.4.1 Objectifs

Afin d'évaluer les modules de cisaillement G_{13} et G_{23} ainsi que les propriétés à rupture en cisaillement du composite à sept plis drapés à 0° , à l'état sain (étuvage à 70°C pendant quelques jours avant essai) et à l'ambiant, de nombreux essais de flexion trois points sur appuis rapprochés ou essais de cisaillement intralaminaire ont été accomplis.

III.4.2 Eprouvettes et moyens d'essais

III.4.2.1 Eprouvettes

Pour les essais de flexion trois points sur appuis rapprochés, les éprouvettes de forme rectangulaire, obtenues à l'aide d'une meule diamantée refroidie à l'eau, ont pour dimensions : 20mm x 10mm selon la norme EN 2563 (figure III.16).

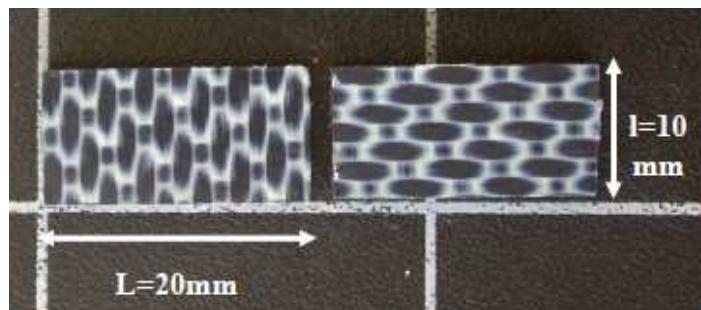


Figure III.16 – Eprouvettes de flexion trois à appuis rapprochés, découpées dans les sens chaîne et trame

III.4.2.2 Moyens d'essais

L'échantillon est placé au centre du montage spécifique aux essais de flexion, propre au Centre des Matériaux, monté sur une machine Instron équipée d'une cellule de charge de 2 500daN (figure III.17). La flèche de l'éprouvette est mesurée par un capteur LVDT placé au milieu des appuis fixes. Afin de rester dans le domaine quasi-statique, tous les essais sont effectués à une faible et constante vitesse de traverse (égale à 1mm/min équivalent à une vitesse de déformation de $10^{-3}/\text{s}$). Le dispositif de flexion trois points sur appuis rapprochés se caractérise par la taille des rayons constituant les appuis (ici égaux à 3mm) et la distance entre appuis (figure III.18). Celle-ci étant variable, nous en avons utilisé deux afin d'obtenir des rigidités différents pour mieux apprécier les modules d'élasticité. Dans un premier temps, la distance entre appuis a été fixée à 11mm soit environ cinq fois l'épaisseur de l'éprouvette. C'est la définition d'un essai de cisaillement intralaminaire [Krawczak, 1997]. Dans un second temps, la distance entre appuis a été fixée à 14,5mm soit environ six fois l'épaisseur de l'éprouvette.

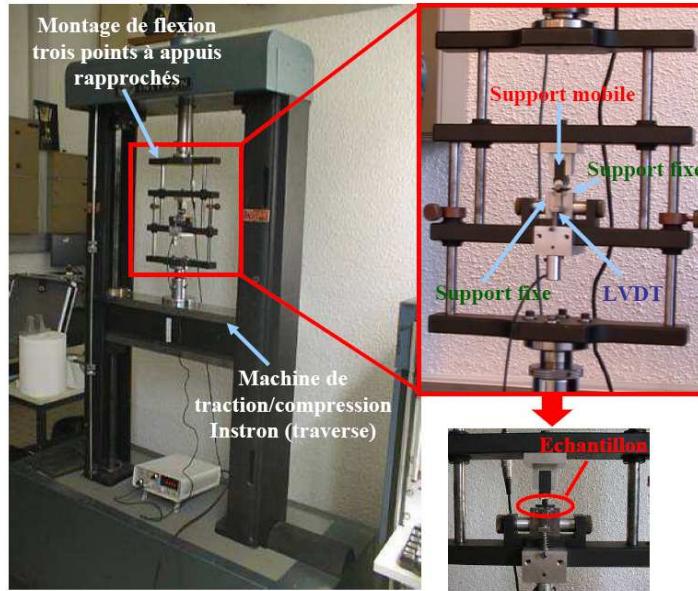


Figure III.17 – Dispositif expérimental de flexion trois points sur appuis rapprochés

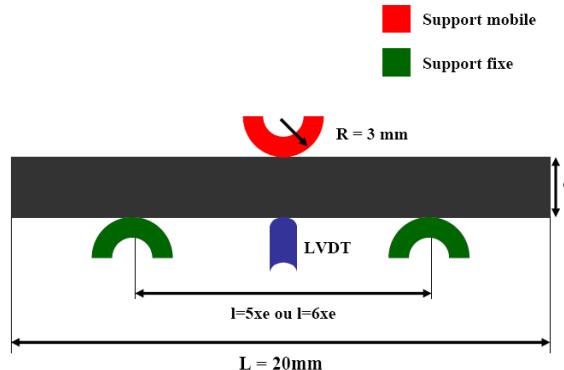


Figure III.18 – Schéma du système de flexion trois points sur appuis rapprochés

III.4.3 Résultats expérimentaux

Une vingtaine d'essais de flexion trois points sur appuis rapprochés ont été réalisées. Tous les résultats sont présentés sur les figures III.20 et III.21. Le début de l'ensemble des courbes est altéré par les jeux propres au montage. Cependant au delà d'une force égale à 200N, ces libertés s'estompent et on observe alors, pour l'ensemble des échantillons, un comportement linéaire. Les éprouvettes testées avec une distance entre appuis de 11mm s'avèrent être plus rigides que celles testées avec une distance entre appuis de 14,5mm (tableau III.8). Pour faciliter le traitement des données d'essais, le début des courbes a été approximé par une régression linéaire (voir figures III.22 et III.23). La rigidité de chaque essai, définie comme la pente de la courbe force - flèche, sera calculée dans le domaine linéaire. Quelle que soit la distance entre appuis et le sens de découpe, à partir d'un certain seuil, une non-linéarité apparaît. Pour la plus faible des distances entre appuis, cette non-linéarité est principalement due à des fissures qui engendrent des décohésions entre couches (voir figure III.24) liées à la qualité de l'interface fibre/matrice. On parle de fissures délaminantes. Pour la plus grande des distances entre appuis, la non-linéarité est essentiellement due à des ruptures successives en traction des torons des fibres de carbone se propageant de la surface en contact avec les supports fixes vers celle en contact avec le support mobile (figure III.25). Dans tous les cas, la non-linéarité du comportement entraîne rapidement un effondrement de la charge supportée. Afin de protéger le capteur LVDT, l'essai est alors arrêté.

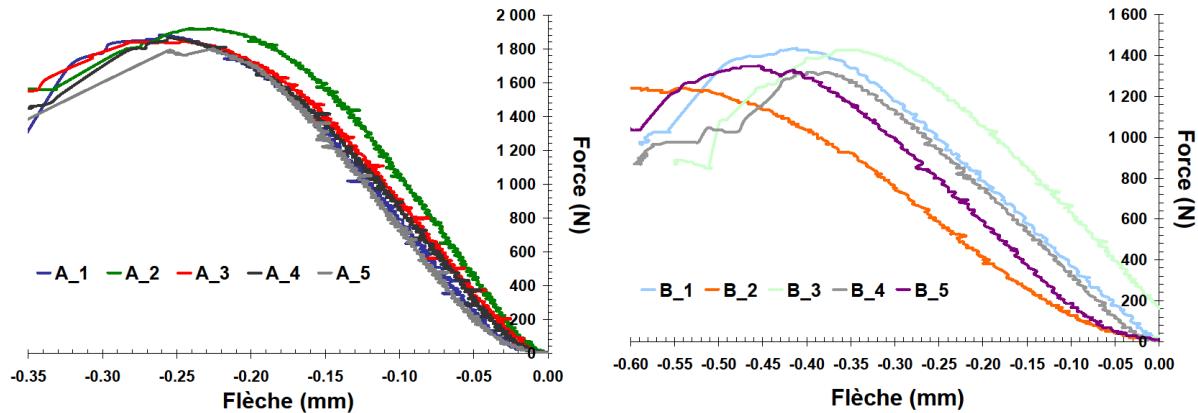


Figure III.20 – Force vs flèche brutes, essais de flexion trois points sur appuis rapprochés, sens **chaîne** (A=distance entre appuis de 11mm et B=distance entre appuis de 14,5mm)

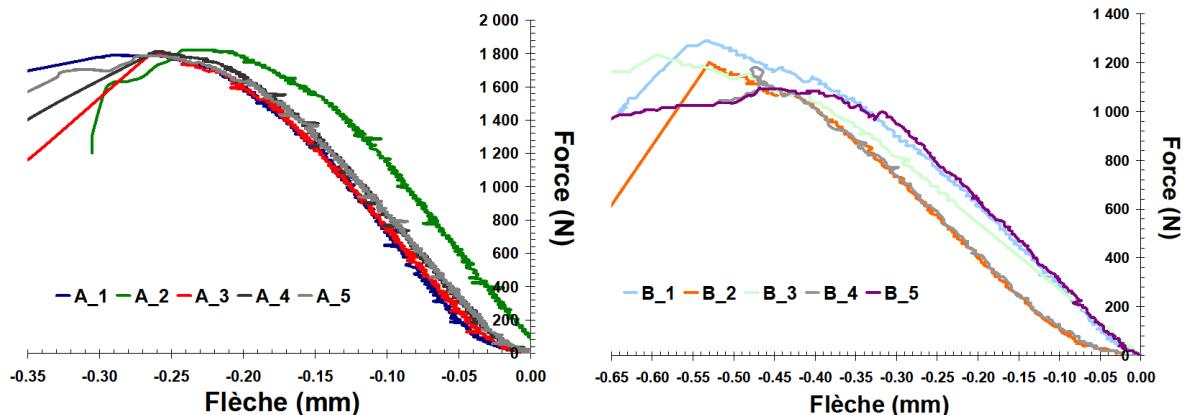


Figure III.21 – Force vs flèche brutes, essais de flexion trois points sur appuis rapprochés, sens **frame** (A=distance entre appuis de 11mm et B=distance entre appuis de 14,5mm)

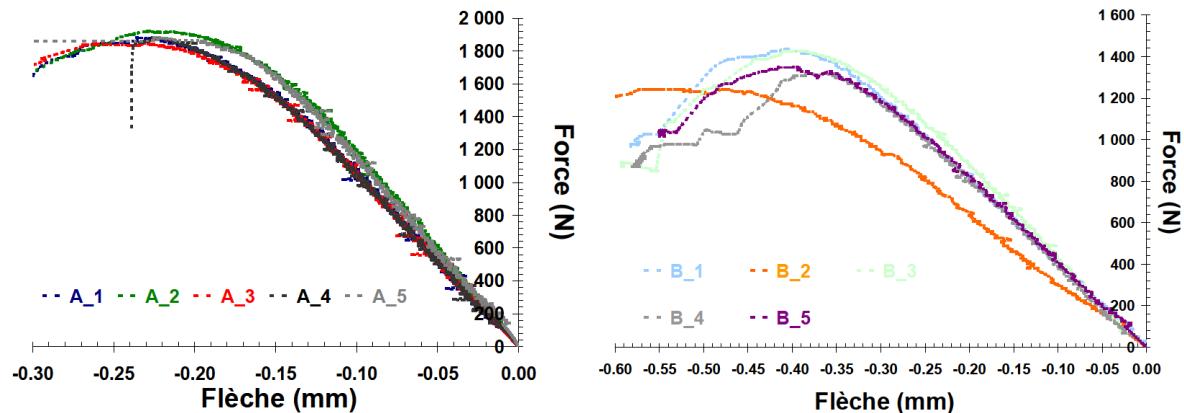


Figure III.22 – Force vs flèche traitées, essais de flexion trois points sur appuis rapprochés, sens **chaîne** (A=distance entre appuis de 11mm et B=distance entre appuis de 14,5mm)

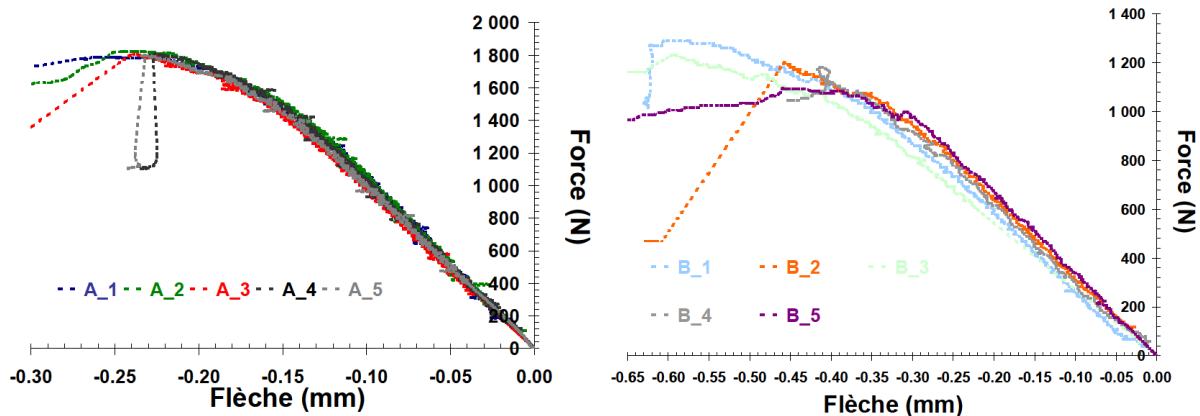


Figure III.23 – Force vs flèche traitées, essais de flexion trois points sur appuis rapprochés, sens trame (A=distance entre appuis de 11mm et B=distance entre appuis de 14,5mm)

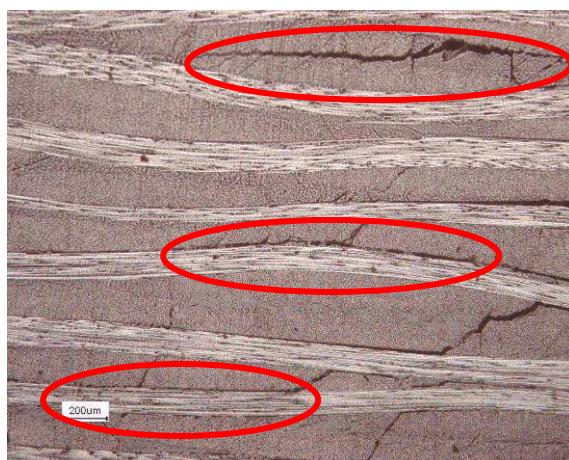
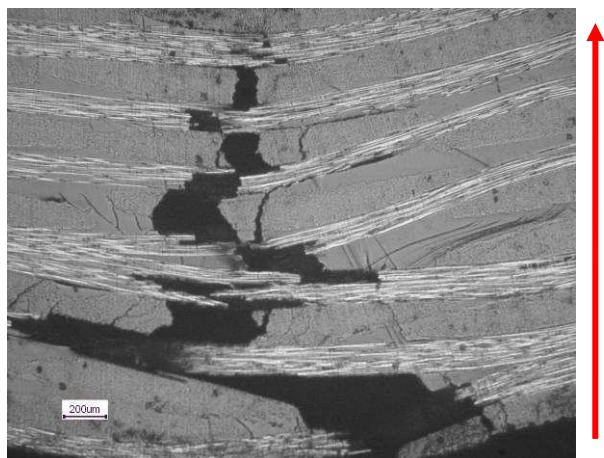


Figure III.24 – Décohésions des couches observées par microscopie optique après essais de flexions trois points pour une distance entre appuis de 11mm (en rouge les fissures délaminaantes)



Propagation
des ruptures de
la surface en
contact avec les
supports fixes
vers celle en
contact avec le
support mobile

Figure III.25 – Ruptures successives en traction des torons de fibres de carbone observées par microscopie optique après essais de flexion trois points pour une distance entre appuis de 14,5mm

Pour les deux distances entre appuis, le rapport d'élancement des éprouvettes est faible ($l/l_0 < 16$), la contribution des contraintes de cisaillement sur la déformée n'est donc pas négligeable. Il faut dans ce cas adopter une théorie non linéaire des poutres en grandes déformations. La flèche mesurée au centre de l'éprouvette, notée f_c , est alors liée à la force exercée et aux modules élastiques (respectivement de traction soit E et de cisaillement soit G) par la relation suivante [Renard, 2005] :

III. Identification de la matrice de rigidité

$$f_c = Fl^3 / 48EI_0 + Fl / 4GS_{r0} \quad (III.22)$$

Avec F la force mesurée lors de l'essai, I_0 le moment d'inertie et S_{r0} la section réduite d'effort tranchant à l'état initial, et l la distance entre appuis. Les deux constantes géométriques précédentes sont fixées par les formules suivantes : $I_0 = l_0 e_0^3 / 12$ (III.23) et $S_{r0} = 5l_0 e_0 / 6$ (III.24) où l_0 et e_0 sont respectivement la largeur et l'épaisseur initiales de l'éprouvette.

$$\text{La relation III.18 devient : } 4f_c l_0 e_0^3 / (Fl^3) = 1/E + 6e_0^2 / (5Gl^2) \quad (III.25)$$

f_c/F est l'inverse de la rigidité définie précédemment comme la pente de la courbe force-flèche dans sa partie linéaire. La relation (III.19) va donc dépendre des coefficients élastiques E_1 et G_{13} pour le sens chaîne, et des coefficients élastiques E_2 et G_{23} pour le sens trame.

$$\text{Dans le sens chaîne, on a : } 4f_c l_0 e_0^3 / (Fl^3) = 1/E_1 + 6e_0^2 / (5G_{13}l^2) \quad (III.26)$$

$$\text{Dans le sens trame, on a : } 4f_c l_0 e_0^3 / (Fl^3) = 1/E_2 + 6e_0^2 / (5G_{23}l^2) \quad (III.27)$$

On supposera E_1 et E_2 équivalents à ceux obtenus par essais de traction. A partir des relations III.25 et III.26, on est donc en mesure de déterminer les valeurs moyennes des modules de cisaillement G_{13} et G_{23} (tableau III.9). Elles seront ensuite validées par simulations numériques.

D'après la théorie des poutres, la contrainte normale (de traction ou de compression) notée σ_n et la contrainte de cisaillement notée τ ont respectivement pour expressions [Fanchon, 2001] :

$$\sigma_n = M_f y / I_0 \quad (III.22) \text{ et } \tau = T(e_0^2 / 4 - y^2) / (2I_0) \quad (III.28)$$

Avec M_f le moment fléchissant, T l'effort tranchant et y la distance par rapport au plan neutre (figure III.22).

Dans le cas d'un essai de flexion trois points, le moment fléchissant et l'effort tranchant sont parfaitement connus et dépendent de la force imposée au matériau (figure III.26). On a :

$$M_f = Fl / 4 \quad (III.24) \text{ et } T = F / 2 \quad (III.29)$$

La contrainte normale (de traction ou de compression) sera maximale pour la plus grande distance possible par rapport au plan neutre soit $y = e_0 / 2$ et sera égale à :

$$\sigma_{n\max} = \pm 3Fl / (2l_0 e_0^2) \quad (III.30)$$

La contrainte de cisaillement sera maximale au plan neutre soit $y = 0$ et sera égale à :

$$\tau_{\max} = 3F / (4l_0 e_0) \quad (III.31)$$

A partir des relations (III.28) et (III.29), nous avons pu déterminer les maximums atteints aussi bien en traction qu'en cisaillement au sein des échantillons (voir figures III.27 et III.28). Nous constatons qu'indépendamment de l'orientation de l'éprouvette, seulement celles sollicitées avec la plus grande des distances entre appuis développent des contraintes normales de traction proches voir supérieurs à celles déterminées par essais de traction. A contrario, uniquement celles sollicitées avec la plus petite des distances entre appuis développent les contraintes de cisaillement les plus élevées. Ainsi les clichés pris par microscopie optique des figures III.24 et III.25 sont corroborés. Néanmoins, il faut avoir conscience que ces deux composantes sont présents en même temps au sein de l'échantillon.

Il y a donc compétition entre la traction et le cisaillement entraînant des modes de ruptures parfois difficiles à analyser car mixtes. La contrainte maximale de cisaillement déduite par cet essai ne permet donc pas d'obtenir un admissible matériau [Whitney, 1985]. Par contre, c'est un indicateur adéquat pour juger de la qualité de l'adhésion fibre/matrice.

Pour les essais de flexion trois points sur appuis rapprochés°, les notations suivantes sont adoptées :

- R tel que $R = F/f_c$ pour la rigidité ;
- F_{\max} pour la force maximale ;
- $f_{c\max}$ pour la flèche atteinte à la force maximale ;
- $\sigma_{n\max}$ pour la contrainte normale de traction maximale ;
- τ_{\max} pour la contrainte de cisaillement maximale ;
- G_{13} et G_{23} pour les modules de cisaillement.

Le tableau III.10 récapitule les propriétés mécaniques déduites des essais de flexion trois points sur appuis rapprochés. La dispersion expérimentale est correcte. Nous constatons que les essais avec la plus faible des distances entre appuis sont resserrés autour de la moyenne car le placement de l'échantillon parfaitement au centre du montage est plus aisé. Pour la plus faible des distances entre appuis, la valeur maximale de la contrainte de cisaillement est équivalente à celle donnée par l'INSA Rouen [Aucher, 2009]. La caractérisation mécanique du cisaillement intralaminaire est donc conforme. Le sens de l'éprouvette n'a pas d'influence sur la valeur maximale de la contrainte maximale. Ainsi ces essais démontrent l'équivalence entre les modes II et III de délaminage. D'après le tableau III.11, les modules d'élasticité G_{13} et G_{23} sont du même ordre de grandeur que le module de cisaillement G_{12} . On peut déduire que le comportement mécanique en cisaillement dans l'épaisseur est lui-aussi piloté par la résine thermoplastique, le renfort ne jouant un rôle que par rapport à la composante normale de la sollicitation.

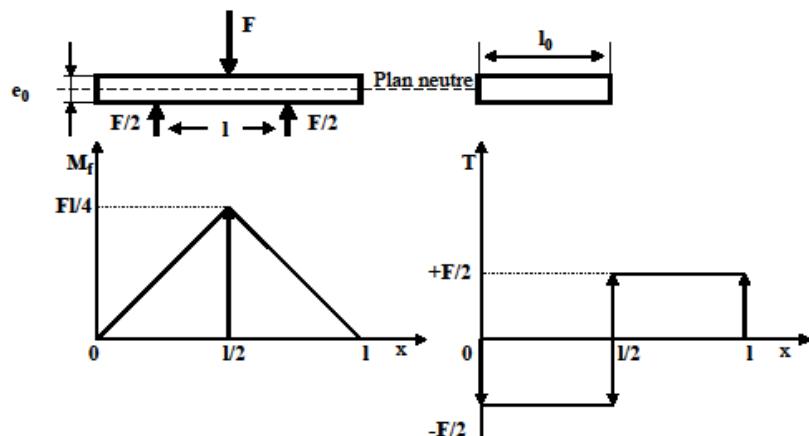


Figure III.26 – Répartition du moment fléchissant M_f et de l'effort tranchant T pour un essai de flexion trois points

III. Identification de la matrice de rigidité

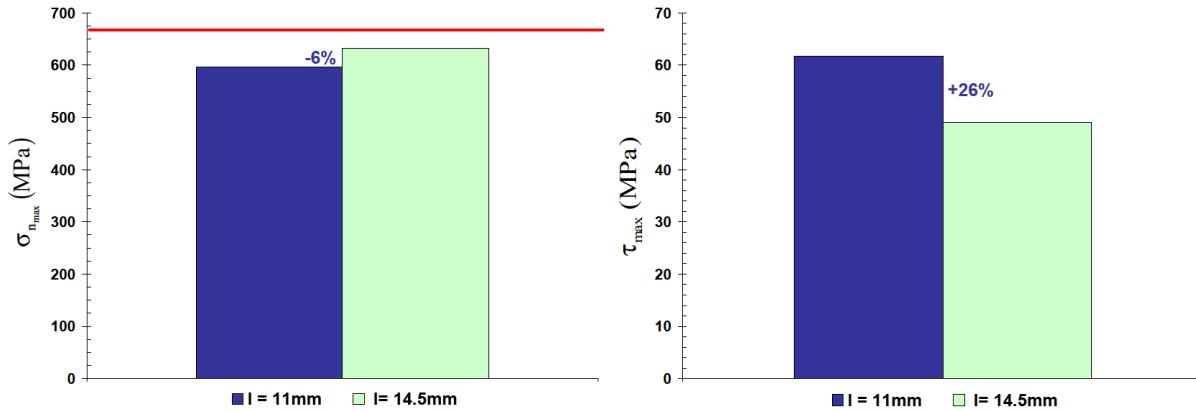


Figure III.27 – Contraintes maximales en traction et en cisaillement lors d’essais de flexions trois points vs distance entre appuis, **sens chaîne** (trait rouge : contrainte à rupture obtenue par essais de traction)

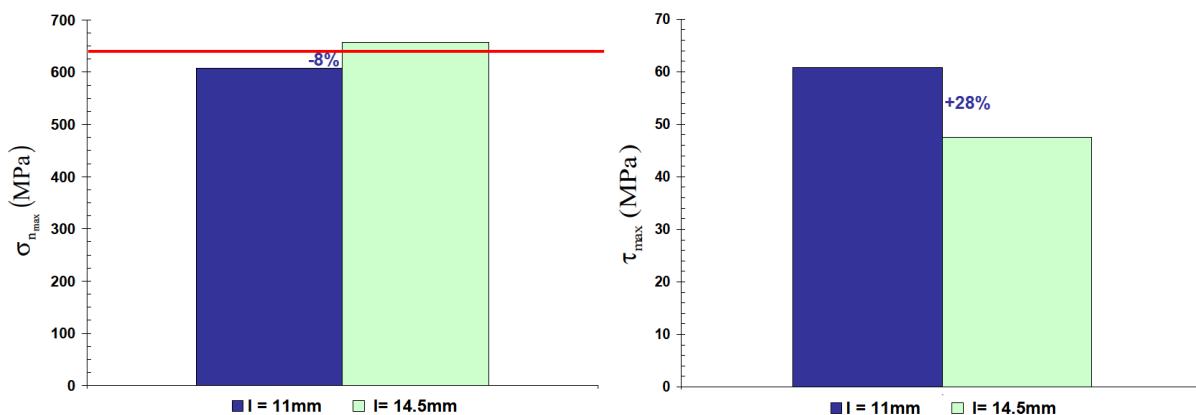


Figure III.28 – Contraintes maximales en traction et en cisaillement lors d’essais de flexions trois points vs distance entre appuis, **sens trame** (trait rouge : contrainte à rupture obtenue par essais de traction)

Sens	Chaîne		Trame	
	l=11mm	l=14,5mm	l=11mm	l=14,5mm
Distance entre appuis				
R(N/mm)	10 781,639±586,955	3 934,547±451,943	10 000,209±369,712	3 238,011±70,967
F_{max} (N)	1 862,796±44,952	1 351,562±84,117	1 803,714±13,934	1 199,219±71,563
f_{cmax} (mm)	-0,246±0,014	-0,421±0,090	-0,261±0,014	-0,448±0,051
σ_{nmax} (MPa)	582,816±16,236	604,816±31,419	580,465±15,450	597,818±41,512
τ_{max} (MPa)	60,555±1,570	46,804±2,518	59,193±0,916	43,574±2,944

Tableau III.9 – Bilan des essais de flexion trois points pour le composite tissé satin 5 carbone/PPS constitué de 7 plis à 0° découpé à dans les sens chaîne et trame pour deux distances entre appuis

Propriétés	Moyenne	Ecart-type
G₁₃ (GPa)	3,039	0,283
G₂₃ (GPa)	2,658	0,144

Tableau III.10 – Bilan des propriétés mécaniques en cisaillement déduites des essais de flexion trois points sur appuis rapprochés du composite tissé satin 5 carbone/PPS constitué de 7 plis à 0° dans le domaine quasi-statique

III.5 Conclusion

La quasi-totalité des composantes de la matrice de souplesse décrite au chapitre III.1 a été expérimentalement évaluée. Il ne reste plus qu'à déterminer les coefficients de Poisson v_{13} et v_{23} . Les essais de compression ont démontré que le tissu de satin 5 jouait un rôle dans le comportement élastique suivant l'épaisseur. Il est donc très probable qu'il en va de même pour le coefficient de poisson. La faible épaisseur des plaques de composite stratifié de sept plis drapés à 0° empêche l'amarrage d'un capteur extensométrique permettant de mesurer la contraction dans l'épaisseur lors d'un essai de traction et donc d'obtenir les coefficients de Poisson v_{13} et v_{23} (voir figure III.29). A défaut de mesure, ces constantes élastiques vont être approximées par une loi des mélanges (voir figure III.29). De plus, étant donné que les valeurs des modules de cisaillement G_{13} et G_{23} sont équivalents, nous supposerons les coefficients de Poisson v_{13} et v_{23} égaux. Dans ce cadre, la tranche de l'échantillon est supposée comme étant formée simplement de trois strates ayant pour propriétés alternativement celles de la matrice puis celles du tissu satin 5 de fibres de carbone (voir figure III.30). En traction, l'allongement longitudinal total de l'éprouvette est transmis intégralement à la matrice et au tissu de satin 5. Ainsi, les déformations respectives de la matrice et du tissu suivant l'axe de sollicitation (sens chaîne sur la figure III.30) sont identiques donc $\varepsilon_1 = \varepsilon_{1m} = \varepsilon_{1t}$. Les déformations dans l'épaisseur de chaque strate sont liées à leurs coefficients de Poisson respectifs ainsi $\varepsilon_{3m} = -v_m \varepsilon_{1m}$ et $\varepsilon_{3t} = -v_t \varepsilon_{1t}$ avec v_m le coefficient de Poisson de la matrice égale à 0,382 et v_t le coefficient de Poisson du tissu égale à 0,037 [Gay, 2005].

La déformation transversale totale des trois strates est égale à :

$$\varepsilon_3 = (e_m \varepsilon_{3m} + e_t \varepsilon_{3t}) / (e_m + e_t) \quad (\text{III.32})$$

Avec e_m l'épaisseur de la matrice e_t et l'épaisseur du tissu.

Or les épaisseurs du tissu et de la matrice vérifient la fraction volumique du tissu du matériau composite, noté V_t égale à 50%.

On a donc :

$$\varepsilon_3 = (1 - V_t) \varepsilon_{3m} + V_t \varepsilon_{3t} = -(1 - V_t) v_m \varepsilon_1 + V_t v_t \varepsilon_1 \quad (\text{III.33})$$

Par définition, on a :

$$\varepsilon_3 = -v_{13} \varepsilon_1 \quad (\text{III.34})$$

Ainsi le coefficient de Poisson v_{13} peut être déduit de l'expression suivante :

$$v_{13} = (1 - V_t) v_m + V_t v_t \quad (\text{III.35})$$

Et par hypothèse, on a également :

$$v_{23} = (1 - V_t) v_m + V_t v_t \quad (\text{III.36})$$

Par cette approximation, nous obtenons $v_{13} = v_{23} = 0,209$.

A l'état sain et à température ambiante, la matrice moyenne de souplesse, notée $S_{c/pps}$, du composite étudié (un stratifié de sept plis drapés à 0°, et constitué d'une résine thermoplastique PPS et d'un tissu de type satin 5 de fibres de carbone) est donc égale à :

$$S_{c/pps} = \begin{pmatrix} 1/60,592 & -0,048/60,592 & -0,209/60,592 & 0 & 0 & 0 \\ -0,048/60,592 & 1/63,383 & -0,209/63,383 & 0 & 0 & 0 \\ -0,209/60,592 & -0,209/63,383 & 1/6,730 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 1/2,658 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 1/3,039 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 1/3,971 \end{pmatrix} \text{GPa}$$

III. Identification de la matrice de rigidité

La matrice moyenne de rigidité notée $R_{c/PPS}$, nécessaire aux simulations numériques, est déterminée par inversion de la matrice de souplesse. Ce tenseur permettra simuler le comportement élastique de n'importe quel empilement par simple rotation. Nous l'évaluons à :

$$R_{c/PPS} = \begin{pmatrix} 61,066 & 3,378 & 1,493 & 0 & 0 & 0 \\ 3,378 & 63,865 & 1,496 & 0 & 0 & 0 \\ 1,493 & 1,496 & 6,798 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 2,658 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 3,039 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 3,971 \end{pmatrix} \text{ GPa}$$

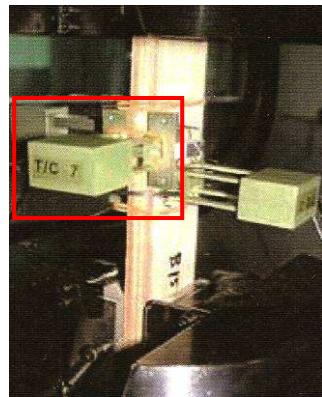


Figure III.29 – Instrumentation d'une éprouvette de traction avec trois capteurs extensométriques permettant de mesurer les déplacements dans les trois directions (rectangle rouge : celui chargé de la mesure de la contraction de l'éprouvette lors de l'essai)

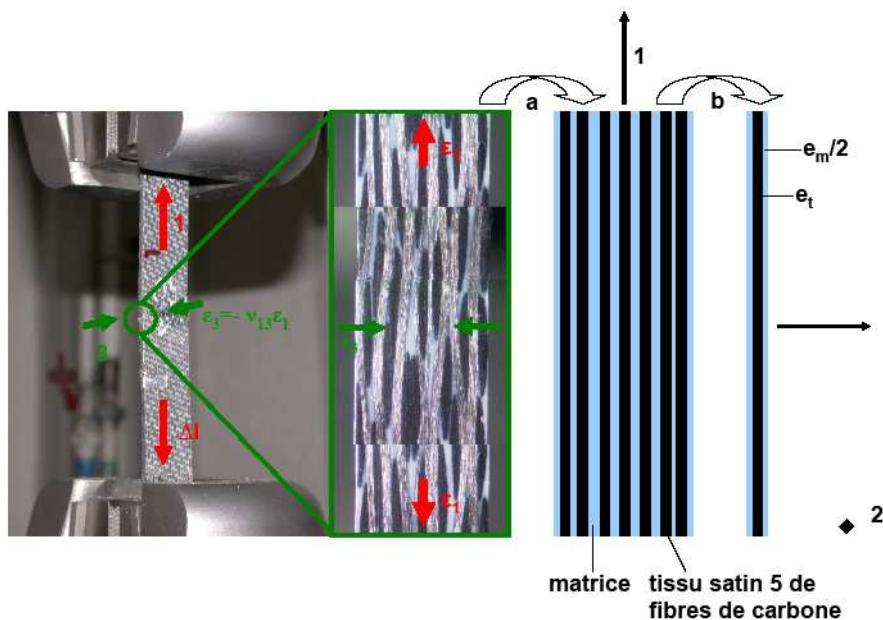


Figure III.30 – Représentations du composite tissé satin 5 carbone/PPS constitué de 7 plis à 0° lors d'un essai de traction

Références Bibliographiques

- [Aucher, 2009] Aucher, J. (2009). Etude comparative du comportement de composites à matrice thermoplastique ou thermodurcissable. Manuscrit de thèse de l’Institut National des Sciences Appliquées de Rouen.
- [Chevalier, 2003] Chevalier, Y. (2003). Essais dynamiques sur composites : Caractérisation aux hautes fréquences. Techniques de l’ingénieur, N° AM5401.
- [De Baere *et al.*, 2009] De Baere, I., Van Paepegem, W., Degrieck, J. (2009). On the nonlinear evolution of the Poisson’s ratio under quasi-static loading for a carbon fabric-reinforced thermoplastic. Part I: Influence of the transverse strain sensor. *Polymer Testing*, Vol. 28, N° 3, pp. 324-330.
- [Ehrenstein, 2000] Ehrenstein, G.W., Montagne, F. (2000). Matériaux Polymères, structure, propriétés et applications. Hermès.
- [Fanchon, 2001] Fanchon, J.-L. (2001). Guide de mécanique. Sciences et technologies industrielles. Nathan.
- [Gay, 2005] Gay, D. (2005). Matériaux composites. Hermès
- [Gourgues-Lorenzon, 2010] Gourgues-Lorenzon, A., Haudin, J. (2010). Matériaux pour l’ingénieur. Transvalor – Presses des Mines.
- [Krawczak, 1997] Krawczak, P. (1997). Essais des plastiques renforcés. Technique de l’ingénieur, N° AM5405.
- [Kim *et al.*, 2010] Kim, B.C., Park, D.C., Kim, B.J., Lee, D.G. (2010). Through-thickness compressive strength of a carbon/epoxy composite laminate. *Composite Structures*, Vol. 92, N° 2, pp.480-487.
- [Qi *et al.*, 2004] Qi, H.J., Boyce, M.C. (2004). Stress-strain behavior of thermoplastic polyurethanes. *Mechanics of Materials*, Vol. 37, N° 8, pp. 817-839
- [Renard, 2005] Renard, J. (2005). Elaboration, microstructure et comportement des matériaux composites à matrice polymère. *Traité MIM – Mécanique et Ingénierie des Matériaux*, série polymères. Hermès.
- [Ryton, 2002] Ryton®. (2002). Adhesives and Paints for Ryton Polyphenylene Sulfide. Technical Service Memorandum n°283.
- [Verdeau, 1988] Verdeau, C. (1988). Influence des conditions d’élaboration sur la zone interfaciale de matériaux composites hautes performances à matrice thermoplastique. Manuscrit de thèse de l’Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- [Vieille *et al.*, 2009] Vieille, B., Aucher, J., Taleb, L. (2009) Influence of the temperature on the behavior of carbon fiber fabrics reinforced PPS laminates. *Materials Science and Engineering A*, Vol. 517, N° 1-2, pp. 51-60
- [Withney *et al.*, 1985] Withney, J.M., Nuismer, R.J. (1985). On short-beam shear tests for composite materials. *Experimental Mechanics*, Vol. 25, N° 3, pp. 294-300.

Chapitre IV

Description du comportement non-linéaire des éprouvettes découpées à 45°

Dans ce chapitre, nous présentons la méthode expérimentale mis en place afin de sélectionner le modèle le plus approprié pour simuler au mieux le comportement non-linéaire observé lors des essais de traction sur éprouvettes découpées à 45°.

Sommaire

IV.1 Essais de charges-décharges	43
IV.1.1 Objectifs	43
IV.1.2 Eprouvettes et moyens d'essais	43
IV.1.3 Résultats expérimentaux	44
IV.2 Essais sur banc de torsion	47
IV.2.1 Objectifs	47
IV.2.2 Eprouvettes et moyens d'essais	47
IV.2.3 Résultats expérimentaux	49
IV.3 Essais de fluage-recouvrance.....	51
IV.3.1 Objectifs	51
IV.3.2 Eprouvettes et moyens d'essais	51
IV.3.3 Résultats expérimentaux	52
IV.5 Essais de charges-relaxations	56
IV.5.1 Objectifs	56
IV.5.2 Eprouvettes et moyens d'essais	56
IV.5.3 Résultats expérimentaux	57
IV.6 Conclusion	62

IV.1 Essais de charges-décharges

IV.1.1 Objectifs

Afin de s'assurer du caractère irréversible ou non des déformations dans la partie non-linéaire du comportement en traction des éprouvettes à 45°, des essais de charges-décharges ont été réalisés à l'état sain (étuvage de quelques jours à 70°C) et à l'ambiant. De plus, l'effet de la vitesse de sollicitation sur les phénomènes dissipatifs (viscosité, endommagement) révélés par ces essais a été étudié.

IV.1.2 Eprouvettes et moyens d'essais

IV.1.2.1 Eprouvettes

Pour les essais de charges-décharges, les éprouvettes sont identiques à celles utilisées pour les essais de traction (voir chapitre III.2).

IV.1.2.2 Moyens d'essais

Nous nous sommes servis de la même machine présentée pour les essais de traction des éprouvettes à 45° (voir chapitre III.2). Par contre, la consigne de l'essai est différente. Ce test, piloté en contrainte, consiste en une succession de niveaux atteints allant de 50MPa jusqu'à rupture, par intervalles de 10MPa. Le protocole expérimental est le suivant (figure IV.1) :

- en a, on effectue une montée à vitesse de contrainte constante (ici 1MPa/s) jusqu'à atteindre la contrainte voulue (ici 50MPa) puis on décharge, à la même vitesse de contrainte, jusqu'à parvenir à contrainte nulle ;
- en b, on maintient une contrainte nulle jusqu'à stabilisation de la déformation longitudinale vue par le capteur extensométrique. La durée de cette phase dépend de la charge appliquée en a (à titre d'exemple pour une contrainte de 50MPa, le temps d'attente est de 10min). Ainsi plus la contrainte appliquée sera élevée, plus le temps de maintien sera long.
- En c, on effectue une nouvelle charge-décharge (ici jusqu'à 60MPa) et ainsi de suite.

3 vitesses de sollicitation (0,1MPa/s, 1MPa/s et 10MPa/s) ont été utilisées.

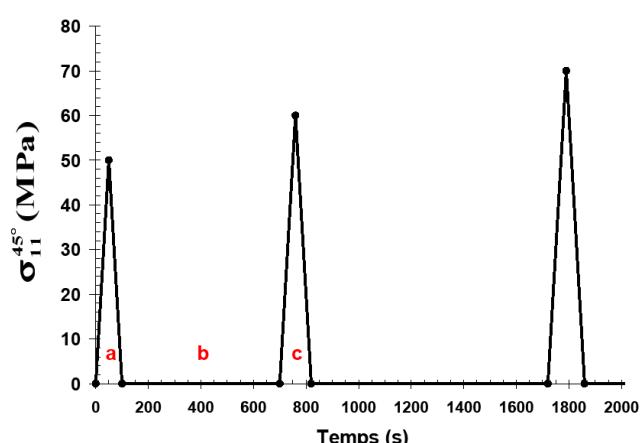
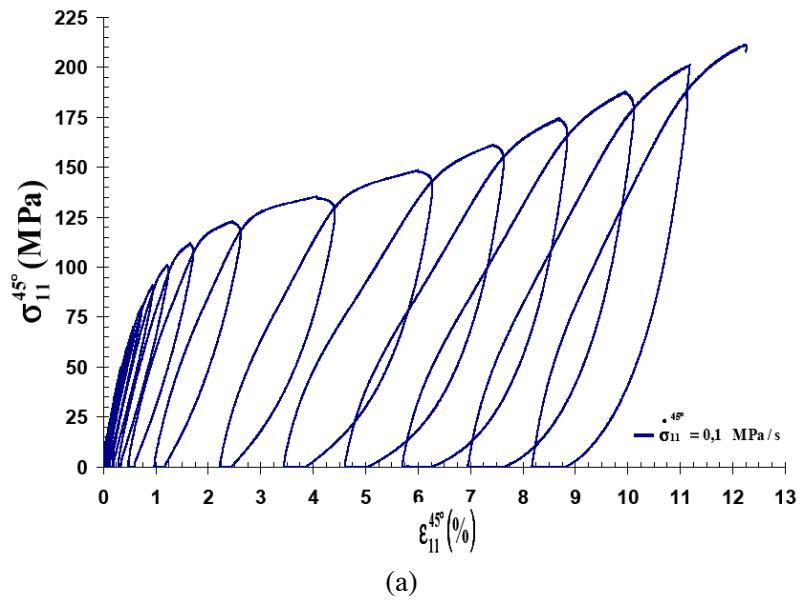


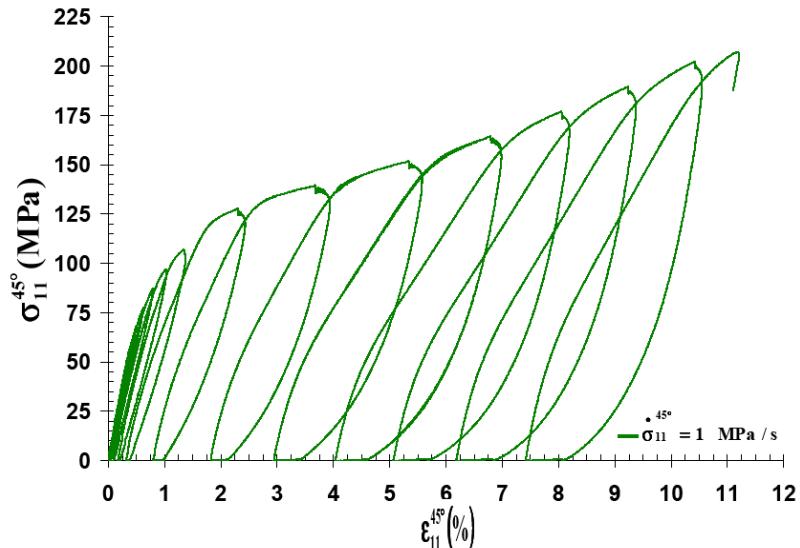
Figure IV.1 – Diagramme de la consigne d'un essai de charges-décharges

IV.1.3 Résultats expérimentaux

Pour chacune des vitesses, trois essais ont été réalisés. Les courbes les plus significatives sont présentées sur les figures IV.2 a, b et c. Les notations usitées sont identiques à celles du paragraphe III.2.3.3. Nous travaillons toujours en déformations et contraintes vraies. Quelle que soit la vitesse de sollicitation, les temps de maintien à charge nulle ont été suffisamment longs pour permettre d'enregistrer des déformations irréversibles à partir d'un seuil égal à 60MPa, signe du caractère plastique du comportement des éprouvettes découpées à 45°. La valeur de ce seuil est identique au point de non-linéarité déterminé au paragraphe III.2.3.3. Nous avons donc expérimentalement déterminé la limite élastique. A l'image des essais de traction, nous constatons encore un rhéodurcissement du comportement autour de 5% de déformation longitudinale (soit environ 150MPa) indiqué par un fort changement de pente au sommet des boucles de charges-décharges. En moyenne et compte tenu de la dispersion expérimentale, la répétition des boucles de charge-décharge est préjudiciable au matériau. En effet, les contraintes et déformations à ruptures obtenues sont inférieures à celles déduites des essais de traction (voir tableau IV.1). Les ruptures ont toutes lieu dans la longueur utile des éprouvettes.



(a)



(b)

IV. Description du comportement non-linéaire des éprouvettes à 45°

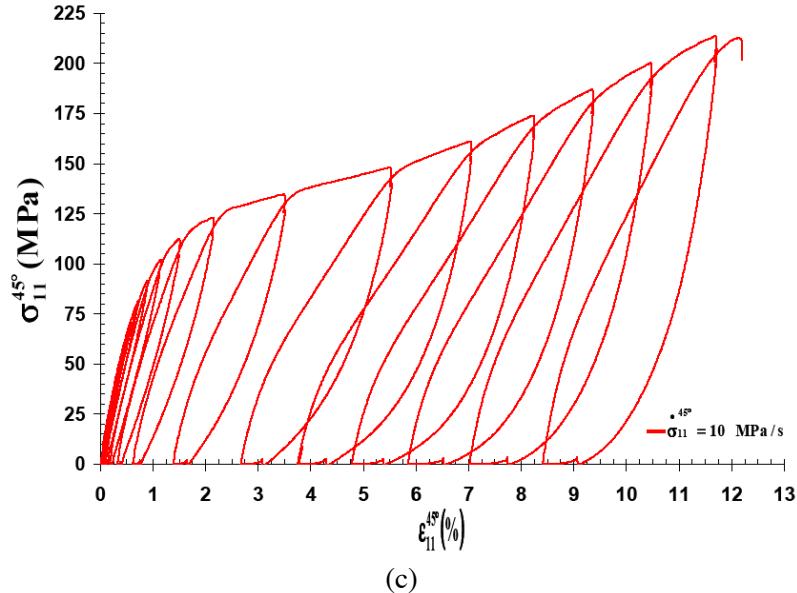


Figure IV.2 – Contrainte vs déformation, essais de charges-décharges sur éprouvettes découpées à 45° de composite tissé satin 5 carbone/PPS ($a=0,1$ MPa/s, $b=1$ MPa/s et $c=10$ MPa/s)

Vitesse de sollicitation	$\dot{\sigma}_{11}^{45^\circ} = 0,1$ MPa/s (courbe bleue)	$\dot{\sigma}_{11}^{45^\circ} = 1$ MPa/s (courbe verte)	$\dot{\sigma}_{11}^{45^\circ} = 10$ MPa/s (courbe rouge)	Ecart par rapport aux essais de traction à vitesse équivalente (%)
$\sigma_{11}^{45^\circ R}$ (MPa)	202,449±9,108	213,941±3,559	219,551±10,499	6,071 11,007 8,086
$\epsilon_{11}^{45^\circ R}$ (%)	11,786±0,669	12,188±0,209	12,790±0,907	6,921 5,488 11,769

Tableau IV.1 – Comparaison des contraintes et déformations à rupture entre essais de charges-décharges et essais de traction sur éprouvettes découpées à 45° de composite tissé satin 5 carbone/PPS

Cette baisse des caractéristiques mécaniques à rupture est due à la présence d'endommagements sévères dont les effets se font ressentir sur les valeurs des modules élastiques lors des charges vers la contrainte à atteindre. L'évolution du ratio entre le module élastique lors de la montée considérée et celui initial en fonction de la contrainte appliquée (voir figure IV.3) nous permet de distinguer quatre phases distinctes et indépendantes de la vitesse de sollicitation :

-entre 0 et 60MPa soit le domaine élastique, le ratio reste constant aux erreurs de mesure près, il n'y a donc pas d'endommagement ;

-entre 70MPa et 150MPa soit dès l'entrée en plasticité, le ratio ne cesse de diminuer, il y a donc peut-être croissance des endommagements ;

-entre 160MPa et 180MPa, le ratio reste constant aux erreurs de mesure près, il y a donc probablement saturation des endommagements ;

-entre 190MPa et 220MPa, le ratio augmente légèrement signalant la rupture imminente de l'éprouvette.

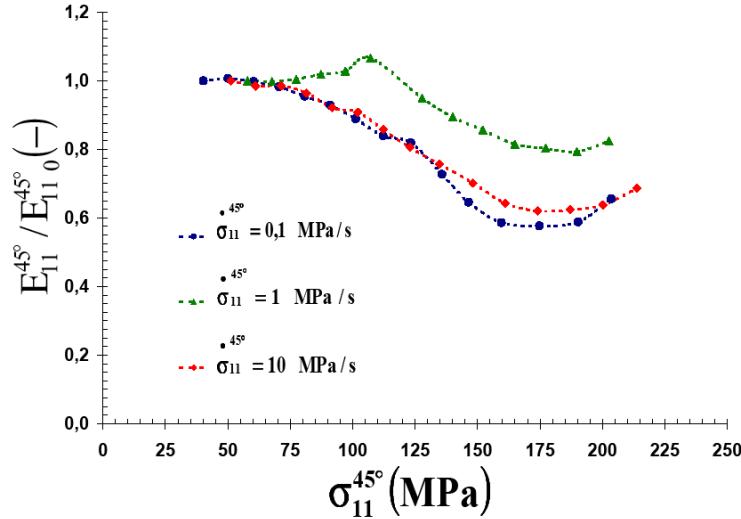


Figure IV.3 – Rapport entre le module élastique lors de la montée considérée et celui initial vs contrainte appliquée, essais de charges-décharges sur éprouvettes découpées à 45° de composite tissé satin 5 carbone/PPS

Ces essais mettent également en évidence le caractère visqueux du comportement des éprouvettes découpées à 45°. En effet, si on regroupe sur un même graphique quelques cycles du domaine plastique correspondants des contraintes imposées égales à 100MPa, 110MPa et 120MPa pour les trois vitesses de sollicitation, on peut qualitativement apprécier l'effet de la viscosité sur le domaine plastique (figure IV.4). A une même contrainte imposée, plus la vitesse de sollicitation diminue, plus la déformation plastique augmente. Ceci se traduit par des boucles de charge-décharge ayant une aire sous la courbe plus importante [Bonnet, 2005].

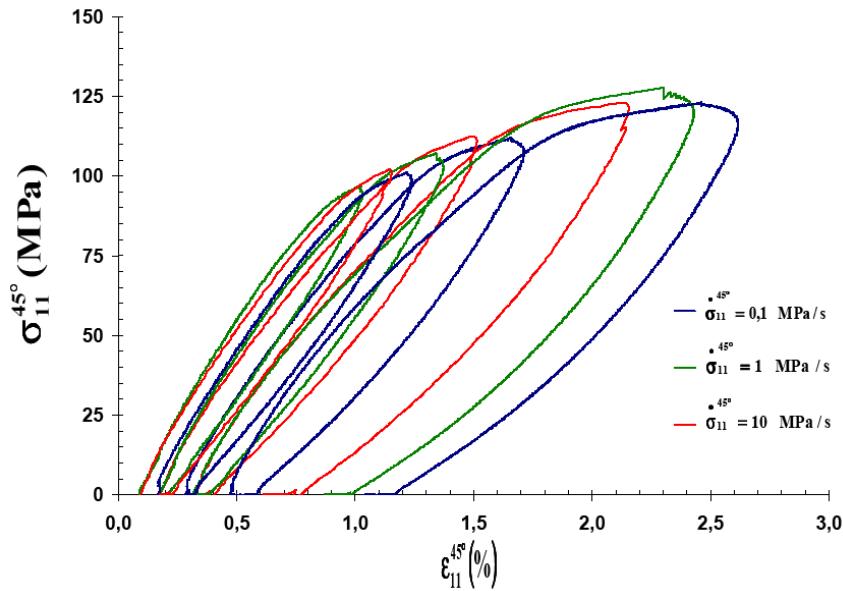


Figure IV.4 – Boucles de charges-décharges dans le domaine plastique correspondants à des contraintes imposées égales à 100MPa, 110MPa et 120MPa pour les trois vitesses de sollicitation

De ces essais, nous en déduisons, pour chacune des vitesses, l'évolution des contraintes imposées moyennées en fonction des déformations irréversibles moyennées (figure IV.5). Pour identifier formellement les paramètres d'un modèle d'écrouissage, il faut une courbe contrainte-déformation irréversible indépendante du temps et donc de la vitesse de sollicitation.

IV. Description du comportement non-linéaire des éprouvettes à 45°

C'est notre cas comme les courbes de la figure IV.5 se superposent quasiment. La dispersion est liée probablement aux incertitudes du capteur. Cela signifie que les temps de maintien à contrainte nulle ont été suffisamment longs pour permettre d'annihiler l'effet de la viscosité. D'après l'allure des courbes obtenues, nous allons nous orienter vers un modèle d'écrouissage de type isotrope non-linéaire puis linéaire.

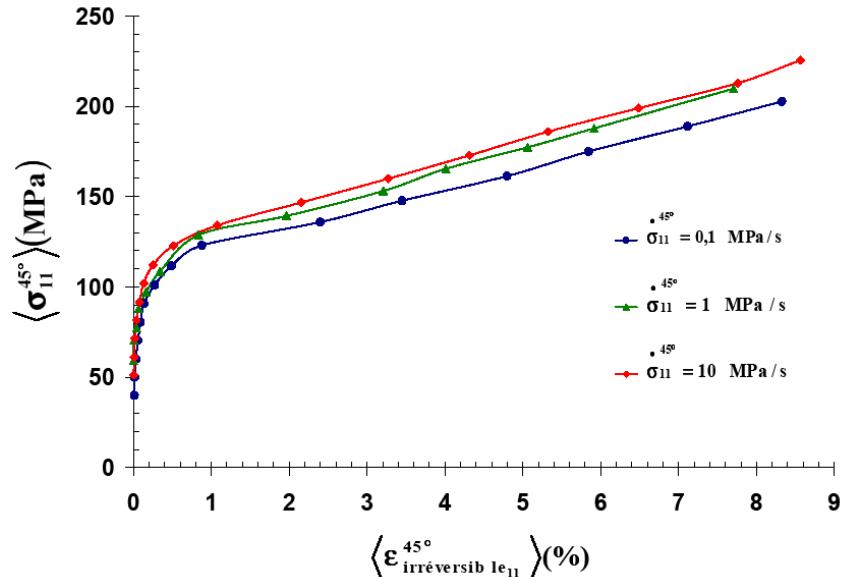


Figure IV.5 – Contrainte imposée moyennée vs déformation irréversible moyennée, essais de charges-décharges sur éprouvettes découpées à 45° de composite tissé satin 5 carbone/PPS

IV.2 Essais sur banc de torsion

IV.2.1 Objectifs

Sur éprouvettes découpées à 45°, les essais de traction ont mis en évidence un comportement non-linéaire et ceux de charge-décharge ont permis de quantifier les déformations irréversibles en fonction des contraintes imposées. Il faut à présent déterminer quel type d'écrouissage (isotrope ou cinématique) est le plus représentatif du matériau. Pour cela, il faut le solliciter, en dehors de son domaine élastique, alternativement en traction puis en compression en passant par zéro. En effet, c'est l'évolution du rapport entre la limite élastique en traction et celle de compression qui conduira au choix du type d'écrouissage. Cette expérience peut être réalisée par une machine de traction classique (de type Instron par exemple) [Bonnet, 2005] mais sa réalisation n'est pas aisée du fait des risques importants de flambement de l'éprouvette. Il est plus simple d'introduire un cisaillement plan au moyen d'un couple de torsion.

IV.2.2 Eprouvettes et moyens d'essais

IV.2.2.1 Eprouvettes

Pour les essais sur banc de torsion, les éprouvettes de forme rectangulaire, obtenues à l'aide d'une meule diamantée refroidie à l'eau, ont pour dimensions : 40mm x 10mm (voir figure IV.6).

IV.2.2.2 Moyens d'essais

Le banc de torsion ayant servi aux essais est présenté sur la figure IV.6. Il est équipé d'une cellule de charge, placée au niveau du mors fixe, ayant un couple maximum de 6N.m. L'angle est quant à lui mesuré par un potentiomètre placé sur l'arbre et précis à 10^{-2} ° près. Les essais, pilotés en angle, consistent en une succession d'incrément triangulaires jusqu'à rupture de l'échantillon (figure IV.7). Chaque incrément est défini par une montée à vitesse angulaire constante (dans le cas présent, 2°/s) jusqu'à un angle donné puis une descente toujours à la même vitesse jusqu'à l'opposé de cet angle. A chaque incrément, l'angle vaut zéro correspondant à un état de déformation nulle. Le pas angulaire est de 5°.

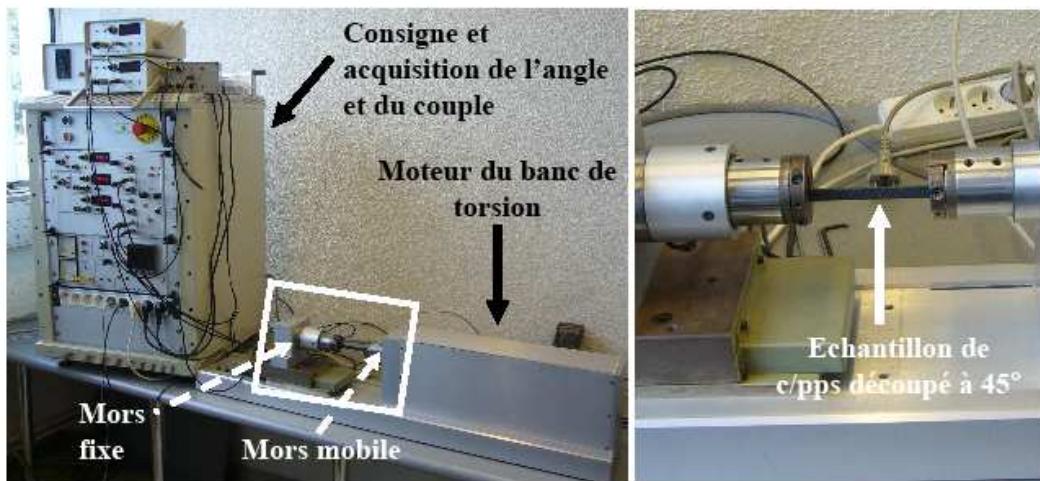


Figure IV.6 – Banc et éprouvette de torsion

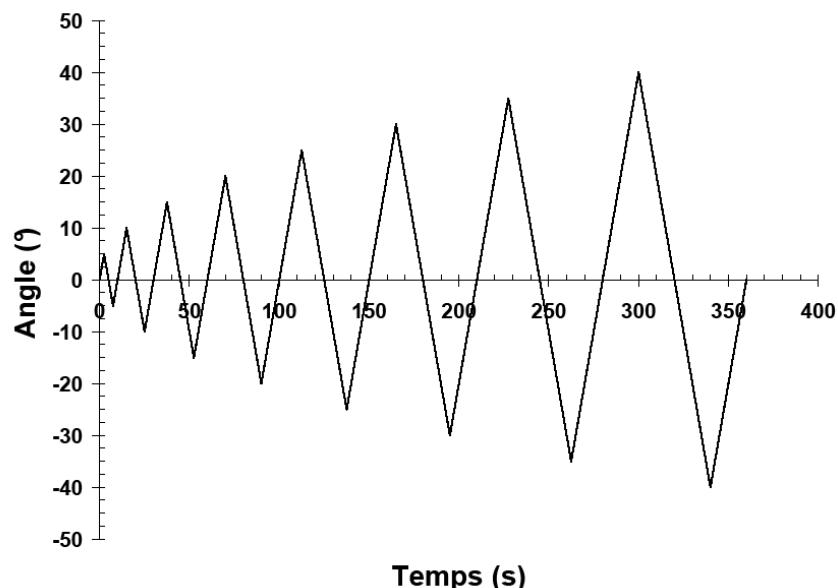


Figure IV.7 – Consigne de l'essai sur banc de torsion

IV.2.3 Résultats expérimentaux

Quatre essais sur banc de torsion on été réalisés. A partir du couple mesuré, on peut déterminer la contrainte nominale de cisaillement engendrée au sein de l'éprouvette au moyen de l'équation suivante [Fanchon, 2001] :

$$\tau_n^{45^\circ} = C / (k l_0 e_0^2) \quad (\text{IV.1})$$

Avec l_0 et e_0 respectivement la largeur et l'épaisseur initiales de l'échantillon. La constante k est dépendante du ratio l_0/e_0 (avec dans notre cas, $k=0,285$).

La courbe contrainte de cisaillement en fonction de l'angle imposé est donnée en figure IV.8. Au-delà d'un angle de 30°, le comportement observé est non-linéaire aussi bien dans la partie positive que dans celle négative mais de façon moins accentuée. Les boucles d'hystérésis sont caractéristiques d'un comportement élastoviscoplastique. La première limite élastique est atteinte pour une contrainte de cisaillement égale à environ 60MPa soit une valeur très proche de celle obtenue en traction. A partir de ce seuil, à chaque nouvel incrément, la rigidité de l'éprouvette diminue significativement (voir figure IV.9). Il y a donc présence d'endommagements. Des observations par microscopie optique (voir figure IV.10) ont relevé la présence de fissures délamimantes. Celles-ci par coalescence conduisent à la rupture de l'éprouvette pour un angle imposé de 50° soit une contrainte de cisaillement d'environ 69MPa. De ces essais, nous en retenons également que le ratio entre les limites élastiques en traction (soit la partie positive de la courbe contrainte de cisaillement en fonction de l'angle imposé) et en compression (soit la partie négative de la courbe contrainte de cisaillement en fonction de l'angle imposé) reste constant tout au long du chargement (voir tableau IV.2). Pour la partie purement plastique du comportement des éprouvettes à 45°, il faut en conséquence s'orienter vers une modélisation de l'écrouissage de type isotrope. En effet, d'après [Taylor et Quinney, 1932] la théorie décrivant l'expansion de la surface de charge du à un écrouissage isotrope admet que le domaine élastique se transforme pendant l'écrouissage par une homothétie centrée sur l'origine.

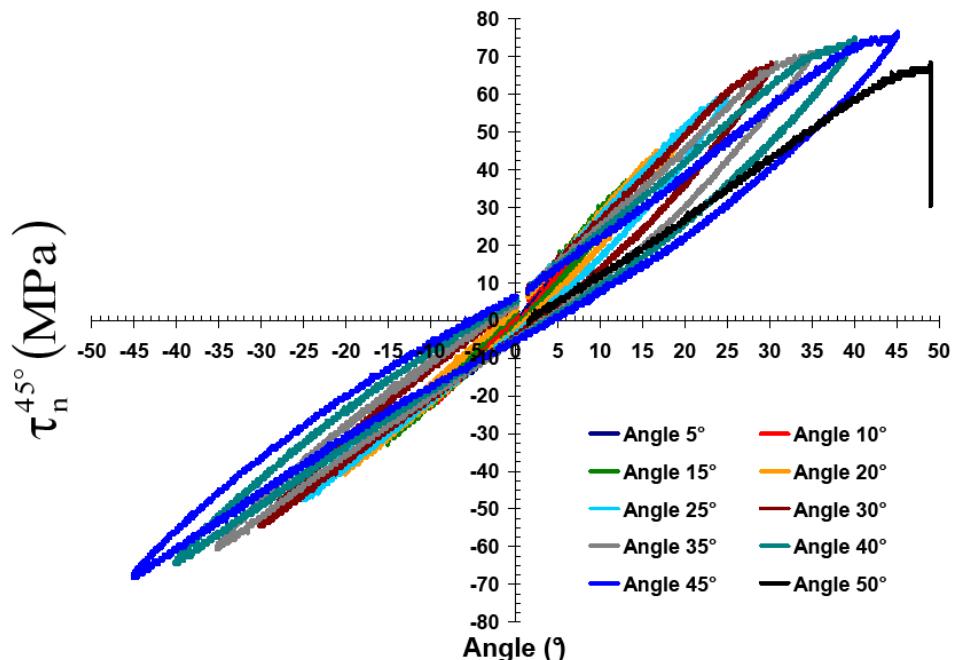


Figure IV.8 – Contrainte de cisaillement vs angle imposé, essais sur banc de torsion d'éprouvettes découpées à 45° de composite tissé satin 5 carbone/PPS

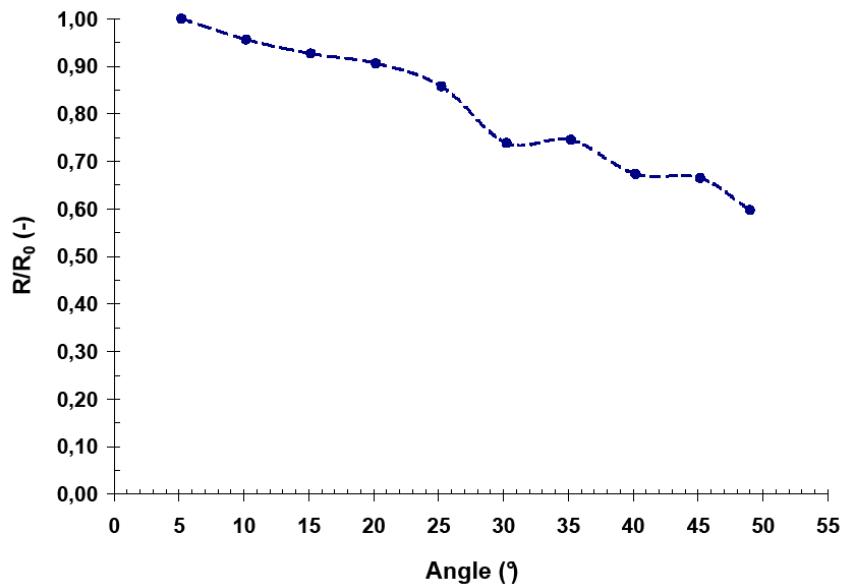


Figure IV.9 – Rapport entre la rigidité et la rigidité initiale en fonction de l'angle imposé, essais sur banc de torsion d'éprouvettes découpées à 45° de composite tissé satin 5 carbone/PPS



Figure IV.10 – Observations par microscopie optique de la tranche d'une éprouvette ayant subi un essai sur banc de torsion (présence de fissures délaminantes)

Angle imposé (°)	30 (courbe marron)	35 (courbe grise)	40 (courbe bleu-vert)	45 (courbe bleu ciel)
$R_{e_t}^{45^\circ R}$ (MPa)	60,747	67,552	72,154	76,056
$R_{e_c}^{45^\circ R}$ (MPa)	-54,669	-60,740	-64,649	-68,118
Ratio	1,111	1,112	1,116	1,116

Tableau IV.2 – Ratio entre les limites élastiques en traction et en compression, essais sur banc de torsion d'éprouvettes découpées à 45° de composite tissé satin 5 carbone/PPS

IV.3 Essais de fluage-recouvrance

IV.3.1 Objectifs

Les essais de charges-décharges à différentes vitesses de sollicitation ont permis de mettre en exergue l'effet de la viscosité dans le domaine plastique. Afin d'évaluer analytiquement les paramètres de la loi d'écoulement décrivant la viscosité des éprouvettes à 45°, des essais de fluage ont été réalisés à l'état sain (étuvage de quelques jours à 70°C) et à l'ambiant.

IV.3.2 Eprouvettes et moyens d'essais

IV.3.2.1 Eprouvettes

Pour s'adapter aux mors auto-serrant de la machine de fluage-recouvrance (voir figure IV.11), les éprouvettes ont été raccourcies par rapport à celles utilisées lors des tests de traction. Ainsi les éprouvettes de géométrie rectangulaire, obtenues à l'aide d'une meule diamantée refroidie à l'eau, ont pour dimensions : 150mm x 15mm avec des talons verre/époxy de 45mm. Le rapport d'élancement des éprouvettes de traction a été conservé.

IV.3.2.2 Moyens d'essais

Les essais de fluage-recouvrance sont réalisés sur une machine Mayes équipée d'une cellule de charge de 2 000daN ayant pour caractéristiques une mise en charge quasi-instantanée et une capacité à maintenir la charge constante sur de longues durées (voir figure IV.11). Ainsi son taux de montée est de 60 daN/s. Chaque éprouvette dispose d'un seul capteur extensométrique afin de mesurer l'allongement longitudinal. La base de mesure du capteur longitudinal est égale à 25mm. Les lames pouvant glisser sur la surface lisse du matériau, le capteur est fixé sur la tranche de l'éprouvette. Etant donné les temps d'essais longs, il ne faut pas que les lames ne « blessent » le matériau occasionnant une rupture précoce, à cet effet deux rubans adhésifs en aluminium (de la largeur de la lame) sont placés entre l'éprouvette et la lame. Les niveaux de chargement appliqués correspondent à 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80 et 90% de la contrainte à rupture moyenne déterminée lors des essais de traction sur éprouvettes découpées à 45° (voir paragraphe III.2.2.3). Pour chaque essai de fluage, afin de décrire rigoureusement les stades primaires et secondaires du fluage (voir figure IV.12a), nous avons attendu une stabilisation complète de l'évolution de la déformation longitudinale avant de basculer en recouvrance soit en contrainte nulle (voir figure IV.12b). De même lors de la recouvrance, nous avons attendu une stabilisation totale de l'évolution de la déformation longitudinale afin de quantifier les déformations irréversibles engendrées par la contrainte imposée lors du fluage. D'après [Saint-Antonin, 1995], les trois stades de fluage liés à la vitesse de déformation se définissent comme suit :

- en fluage primaire, la vitesse de déformation diminue avec le temps ;
- en fluage secondaire, la vitesse de déformation est constante ;
- en fluage tertiaire, la vitesse de déformation est croissante.

Notre but étant d'étudier le comportement des éprouvettes découpées à 45°, la phase tertiaire du fluage qui entraîne la ruine rapide de l'échantillon n'est pas traitée.

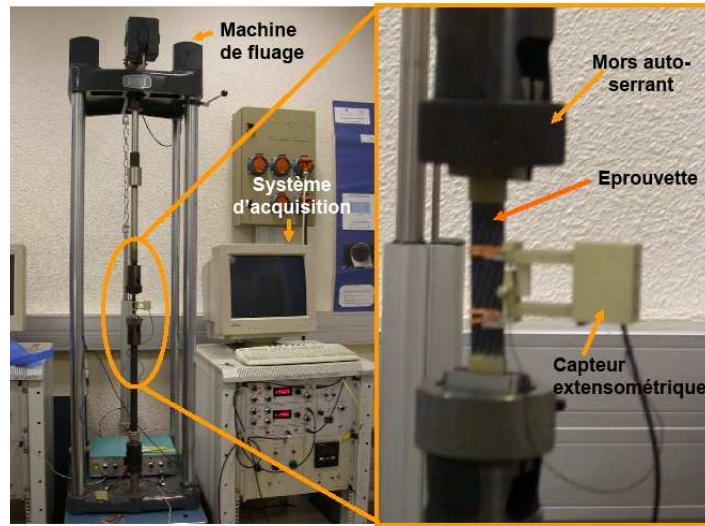


Figure IV.11– Machine de fluage et amarrage d'une éprouvette équipée d'un capteur extensométrique

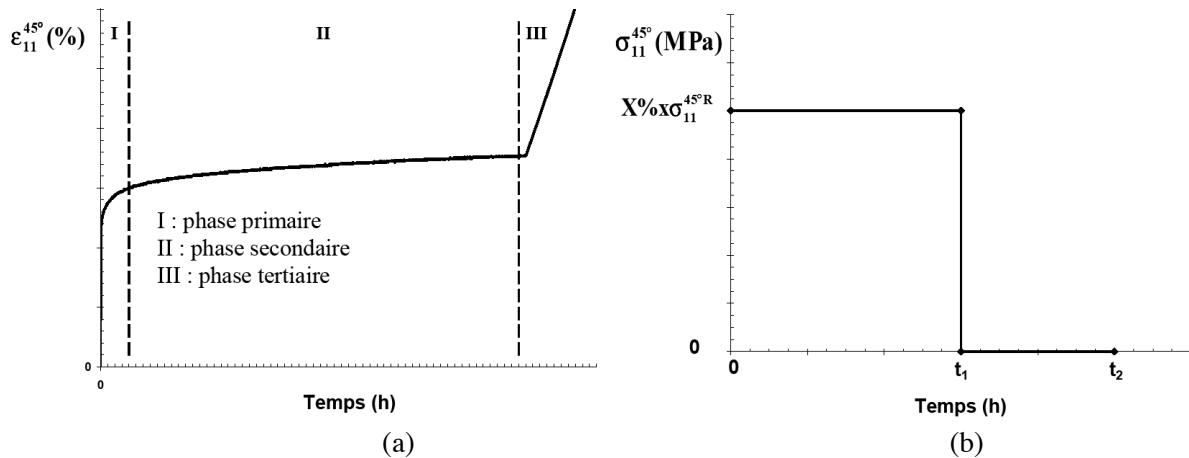


Figure IV.12– (a) Différents stades de fluage, (b) Consigne de l'essai fluage-recouvrance

IV.3.3 Résultats expérimentaux

Huit essais de fluage-recouvrance ont été réalisés. Les courbes décrivant les déformations longitudinales en fonction du temps sont présentées en figures IV.13 et IV.14. Les notations usitées sont identiques à celles du paragraphe III.2.3.3. Nous travaillons encore en déformations et contraintes vraies. Nous constatons pour les contraintes imposées égales à 20 et 30% de la contrainte moyenne à rupture (soient respectivement 33,995MPa et 60,459MPa), des évolutions purement élastiques des déformations longitudinales au cours du temps (voir figure IV.13). Par contre la contrainte appliquée correspondant à 30% de la contrainte moyenne à rupture est l'origine de la première déformation irréversible égale à 0,126%. La limite élastique est donc de 60,459MPa, une valeur analogue à celles déterminées par les essais précédents. Au-delà de la limite élastique, toutes les évolutions de la déformation longitudinale au cours du temps sont indubitablement non-linéaires mettant en évidence l'action de la viscosité dans le domaine plastique. En effet à un chargement proportionnel, la déformation obtenue n'est pas proportionnelle [Aussedad-Aya, 1997]. Ainsi volontairement dans le cadre d'une première approche, nous allons négliger la viscosité pour des contraintes en dessous de la limite élastique et donc opter pour une modélisation du comportement des éprouvettes découpées à 45° de type élastoviscoplastique.

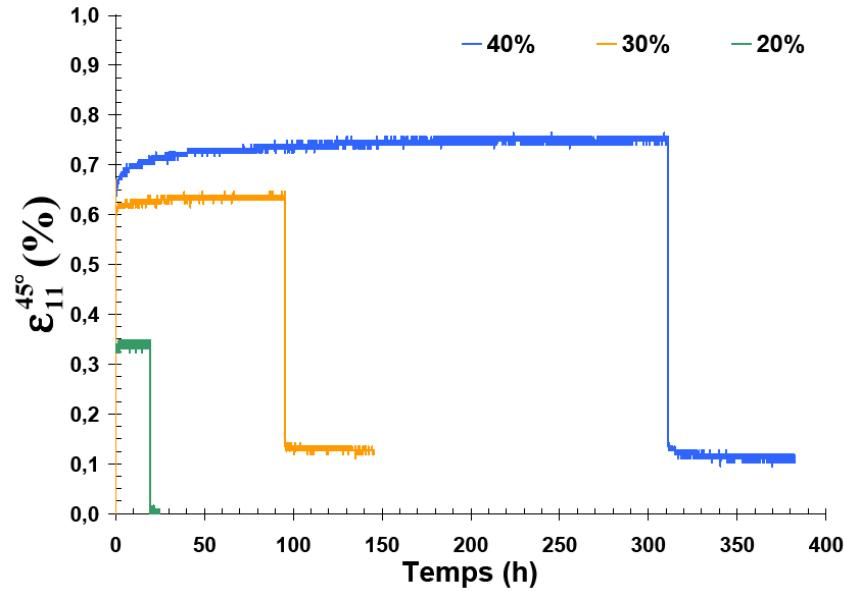


Figure IV.13– Déformation longitudinale vs temps, essais de fluage-recouvrance à faibles contraintes imposées (20, 30 et 40% de la contrainte moyenne à rupture) sur éprouvettes découpées à 45° de composite tissé satin 5 carbone/PPS

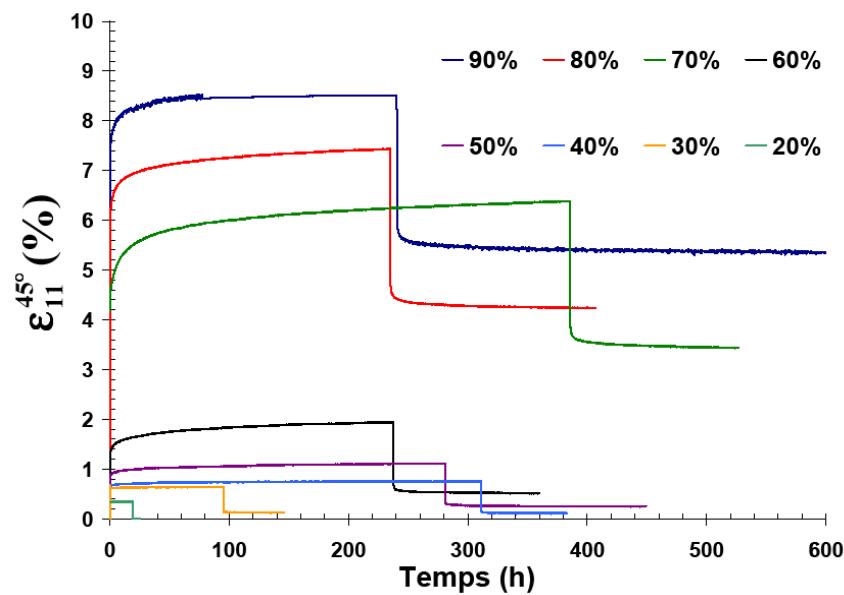


Figure IV.14– Déformation longitudinale vs temps, essais de fluage-recouvrance pour l'ensemble des contraintes imposées (20, 30, 40, 50, 60, 70, 80 et 90% de la contrainte moyenne à rupture) sur éprouvettes découpées à 45° de composite tissé satin 5 carbone/PPS

De ces essais, nous pouvons tirer l'évolution des déformations irréversibles mesurées à la fin de la recouvrance en fonction des contraintes appliquées lors du fluage (voir figure IV.15). L'allure et les valeurs sont similaires aux essais de charges-décharges. Les essais de fluage-recouvrance sont des essais menés sur des temps longs (centaine d'heures). A l'opposé les essais de charges-décharges sont des essais menés sur des temps courts (vingtaine d'heures). La concordance des résultats de ces deux essais distincts signifie qu'un seul patin visqueux est actif au sein des éprouvettes découpées à 45°.

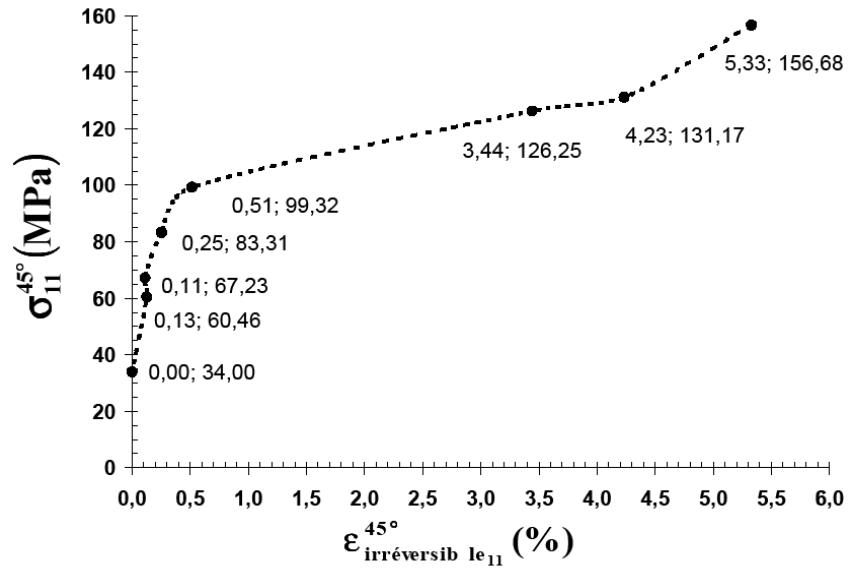
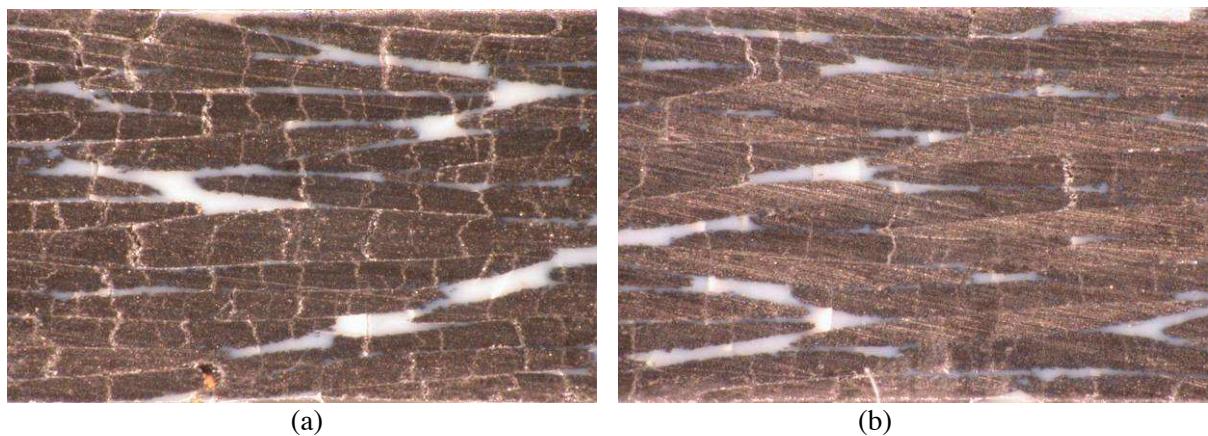


Figure IV.15– Contraintes appliquées lors du fluage vs déformations irréversibles mesurées à la fin de la recouvrance, essais de fluage-recouvrance sur éprouvettes découpées à 45° de composite tissé satin 5 carbone/PPS

Suite aux essais de fluage-recouvrance, nous avons observé par microscopie optique les tranches polies des éprouvettes (figure IV.16). Pour une contrainte appliquée égale à 90% de la contrainte moyenne à rupture, nous observons une forte densité de fissurations longitudinales transverses sur toute la longueur de l'éprouvette et du cœur à la surface (figure IV.16a). Le fluage initie donc un endommagement. De plus d'après [Yoon *et al.*, 1984], la densité de fissures continue d'évoluer avec le temps avec une évolution dont l'allure est similaire à celle de la déformation. Par contre, plus la contrainte appliquée décroît, plus la densité de fissurations décroît. Ainsi afin de ne pas englober les endommagements dans l'identification analytique des paramètres de la loi d'écoulement décrivant la viscosité, nous n'utiliserons que les résultats d'essais liés à des contraintes imposées en dessous de 70% de la contrainte moyenne à rupture (figures IV.16b, c, d).



IV. Description du comportement non-linéaire des éprouvettes à 45°

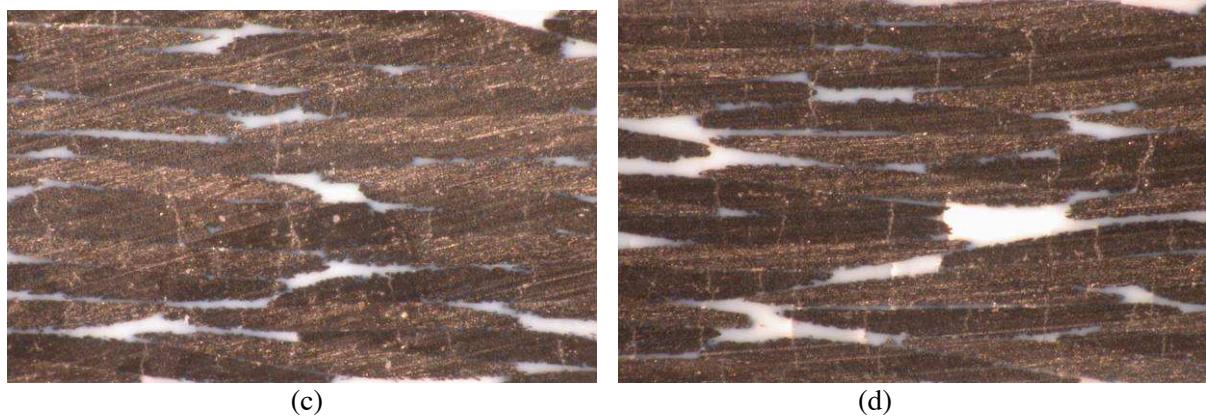


Figure IV.15– Observations par microscopie optique des tranches polies des éprouvettes sollicitées en fluage à (a) 90%, (b) 70%, (c) 50% et (d) 30% de la contrainte moyenne à rupture

Dans le modèle élastoviscoplastique que nous souhaitons identifier, la viscosité est prise en compte par une loi d'écoulement de type Norton ayant pour expression :

$$\dot{p} = \langle f(\sigma)/K \rangle^n \quad (\text{IV.2})$$

• Avec \dot{p} la vitesse de déformation irréversible et $f(\sigma)$ la fonction de charge. K et n sont quant à eux des paramètres matériau nommés respectivement coefficient de résistance plastique et exposant d'écrouissage. Dans le cadre d'un essai de fluage-recouvrance, la vitesse de déformation irréversible est déterminée dans la phase de fluage secondaire et la fonction de charge est égale à la différence entre la contrainte appliquée et la limite élastique. En échelle logarithmique, les coefficients n et K correspondent respectivement à la pente et à l'ordonnée à l'origine de la régression linéaire passant par les résultats d'essais, dont les contraintes appliquées sont comprises entre la limite élastique et 70% de la contrainte moyenne à rupture (figure IV.16). Nous obtenons les valeurs suivantes : $n = 5,065$ et $K = 5,606,175 \text{ MPa}$. Ces valeurs seront les données d'entrée pour une optimisation numérique, basée sur la méthode des moindres carrés, comparant résultats d'essais et simulations numériques sur un élément de volume.

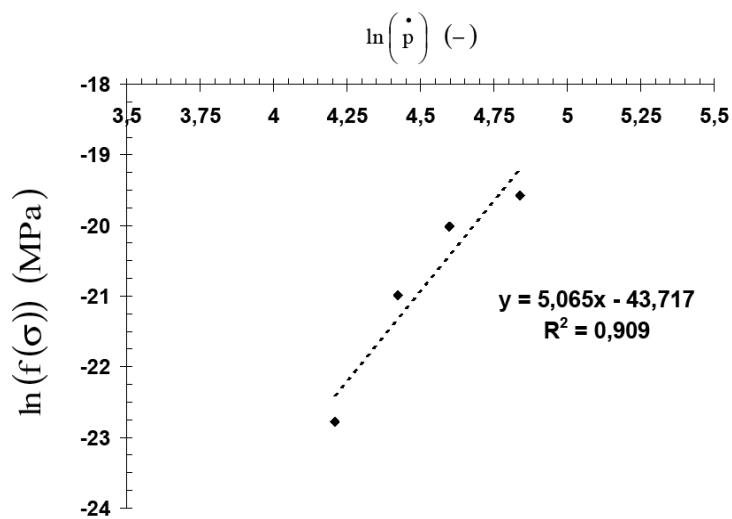


Figure IV.16– Vitesse de déformation irréversible du fluage secondaire vs fonction de charge pour des essais de fluage-recouvrance dont les contraintes appliquées sont comprises entre la limite élastique et 70% de la contrainte moyenne à rupture (échelle logarithmique)

IV.5 Essais de charges-relaxations

IV.5.1 Objectifs

Dans le but d'identifier, par optimisation numérique, les paramètres de la loi de comportement des éprouvettes à 45°, des essais de charges-relaxations, permettant de dissocier les déformations visqueuses et plastiques, ont été réalisés à l'état sain (étuvage de quelques jours à 70°C) et à l'ambiant. Ce type de test est couramment utilisé pour caractériser les élastomères [Qi *et al.*, 2005] et les fibres textiles telles que la soie [Parthasarathy *et al.*, 1996].

IV.5.2 Eprouvettes et moyens d'essais

IV.5.2.1 Eprouvettes

Pour les essais de charges-relaxations, les éprouvettes sont identiques à celles utilisées pour les essais de traction (voir chapitre III.2).

IV.5.2.2 Moyens d'essais

Nous nous sommes servis de la même machine présentée pour les essais de traction des éprouvettes à 45° (voir chapitre III.2). Par contre, la consigne de l'essai est différente. Ce test, piloté en déformation, consiste en une succession de paliers allant de 0,1% à 15% de déformation. Le protocole expérimental est le suivant (figure IV.17a) :

- en a, on effectue une montée à vitesse de déformation longitudinale constante (ici 10-4s-1) jusqu'au palier souhaité (ici 1%) ;
- en b, on maintient la déformation longitudinale jusqu'à une relaxation totale de la contrainte ;
- en c, on décharge, à la même vitesse de déformation, jusqu'à atteindre une contrainte nulle.

Par une relaxation totale de la contrainte, on entend par une stabilisation complète de sa valeur (figure IV.18b). Ainsi, plus la déformation longitudinale sera élevée, plus le temps de maintien sera long (à titre d'exemple pour 1% de déformation, le temps de maintien est d'une heure).

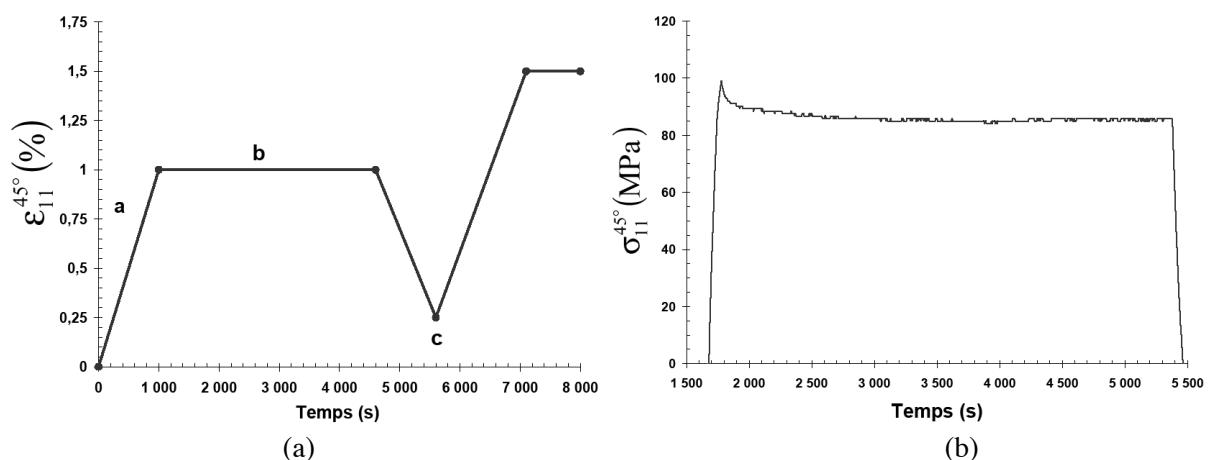


Figure IV.17 – (a) Protocole expérimental des essais de charge-relaxation, (b) Exemple d'une relaxation totale de la contrainte

IV.5.3 Résultats expérimentaux

Trois essais ont été réalisés. Les résultats sont présentés sur la figure IV.18. Les notations usitées sont identiques à celles du paragraphe III.2.3.3. Nous travaillons également en déformations et contraintes vraies. Nous constatons qu'au delà d'une déformation longitudinale égale à 0,6%, soit pour une contrainte relaxée égale à 70MPa, un comportement non-linéaire est observé et que la première déformation irréversible, égale à 0,02%, est mesurée. A partir d'une déformation longitudinale égale à 5% (soit une contrainte avant relaxation égale à 129MPa), le comportement se rigidifie. Comme pour les essais de charges-décharges, ce rhéodurcissement se caractérise par une augmentation significative de la pente au sommet des boucles de charges-relaxations. Quant la déformation longitudinale atteint 15% (soit une contrainte avant relaxation égale à 180MPa), la rupture de l'éprouvette, au milieu de sa longueur utile, se produit. A l'instar des essais de charges-décharges, la répétition des boucles de charge-relaxation est à nouveau préjudiciable au matériau car les contraintes et déformations à ruptures obtenues sont inférieures à celles déduites des essais de traction (voir paragraphe III.2.3.3). De ces essais, nous avons déduit l'évolution de la contrainte avant relaxation (soit la contrainte maximale imposée au matériau) en fonction des déformations irréversibles mesurées (voir figure IV. 19). L'allure et les valeurs sont similaires à celles obtenues lors des essais de fluage-recouvrance. Ainsi, les temps de maintien de la déformation longitudinale ont été suffisants pour évacuer la totalité de la viscosité. Nous avons donc expérimentalement dissocié les déformations visqueuses et plastiques. Le but de l'essai a été atteint. Associé à la très bonne reproductibilité de l'expérience, il nous semble pertinent d'utiliser les courbes moyennes issues de ces tests pour identifier les paramètres du modèle élastoviscoplastique. La courbe de trait noir en pointillés longs avec des marques triangulaires (voir figure IV.16) représente le comportement moyen virtuel sans viscosité des éprouvettes à 45° qui permettra d'identifier les paramètres du modèle d'écrouissage isotrope non-linéaire puis linéaire. Alors que la courbe de trait en pointillés courts avec des marques en losange (voir figure IV.16) représente le comportement moyen virtuel avec viscosité des éprouvettes à 45° qui permettra de déterminer les paramètres de la loi découlement de type Norton associée à la viscosité.

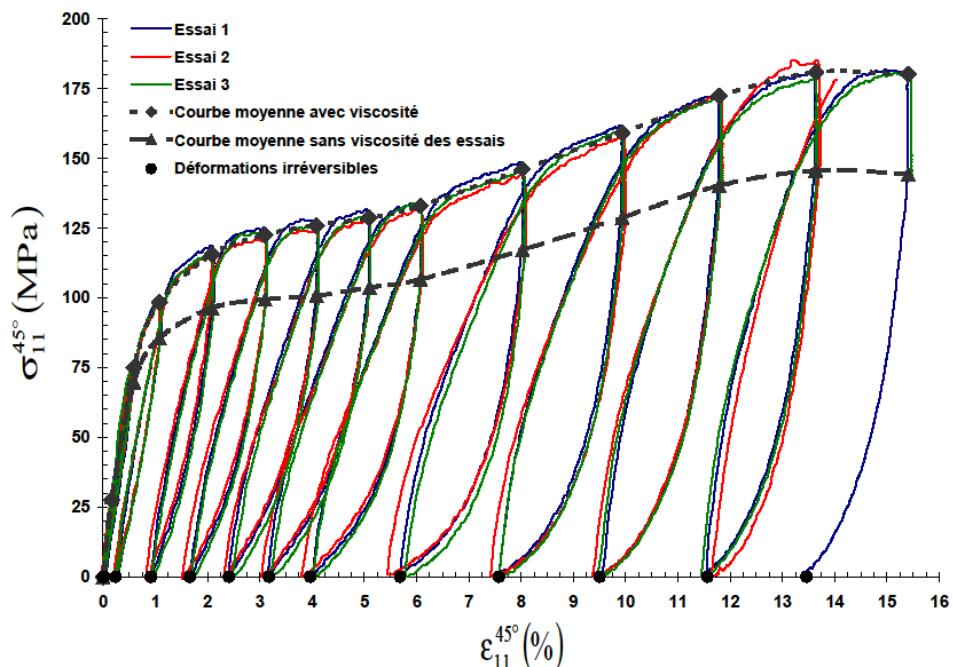


Figure IV.18 – Contrainte vs déformation, essais de charges-relaxations sur éprouvettes découpées à 45° de composite tissé satin 5 carbone/PPS

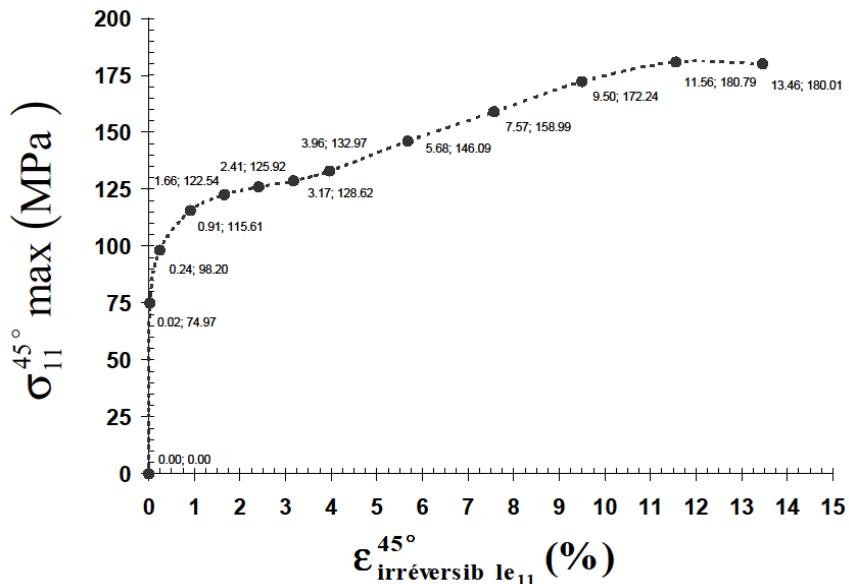


Figure IV.19– Contraintes avant relaxation vs déformations irréversibles mesurées, essais de charges-relaxation sur éprouvettes découpées à 45° de composite tissé satin 5 carbone/PPS

De ces essais, nous avons extrait les modules élastiques pour chacune des montées avant le palier donné. L'évolution du ratio entre le module élastique lors de la montée considérée et celui initial en fonction de la déformation longitudinale atteinte (figure IV.20) nous permet de distinguer trois phases distinctes et valables pour les trois essais :

-entre 0,5 et 5% de déformation longitudinale soit le domaine avant le rhéodurcissement, le ratio ne cesse de diminuer, il y a donc peut-être croissance des endommagements ;

-entre 6 et 8% de déformation longitudinale soit pendant le rhéodurcissement, le ratio reste constant, il y a donc probablement saturation des endommagements ;

-entre 10 et 14% de déformation longitudinale, le ratio augmente et tend vers sa valeur initiale.

Du fait que la viscosité ait été totalement évacuée lors la phase de relaxation, la modification du comportement élastique est plus notable que lors des essais de charges-décharges. Le rhéodurcissement a donc explicitement un impact sur le comportement élastique. Son apparition entraîne une augmentation du module élastique. Cela signifie qu'à partir de 5% de déformation longitudinale, le matériau n'est plus dans le cadre d'un comportement purement élastoviscoplastique. Afin d'appréhender ce phénomène, nous avons associé à l'essai de charges-relaxations des observations in-situ de la tranche polie « miroir » de l'échantillon, au moyen d'une caméra 3-cdd munie d'un système de grossissement optique (voir chapitre IX.3). Ainsi pendant les périodes de relaxation, des clichés, pris à un pas régulier, ont permis de balayer la totalité de la longueur utile de l'éprouvette. Les courbes d'essais et les observations in-situ, focalisées sur le centre de la longueur utile de l'éprouvette, sont présentées respectivement en figure IV.20 et IV. 21. Nous observons quatre séquences d'endommagement :

- entre 0,5 et 3% de déformation longitudinale, initiation et croissance de la fissuration transverse ;
- à 5% de déformation longitudinale, amorçage du déclaminage et donc séparation des plis ;
- à 9% de déformation longitudinale, multiplication du déclaminage permettant aux fibres de s'aligner progressivement suivant l'axe de sollicitation et donc d'expliquer le rhéodurcissement de l'éprouvette ;
- à 12% de déformation longitudinale, fissurations et cavitations au sein de la résine se traduisant par un fort blanchiment de celle-ci [Lafarge, 2004] et total alignement des fibres suivant l'axe de sollicitation.

IV. Description du comportement non-linéaire des éprouvettes à 45°

Le phénomène de réorientation des fibres à $\pm 45^\circ$ lors d'essais de charges-décharges a été constaté par [Lachaud et Michel, 1997] sur un matériau similaire à savoir du carbone/peek a contrario d'un autre matériau composite différent à savoir du verre/époxy [Van Paepegem *et al.*, 2005]. Selon nous, ces clichés démontrent que le rhéodurcissement du comportement des éprouvettes à 45° est dû un alignement des fibres suivant l'axe de sollicitation. Même si la nature (thermoplastique ou thermodurcissable) de la résine joue un rôle. A notre avis, cet alignement n'est possible que s'il y a déclaminage. Afin de ne pas inclure cet endommagement dans les paramètres du modèle choisi, nous limiterons l'identification, par optimisation numérique, à 5% de déformation longitudinale.

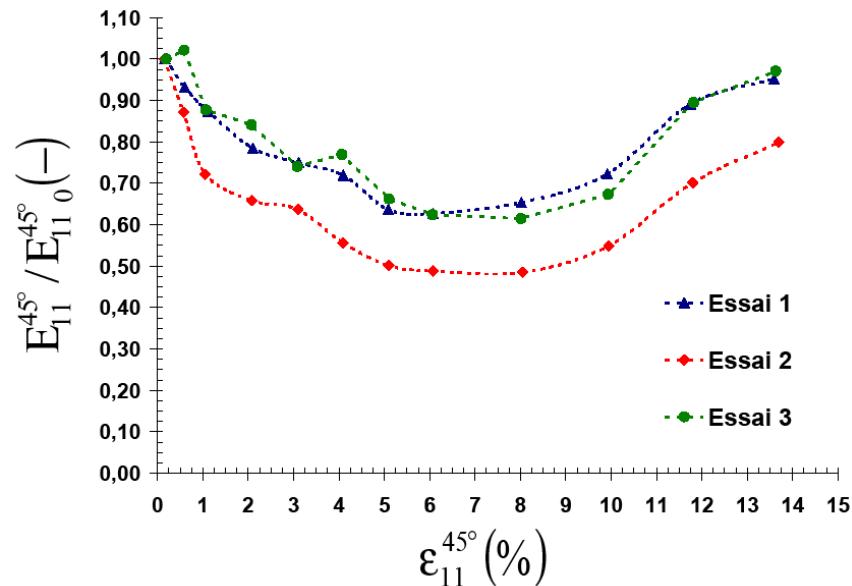


Figure IV.19– Rapport entre le module élastique à la déformation considérée et celui initial vs déformation longitudinale appliquée, essais de charges-relaxation sur éprouvettes découpées à 45° de composite tissé satin 5 carbone/PPS

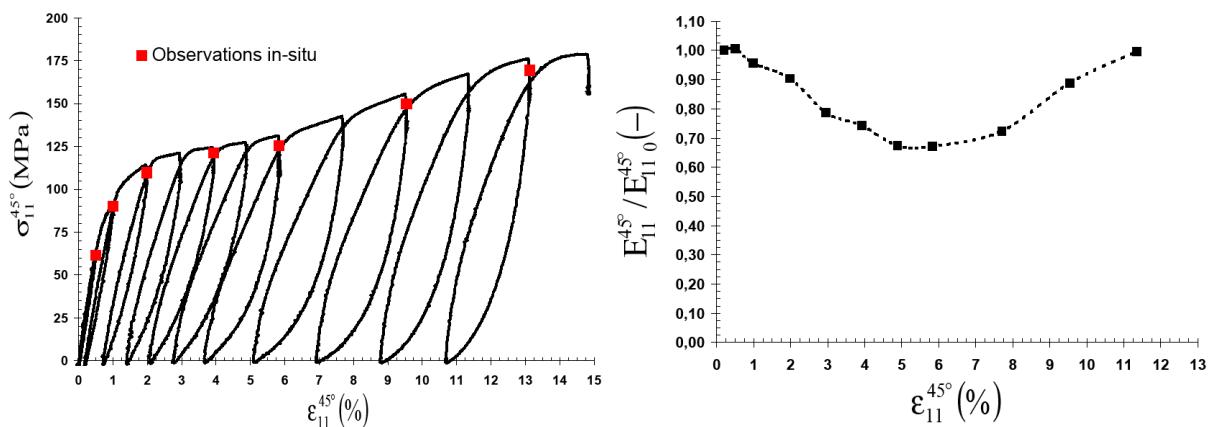
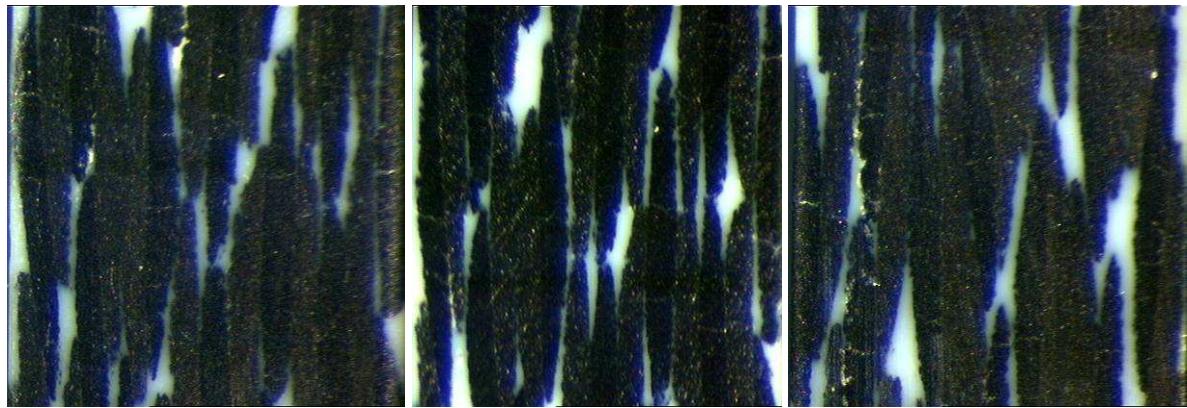
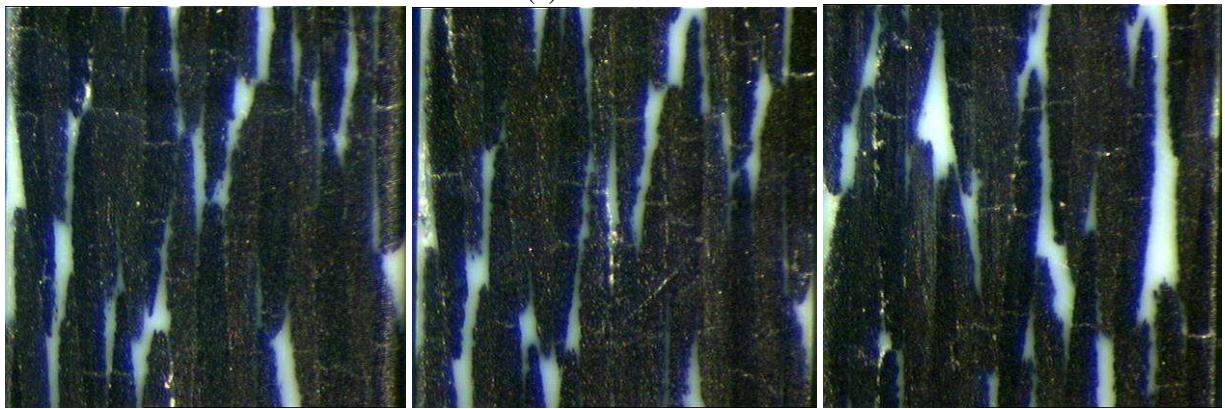


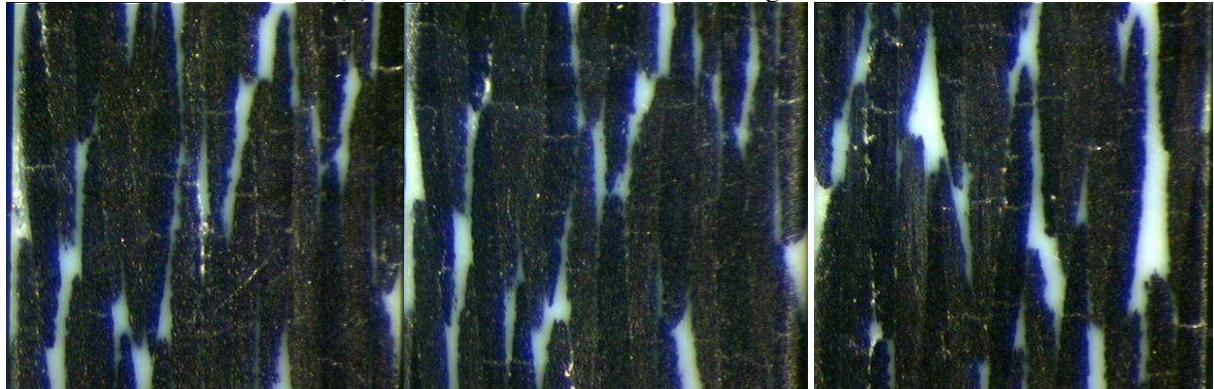
Figure IV.20– (a) Contrainte vs déformation, (b) Rapport entre le module élastique lors de la montée considérée et celui initial vs déformation longitudinale appliquée, essai de charges-relaxation sur éprouvette découpée à 45° de composite tissé satin 5 carbone/PPS associé à des observations in-situ



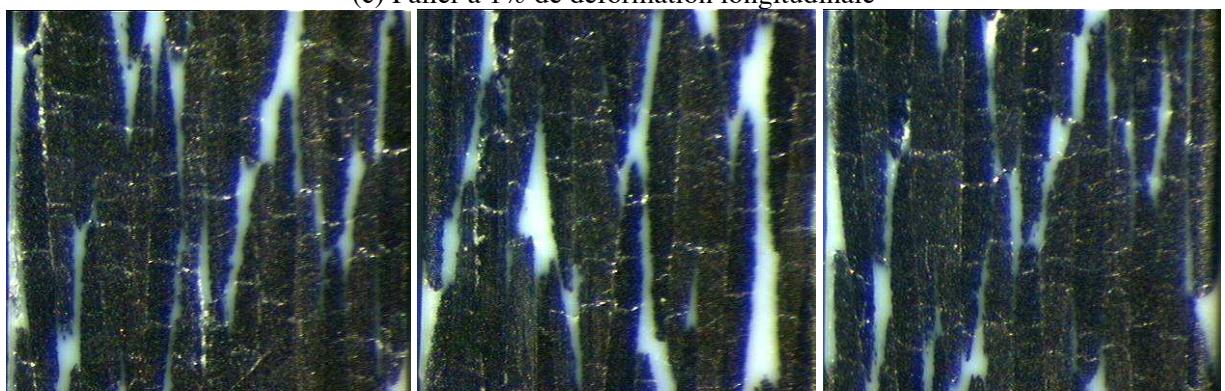
(a) Avant essai



(b) Palier à 0,5% de déformation longitudinale



(c) Palier à 1% de déformation longitudinale



(d) Palier à 2% de déformation longitudinale

IV. Description du comportement non-linéaire des éprouvettes à 45°

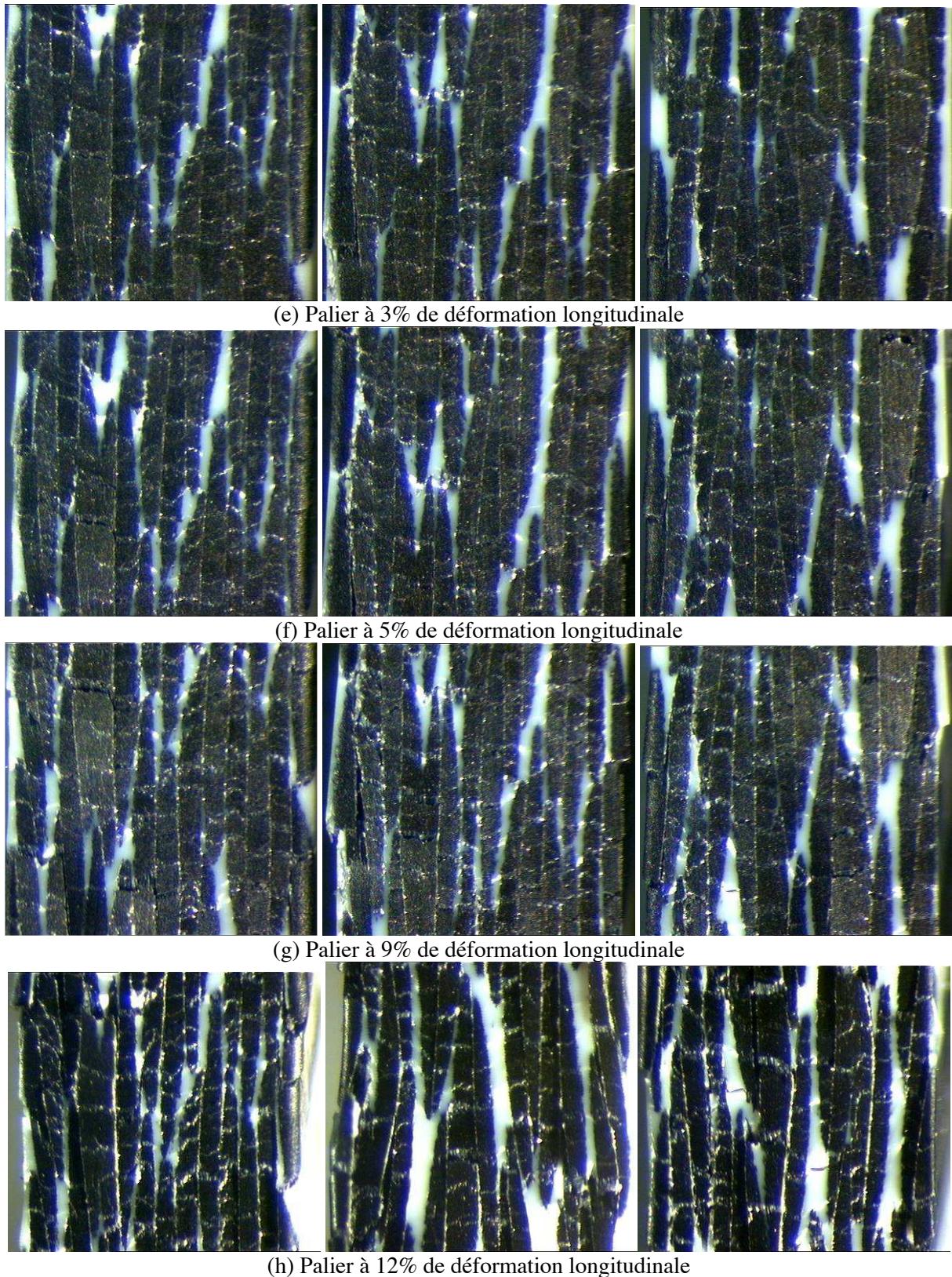


Figure IV.21– Observations optiques in-situ durant un essai de charges-relaxations sur éprouvette découpée à 45° de composite tissé satin 5 carbone/PPS (a : avant essai et b, c, d, e, f, g, h : paliers respectivement à 0,5, 1, 2, 3, 5, 9 et 12% de déformations longitudinales)

IV.6 Conclusion

Les essais mécaniques : charges-décharges, banc de torsion, fluage-recouvrance et charges-relaxations nous ont permis de choisir le type de modèle, issu d'une approche phénoménologique, le plus adapté à décrire le comportement non-linéaire des éprouvettes découpées à 45° de composite tissé satin 5 carbone/PPS. Ce modèle est élastoviscoplastique. Ainsi uniquement au de-là de la limite élastique, les déformations visqueuses seront pris en compte par une loi d'écoulement de type Norton et ceci en concordance avec les essais de fluage-recouvrance (voir figures IV.13 et IV.14). Les essais de banc de torsion et de charges-décharges nous ont permis de sélectionner un écrouissage isotrope non-linéaire puis linéaire (voir figures IV.5 et IV.8). Les essais de charges-relaxations vont nous permettre de déterminer l'ensemble des grandeurs du modèle. Les paramètres liés au domaine plastique seront identifiés, par optimisation numérique, sur la courbe moyenne virtuelle du comportement relaxé des éprouvettes à 45° (voir figure IV.18). Alors que les paramètres liés à la viscosité seront identifiés, également par optimisation numérique, sur la courbe moyenne virtuelle du comportement non-relaxé des éprouvettes à 45° (voir figure IV.18). Les observations in-situ de la tranche polie de l'éprouvette lors de l'essai de charges-relaxations ont permis d'expliquer le rhéodurcissement. Il est la conséquence de l'amorçage du déclaminage qui permet aux fibres de s'aligner suivant l'axe de sollicitation (voir figure IV.21). Afin de ne pas inclure cet endommagement dans les paramètres du modèle, nous restreindrons l'identification numérique du modèle à 5% de déformation longitudinale.

Références Bibliographiques

- [Aussedad-Yahia, 1997] Aussedad-Yahia, E. (1997). Comportement et endommagement du composite tissé Carbone/PMR15 soumis à des chargements mécaniques et thermiques. Manuscrit de thèse de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- [Bonnet, 2005] Bonnet, B. (2005). Comportement au choc de matériaux composites pour applications automobiles. Manuscrit de thèse de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- [Lachaud et Michel, 1997] Lachaud, F. et Michel, L. (1997). Etude de l'endommagement de matériaux composites carbonés à matrice thermodurcissable et thermoplastique. Mécanique Industrielle et Matériaux, Vol. 50, N° 2, pp. 52-57.
- [Lafarge, 2004] Lafarge, M. (2004). Modélisation couplée comportement-endommagement et critères de rupture dans le domaine de la transition du PVDF. Manuscrit de thèse de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris
- [Parthasarathy *et al.*, 1996] Parthasarathy, K.M., Naresh, M.D., Arumucam, V., Subramaniam, V., Sanjeevi, R. (1996). Study on the viscoelastic response of silk. Journal of Applied Polymer Science, Vol. 59, N° 13, pp. 2049-2053.
- [Qi *et al.*, 2005] Qi, H.J., Boyce, M.C. (2005). Stress-strain behavior of thermoplastic polyurethanes. Mechaniscs of Materials, Vol. 37, N° 8, pp. 817-839.
- [Saint-Antonin, 1995] Saint-Antonin, F. (1995). Essais de fluage. Techniques de l'ingénieur. N°. M140.
- [Taylor et Quinney, 1932] Taylor, G. I. et Quinney, H. (1932). The plastic distorsion of metals. In Philosophical Transcations of the Royal Society of London, Series A, Containing papers of a mathematical or physical character, Vol. 230, pp. 323-362.
- [Van Paepegem *et al.*, 2006] Van Paepegem, W., De Baere, I., Degrieck, J. (2006). Modelling the nonlinear shear stress-strain response of glass fibre-reinforced composites. Part I : Experiments results. Composites Science and Technology, Vol. 66, N° 10, pp. 1455-1464.
- [Yoon *et al.*, 1984] Yoon, B.I., Kamimura, K., De Charentenay, F.X. (1984). Accumulation de l'endommagement dans les matériaux composites sous sollicitations de fatigue et de fluage. J.N.C.4, Pluralis, pp.353-369.

Chapitre V

Détermination des résistances d'interfaces au moyen du dispositif expérimental Arcan-Mines

Dans ce chapitre, nous présentons un moyen d'essais conçu pour une caractérisation multiaxiale des interfaces entre différents substrats. En premier, nous décrirons son utilisation pour un assemblage collé. En second, nous exposerons son application aux matériaux composites. Enfin, nous présenterons les résultats de son association à une chaîne d'émission acoustique.

Sommaire

V.1 Descriptif du moyen d'essai	65
V.1.1 Objectifs	65
V.1.2 Principe	65
V.2 Protocole	67
V.2.1 Eprouvettes	67
V.2.1 Préparation des surfaces	67
V.2.3 Essais de calorimétrie différentielle à balayage modulée	68
V.3 Application à une colle polyuréthane	69
V.3.1 Description des essais réalisés	69
V.3.2 Résultats expérimentaux	70
V.4 Application à une colle époxy.....	71
V.4.1 Description des essais réalisés	71
V.4.2 Résultats expérimentaux	72
V.5 Application au carbone/PPS	74
V.5.1 Dépouillement analytique des essais	74
V.5.2 Résultats expérimentaux	76
V.6 Association à une chaîne d'émission acoustique	83
V.6.1 Principe	83
V.6.2 Instrumentation	84
V.6.3 Résultats expérimentaux	85
V.7 Conclusion	88

V.1 Descriptif du moyen d'essai

V.1.1 Objectifs

Pour les structures en matériaux composites, le délaminage est un mode d'endommagement très préjudiciable car son apparition peut, dans certains cas, entraîner instantanément la ruine de la pièce. Or l'amorçage de ce phénomène est lié à la résistance entre strates constituant le matériau composite [Nimdu, 2009]. Le délaminage peut être provoqué par un mode d'ouverture appelé mode I correspondant à une contrainte de traction suivant l'épaisseur. Il peut être également initié par des contraintes de cisaillements dénommés mode II et mode III (voir chapitre 7). Grâce au montage Arcan-Mines, nous allons être capables de caractériser les résistances d'interfaces suivant les modes I et II du carbone/PPS consolidé (voir figure V.1a). Ce dispositif a pour origine les travaux de M. Arcan : [Arcan *et al.*, 1978], [Voloshin *et al.*, 1980], [Voloshin *et al.*, 1984] et [Arcan *et al.*, 1987] où l'éprouvette en forme de papillon était homogène et massive. Tenant compte d'études plus récentes [Cognard *et al.*, 2006], nous l'avons fait évoluer afin de solliciter des assemblages collés [Joannès, 2007], [Mario, 2007] et [Leroy, 2011] pour étudier le comportement intrinsèque de l'adhésif placé entre deux substrats. Le but est de déterminer l'enveloppe des contraintes à la limite d'élasticité en traction, en cisaillement et modes mixtes.

V.1.2 Principe

V.1.2.1 Schémas

Ce montage expérimental est constitué de deux disques en acier reliés l'un l'autre par l'éprouvette elle-même (figure V.1a). Dans notre cas, l'éprouvette est formée d'un échantillon en composite collé à deux substrats métalliques (ici en acier) par une colle structurale époxy bi-composant (figure V.1b). Nous allons donc étudier le comportement mécanique d'un assemblage hybride et collé : acier-époxy-composite-époxy-acier. Le dispositif Arcan-Mines applique, au centre de gravité du composite, un torseur de forces composé uniquement d'une force normale et d'une force tangentielle. L'état de contraintes développé est donc une superposition d'un état de contraintes d'effort normal (traction ou compression) et d'un état de contraintes d'effort tranchant (cisaillement pur). On peut faire varier l'orientation de la force résultante appliquée afin de privilégier soit l'effort normal soit l'effort tangentiel. Le pas d'inclinaison de la force résultante est de $7,5^\circ$. L'angle peut donc varier de 0 à 150° (figure IV.2b). Les substrats métalliques comportent des becs inclinés qui sont dimensionnés pour éliminer les discontinuités de l'état de contraintes en périphérie du joint de colle et près des bords libres.

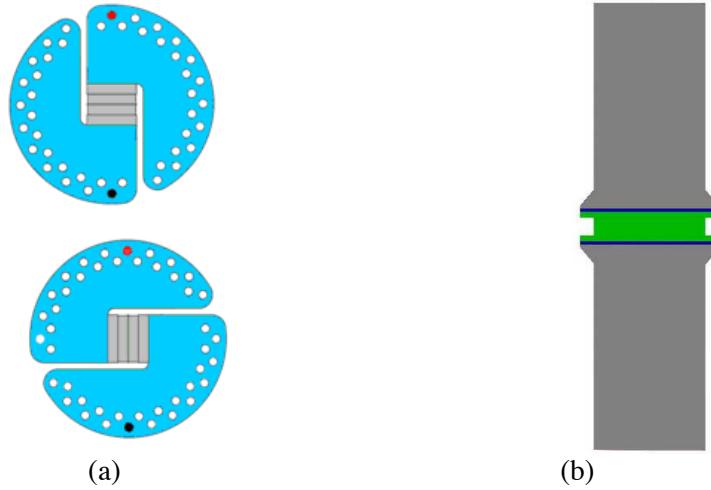


Figure V.1 – (a) Illustrations de deux configurations utilisées : traction (angle 0°) et cisaillement (angle 90°) avec en bleu : les disques en acier, en gris : les substrats métalliques, en vert : l'échantillon en composite, en rouge : le point d'application de la charge, en noir : le point de fixation, (b) Vue de profil de l'assemblage hybride et collé (en bleu : l'adhésif époxy)

V.1.2.2 Instrumentation

Les essais sont réalisés sur une machine de traction de type Instron. La force appliquée est mesurée grâce à une cellule de charge à jauge de déformation résistive de 5 000daN. La figure V.2a présente une photographie du montage instrumenté. L'état de déformation du joint peut être suivi de plusieurs façons :

- soit en utilisant un capteur extensométrique double, mesurant la composante normale et de glissement du déplacement des lèvres du joint de colle. On utilise généralement deux extensomètres, un de chaque côté du joint de colle pour apprécier toute flexion parasite. Les extensomètres mécaniques ne sont employés que pour les essais quasi-statiques où les accélérations mises en jeu sont faibles et ne sollicitent pas mécaniquement les extensomètres ;
- soit en analysant par corrélation d'images les déformations d'un mouchetis projeté sur la surface du joint, (essai filmé et dépouillé).

Les essais sont pilotés en charge à une vitesse de 7daN/s soit 1MPa/s afin d'être dans le domaine quasi-statique du matériau étudié.

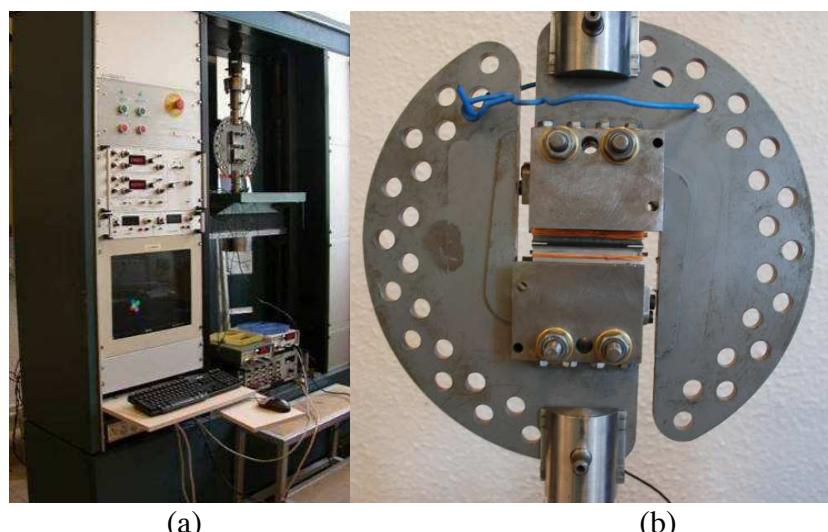


Figure V.2 – (a) Dispositif Arcan-Mines fixé à la machine de traction, (b) Photographie du montage

V.2 Protocole

V.2.1 Eprouvettes

Les liaisons chimiques créées lors collage entre le matériau composite carbone/PPS étudié et l'adhésif époxy étant très peu résistantes, la surface de collage a été augmentée par rapport à la surface de l'interface à solliciter et ce par usinage, avec un disque diamanté refroidie par eau, du pourtour de l'interface à caractériser (figure V.3). Ainsi les surfaces collées aux substrats métalliques sont deux fois plus importantes que celle de l'interface dont on souhaite connaître la résistance. L'entaille intéressante une hauteur de 2 à 3 plis (figure V.4). La réduction de la section doit être effectuée avec le plus grand soin afin de ne pas occasionner une rupture précoce. Des films de téflon placés lors de la fabrication des plaques consolidées permettraient de se priver de cette étape délicate. Les dimensions de l'échantillon sont de 70*10mm.



Figure V.3 – Plan des éprouvettes rectifiées pour essais Arcan-Mines sur composite tissé satin 5 de carbone/PPS

V.2.1 Préparation des surfaces

A l'image du collage des talons sur les éprouvettes de traction (voir paragraphe III.2.2.1), la préparation des surfaces est primordiale pour obtenir un résultat concluant [Loctite Aerospace, 2001]. Ainsi avant collage :

- 1) Les substrats d'acier ont subi un sablage au corindon fin (300 µm) ;
- 2) Les surfaces de l'éprouvette en composite sont soumises aux traitements suivants :
 - 2-1) Un ponçage manuel au papier de verre (grain 400) ;
 - 2-2) Un léger sablage au corindon fin ;
 - 2-3) Un dégraissage aux ultrasons dans de l'acétone ;
 - 2-4) Une attaque chimique à l'acide nitrique, concentré à 66%, pendant 45s ;
 - 2-5) Un flammage pendant quelques secondes.

Les deux premières étapes, 2-1) et 2-2), permettent de maximiser l'ancrage mécanique. Les dernières étapes, 2-4) et 2-5), ont pour conséquence d'oxyder la surface et ainsi d'accroître l'énergie de surface de la résine en introduisant des fonctions polaires dans les molécules de la surface traitée. Cela a pour effet d'augmenter la mouillabilité. D'autre part, cela permet également de créer des fonctions chimiques pouvant interagir avec celles présentes dans l'adhésif. L'ensemble de ces opérations permettent de décupler la force d'adhésion entre le composite et la colle utilisée (ici une colle époxy bi-composants de référence Hysol® EA9394 produite par Henkel Corporation citée dans les travaux de [Armstrong, 1996] et [Wang *et al.*, 2005]).

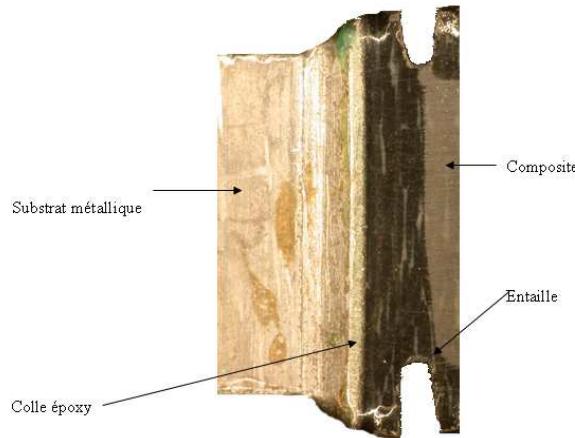


Figure V.4 – Détail de l'éprouvette pour essais Arcan-Mines sur composite tissé satin 5 de carbone/PPS

V.2.3 Essais de calorimétrie différentielle à balayage modulée

Afin de s'assurer que les propriétés physico-chimiques (température de transition vitreuse notée T_g et taux de cristallinité noté X_c) du matériau composite n'ont pas été dégradées par ces traitements de surface, des essais de calorimétrie différentielle à balayage modulée (mdsc) ont été menés. La procédure d'essais est une rampe de $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ modulée à $\pm 1,59^{\circ}\text{C}$ toute les 60s de l'ambiant à 320°C sous air. Les essais sont réalisés sur un analyseur enthalpique différentiel et modulé 2920 de la société TA Instruments. Sa calibration a été vérifiée par un test à l'indium. La comparaison des résultats entre une surface initiale (soit non traitée) et celle traitée avant collage démontre que les traitements de surface n'affectent pas de façon significative, ni la température de transition de vitreuse, ni le taux de cristallinité (voir figure V.5 et tableau V.1).

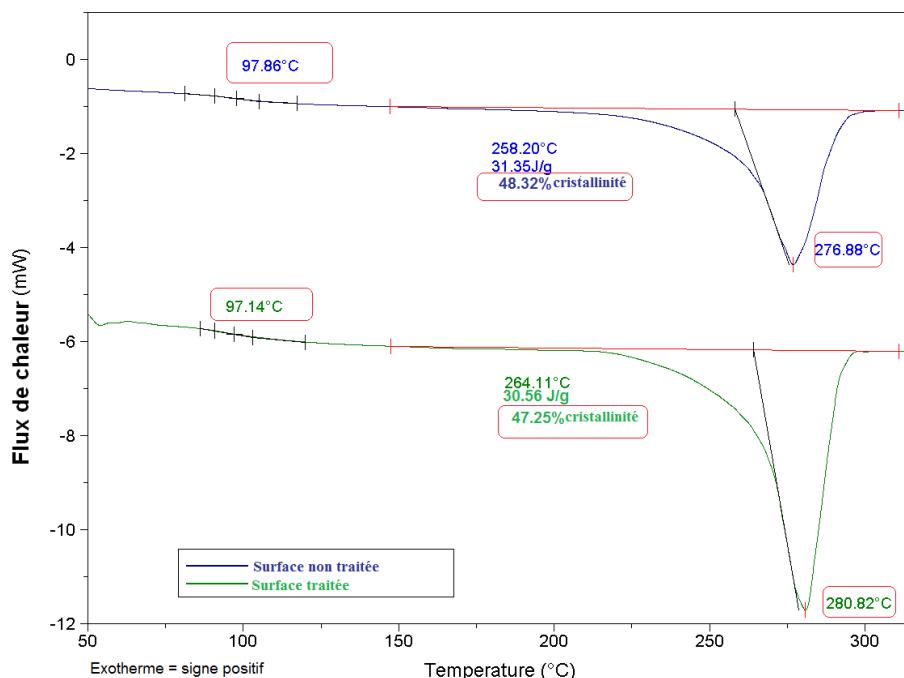


Figure V.5 – Comparaison de résultats (T_g et X_c) d'essais de mdsc entre une surface initiale en bleu et une surface traitée avant collage en vert

V. Détermination des résistances d'interfaces au moyen du dispositif expérimental Arcan-Mines

Propriétés physico-chimiques	Surface initiale (courbe bleue)	Surface traitée avant collage (courbe verte)	Ecart relatif (%)
Tg (°C)	97,86	97,14	0,74
X _c (%)	48,32	47,25	2,21

Tableau V.1 – Bilan des essais de M.D.S.C entre une surface initiale et une surface traitée avant collage

V.3 Application à une colle polyuréthane

Afin d'appréhender les possibilités offertes par le dispositif Arcan-Mines, nous avons, dans un premier temps, réalisé des essais sur une colle polyuréthane bi-composants selon quatre directions de sollicitation (0°, 30°, 60° et 90°). Les épaisseurs du joint de colle avaient une valeur moyenne de 325 microns avec un écart type de 45 microns. L'épaisseur visée était de 300 microns ce qui signifie que la qualité du collage est très satisfaisante. Avant collage, les surfaces des substrats en aluminium ont été préparées en effectuant un sablage au corindon fin afin de favoriser l'ancrage mécanique. Les éprouvettes sont stockées à température ambiante pendant huit jours avant essai pour permettre une polymérisation complète du polymère. Sa microstructure est une matrice formée d'un composé carboné en gris sur la figure V.6 (à savoir le polyuréthane) renforcée par des particules de craie de taille variable en blanc sur la figure V.6. L'ensemble des essais a été piloté en charge à une vitesse de 7 N/s. Cette vitesse permet de rester dans une gamme de vitesses de déformation quasi statiques. Les déplacements attendus ne dépassant pas la de centaines de micromètres, nous avons utilisé des extensomètres à lame à grande résolution ayant une base de mesure de 10mm. Dans le cas de la traction (angle à 0°) et du cisaillement (angle à 90°), les mesures sont doublées pour corriger un éventuel problème d'alignement de l'éprouvette. Nous sommes servis d'un capteur spécifique pour les essais biaxiaux (30° et 60°). Une cellule de charge de 2 000daN ayant une incertitude inférieure à $\pm 0,1\%$, montée en série sur celle d'origine (voir paragraphe V.1.2.2) afin d'avoir la précision nécessaire, complète le dispositif expérimental. Une douzaine d'essais ont été réalisés à l'ambiant.

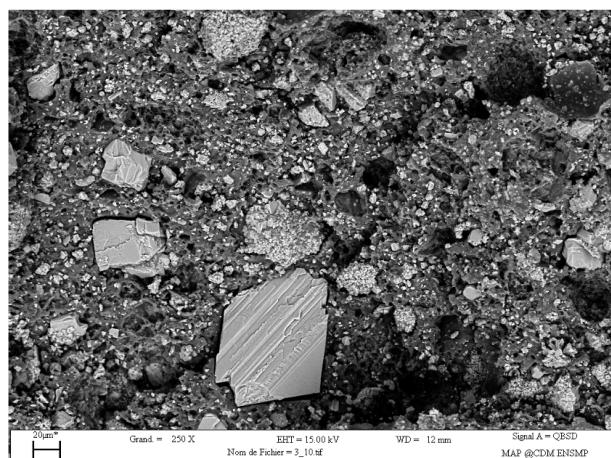


Figure V.6 – Observation par microscopie électronique à balayage (image par électrons rétrodiffusés afin de travailler en contraste chimique) de la microstructure de la colle polyuréthane

V.3.2 Résultats expérimentaux

V.3.2.1 Courbes d'essais

Les courbes d'essais de la charge en fonction de l'allongement sont présentées en figure V.7. D'une part, la reproductibilité de ces essais est correcte et, d'autre part, les raideurs correspondant au comportement élastique donnent les valeurs calculées à partir des essais effectués sur éprouvette haltère [Leroy *et al.* 2009]. En effet, les essais à 0° ont des rigidités comparables à celles calculées à partir des constantes d'élasticité déterminées sur éprouvettes haltères. De même, les essais à 90° ont des modules de cisaillement cohérents avec ceux des éprouvettes haltères. Quelque soit l'angle de sollicitation, nous observons un comportement non-linéaire. Pour chacune des courbes, nous déterminons la limite d'élasticité propre à l'essai. Elle est définie comme étant le point où la valeur de l'indice de corrélation d'une régression linéaire est maximum (voir paragraphe III.2.3.3). Par contre, l'angle de sollicitation affecte l'entrée en plasticité de la colle. En effet, selon l'orientation du vecteur contrainte, une pression hydrostatique se développe ou non au sein du matériau. A 0° , l'absence de contractions flancs du joints de colle à cause de leurs liaisons à des substrats infiniment plus rigides et de leur faibles hauteurs, est l'origine d'une forte pression hydrostatique. A contrario, à 90° , l'état de contrainte est très proche du cas d'un cisaillement pur (les substrats étant libres de se rapprocher) donc la pression hydrostatique est quasi nulle.

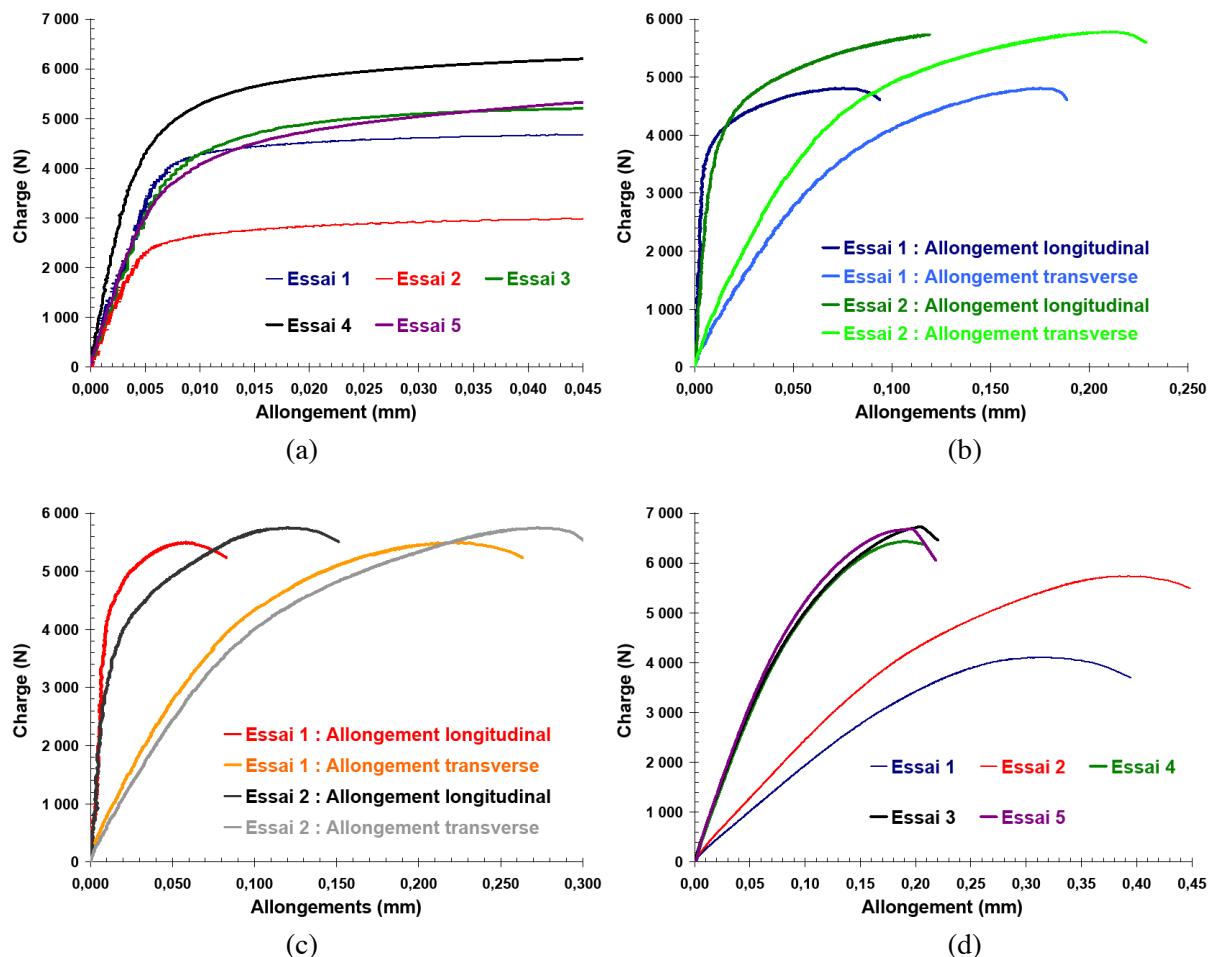


Figure V.7– Charge vs allongement, essais Arcan-Mines sur colle polyuréthane avec quatre angles de sollicitation : (a) 0° , (b) 30° , (c) 60° et (d) 90°

V.3.2.2 Faciès à rupture des éprouvettes

Quel que soit l'angle de sollicitation (0° , 30° , 60° et 90°), les faciès à rupture obtenus sont majoritairement cohésifs ce qui signifie que le collage est de bonne qualité et que les paramètres matériaux potentiellement identifiables seront bien ceux du matériau colle à l'intérieur du joint (voir figure V.8).



Figure V.8 – Clichés des faciès à rupture de type cohésif d'une éprouvette de colle polyuréthane sollicitée avec un angle de 30° : l'adhésif (de couleur gris clair) est présent des deux côtés du substrat métallique (ici un alliage d'aluminium)

V.4 Application à une colle époxy

V.4.1 Description des essais réalisés

Les résultats d'essais Arcan-Mines décrits précédemment démontrent que les adhésifs thermodurcissables ont un comportement non-linéaire et ce indépendamment de l'angle de sollicitation. Or lors des tests sur échantillon en matériaux composites, nous souhaitons effectuer un dépouillement analytique et donc relativement simple de nos essais. Pour cela, il est primordial que le film de colle époxy soit dans son domaine élastique tout au long de l'essai. Ainsi le comportement mécanique de l'adhésif époxy Hysol® EA9394 a été préalablement caractérisé par des essais Arcan-Mines en traction (soit un angle de 0°) et en cisaillement (soit un angle de 90°). Les épaisseurs du joint de colle avaient une valeur moyenne de 310 microns avec un écart type de 60 microns. Là aussi, l'épaisseur visée était de 300 microns. La qualité de collage est satisfaisante. Avant collage, les surfaces des substrats en acier ont subi un sablage au corindon. Après collage, les éprouvettes sont placées en étuve à 110°C pendant une heure afin d'accélérer le processus de polymérisation. Ensuite elles sont stockées à 70°C pendant quelques jours avant essai afin d'éviter toute absorption d'humidité. Sa microstructure est une matrice formée de l'époxy elle-même en gris foncé sur la figure V.9 renforcée par des particules minérales probablement du talc de taille variable en blanc sur la figure V.9. Nous sommes servis de la même vitesse de charge, de la machine de traction et des mêmes capteurs extensométriques décrits précédemment (voir paragraphe V.1.2.2). Une vingtaine d'essais ont été réalisés à l'ambiant.

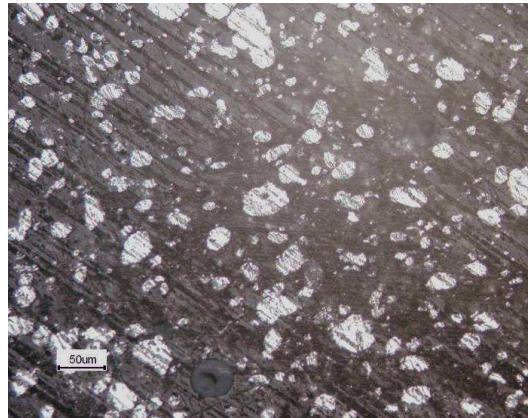


Figure V.9 – Observation par microscopie optique de la microstructure de la colle époxy Hysol® EA9394

V.4.2 Résultats expérimentaux

V.4.2.1 Courbes d'essais

Les courbes d'essais les plus représentatives de la charge en fonction de l'allongement sont présentées en figure V.10. En traction, nous observons un comportement élastique linéaire fragile. En effet, une fois polymérisé l'adhésif est très cassant. Par contre en cisaillement, nous observons un comportement non-linéaire avec une limite élastique nette. Cette colle ne semble pas être sensible à la pression hydrostatique. Cette différence avec le polyuréthane peut sûrement s'expliquer par les formes des particules agissant comme renforts : forme lamellaire dans le cas du polyuréthane, forme sphérique dans le cas de l'époxy. En tout cas, la colle époxy Hysol® EA9394 présente des caractéristiques mécaniques élevées (voir tableau V.2). C'est pourquoi nous l'avons choisi pour les tests sur matériaux composites. Dans les deux directions de sollicitations, les allongements mesurés (inférieurs à 10microns) sont faibles comparés à l'épaisseur du joint de colle. L'hypothèse des petites perturbations reste donc valable, ainsi nous avons pu travailler en contrainte et déformations nominales. En négligeant la déformation des substrats métalliques et en supposant le matériau isotrope, les caractéristiques élastiques (soient son module de cisaillement noté $G_{\text{adhésif}}$, son coefficient de Poisson $v_{\text{adhésif}}$ et son module d'Young $E_{\text{adhésif}}$) de l'adhésif sont déterminées au moyen des formules suivantes (pour plus de détails, voir paragraphe V.4.1 suivant) :

- en cisaillement,

$$G_{\text{adhésif}} = \tau / \gamma \quad (\text{V.1}) \quad \text{avec } \tau = F/S \quad (\text{V.2}) \quad \text{et } \gamma = A \tan(\delta l/e) \quad (\text{V.3})$$

Avec F la force et δl l'allongement mesurés lors de l'essai Arcan-Mines avec un angle de 90° , S la surface de collage, e l'épaisseur du joint de colle.

- en traction,

$$v_{\text{adhésif}} = (G_{\text{adhésif}} - 2M_{\text{adhésif}}) / (2(G_{\text{adhésif}} - M_{\text{adhésif}})) \quad (\text{V.4}) \quad \text{et } E_{\text{adhésif}} = G_{\text{adhésif}} / (2(1 + v_{\text{adhésif}})) \quad (\text{V.5})$$

Avec $M_{\text{adhésif}}$ le module apparent déterminé lors de l'essai Arcan-Mines avec un angle de 0° tel que :

$$M_{\text{adhésif}} = \sigma / \epsilon \quad (\text{V.6}) \quad \text{avec } \sigma = F/S \quad (\text{V.7}) \quad \text{et } \epsilon = \Delta l/e \quad (\text{V.8})$$

Avec F la force et Δl l'allongement mesurés lors de l'essai Arcan-Mines avec un angle de 0° , S la surface de collage, e l'épaisseur du joint de colle.

V. Détermination des résistances d'interfaces au moyen du dispositif expérimental Arcan-Mines

Compte-tenu des écart-types resserré autour des moyennes, la reproductibilité de l'essai Arcan-Mines pour cette colle à haut module est très satisfaisante. Ces valeurs nous ont permis de calculer le ratio entre la surface de collage et celle de l'interface à tester du composite, nécessaire pour maintenir l'adhésif dans son domaine élastique lors des tests sur échantillons en composite. Ce ratio a été multiplié par un coefficient de sécurité de 1,5.

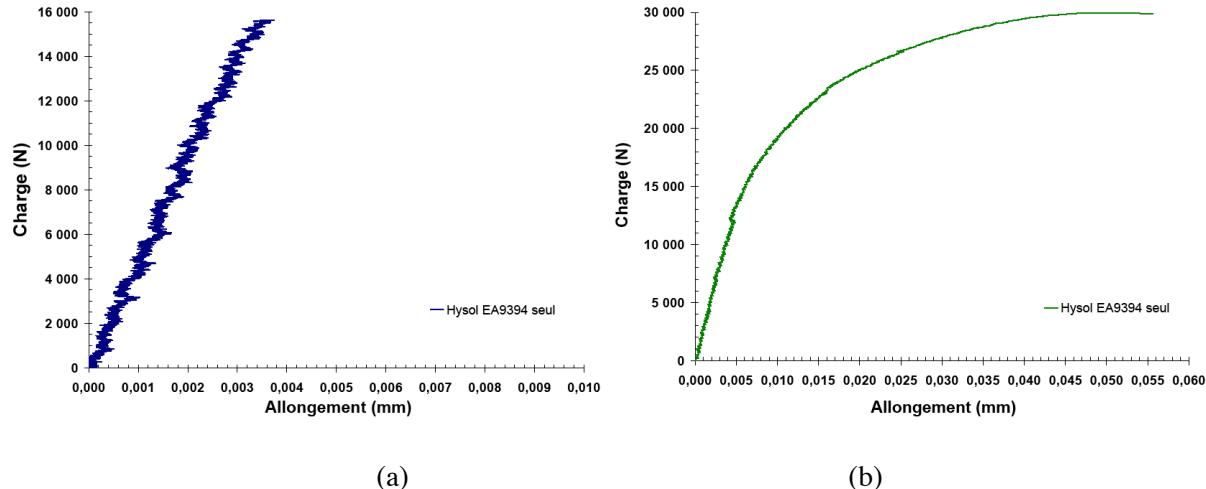


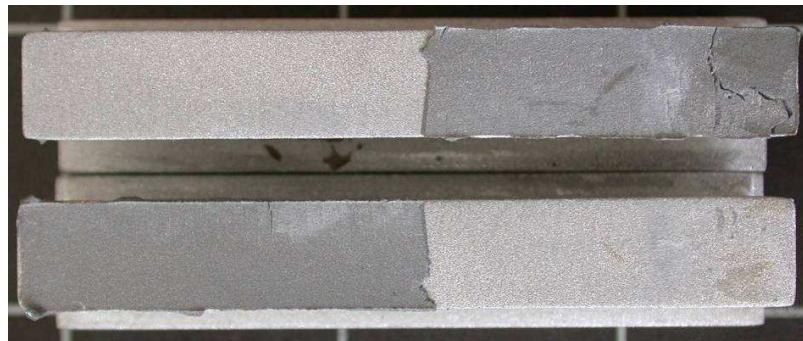
Figure V.10 – Charge vs allongement, essais Arcan-Mines sur colle époxy bi-composants Hysol® EA9394 avec deux angles de sollicitation : (a) 0° et (b) 90°

Propriétés mécaniques	Moyenne	Ecart-type
$G_{\text{adhésif}}$ (GPa)	0,827	0,386
$v_{\text{adhésif}}$ (-)	0,293	/
$E_{\text{adhésif}}$ (GPa)	2,283	
$M_{\text{adhésif}}$ (GPa)	3,015	1,034
σ^e (MPa)	24,702	7,935
σ^R (MPa)	28,931	9,972
τ^e (MPa)	15,645	3,335
τ^R (MPa)	40,415	4,565

Tableau V.2 – Caractéristiques mécaniques de la colle Hysol® EA9394 déterminées par essais Arcan-Mines avec deux angles de sollicitation 0° et 90° (indice e pour limite élastique et indice R pour rupture)

V.4.2.2 Faciès à rupture des éprouvettes

Pour l'adhésif époxy, les faciès à rupture des éprouvettes sollicitées avec un angle de 0° sont adhésifs. A l'opposé les faciès à rupture des éprouvettes sollicitées avec un angle de 90° sont majoritairement cohésifs. Ces observations sont en accord avec les courbes de comportement obtenues.



(a)



(b)

Figure V.11 – Clichés des faciès à rupture de type adhésif d'une éprouvette sollicitée avec un angle de 0° : l'adhésif époxy (de couleur gris foncé) n'est pas présent des deux côtés du substrat métallique (ici un alliage d'acier) et de type majoritairement cohésif d'une éprouvette sollicitée avec un angle de 90°

V.5 Application au carbone/PPS

V.5.1 Dépouillement analytique des essais

Lors des tests sur échantillon composite, nous nous sommes assurés qu'à la fois en mode I (traction) et en mode II (cisaillement), le film de colle époxy soit dans son domaine élastique tout au long de l'essai. Ainsi dans les deux cas, la déformation du composite peut donc être obtenue par soustraction (figure V.12). De plus, les modules d'Young et de cisaillement de l'acier étant très supérieures à ceux de l'adhésif ou ceux du composite, nous pouvons supposer que les allongements dus à l'acier sont négligeables. Nous faisons l'hypothèse de petites perturbations, nous travaillerons donc en contrainte et déformations nominales.

V. Détermination des résistances d'interfaces au moyen du dispositif expérimental Arcan-Mines

En mode I (traction) (figure 16a), l'allongement mesuré est égale à la somme des allongements de chacun des matériaux constituant l'assemblage hybride (acier-colle-composite). Ainsi on a :

$$\Delta l_{total} = \Delta l_{composite} + \Delta l_{adhésif} + \Delta l_{acier} \quad (V.9)$$

Où Δl_{total} est l'allongement mesuré par l'extensomètre.

Or $\Delta l_{acier} \approx 0$

Donc

$$\Delta l_{total} \approx \Delta l_{composite} + \Delta l_{adhésif} \quad (V.10)$$

Et d'après la loi de Hooke, on a $\Delta l_{adhésif} = 2e_{adhésif} F / (E_{adhésif} S_1)$ (V.11)

Où F est la force appliquée, $e_{adhésif}$ l'épaisseur initiale de l'adhésif, S_1 la surface collée et $E_{adhésif}$ le module d'Young de l'adhésif.

Ainsi, on a :

$$\Delta l_{composite} \approx \Delta l_{total} - 2e_{adhésif} F / (E_{adhésif} S_1) \quad (V.12)$$

On en déduit la déformation longitudinale ε et la contrainte de traction σ au sein du matériau composite :

$$\varepsilon_{composite} \approx (\Delta l_{total} - 2e_{adhésif} F / (E_{adhésif} S_1)) / e_{composite} \quad (V.13) \text{ et } \sigma_{composite} = F / S_2 \quad (V.14)$$

Avec S_2 la section à tester et $e_{composite}$ l'épaisseur initiale du composite.

En mode II (cisaillement) (figure 16b), l'allongement mesuré est aussi égale à la somme des allongements de chacun des matériaux constituant l'assemblage hybride (acier-colle-composite)

Ainsi on a :

$$\delta l_{total} = \delta l_{composite} + \delta l_{adhésif} + \delta l_{acier} \quad (V.15)$$

Où δl_{total} est le déplacement mesuré par l'extensomètre.

Or $\delta l_{acier} \approx 0$

Donc

$$\delta l_{total} \approx \delta l_{composite} + \delta l_{adhésif} \quad (V.16)$$

Et d'après les lois de l'élasticité, on a $\delta l_{adhésif} = 2e_{adhésif} \tan(F / (G_{adhésif} S_1))$ (V.17)

Où F est la force appliquée, $e_{adhésif}$ l'épaisseur initiale de l'adhésif, S_1 la surface collée et $G_{adhésif}$ le module de cisaillement de l'adhésif.

Ainsi, on a :

$$\delta l_{composite} \approx \delta l_{total} - 2e_{adhésif} * \tan(F / (G_{adhésif} S_1)) \quad (V.18)$$

On en déduit l'angle de glissement γ et la contrainte de cisaillement τ au sein du matériau composite :

$$\gamma_{composite} \approx (\delta l_{total} - 2e_{adhésif} * \tan(F / (G_{adhésif} S_1))) / e_{composite} \quad (V.19) \text{ et } \tau_{composite} = F / S_2 \quad (V.20)$$

Avec S_2 la section à tester et $e_{composite}$ l'épaisseur initiale du composite.

Les formules (V.13-14) et (V.19-20) nous permettront d'accéder aux comportements mécaniques des échantillons en composite lors d'essais Arcan-Mines en modes I et II. Pour l'adhésif, nous utiliserons les modules élastiques moyens déterminés par essais Arcan-Mines (voir paragraphe V.4.2.1).

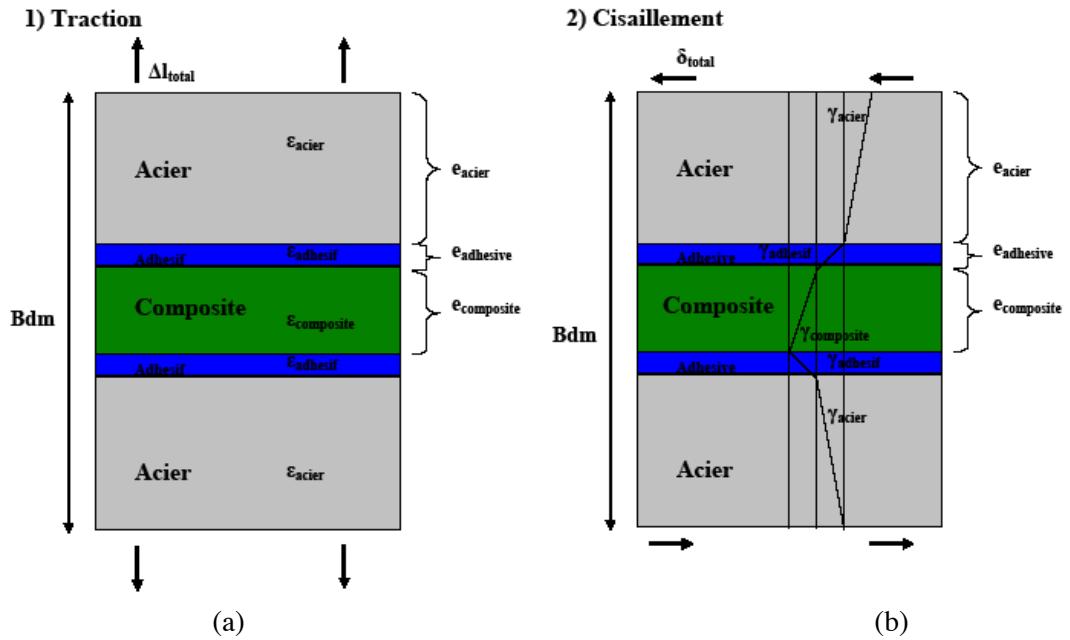


Figure V.12 – Schémas des mesures lors d'essai Arcan-Mines en (a) : mode I (traction) et en (b) : mode II (cisaillement)

V.5.2 Résultats expérimentaux

V.5.2.1 Courbes d'essais

Afin de démontrer la faisabilité de ces essais avec du carbone/PPS consolidé, deux courbes résultats sont présentés en figures V.13a et V.13b. La séquence testée est $0^\circ/+45^\circ/0^\circ/+45^\circ/0^\circ/-45^\circ/0^\circ$. Pour les deux modes, nous observons un amorçage et une propagation du déclaminage jusqu'à rupture dans la section centrale du composite (voir figures V.15a et V.15b). La déformation et l'angle de glissement restent le cadre fixé par l'hypothèse des petites perturbations. Notre dépouillement est donc valable. En mode I (traction) comme en mode II (cisaillement), le comportement du composite est linéaire puis non-linéaire jusqu'à rupture. Ce type de comportement est en accord avec celui résultant d'un essai de cisaillement plan à trois rails [De Baere *et al.*, 2008]. Nous avons extrait de ces essais les caractéristiques mécaniques (voir tableau V.3), et notamment les points de non-linéarité définis comme les points où les valeurs des indice de corrélation des régressions linéaires sont maximums. Dans le cas du mode I, il est noté Y_t . Dans le cas du mode II, il est noté S . Les valeurs des modules élastiques déterminés à partir de ces deux tests sont cohérentes par celles obtenues par essais de compression dans l'épaisseur sur disque (voir paragraphe III.3.3) et par essais de flexion trois points à appuis rapprochés (voir paragraphe III.4.3). Mais étant donné qu'il faut émettre une hypothèse sur les valeurs des modules élastiques de l'époxy, ceux du composite ne sont que des valeurs approximées. Néanmoins nous avons établi qu'en quasi-statique la résistance d'interfaces du carbone/PPS consolidé est supérieure, environ trois fois, en mode II qu'en mode I. Cependant, comparé au carbone/époxy [Nimendum, 2009], ces valeurs sont faibles. Cela signifie que la qualité interfaciale dépendante de l'ensimage, agent de pontage dont le rôle est d'assurer une liaison physico-chimique entre les fibres et la matrice [Bergeret et Krawczak, 2006], n'est pas optimum pour le carbone/PPS consolidé.

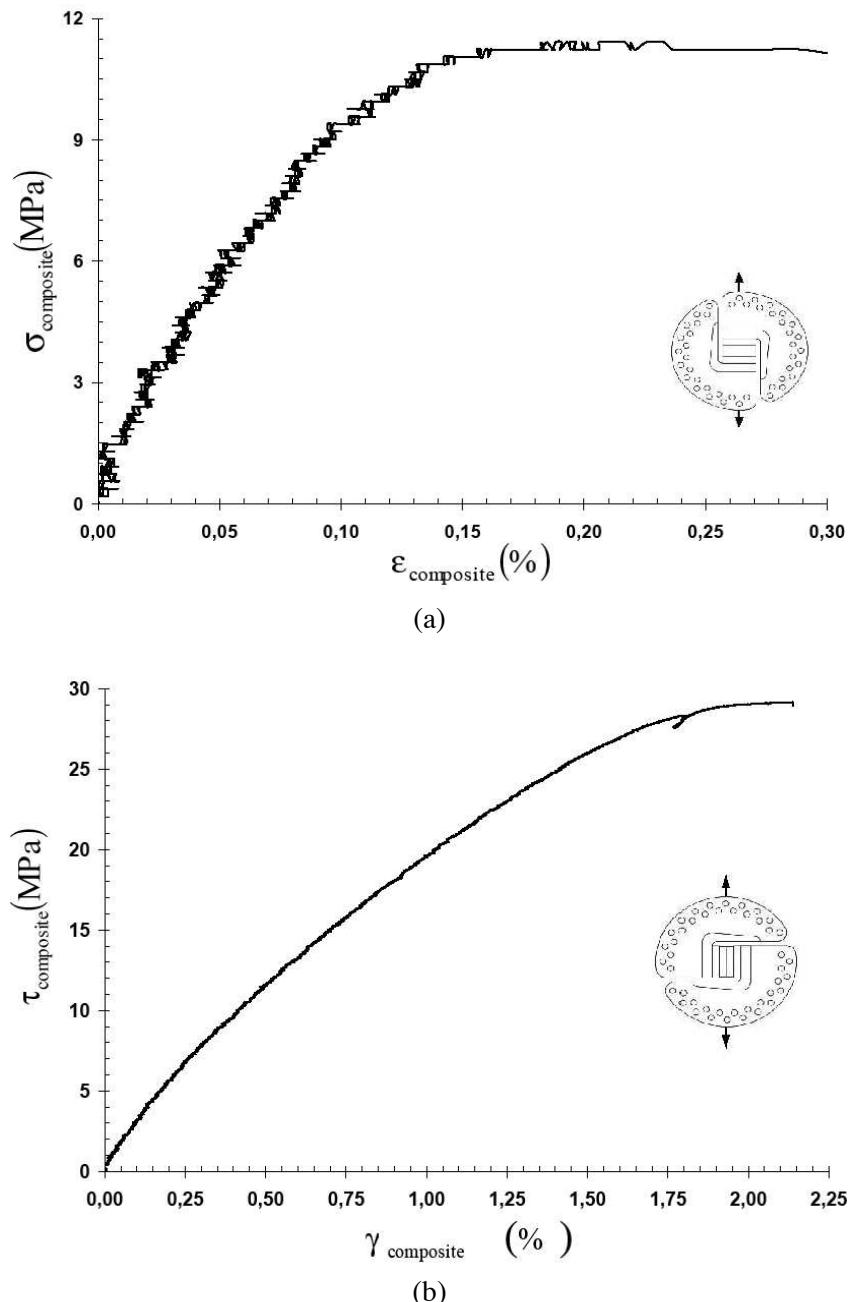


Figure V.13 – (a) Contrainte vs déformation, essais Arcan-Mines en mode I (traction) sur carbone/PPS ; (b) Contrainte de cisaillement vs angle de glissement, essais Arcan-Mines en mode II (cisaillement) sur carbone/PPS

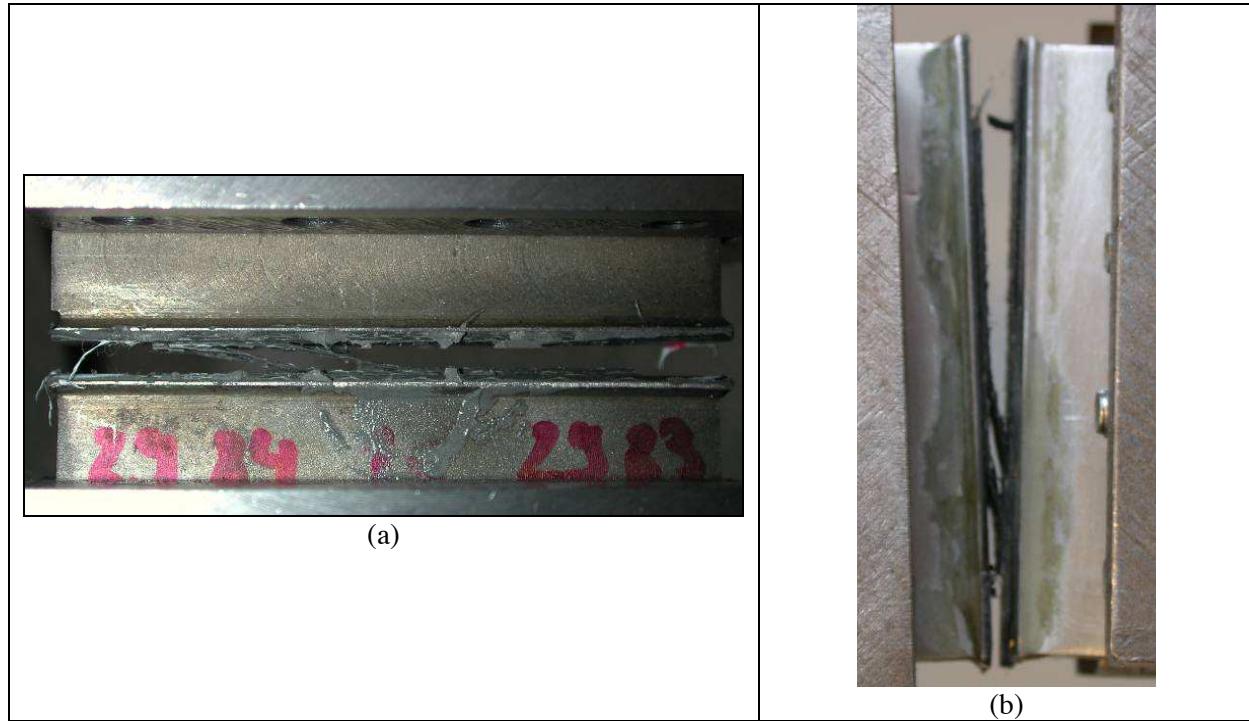


Figure V.15— Clichés pris lors des Arcan-Mines sur carbone/PPS consolidé pour une séquence testée $0^\circ/+45^\circ/0^\circ/+45^\circ/0^\circ/-45^\circ/0^\circ$ en (a) mode I (traction), en (b) mode II (cisaillement)

Propriétés mécaniques	Valeurs
$E_{\text{composite}}$ (GPa)	6,112
$G_{\text{composite}}$ (GPa)	1,642
Y_t (MPa)	9,390
σ^R (MPa)	11,415
S (MPa)	23,987
τ^R (MPa)	29,175

Tableau V.3 – Caractéristiques mécaniques du composite carbone/PPS déterminées par essais Arcan-Mines avec deux angles de sollicitation 0° et 90°

V.5.2.2 Faciès à rupture des éprouvettes

Pour les deux modes, nous observons sur les figures V.15a et V.15b des ruptures nettes dans le pli à 0° de la séquence testée. Cela démontre que les essais sont réussis. Nous constatons également qu'à chaque fois, une face du faciès apparaît plus sombre que son opposé. Nous en avons déduit que la face la plus claire (couleur bleu clair) avait un taux massique de résine plus élevé que son opposé.

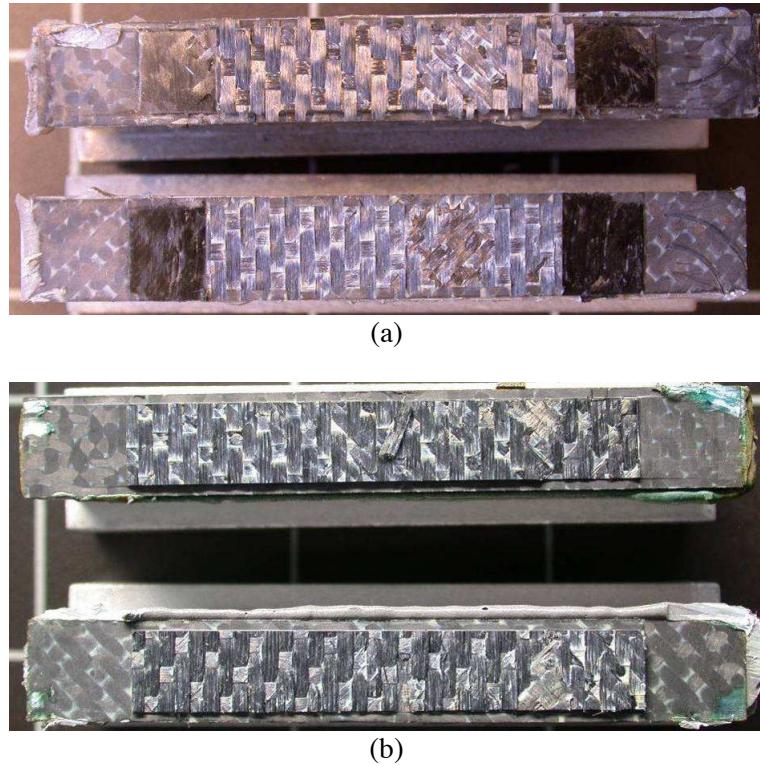


Figure V.15 – Faciès à rupture suite aux essais Arcan-Mines sur du carbone/PPS consolidé pour une séquence testée $0^\circ/+45^\circ/0^\circ/+45^\circ/0^\circ/-45^\circ/0^\circ$ en (a) mode I (traction), en (b) mode II (cisaillement)

V.5.2.3 Analyses thermogravimétriques après essai Arcan-Mines sur carbone/PPS consolidé

A la suite des essais Arcan-Mines, nous avons extrait des faciès à rupture, par carottage sous eau, des échantillons circulaires de 5mm de diamètre afin de mener des analyses thermogravimétriques [Daudon, 2001]. Cette technique d'analyse thermique consiste à mesurer la variation de la masse d'un échantillon en fonction de la température. La procédure d'essai est une rampe de $10^\circ\text{C}/\text{min}$ de 30°C à 800°C puis retour à la température initiale. Les essais sont faits sous air. Trois échantillons par face ont été testés. Trois échantillons de résine pure ont également testées. L'ensemble des échantillons sont placés en étuve à 70°C pendant quelques jours afin que l'humidité potentiellement absorbée par les matériaux ne fausse les mesures. L'objectif de ces tests est de comparer les taux massiques de résine entre la face sombre et celle plus claire des faciès à rupture d'essais Arcan-Mines (voir figure V.15).

Les courbes moyennes de la perte de masse en fonction de la température sont présentées en figures V.16a et V.16b. L'allure des courbes du matériau composite est en cohérence avec la littérature [Pamphilis, 1988]. Lors de la montée en température, nous observons deux phases :

- de 30°C à 570°C , les courbes des deux faces se superposent à peu près ;
- par contre de 600°C à 800°C , les courbes présentent des comportements différents avec notamment une pente plus élevée pour la face claire.

Lors du refroidissement, pour les faces, la perte de masse continue à augmenter avant de se stabiliser à partir de 400°C . Pour la résine pure, nous observons quatre phases distinctes :

- de 30°C à 300°C (phase 1), aucune évolution de la masse, le matériau est stable ;
- de 300°C à 435°C (phase 2), le matériau fond ;
- de 435°C à 570°C (phase 3), il s'agit de la perte des fonctions sulfurées ;
- de 570°C à 800°C (phase 4), il s'agit de la dégradation de la chaîne principale jusqu'à vaporisation totale [Meyer, 2004].

V. Détermination des résistances d'interfaces au moyen du dispositif expérimental Arcan-Mines

Cela signifie que pour le matériau composite, les 40minutes de refroidissement sont nécessaires pour vaporiser la totalité de la résine piégée par le tissu de satin 5 de fibres de carbone. Cependant nous savons qu'à partir de 680°C, la masse du carbone diminue sous l'effet de l'oxydation. En conséquence, pour ne pas biaiser le calcul des taux massiques de résine du matériau composite, nous nous contenterons de comparer à 680°C les pertes de masse pour chacune des faces du faciès à rupture d'essais Arcan-Mines (voir tableau V.4). En tout cas, la reproductibilité de ces essais est très bonne. Nous constatons que la face claire a nettement une perte de masse supérieure à la face sombre. Nous en déduisons que la face claire a un taux massique de résine significativement supérieur à celui de la face sombre (au moins 33%). Cela confirme les observations visuelles (voir figure V.15). En conclusion l'essai Arcan-Mines permet de rompre l'adhésion fibre/matrice et ce dans deux sens de sollicitations différents. Par conséquent, les résistances d'interfaces obtenues via ce dispositif expérimental sont intrinsèques au matériau composite sollicité et donc indépendantes de la séquence testée.

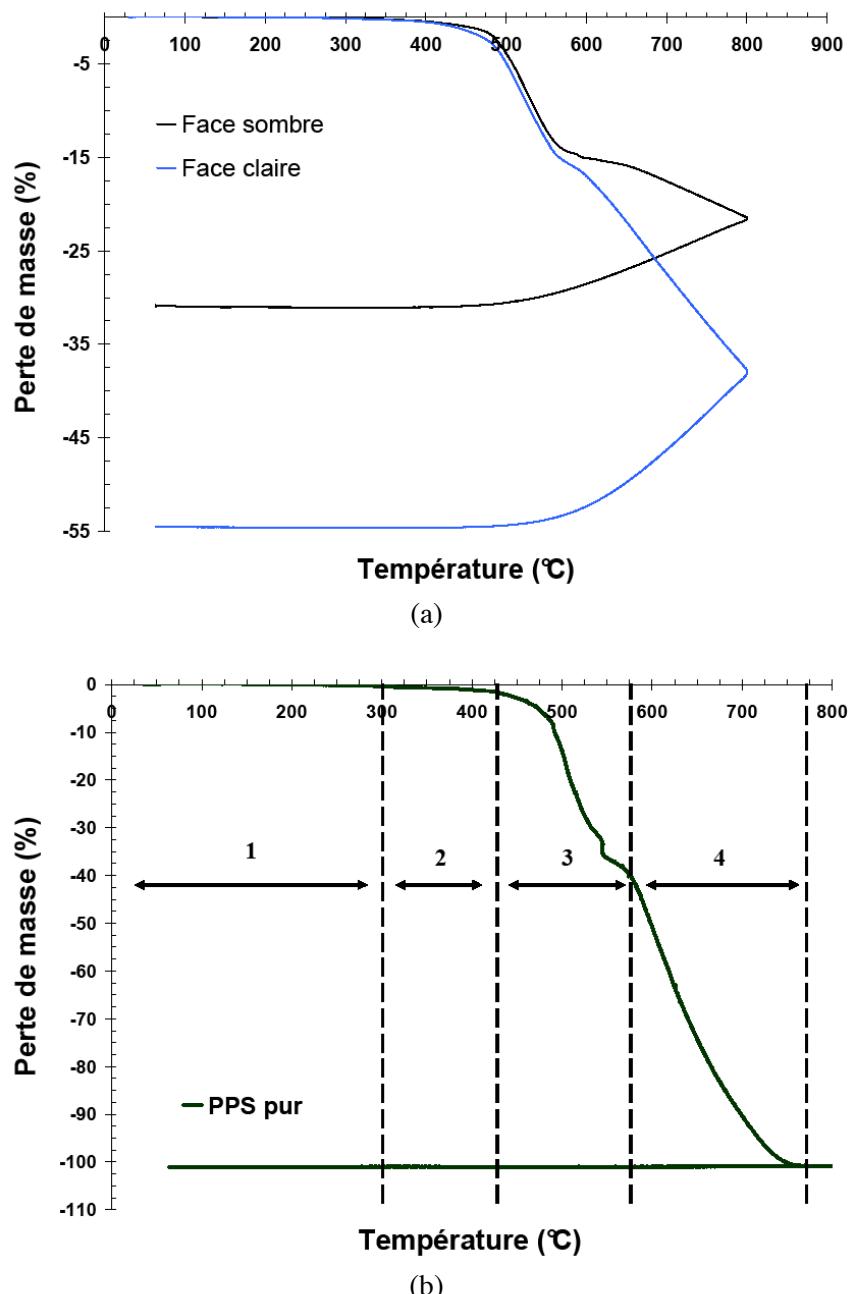


Figure V.16 – Perte de masse vs température, résultats d'analyses thermogravimétriques sur : (a) faciès à rupture d'essais Arcan-Mines, (b) résine pure

	Face sombre	Face claire	Ecart relatif entre les deux faces (%)
Perte de masse à 680°C (%)	16,834±0,113	25,258±0,281	33,353

Tableau V.4 – Caractéristiques mécaniques du composite carbone/PPS déterminées par essais Arcan-Mines avec deux angles de sollicitation 0° et 90°

V.5.2.4 Valeurs moyennes déduites des essais Arcan-Mines en mode I et II sur carbone/PPS consolidé

Les histogrammes moyens par séquence des résultats obtenus en mode I sur du carbone/PPS consolidé sont présentés en figure V.17. Ainsi nous avons réalisé douze essais sur les séquences suivantes : 0° sens chaîne, 0° sens trame, 0°/+45°/0°/+45°/0°/-45°/0° et 0°/+20°/-20°/0°/-20°/+20°/0°. Pour être le plus représentatif possible, trois essais par séquence ont été effectués. Pour le mode I, le point de non-linéarité du comportement (noté Y_t) moyen est égal environ à 15 MPa et la contrainte à rupture moyenne (noté σ^R) est quant à elle égale à 16 MPa. En mode I, la zone de non-linéarité du comportement est donc peu étendue en termes de contraintes et de déformations (voir tableau V.5). Pour ces deux grandeurs, l'écart-type est faible (voir tableau V.5). Cela signifie qu'expérimentalement ces valeurs sont bien indépendantes de la séquence testée. Et donc, elles sont bien intrinsèques au carbone/PPS consolidé.

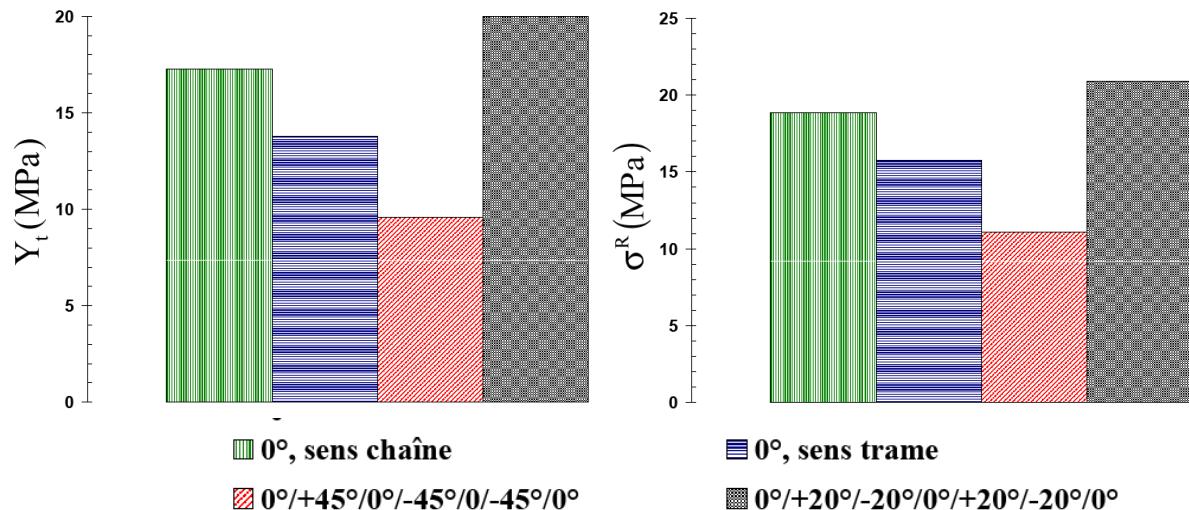


Figure V.17 – (a) Points de non-linéarité du comportement, noté Y_t , (b) Contraintes à rupture, noté σ^R obtenus sur carbone/PPS consolidé par essais Arcan-Mines en mode I

Mode I	Moyenne	Ecart-type
Y_t (MPa)	14,717	5,014
σ^R (MPa)	16,253	4,699
ε^{Y_t} (%)	0,243	0,105
ε^R (%)	0,391	0,207

Tableau V.5 – Caractéristiques mécaniques du composite carbone/PPS déterminées par essais Arcan-Mines en mode I

V. Détermination des résistances d'interfaces au moyen du dispositif expérimental Arcan-Mines

Les histogrammes moyens par séquence des résultats obtenus en mode II sur du carbone/PPS consolidé sont présentés en figure V.18. Comme pour le mode I, nous avons réalisé douze essais sur les séquences suivantes : 0° sens chaîne, 0° sens trame, $0^\circ/+45^\circ/0^\circ/+45^\circ/0^\circ/-45^\circ/0^\circ$ et $0^\circ/+20^\circ/-20^\circ/0^\circ/-20^\circ/+20^\circ/0^\circ$. De même, trois essais par séquence ont été effectués. Pour le mode II, le point de non-linéarité du comportement (noté S) moyen est égal environ à 26 MPa et la contrainte à rupture moyenne (noté τ^R) est quant à elle égale à 36 MPa. La zone de non-linéarité du comportement en mode II est plus étendue en termes de contraintes et de déformations qu'en mode I (voir tableau V.6). Pour ces deux grandeurs, l'écart-type est là encore faible (voir tableau V.6). Cela signifie qu'expérimentalement ces valeurs sont également indépendantes de la séquence testée. Et donc, elles sont là aussi intrinsèques au carbone/PPS consolidé. Nous constatons qu'en moyenne la résistance d'interfaces en mode II est environ 1,8 fois supérieure à celle en mode I.

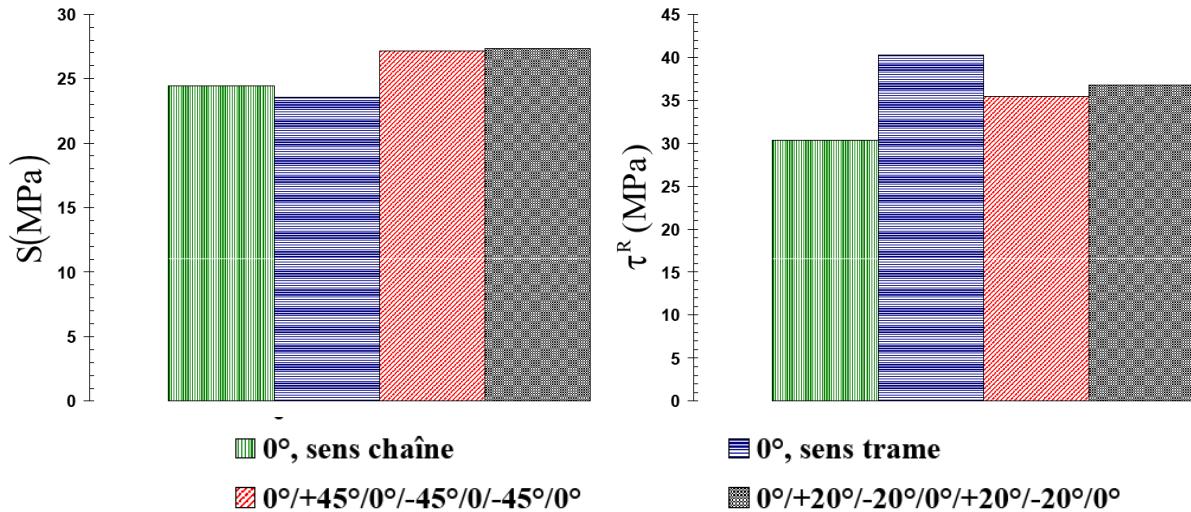


Figure V.18 – (a) Points de non-linéarité du comportement, noté S , (b) Contraintes à rupture, noté τ^R obtenus sur carbone/PPS consolidé par essais Arcan-Mines en mode I

Mode I	Moyenne	Ecart-type
S (MPa)	25,780	4,857
τ^R (MPa)	35,538	5,229
γ^S (%)	0,903	0,644
γ^R (%)	2,447	0,915

Tableau V.6 – Caractéristiques mécaniques du composite carbone/PPS déterminées par essais Arcan-Mines en mode II

V.6 Association à une chaîne d'émission acoustique

V.6.1 Principe

Dans le but de déterminer la cause de la non-linéarité du comportement lors des tests sur carbone/PPS consolidé, nous avons associé au dispositif Arcan-Mines une chaîne d'émission acoustique. Cette technique sert à étudier les phénomènes physiques (déformation plastique, corrosion, etc.) et les mécanismes d'endommagement au sein de matériau mais aussi comme méthode de contrôle non destructif. Selon l'AFNOR, « l'émission acoustique est un phénomène de libération d'énergie sous forme d'ondes élastiques transitoires au sein d'un matériau soumis à une sollicitation ». Elle est donc très proche à l'activité sismique [Roget, 1990]. Dans le matériau, les ondes ultrasonores, de signal et de fréquences diverses, se propagent et atteignent la surface en étant modifiées ou non. La vibration de la surface est enregistrée par un capteur piézoélectrique qui une fois amplifiée, fournira le signal d'émission acoustique. Typiquement, la croissance d'une fissure conduit en temps réel et au niveau de celle-ci à la création d'une onde (voir figure V.20). L'évolution de l'onde acoustique étant dépendante de celle de la fissure, cette technique ne permet pas de déceler des défauts passifs. Pour les matériaux composites, les sources attendues d'émission acoustique sont diverses : fissuration matricielle, fissuration transverse, rupture de fibres, délamination, etc. Mais elles résultent toutes de phénomènes irréversibles et constituent un endommagement pour le matériau. L'émission acoustique va permettre de les classifier [Blassiau, 2005] et [Huguet, 2002].

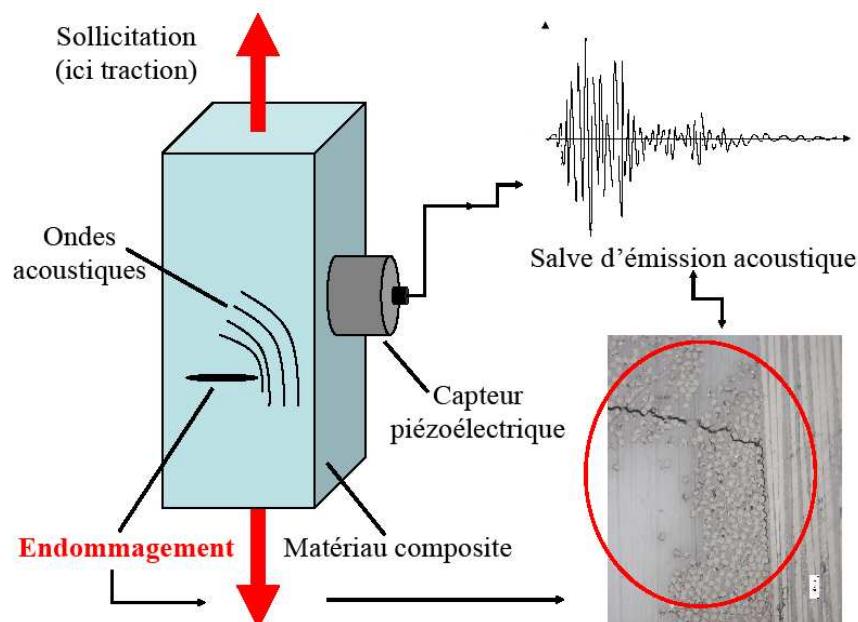


Figure V.20 – Principe de la chaîne d'émission acoustique

V.6.2 Instrumentation

L'acquisition des événements par émission acoustique est effectuée à l'aide du système Mistras (fourni par Euro Physical Acoustic®, E.P.A) permettant la localisation de sources d'émission acoustique (voir figure V.21). La chaîne de mesure inclut trois pré-amplificateurs de 40dB situés entre les deux capteurs piézoélectriques PICO (ayant une fréquence de résonnance de 250kHz et une plage d'utilisation entre 200 et 750 kHz) et un capteur piézoélectrique Micro80 (ayant une fréquence de résonnance de 250kHz et une plage d'utilisation entre 175 et 1000kHz). Le faible encombrement des capteurs PICO (diamètre x hauteur = 5 x 4 mm) leur permet d'être placé au plus près de l'échantillon en matériau composite et au centre du dispositif Arcan-Mines (voir figure V.22). Le capteur Micro80 (diamètre x hauteur = 10 x 12 mm) étant plus volumineux est placé près du système de serrage de l'éprouvette hybride (métal-colle-composite-colle-métal) afin de discriminer les événements issus du dispositif de ceux émis par le composite (voir figure V.22). Le couplage entre la surface métallique et celle en céramique des capteurs est assuré par un gel silicone. Le maintien des capteurs est assuré, soit par un élastique pour le Micro80, soit par pression exercée par une tige rigide serrée sur le dispositif lui-même et appuyant sur une protection en caoutchouc pour les capteurs PICO (voir figure V.22). La qualité du couplage et de l'amarrage des capteurs est validé par des tests de pulse (cela consiste à faire émettre les capteurs l'un après l'autre) pour déterminer le temps de parcours des ondes émises et reçues pour chacun des capteurs. La fonction de localisation des événements d'émission acoustique est contrôlée par des ruptures de mines de crayons à proximité immédiate ou non du capteur. Le logiciel Mistras 2001 commercialisé avec le matériel d'émission acoustique a servi à l'acquisition des signaux. Pour leurs traitements, nous avons utilisé le logiciel Noesis 5. Ce travail a été réalisé en collaboration avec une post-doctorante du Centre des Matériaux : Hasnae Zejli ayant travaillée lors de sa thèse sur l'émission acoustique appliquée à la détection et la localisation de fils rompus dans les ancrages des câbles des ouvrages d'art [Zejli *et al.*, 2006] et [Zejli, 2007].

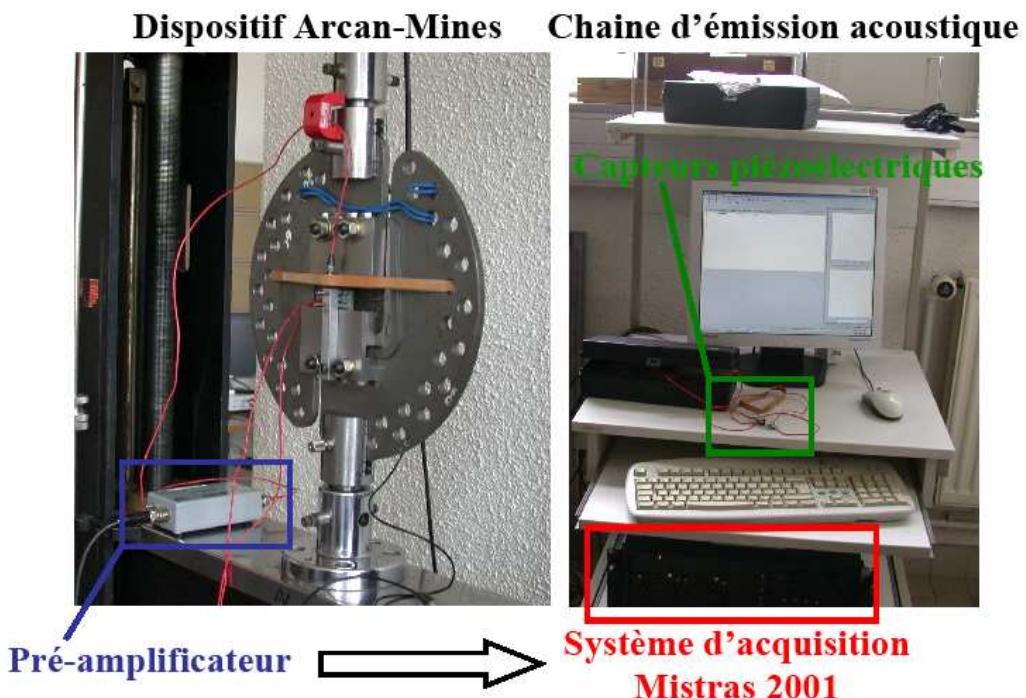


Figure V.21 – Dispositif Arcan-Mines associé à une chaîne d'émission acoustique

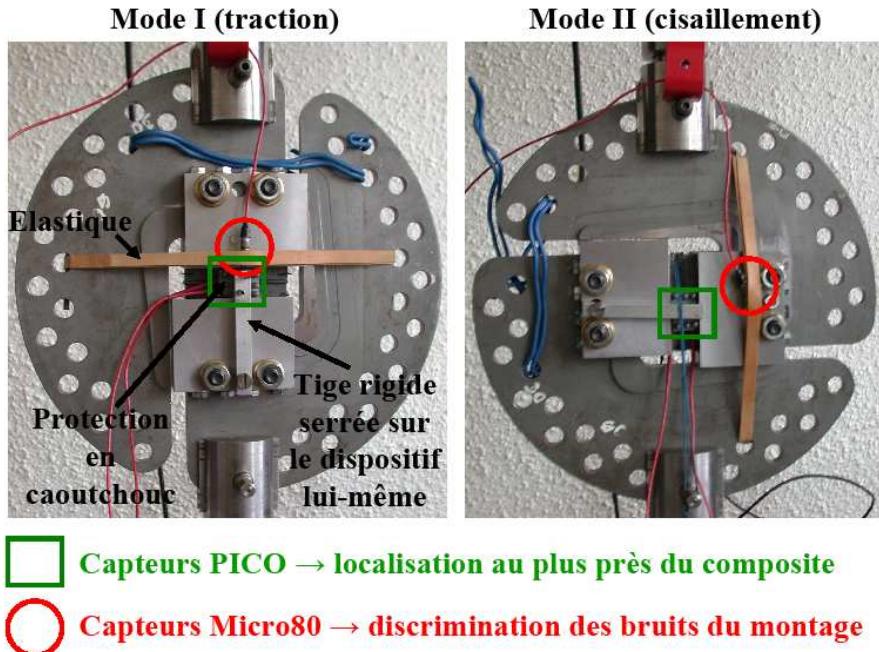


Figure V.22 – Amarrage des capteurs piézoélectriques d'émission acoustique sur le dispositif Arcan-Mines, à gauche en mode I (traction) à droite mode II (cisaillement)

V.6.3 Résultats expérimentaux

Pour les deux modes de sollicitation, la chaîne d'émission acoustique présentée au paragraphe précédent a été associée au dispositif Arcan-Mines pour des essais sur adhésif seul puis des essais sur matériaux composites. Afin d'éliminer les bruits de fond d'origine électronique et ceux émanant du montage lui-même, le seuil de détection, en dessous duquel aucune salve acoustique ne sera traitée, a été fixé à 35dB. En premier lieu, nous constatons qu'indépendamment du mode sollicitation :

- pour l'éprouvette hybride et collée, les pics d'émission acoustique (ou coups) sont majoritairement détectés au centre du matériau composite (voir figure V.23) ;
- pour l'éprouvette avec un joint de colle uniquement, les coups sont localisés à l'interface avec le substrat métallique voir même dans le substrat lui-même ;
- le nombre de coups pour l'éprouvette hybride et collée est significativement plus élevé que dans le cas d'une éprouvette avec un joint de colle uniquement.

Nous en déduisons que le matériau composite subit un endommagement majeur au cours des essais Arcan-Mines en modes I et II. Cet endommagement lui est propre car il est localisé au milieu des capteurs piézoélectriques et donc au centre de l'échantillon (voir figure V.24). Il est à noter que la faible épaisseur du joint de colle (environ 300microns) ne facilite pas la localisation. Mais ne souhaitant pas modifier le comportement de l'adhésif entre les tests avec et sans composite, nous avons choisi de conserver la même épaisseur tout long de notre campagne d'essais.

Par comparaison entre essais sur colle seule et ceux sur composite, nous avons identifié, pour les deux modes de sollicitation, le même seuil en amplitude, autour de 60dB, au-delà duquel l'ensemble des événements émis par le composite sont présents (voir figure V.25). D'après la littérature [Barre *et al.*, 1994], [Benmedakkene *et al.*, 1999] et [Caron *et al.*, 2006], ce seuil est caractéristique de l'amorçage du déclassement. De plus, quelque soit le mode de sollicitation, ce seuil correspond à une contrainte équivalente à celle du point de non-linéarité du comportement (voir figure V.26 et tableau V.7).

V. Détermination des résistances d'interfaces au moyen du dispositif expérimental Arcan-Mines

Les points de non-linéarité sont déterminés en maximisant les coefficients de corrélation de régressions linéaires depuis l'origine obtenus sur la courbe contrainte en fonction de la déformation et celle de la contrainte de cisaillement en fonction de l'angle de glissement. Nous avons explicitement déterminé que la cause de la non-linéarité, de la courbe expérimentale du comportement du matériau composite lors d'essai Arcan-Mines, est l'amorçage du délaminate. Par conséquent, les points de non-linéarités déterminés au moyen du dispositif Arcan-Mines seront les dénominateurs nécessaires au critère d'amorçage du délaminate (voir chapitre VII).

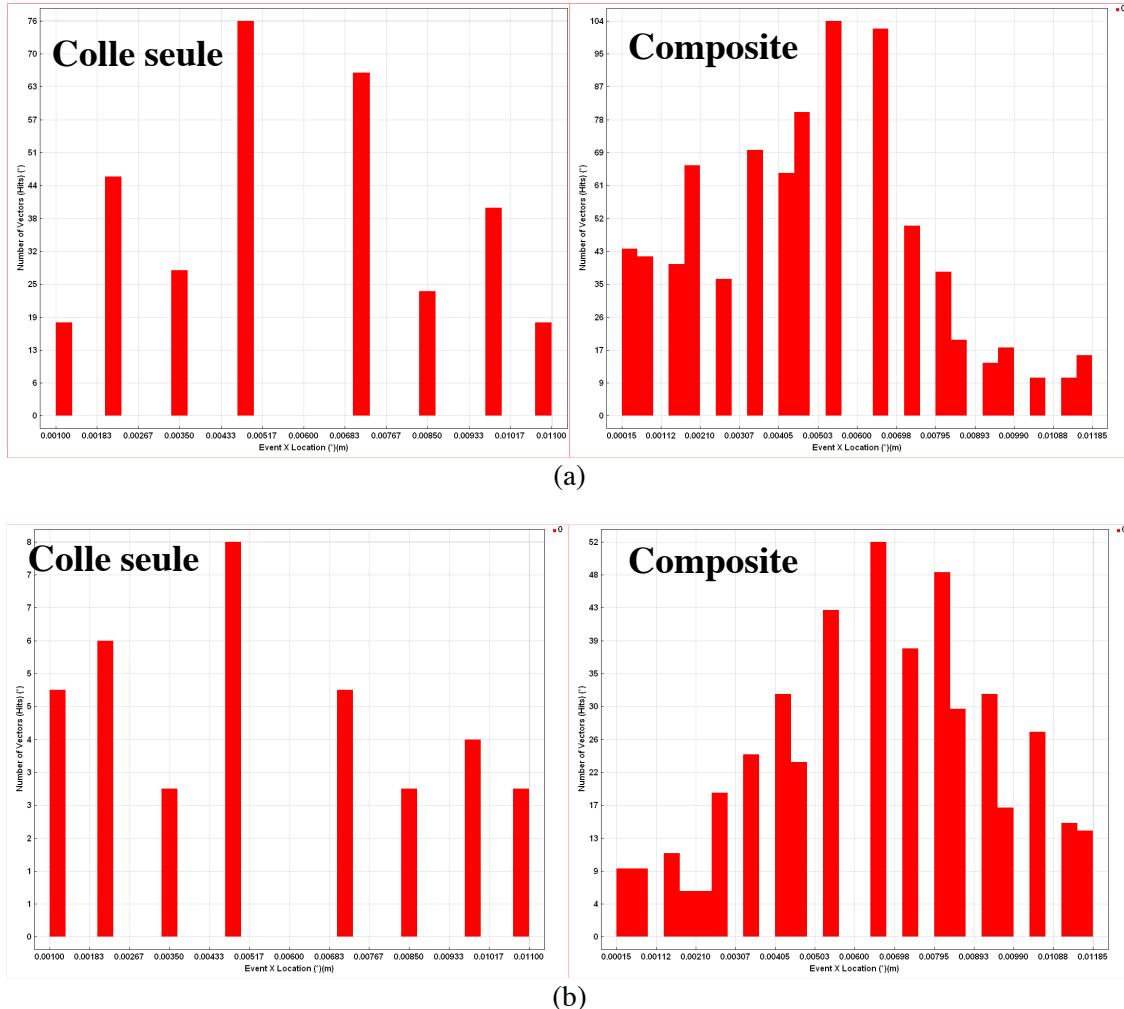


Figure V.23 – Nombre de coups vs localisation, (a) mode I (traction) ; (b) mode II (cisaillement)



Figure V.24 – Position des capteurs piézoélectriques (cercles verts) sur éprouvette hybride et collée

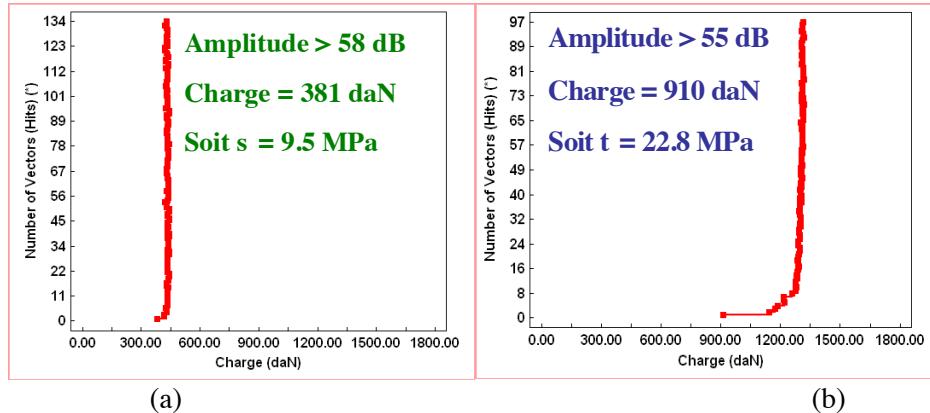


Figure V.25 – Seuils en amplitude permettant de discriminer les événements liés à la colle en (a) mode I (traction) et en (b) mode II (cisaillement)

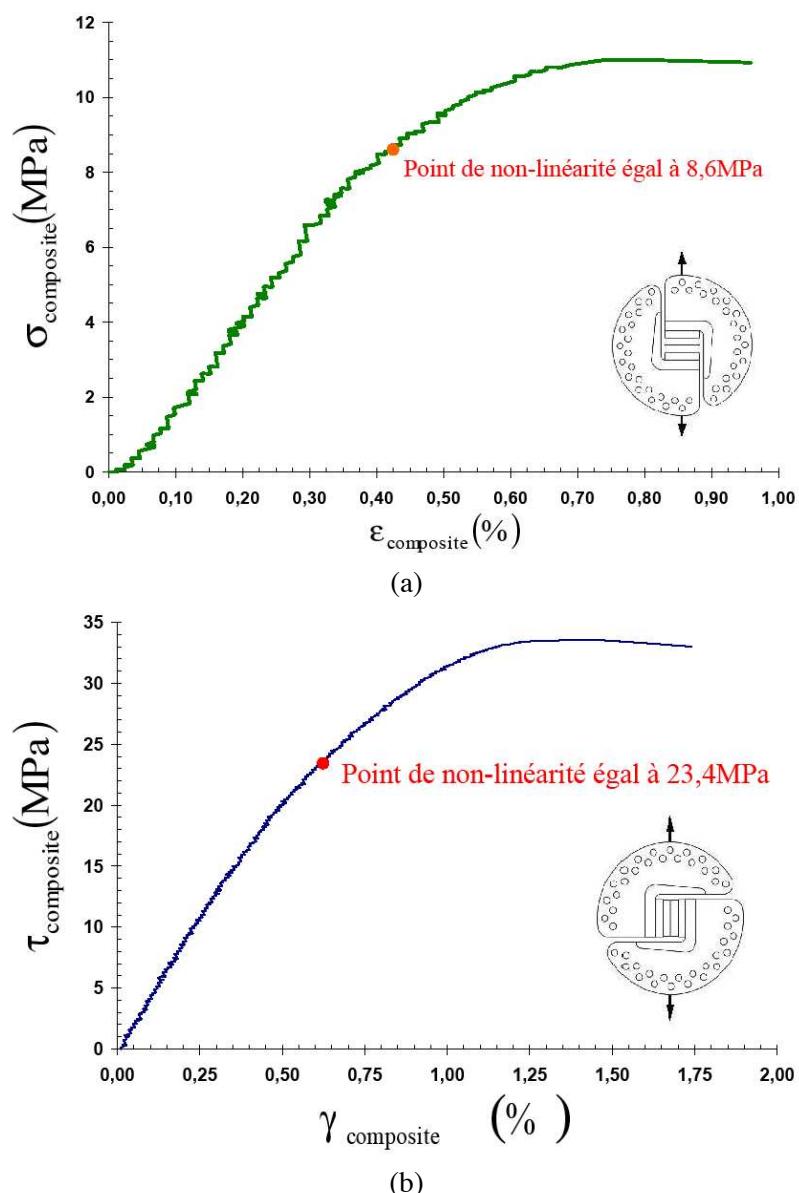


Figure V.26 – Courbes expérimentales d'essais Arcan-Mines sur carbone/PPS consolidé associés à la chaîne d'émission acoustique en (a) mode I (traction) et en (b) mode II (cisaillement)

	Seuil en amplitude (dB)	Contrainte équivalente (MPa)	Point de non-linéarité (MPa)	Ecart-relatif (%)
Mode I	58	9,525	8,606	10,697
Mode II	55	22,750	23,438	3,022

Tableau V.7 – Caractéristiques mécaniques du composite carbone/PPS déterminées par essais Arcan-Mines en mode II

V.7 Conclusion

Le montage d'essai Arcan-Mines a permis de caractériser des matériaux très souples mis en œuvre sous forme de films minces collés entre des matériaux massifs beaucoup plus rigides. Les essais statiques présentés en traction (angle 0°), cisaillement (angle 90°) et traction-cisaillement combinés (angles 30° et 60°) fournissent les lois de comportement de l'adhésif en assemblage. Ce dispositif expérimental nous permet ainsi d'établir les critères de limite d'élasticité en spécifiant les fonctions de charge correspondantes.

Avec la même procédure, nous avons pu déterminer les propriétés élastiques et à ruptures d'une colle structurale (à savoir l'époxy Hysol® EA9394) nécessaire à la réalisation des essais sur matériau composite.

En déterminant le protocole de traitements de surface le plus adéquat et la réduction de section la plus appropriée, nous avons pu au moyen du montage Arcan-Mines caractériser la résistance d'interfaces de matériaux composites (à savoir du carbone/PPS consolidé) dans leur plan en modes I et II. Nous avons mécaniquement établi qu'en quasi-statique, la résistance d'interfaces du carbone/PPS consolidé est supérieure en mode II à celle en mode I. Des analyses thermogravimétriques ont démontré que le contraste des faces des faciès à rupture est la conséquence d'un taux massique de résine différent. Apportant une preuve quantitative que les résistances d'interfaces obtenues en modes I et II sont intrinsèques au matériau composite sollicité et donc indépendantes de la séquence testée. En associant à cet essai une chaîne d'émission acoustique, nous avons démontré, par un seuil en amplitude à 60dB indépendant du mode de sollicitation, que la non-linéarité du comportement du matériau composite est due à l'amorçage d'un endommagement : le délamינage. Par conséquent, les points de non-linéarités déterminés au moyen du dispositif Arcan-Mines en modes I et II seront les constantes nécessaires au critère d'amorçage du délamינage.

Références Bibliographiques

- [Arcan *et al.*, 1978] Arcan, M., Hashin, Z., Voloshin, A. (1978). A method to produce uniform plane-stress states with applications to fiber-reinforced materials. *Experimental Mechanics*, Vol. 18, N°4, pp. 141-146.
- [Arcan *et al.*, 1987] Arcan, L., Arcan, M., Daniel, I. (1987). SEM fractography of pure mixed mode interlaminar fracture in graphite/epoxy composite. *Fractography of Modern Engineering Materials: Composites and Metals*, ASTM STP 948, pp. 41-67.
- [Armstrong, 1996] Armstrong, K.B. (1996). Effect of absorbed water in CFRP composites on adhesive bonding. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, Vol. 16, N° 1, pp. 21-28.
- [Barre *et al.*, 1994] Barré, S., Benzeggah, M.L. (1994). On the use of acoustic emission to investigate damage mechanisms in glass-fibre-reinforced polypropylene. *Composites Science and Technology*, Vol. 52, N° 3, pp. 369-376.
- [Blassiau, 2005] Blassiau, S. (2005). Modélisation des phénomènes microstructuraux au sein d'un composite unidirectionnel carbone/époxy et prédition de durée de vie : contrôle et qualification de réservoirs bobinés. *Manuscrit de thèse de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris*.
- [Benmedakkene *et al.*, 1999] Benmedakkene, S., Kenane, K., Benzeggagh, M. L. (1999). Initiation et growth of delaminage in glass/epoxy composites subjected to static et dynamic loading by acoustic emission monitoring. *Composites Science and Technology*, Vol. 59, N°. 2, pp. 201-208.
- [Bergeret et Krawczak, 2006] Bergeret, A. et Krawczak, P. (2006). Liaison renfort/matrice :Définition et caractérisation. *Technique de l'ingénieur*. N° AM5305.
- [De Baere *et al.*, 2008] De Baere, I., Van Paepgem, W., Degrieck, J. (2008). Design of a modified three-rail shear test for shear fatigue of composites. *Polymer testing*, Vol. 27, N° 3, pp. 346-359.
- [Caron *et al.*, 2006] Caron, J.F., Diaz Diaz, A., Carreira, R.P., Chabot, A., Ehrlacher, A. (2006). Multi-particle modelling for the prediction of delaminage in multi-layered materials. *Composites Science and Technology*, Vol. 66, N° 6, pp. 755-765.
- [Cognard *et al.*, 2006] Cognard, J.Y., Davies, P., Sohier, L., Créac'hcadec, R. (2006). A study of the non-linear behaviour of adhesively-bonded composite assemblies. *Composite Structures*, Vol.76, N° 1-2, pp. 34-46.
- [Daudon, 2001] Daudon, J.-L. (2001). Thermogravimétrie. *Technique de l'ingénieur*, N° TI-P1260.
- [Huguet, 2002] Huguet, Stéphane. (2002). Application de classificateurs aux données d'émission acoustique : identification de la signature acoustique des mécanismes d'endommagement dans les composites à matrice polymère. *Manuscrit de thèse de l'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon*.
- [Joannès, 2007] Joannès, S. (2007). Caractérisation mécanique et outil d'aide au dimensionnement des collages structuraux. *Manuscrit de thèse de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris*.
- [Leroy, 2011] Leroy, M. (2011). Conception et assemblage multi-matériaux. *Manuscrit de thèse de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris*.

V. Détermination des résistances d'interfaces au moyen du dispositif expérimental Arcan-Mines

[Leroy *et al.*, 2009] Leroy, M., Renard, J., Thionnet, A., Favry, Y., Teissedre, J.-C. (2009). Comportement mécanique d'une colle structurale polyuréthane. *Revue des Composites et des Matériaux avancés*, Vol. 19, N° 2, pp. 127-152.

[Loctite Aerospace, 2001] Loctite Aerospace. (2001). *Hysol® Surface Preparation Guide*.

[Mario, 2007] Mario, O. (2007). Etude du vieillissement des assemblages structuraux acier/aluminium : influence de l'environnement sur le dimensionnement. *Manuscrit de thèse de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris*.

[Meyer, 2004] Meyer, G. (2004). Etude des modes de dégradation de membranes polyimides sulfonés en pile à combustible H₂/O₂. *Manuscrit de thèse de l'Université Blaise Pascal de Clermont Ferrand*.

[Nimdu, 2009] Nimdu, P. (2009). Dimensionnement en fatigue des structures ferroviaires en composites épais. *Manuscrit de thèse de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris*.

[Pamphilis, 1988] Pamphilis, N.A. (1988). Compositional Analysis of Electrical Switch Contact Carriers. *Compositional Analysis by Thermogravimetry*, ASTM STP 997, pp. 117-131.

[Roget, 1990] Roget, J. (1990). *Emission acoustique. Technique de l'ingénieur*. N° R3200.

[Voloshin *et al.*, 1980] Voloshin, A., Arcan, M. (1980). Pure shear moduli determination in fibre-reinforced materials. *Fibre Science and Technology*, Vol. 13, N° 2, pp. 125-134.

[Voloshin *et al.*, 1984] Voloshin, A., Arcan, M. (1984). Failure of unidirectional fiber reinforced materials – new methodology and results. *Experimental Mechanics*, Vol. 20, N° 3, pp. 280-284.

[Wang *et al.*, 2005] Wang, X., Gupta, V. (2005). Construction and characterization of chemically joined stainless steel/E-glass composite sections. *Mechanics of Materials*, Vol. 37, N° 12, pp. 1198-1209.

[Zejli *et al.*, 2006] Zejli, H., Laksimi, A., Tessier, C., Gallet, L., Benmedakhen, S. (2006). Detection of the broken wires in the cables' hidden Parts (anchorings) by acoustic emission. *Advanced Materials Research*, Vol. 13-14, pp. 345-350.

[Zejli, 2007] Zejli, H. (2007). Détection et localisation par émission acoustique de fils rompus dans les ancrages des câbles d'ouvrages d'art. *Manuscrit de thèse de l'Université de Technologie de Compiègne*.

Troisième partie

Modélisation numérique

Chapitre VI

Validation de la matrice de rigidité

Dans ce chapitre, nous présentons la méthode numérique utilisée pour valider la matrice de rigidité du carbone/PPS consolidé, aux états sec et ambiant, déterminée au chapitre III.

Sommaire

VI.1 Description du modèle numérique	93
VI.1.1 Maillage	93
VI.1.2 Conditions aux limites	93
VI.2 Résultats numériques	94
VI.2.1 Rigidités	94
VI.3 Conclusion	96

VI.1 Description du modèle numérique

L'étude expérimentale (essais de traction suivant différentes orientations, de compression dans l'épaisseur sur disque et de flexion trois points sur appuis rapprochés), décrite au chapitre III, nous a conduit à modéliser le comportement élastique du stratifié de sept plis drapés à 0° de carbone/PPS consolidé par une matrice de rigidité orthotrope notée $R_{c/PPS}$. Cette matrice moyenne permet de simuler le comportement élastique de n'importe quel empilement par simple rotation. Or les modules de cisaillement G_{13} et G_{23} , qui la composent, sont déduits de formules analytiques (III.26 et III.27). L'utilisation de ces formules est conditionnée par une hypothèse, à savoir que les modules élastiques E_1 et E_2 soient équivalents à ceux déterminés par essais de traction. Nous proposons de valider les modules de cisaillement G_{13} et G_{23} en simulant numériquement les essais de flexion trois points sur appuis rapprochés. Pour cela, nous comparerons les rigidités, définies comme les pentes des courbes force - flèche, obtenues par simulations numériques et celles déterminées lors des essais.

VI.1.1 Maillage

Les éprouvettes de flexion trois points sur appuis rapprochés se répartissent en quatre lots car deux orientations (les sens chaîne et trame) et deux longueurs entre appuis (11mm et 14,5mm) ont été testées. Dans le but d'avoir une modélisation par éléments finis la plus représentative possible par rapport aux essais, nous avons réalisé quatre maillages volumiques différents à partir des dimensions moyennes de chaque lot. Chaque maillage est constitué d'environ 25 000 éléments parallélépipédiques à intégration quadratique (voir figure VI.1). Après une étude de convergence du maillage au regard de la rigidité, nous avons fixé le nombre d'éléments dans l'épaisseur à deux par plis. Le maillage surfacique est raffiné au niveau des appuis puis sa densité diminue vers les bords libres de l'éprouvette.

VI.1.2 Conditions aux limites

Pour représenter au mieux l'essai de flexion trois points, les conditions aux limites sont les suivantes (voir figure VI.1) :

- sur la face supérieure de l'éprouvette, les nœuds, positionnés au niveau du support mobile, ont leur déplacement suivant Z (direction correspondant à celle de l'épaisseur) imposé. Sa vitesse est fixé égale à celui de la traverse soit 1mm/min. Sa valeur maximale est égale à la flèche à rupture par lot d'essais.
- sur la face inférieure de l'éprouvette, les nœuds positionnés au niveau des supports fixes, ont leur déplacement suivant Z bloqué.
- au centre de l'éprouvette, un seul nœud a ses déplacements suivant X et Y bloqués afin d'éviter tous mouvements de corps rigide.
- tous les autres déplacements sont laissés libres.

Afin de confronter des flèches équivalentes entre l'essai (voir figure III.18) et la simulation (voir figure VI.1), seul le déplacement suivant Z du nœud central de la face inférieure est utilisé. La force mesurée lors de l'essai est comparé à la somme des réactions aux nœuds positionnés au niveau des supports. La symétrie de chargement de l'essai de flexion est ainsi vérifiée. Nous allons de la sorte calculer des rigidités comparables à celles déterminées par essai. Nous effectuons une simulation élastique avec comme matrice de rigidité celle évaluée à la fin du chapitre III.

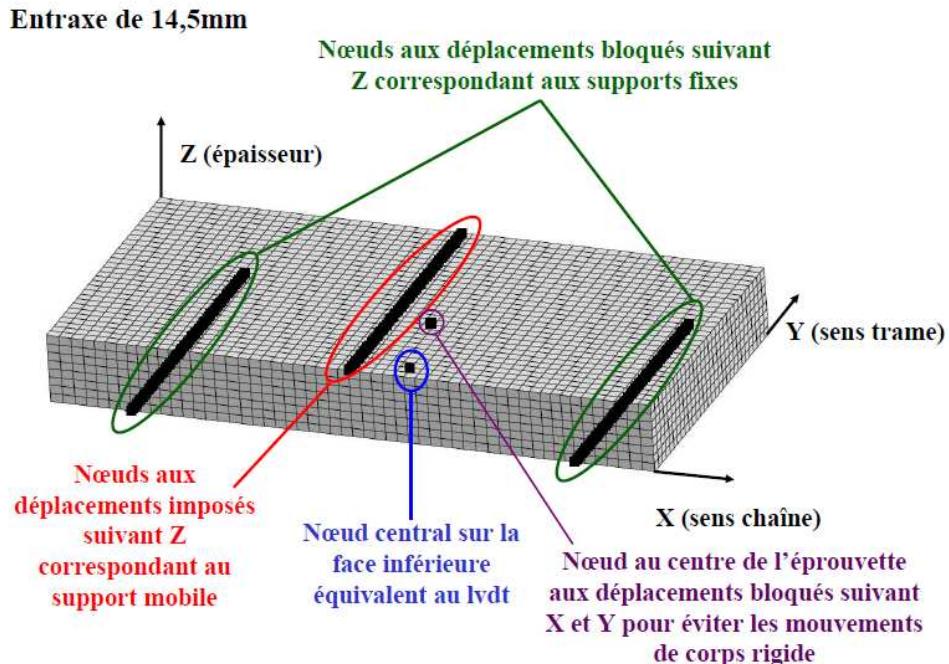


Figure VI.1 – Maillage et conditions aux limites de la simulation numérique de l'essai de flexion trois points sur appuis rapprochés (*ici la distance entre appuis est égale à 14,5mm*)

VI.2 Résultats numériques

VI.2.1 Rigidités

A partir des données traitées d'essais de flexion trois points sur appuis rapprochés (voir figures III.22 et III.23), nous avons pu extraire quatre courbes moyennes. Pour les quatre lots, la dispersion expérimentale reste faible (voir paragraphe III.4.3), les courbes moyennes sont donc représentative du comportement du matériau en flexion. Nous pouvons donc les comparer à celles issues des simulations numériques (voir figures VI.4 et VI.5). Nous constatons que pour les deux orientations et les deux distances entre appuis, une superposition des courbes expérimentales et numériques dans leur domaine linéaire. Ainsi les écarts relatifs entre rigidités expérimentales et numériques sont négligeables (voir tableau VI.1). Nous notons cependant une tendance, hormis dans le cas du sens trame associé à une longueur entre appuis de 14,5mm, la simulation numérique est plus souple que l'essai. Pour la simulation, les supports du montage de flexion trois points sont modélisés par des appuis simples linéaires alors que dans la réalité, leur action correspond plus à celle d'un appui simple surfacique. Mais il est pratiquement impossible de définir la surface concernée. Notre modélisation a donc plus de degrés de liberté que l'essai et donc une rigidité plus faible. Cependant au vu des faibles écarts relatifs en termes de rigidité, il ne nous semble pas justifier de complexifier le modèle numérique existant en y ajoutant les supports puis en gérant les contacts entre eux et l'éprouvette. Ainsi les formules analytiques (III.26 et III.27) permettant de calculer les modules de cisaillement G_{13} et G_{23} sont donc validées par ces quatre simulations numériques. La matrice de rigidité évaluée au chapitre III est par là même confirmée.

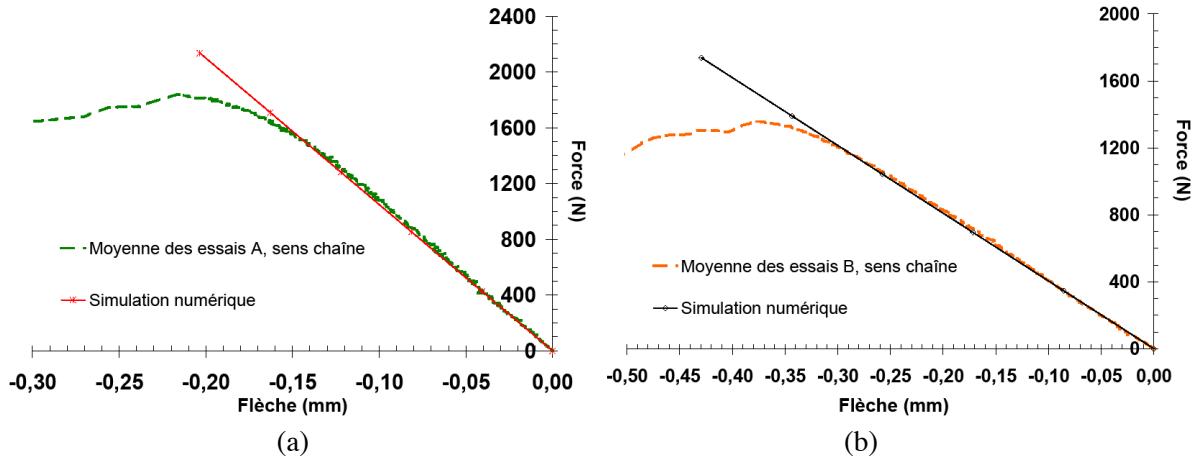


Figure VI.4 – Force vs flèche, comparaison entre courbes expérimentales et numériques des essais de flexion trois points sur appuis rapprochés dans le sens **chaîne** sur éprouvettes de carbone/PPS consolidé avec en (a) : **distance entre appuis de 11mm**, en (b) : **distance entre appuis de 14,5mm** (*moyenne des essais en trait pointillé, simulation numérique en trait plein avec marques*)

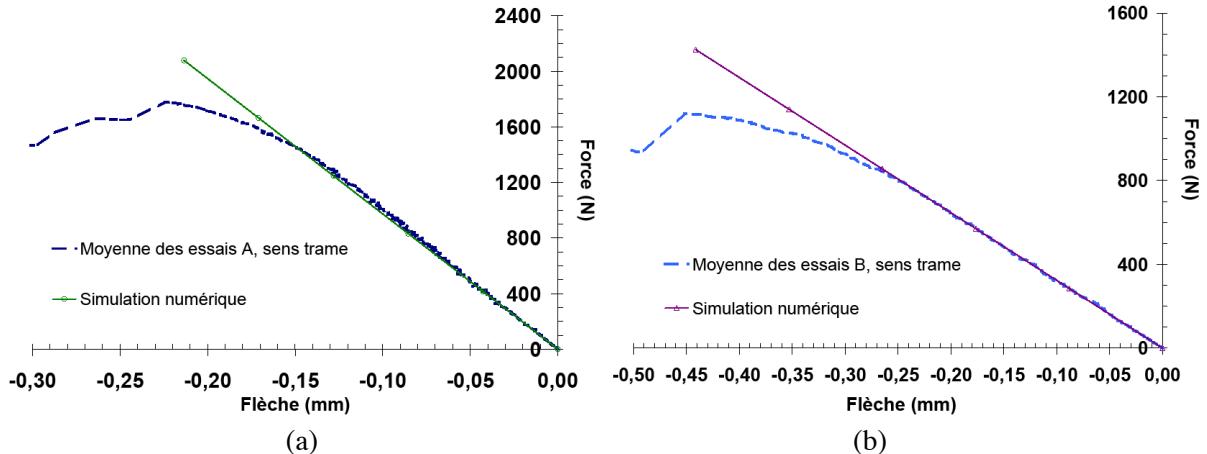


Figure VI.5 – Force vs flèche, comparaison entre courbes expérimentales et numériques des essais de flexion trois points sur appuis rapprochés dans le sens **trame** sur éprouvettes de carbone/PPS consolidé avec en (a) : **distance entre appuis de 11mm**, en (b) : **distance entre appuis de 14,5mm** (*moyenne des essais en trait pointillé, simulation numérique en trait plein avec marques*)

Sens	Distance entre appuis	Référence	R (N/mm)	Ecart-relatif (%)
Chaîne	11mm	Moyenne des essais	10 781,639	2,645
		Simulation numérique	10 496,486	
	14,5mm	Moyenne des essais	3 934,547	2,819
		Simulation numérique	4 048,689	
Trame	11mm	Moyenne des essais	10 000,209	2,652
		Simulation numérique	9 735,048	
	14,5mm	Moyenne des essais	3 238,497	0,218
		Simulation numérique	3 230,956	

Tableau VI.1 – Bilan des rigidités obtenues par essais de flexion trois points et par simulations numériques pour le composite tissé satin 5 carbone/PPS constitué de 7 plis à 0° découpé à dans les sens chaîne et trame pour deux distances entre appuis

VI.3 Conclusion

Les simulations numériques réalisées à partir des dimensions moyennes des quatre lots (deux sens d'orientation et deux distances entre appuis) des tests de flexion trois points sur appuis rapprochés, ont toutes des rigidités très proches de celles obtenues expérimentalement. Nous notons que du fait de la modélisation des supports sous forme d'appuis linéaires, autorisant plus de degrés de libertés que la réalité, une tendance à obtenir des rigidités numériques très légèrement inférieures à celles expérimentales. Néanmoins, il ne nous semble pas nécessaire de complexifier le modèle numérique présenté, en ajoutant les supports puis en gérant les contacts entre eux et l'éprouvette. Cela signifie que les formules analytiques (III.26 et III.27) ayant servies à déterminer les modules de cisaillement G_{13} et G_{23} sont validées. On peut donc aussi considérer la matrice de rigidité évaluée au chapitre III comme validée. Les écarts relatifs entre essais et simulations étant faibles, il n'est pas nécessaire de procéder à une optimisation numérique de ces deux paramètres. Le comportement non-linéaire observé en essai ne peut pas être reproduit par nos simulations numériques car elles sont purement élastiques. Une loi de comportement plus complexe associant un modèle élastoviscoplastique [Ryou *et al.*, 2007] et une évolution de l'endommagement [Corigliano *et al.*, 2000] et [Van Paepengem *et al.*, 2006], voir même en tenant compte d'une distribution aléatoire des contraintes à ruptures locales [Berthelot et Fatmi, 2004] permettrait de simuler la totalité de la courbe force – flèche.

Références Bibliographiques

[Berthelot et Fatmi, 2004] Berthelot, J.-M., Fatmi, L. (2004). Statistical investigation of the fracture behaviour of inhomogeneous materials in tension and three-point bending. *Engineering fracture mechanics*, Vol. 71, N° 11, pp. 1534-1556.

[Corigliano *et al.*, 2000] Corigliano, A., Rizzi, E., Papa, E. (2000). Experimental characterization and numerical simulations of a syntactic-foam/glass-fibre composite sandwich. *Composites Science and Technology*, Vol. 60, N° 11, pp. 2169-2180.

[Ryou *et al.*, 2007] Ryou, H., Chung, K., Yu, W.-R. (2007). Constitutive modeling of woven composites considering asymmetric/anisotropic, rate dependent, and nonlinear behaviour. *Composites. Part A, Applied science and manufacturing*, Vol. 38, N° 12, pp. 2500-2510.

[Van Paepegem *et al.*, 2006] Van Paepegem, W., De Baere, I., Degrieck, J. (2006). Modelling the nonlinear shear stress-strain response of glass fibre-reinforced composites. *Composites Science and Technology*, Vol. 66, N° 10, pp. 1465-1478.

Chapitre VII

Loi de comportement des éprouvettes découpées à 45°

Dans ce chapitre, nous présentons la méthode numérique permettant d'identifier le modèle élasto-visco-plastique, à écrouissage isotrope et viscosité décrite par une loi d'écoulement de type Norton, issu d'une approche phénoménologique du comportement non-linéaire des éprouvettes découpées à 45°.

Sommaire

VII.1 Description du modèle élasto-visco-plastique	99
VII.1.1 Comportement élastique	99
VII.1.2 Ecrouissage	99
VII.1.3 Viscosité	100
VII.1.4 Critère d'entrée en plasticité	100
VII.1.5 Conclusion	100
VII.2 Identification des paramètres du modèle.....	102
VII.2.1 Simulation numérique	102
VII.2.2 Optimisation	102
VII.3 Validation du modèle	104
VII.4 Conclusion	105

VII.1 Description du modèle élasto-visco-plastique

L'étude expérimentale (essais de traction à différentes vitesses, de fluage, de banc de torsion et de charge-décharge), décrite aux chapitres III et IV, nous a conduit à modéliser le comportement des éprouvettes à 45° par une loi de type élastoviscoplastique. Ainsi, la loi de comportement sera composée d'un écrouissage isotrope linéaire puis non-linéaire associé à une loi d'écoulement de type Norton (voir figure VII.1b). A 5% de déformation longitudinale, le comportement non-linéaire des éprouvettes à 45° est marqué par une rigidification. Des observations in-situ de la tranche polie de l'éprouvette lors des essais de charges-relaxations ont permis d'expliquer ce phénomène de rhéodurcissement. C'est la conséquence d'un endommagement : le délaminage qui permet aux fibres de s'aligner suivant l'axe de sollicitation. Afin de ne pas incorporer cette notion de dommage irréversible dans les paramètres du modèle, nous avons choisi de restreindre le modèle élastoviscoplastique à 5% de déformation longitudinale. La formulation de cette loi est issue de la théorie de la thermodynamique des milieux continus. L'hypothèse de petites déformations étant vérifiée, la déformation totale ε^t se décompose en la somme d'une partie réversible ε^e (élastique) et une partie irréversible ε^{in} (inélastique) :

$$\varepsilon^t = \varepsilon^e + \varepsilon^{in} \quad (\text{VII.1})$$

VII.1.1 Comportement élastique

Le comportement élastique, reliant la contrainte à la déformation élastique, est décrit par la relation de Hooke :

$$\varepsilon^e = \sigma / E - (v[\text{tr}(\sigma)I - \sigma]) / E \quad (\text{VII.2})$$

Où E et v sont respectivement le module d'Young et le coefficient de Poisson mesurés lors de l'essai. Dans le cadre des éprouvettes découpées à 45°, E correspond au module élastique mesuré suivant l'axe de sollicitation et quant à lui v est déterminé par loi des mélanges (voir paragraphe III.5). La matrice I est la matrice identité.

VII.1.2 Ecrouissage

La déformation irréversible va dépendre exclusivement de l'écrouissage et de la viscosité. Ainsi, l'écrouissage isotrope définit lors des essais de charges-décharges comme étant linéaire puis non-linéaire et donc décrit par la relation [Lemaître et Chaboche, 1985] suivante :

$$R = R_0 + Hp + Q(1 - e^{-bp}) \quad (\text{VII.3})$$

R est la variable d'écrouissage. Elle dépend de trois paramètres matériaux ; à savoir la limite élastique R_0 , d'une constante, appelé module d'écrouissage, H pour la partie linéaire et de deux constantes, appelés respectivement capacité de durcissement et coefficient de saturation, Q et b pour la partie exponentielle. La variable p correspond à la déformation plastique cumulée qui mesure la longueur du trajet de la déformation. Ainsi, sa vitesse découle directement de la vitesse de la déformation irréversible. On a donc :

$$p = \left(2/3 \varepsilon^{in} : \varepsilon^{in} \right)^{1/2} \quad (\text{VII.4})$$

VII.1.3 Viscosité

La vitesse de la déformation plastique cumulée, \dot{p} est déterminée directement par la loi d'écoulement décrivant la viscosité, ici il s'agit d'une loi de type Norton [Besson *et al.*, 2001]. Ainsi, on a :

$$\dot{p} = \langle f(\sigma)/K \rangle^n \quad (\text{VII.5})$$

Où $f(\sigma)$ est la fonction de charge, K et n sont quant à eux des paramètres matériau. Ils se nomment respectivement coefficient de résistance plastique et exposant d'écrouissage.

VII.1.4 Critère d'entrée en plasticité

La fonction de charge contrôle l'entrée en plasticité par l'intermédiaire d'un critère. Cela signifie tout simplement que si la fonction de charge est positive ou nulle alors le matériau est dans son domaine plastique. Nous avons choisi volontairement un critère simple à identifier et très courant ; à savoir le critère de Von Mises [Von Mises, 1913] d'après [Hubert, 1904] défini par :

$$f(\sigma) = J(\sigma) - R_0 \quad (\text{VII.6})$$

J est la contrainte équivalente de Von Mises. Elle dépend du second invariant noté J_2 du déviateur des contraintes noté s . La contrainte équivalente de Von Mises s'écrit :

$$J(\sigma) = \sqrt{3J_2(\sigma)} = \sqrt{3/2s : s} \quad (\text{VII.7})$$

Par définition, le déviateur des contraintes dépend de la trace des contraintes et est défini par :

$$s = \sigma - 1/3Tr(\sigma)I \quad (\text{VII.8})$$

Concrètement, cela implique qu'uniquement au-delà de la limite élastique R_0 , les déformations irréversibles (ici il s'agit de déformations visqueuses et plastiques) seront prises en compte.

VII.1.5 Conclusion

Ce modèle de loi de comportement quoique basique représente de façon très satisfaisante un essai de traction sur éprouvette à 45° (figure VII.1b) à l'image de celui décrit par [Lee *et al.*, 2004]. Ce modèle élastoviscoplastique étant implanté dans le code éléments finis ZéBuLoN, développé au Centre des Matériaux, il nous reste plus qu'à identifier les huit paramètres du modèle (voir tableau VII.1). Ce code orienté objet propose une bibliothèque, appelée Zmat, conséquente de lois de comportement ainsi qu'un module de programmation afin que l'utilisateur développe lui-même ses propres modèles via le préprocesseur ZebFront et aussi un module, appelé Zopt, d'optimisation numérique permettant d'identifier les paramètres de ces modèles. Afin de s'écarter des problèmes de dispersion expérimentale entre essais de types différents, seulement les essais de charges-relaxations vont nous permettre de déterminer l'ensemble des grandeurs du modèle. Ainsi les paramètres liés au domaine plastique seront identifiés sur la courbe moyenne virtuelle du comportement relaxé des éprouvettes à 45° (paragraphe IV.5.3). Alors que les paramètres liés à la viscosité seront identifiés sur la courbe moyenne virtuelle du comportement non-relaxé des éprouvettes à 45° (voir paragraphe IV.5.3).

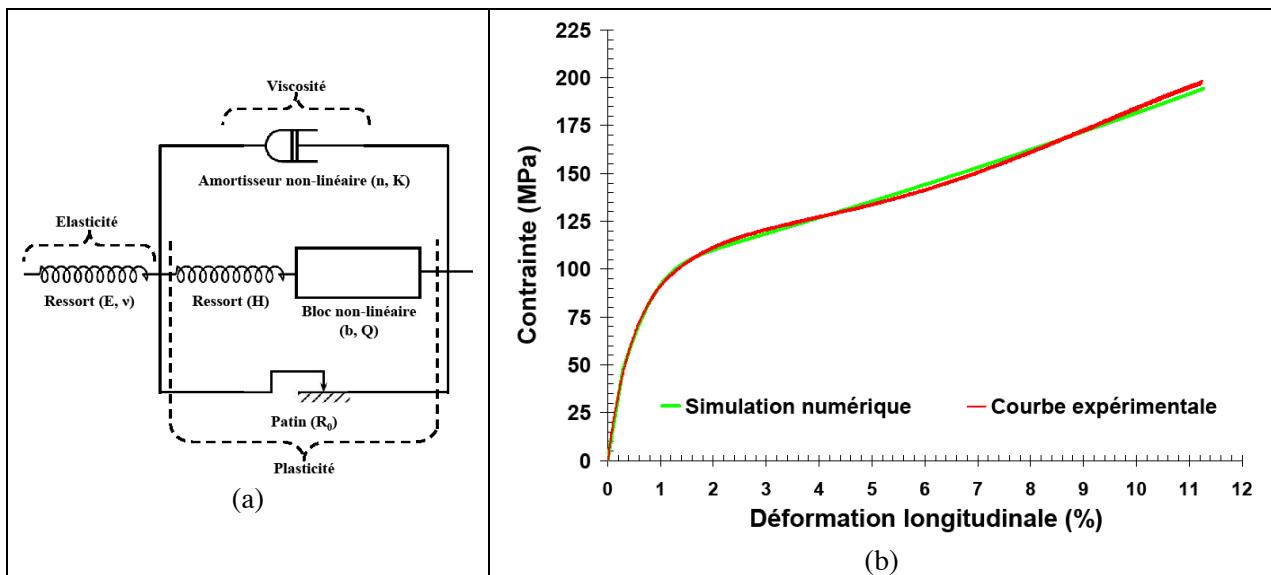


Figure VII.1 – (a) Schémas de la loi de comportement élasto-visco-plastique, (b) Contrainte vs déformation longitudinale, comparaison entre la simulation numérique du modèle élastoviscoplastique avec des paramètres identifiés sur essais de traction et la courbe expérimentale d'un essai de traction sur éprouvette découpée à 45° de carbone/PPS consolidé

Paramètres	Dénomination
E	Module d'Young
v	Coefficient de poisson
R₀	Limite élastique
H	Module d'écrouissage isotrope
Q	Capacité de durcissement
b	Coefficient de la vitesse de saturation
K	Coefficient de résistance plastique
n	Exposant de l'écrouissage

Tableau VII.1 – Liste des paramètres du modèle élastoviscoplastique choisi pour modéliser le comportement non-linéaire des éprouvettes découpées à 45° de carbone/PPS consolidé

VII.2 Identification des paramètres du modèle

VII.2.1 Simulation numérique

Le module d'optimisation Zopt va nous permettre de comparer les courbes moyennes virtuelles résultant des essais de charges-relaxations (voir paragraphe IV.5.3) à celles obtenues par simulation numérique. Pour tester une loi de comportement en terme de contraintes et de déformations, il est commode sous ZéBuLoN de servir d'un élément cubique unitaire (voir figure VII.2). Il est constitué d'un unique point d'intégration dit point de Gauss placé en son centre. Les contraintes et les déformations y seront extraites. Sur l'une des faces, les quatre nœuds situés aux sommets ont leurs déplacements bloqués suivant les trois directions. Sur la face opposée, les quatre nœuds situés aux sommets ont quant à eux leur déplacement imposé en fonction du temps suivant une seule direction. En effet, l'essai de charges-relaxations est uniaxial. De plus, le cube étant unitaire, le déplacement imposé est directement égal à la déformation longitudinale mesurée lors de l'essai de charges-relaxations. Ainsi le test est parfaitement simulé. La loi de comportement de l'élément est celle décrite précédemment.

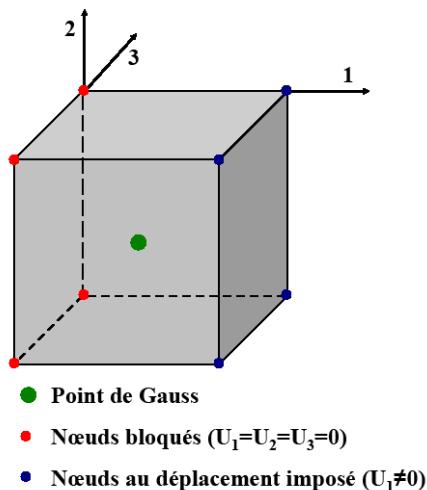


Figure VII.2 – Élément unitaire nécessaire à la simulation numérique

VII.2.2 Optimisation

L'optimisation numérique, par boucles itératives, va nous permettre de déterminer les paramètres du modèle élastoviscoplastique. Le critère de convergence est la concordance, par minimisation des moindres carrés, entre les courbes expérimentales et numériques (figure VII.3). L'algorithme employé est celui de Levenberg-Marquardt décrits dans [Levenberg, 1944] et [Marquardt, 1963]. En premier, ce sont les paramètres H, b et Q de l'écrouissage isotrope qui sont déterminés. Pour cela, on retire du modèle décrit précédemment l'amortisseur non-linéaire puis on simule les charges jusqu'aux paliers de déformation réalisés lors des essais. On compare alors la réponse du modèle sans viscosité à la courbe expérimentale moyenne sans viscosité, constituée des contraintes après relaxations en fonction des paliers de déformation atteints. Ensuite, pour déterminer les paramètres n et K de la loi d'écoulement de Norton, on ajoute au modèle la partie propre à la viscosité.

On simule à nouveau les charges jusqu'aux paliers de déformation réalisés lors des essais. On compare alors la réponse du modèle entier à la courbe expérimentale moyenne avec viscosité, constituée des contraintes avant relaxation en fonction des paliers atteints. Dans les deux cas, les simulations numériques s'arrêtent à 5% de déformation longitudinale pour ne pas inclure le délaminage dans les paramètres ainsi identifiés. Jusqu'à cette borne, la corrélation entre résultats expérimentaux et simulations numériques est très correcte. Le modèle choisi et identifié semble être pertinent. Les valeurs des paramètres sont données dans le tableau IV.2. Il est à noter que nous retrouvons une valeur de l'exposant de l'écrouissage n équivalente à celle déterminée analytiquement suite aux essais de fluage (voir paragraphe IV.3.3). Il y a donc cohérence entre les différents essais menés sur les éprouvettes découpées à 45° de carbone/PPS consolidé.

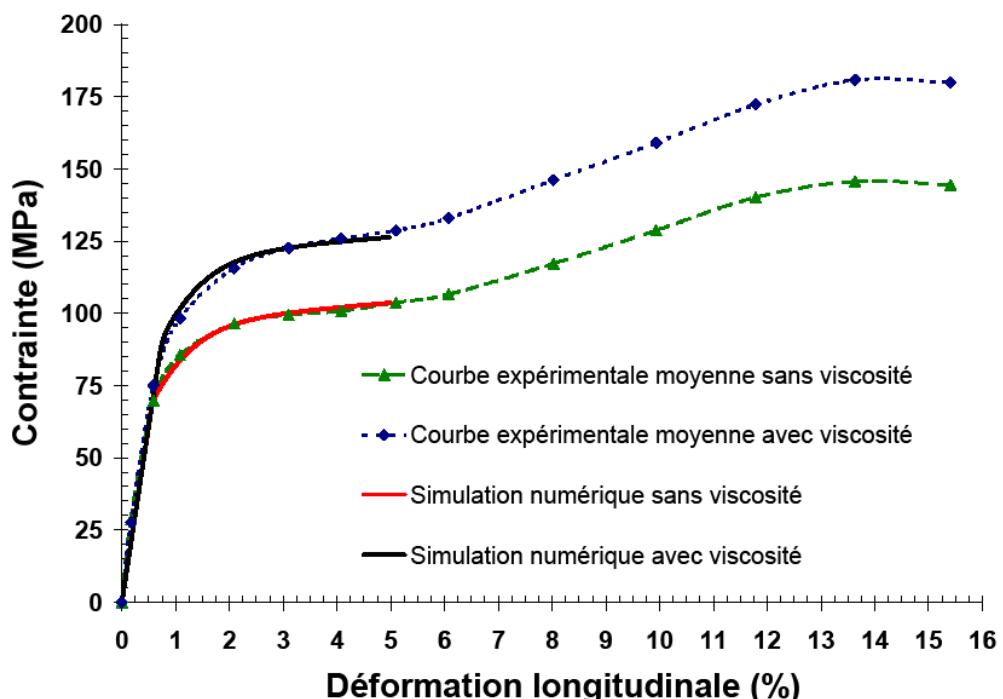


Figure VII.3 – Contrainte vs déformation longitudinale, comparaison entre courbes expérimentales et numériques des essais de charges-relaxations sur éprouvettes découpées à 45° de carbone/PPS consolidé (*courbe expérimentale en trait pointillé avec marques, simulation numérique en trait plein sans marque*)

E (MPa)	v (-)	R ₀ (MPa)	H (MPa)	b (-)	Q (MPa)	n (-)	K (MPa)
12 228,090	0,209	69,640	161,512	170,17	27,466	5,050	155,000

Tableau VII.2 – Valeurs des paramètres identifiés du modèle élastoviscoplastique pour éprouvettes découpées à 45° de carbone/PPS consolidé

VII.3 Validation du modèle

Après l'indentification volontairement limitée à 5% de déformation longitudinale, l'évaluation de la pertinence du modèle s'effectue sur l'ensemble des cycles réalisés lors d'un essai de charges-relaxations (voir figure VII.4). L'enveloppe globale est correctement décrite. La prédiction des déformations irréversibles est correcte. Par contre, le modèle n'ayant pas de notion d'endommagement, son module élastique n'évolue pas en diminuant au cours des cycles. Cela implique un décalage entre le modèle et l'essai au niveau des boucles de charges-relaxations. De plus, la représentation des décharges est jugée peu satisfaisante. Deux possibilités d'amélioration du modèle sont envisageables. En premier, il serait intéressant d'y introduire un modèle d'endommagement liant densité de fissuration transverse au module élastique comme [Ladeveze *et al.*, 1992] et [Revest *et al.*, 2009]. En second pour mieux retranscrire les boucles des décharges inélastiques suites aux relaxations, on peut envisager d'adoindre une seconde loi d'écoulement de Norton. Néanmoins, le nombre de variables du modèle en serait forcément augmenté nécessitant par la même soit plus d'essais mécaniques soit plus d'optimisations numériques et donc diminuant la robustesse du modèle. En effet, même si le modèle a montré ses limites pour représenter un essai mécanique complexe, à savoir l'essai de charges-relaxations ; il reste très performant pour modéliser un essai de traction simple (voir figure VII.1). Considérant ceci, la corrélation convenable entre essais et simulations numériques permet d'affirmer que le modèle choisi et identifié est pertinent pour modéliser le comportement non-linéaire des éprouvettes à 45° de carbone/PPS consolidé que jusqu'à 5% de déformation longitudinale soit un tiers de la déformation longitudinale totale.

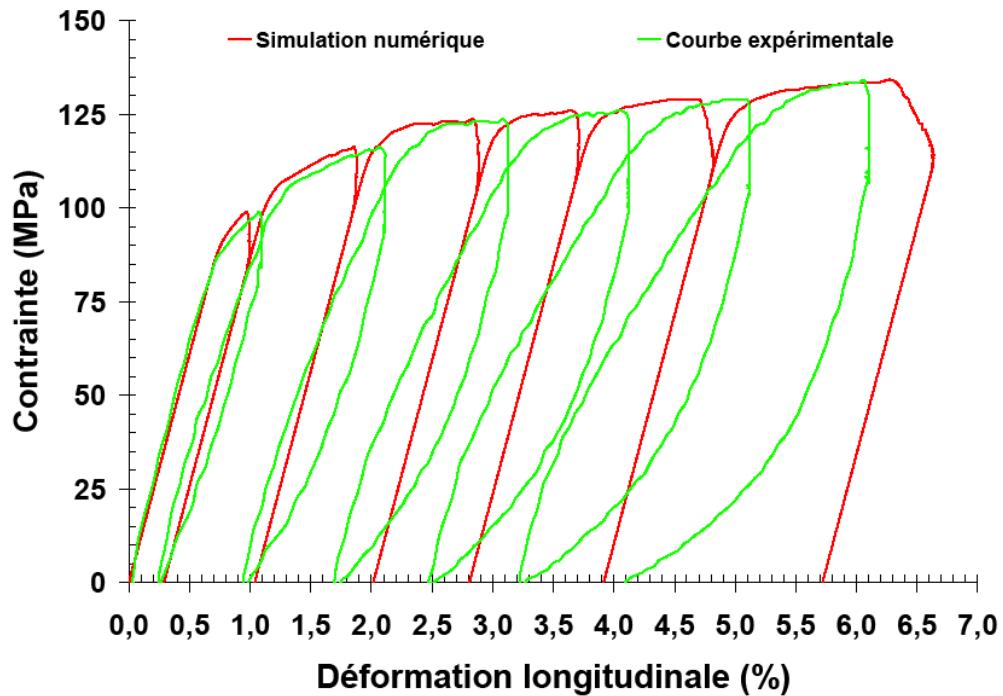


Figure VII.4 – Contrainte vs déformation longitudinale, validation des paramètres identifiés sur l'ensemble des cycles réalisés lors d'un essai de charges-relaxations sur éprouvettes découpées à 45° de carbone/PPS consolidé

VII.4 Conclusion

Le modèle élasto-visco-plastique, à écrouissage isotrope linéaire puis non linéaire et une viscosité décrite par une loi d'écoulement de type Norton, issu d'une approche phénoménologique a été choisi et identifié pour modéliser le comportement non-linéaire des éprouvettes découpées à 45° de carbone/PPS consolidé. L'identification et la validation du modèle ont été faites à partir des essais de charges-relaxations uniquement afin de limiter l'impact de la dispersion expérimentale entre essais. Cette identification, basée sur une optimisation numérique par boucles itératives, s'est faite en deux étapes : sans viscosité puis avec. Pour ne pas incorporer le délaminage soit un endommagement dans les paramètres ainsi déterminés, l'identification n'est valable que jusqu'à 5% de déformation longitudinale. Ce seuil est marqué par un rhéodurcissement du comportement, engendré par un réalignement des fibres suivant l'axe de sollicitation, rendu possible par la multiplication du délaminage. En comparant la réponse du modèle à l'ensemble des cycles de charges-relaxations à l'essai lui-même, nous nous sommes rendu compte que la représentation de l'enveloppe globale et les prédictions des déformations irréversibles sont correctes. Mais un décalage des boucles, engendré par une chute du module élastique au cours des cycles, n'est pas reproduit. De plus les décharges inélastiques sont peu concordantes. Ces deux points sont des pistes d'améliorations du modèle. Néanmoins, il reste pertinent pour modéliser un essai de traction simple. Il serait intéressant de comparer le modèle présenté à d'autres comme ceux décrits dans [Regrain *et al.*, 2009], [Timmermans, 1997] écrits pour des matériaux thermoplastiques semi-cristallin et ceux écrit pour des matériaux composites à matrice thermodurcissable [Chung *et al.*, 2007], [Ryou *et al.*, 2007], [Xie *et al.*, 1995] ou encore celui écrit pour un matériau composite à matrice thermoplastique [Weeks *et al.*, 1998].

Références Bibliographiques

- [Besson *et al.*, 2001] Besson, J., Cailletaud, G., Chaboche, J.L., Forest, S. (2001). Mécanique non linéaire des matériaux. Hermès.
- [Chung *et al.*, 2007] Chung, K., Ryou, H. (2007). Development of viscoelastic/rate-sensitive-plastic constitutive law for fiber-reinforced composites and its applications. Part I : Theory and material characterization. Composites Science and Technology, Vol. 69, N° 2, pp. 284-291.
- [Ladeveze *et al.*, 1992] Ladeveze, P., Le Dantec, E. (1992). Damage modelling of the elementary ply for laminated composites. Composites Science and Technology, Vol. 43, N° 3, pp. 257-262.
- [Lee *et al.*, 2004] Lee, M.G., Chung, K., Youn, J.R., Kang, T.J. (2004). Combined isotropic-kinematic hardening laws with anisotropic back stress evolution for orthotropic fiber-reinforced composites. Polymers & polymer composites, Vo. 12, N° 3, pp. 225-233.
- [Lemaître et Chaboche, 1985] Lemaître, J., Chaboche, J.L. (1985). Mécanique des matériaux solides. Dunod.
- [Levenberg, 1944] Levenberg, K. (1944). A method for the solution of certain problems in least squares. Quarterly of Applied Mathematics, Vol.2, pp. 164-168.
- [Huber, 1904] Huber, M.T. (1904). Die spezifische Formänderungsarbeit als Maß der Anstrengung eines Materials. Czasopismo techniczne, Lemberg, pp. 81-83.
- [Marquardt, 1963] Marquardt, D. (1963). An algorithm for least-squares estimation of nonlinear parameters. Journal of the Society for Industrial and Applied Mathematics, Vol. 11, pp. 431-441.
- [Regrain *et al.*, 2009] Regrain, C., Laiarinandrasana, L., Toillon, S., Sai, K. (2009). Multi-mechanism models for semi-crystalline polymer : constitutive relations and finite element implementation. International Journal of Plasticity, Vol. 25, N° 7, pp 1253-1279.
- [Revest *et al.*, 2009] Revest, N., Thionnet, A., Renard, J., Boulay, L., Castaing, P. Endommagement par fissuration intralaminaire dans les structures épaisse en matériaux composites. Revue des composites et des matériaux avancés, Vol. 18, pp. 355-373.
- [Ryou *et al.*, 2007] Ryou, H., Chung, K. (2007) Development of viscoelastic/rate-sensitive-plastic constitutive law for fiber-reinforced composites and its applications. Part II: Numerical formulation and verification. Composites Science and Technology, Vol. 69, N° 2, pp. 292-299.
- [Timmermans, 1997] Timmermans, P. H. M. (1997). Evaluation of a constitutive model for solid polymeric materials : model selection and parameter quantification. Manuscrit de thèse de l'Université d'Eindhoven.
- [Von Mises, 1913] Von Mises, R. (1913). Göttinger Nachrichten. Math.-Phys. Klasse, pp. 582.
- [Weeks *et al.*, 1998] Weeks, C.A., Sun, C.T. (1998). Modeling non-linear rate-dependent behavior in fiber-reinforced composites. Composites Science and Technology, Vol. 58, N° 3-4, pp. 603-611.
- [Xie *et al.*, 1995] Xie, M., Adams, D.F. (1995). A plasticity model for unidirectional composite materials and its applications in modeling composites testing. Composites Science and Technology, Vol. 54, N° 1, pp. 11-21.

Chapitre VIII

Méthode des éléments finis appliquée à l'essai Arcan-Mines

Dans ce chapitre, nous présentons la méthode numérique propre à la modélisation de l'essai Arcan-Mines°.

Sommaire

VIII.1 Approche numérique par éléments finis	108
VIII.1.1 Description de la modélisation	108
VIII.1.2 Sous-domaines constituant le maillage	108
VIII.1.3 Dépouillement des simulations	109
VIII.2 Fonction de charge adaptée au joint de colle	110
VIII.2.1 Méthode d'identification des paramètres de la fonction de charge.....	110
VIII.2.2 Définition de la forme mathématique de la fonction de charge	110
VIII.3 Résultats numériques	111
VIII.3.1 Etat de contraintes	111
VIII.3.2 Diagramme (I ₁ , J)	112
VIII.4 Application à une colle polyuréthane	113
VIII.4.1 Identification de l'enveloppe (I ₁ , J)	113
VIII.4.2 Comparaison essais/simulations.....	113
VIII.5 Application aux éprouvettes carbone/PPS	115
VIII.5.1 Description de la modélisation	115
VIII.5.2 Conditions aux limites.....	115
VIII.5.3 Comparaison essais/simulations.....	116
VIII.6 Conclusion	119

VIII.1 Approche numérique par éléments finis

L'approche consiste à effectuer une simulation numérique du montage expérimental complet, présenté au chapitre V, incluant les pièces métalliques et la couche de colle.

VIII.1.1 Description de la modélisation

Le maillage volumique est constitué d'environ 350 000 éléments de type tétraédrique à intégration linéaire. Seules les zones nécessaires à un dépouillement numérique équivalent à celui mené lors des essais (joint de colle, substrats, goupilles) font l'objet d'un maillage fin (figure VIII.1).

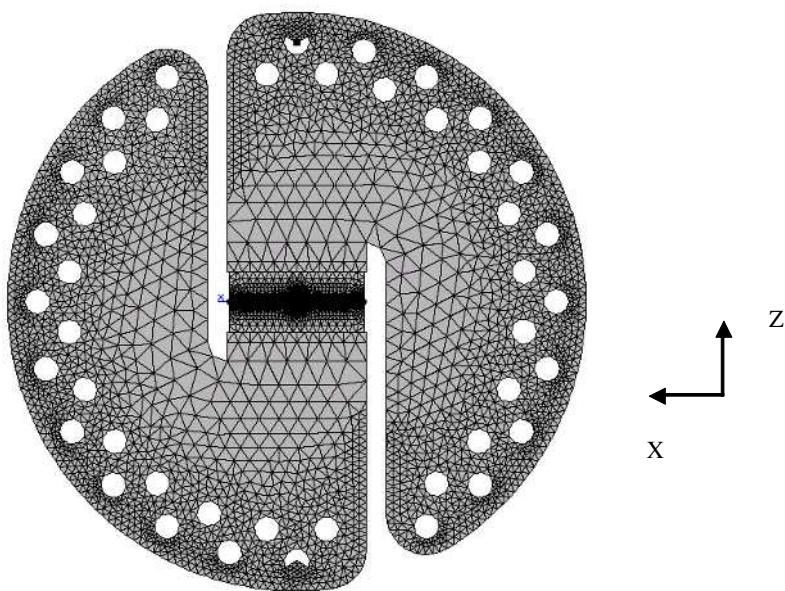


Figure VIII.1 – Maillage du dispositif expérimental Arcan-Mines

VIII.1.2 Sous-domaines constituant le maillage

Le maillage du dispositif complet se décompose selon les six sous-domaines (voir figure VIII.2) : les goupilles d'accroche à la machine de traction, les deux demi-disques en acier, les fixations entre l'assemblage collé (substrats plus adhésif) et le reste du montage, les talons des substrats, les substrats métalliques et enfin l'adhésif. On a en noir : les goupilles d'accroche à la machine de traction (en haut et en bas du schéma de gauche), en gris clair : les deux demi-disques en acier, en gris : les fixations permettant de lier l'assemblage collé (substrats plus adhésif) au reste du montage, en gris foncé : les talons des substrats, en gris très clair : les substrats métalliques et en anthracite : l'adhésif (au centre du schéma de droite). Les goupilles permettent d'appliquer un chargement identique à celui de l'essai et leur comportement est assimilé à celui d'un matériau infiniment rigide. Ainsi à l'image de l'essai, les simulations numériques sont pilotées en force.

Les deux demi-disques sont modélisés comme étant des pièces métalliques monolithiques. Des essais sur éprouvette étalon ont mis en évidence le caractère dissymétrique du comportement des fixations entre la traction et la compression. En effet, l'assemblage par serrage latéral et vissage induit une grande souplesse en traction et alors qu'en compression, il n'est pas véritablement sollicité car le talon de l'éprouvette est en contact avec la face d'appui du disque. Il a été vérifié que pour les charges considérées, ces trois sous-domaines ainsi que les substrats des éprouvettes restaient dans un domaine élastique. Les domaines correspondant à l'assemblage collé s'adaptent en fonction de l'épaisseur du joint considéré.

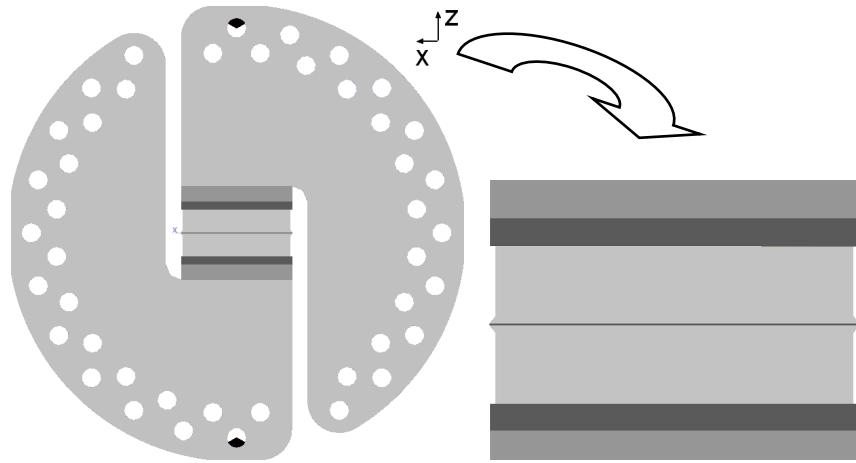
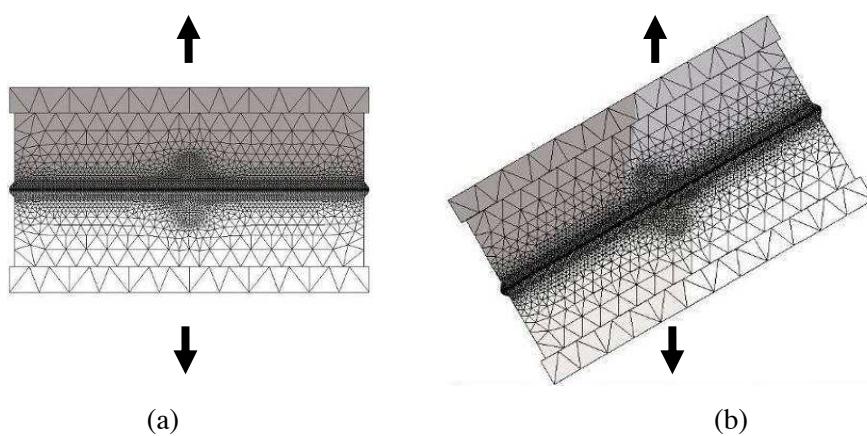


Figure VIII.2 – Représentation des sous-domaines constituant le maillage

VIII.1.3 Dépouillement des simulations

Au centre de chaque substrat, une zone est fortement densifiée en nœuds afin de dépouiller le calcul numérique de façon comparable aux mesures réalisées lors d'un essai. Par l'intermédiaire d'un programme de post-traitement, il est possible de comparer la force aux points d'ancrage et déplacements sur les substrats obtenus numériquement à ceux enregistrés lors d'un essai. Sur la figure VIII.3, les illustrations des déplacements obtenus à un pas de temps considéré pour les quatre angles de sollicitation (angles de 0° , 30° , 60° et 90°). Il s'agit d'un cas test purement élastique pour valider le modèle numérique du montage expérimental complet.



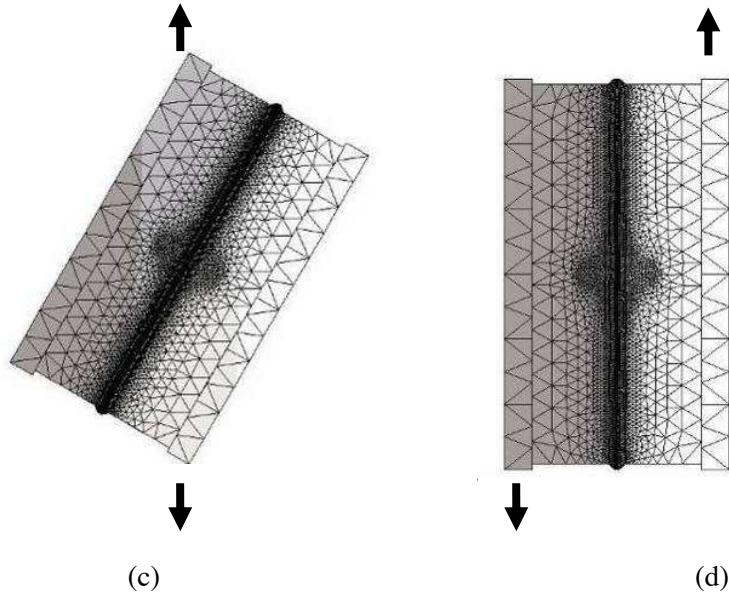


Figure VIII.3 – Champs de déplacements obtenus numériquement suite à une simulation élastique du montage complet Arcan-Mines (*ici seul l'assemblage collé est représenté*) (a) angle 0° , (b) angle 30° , (c) angle 60° et (d) angle 90°

VIII.2 Fonction de charge adaptée au joint de colle

VIII.2.1 Méthode d'identification des paramètres de la fonction de charge

Comme décrit au paragraphe V.3.2, d'un point de vue expérimentale, l'angle de sollicitation affecte l'entrée en plasticité de l'adhésif. Il faut donc mettre en place une procédure d'identification, des paramètres de la fonction de charge à la fin du domaine d'élasticité, propre à l'essai Arcan-Mines. Elle se déroule suivant les étapes suivantes :

1. Détermination expérimentale des charges correspondant à la fin du domaine élastique et ce pour quatre angles différents de sollicitation du montage (0° , 30° , 60° et 90°) ;
2. Prise en compte du comportement viscoélastique identifié sur éprouvette haltère de l'adhésif ;
3. Simulation numérique de l'essai jusqu'à atteindre la limite d'élasticité déterminée précédemment ;
4. Exécution du post-traitement moyennant les invariants I_1 et J (respectivement la trace du tenseur des contraintes et la contrainte équivalente de Von Mises) dans l'ensemble du joint de colle ;
5. Identification des paramètres de la fonction de charge correspondant à l'enveloppe (I_1 , J) obtenue à la limite d'élasticité.

VIII.2.2 Définition de la forme mathématique de la fonction de charge

Il faut à présent fixer la forme de la fonction de charge f . Les adhésifs étudiés étant des matériaux isotropes, la valeur de f doit être indépendante de l'orientation du tenseur des contraintes σ . De plus, celle-ci doit également respecter les symétries matérielles.

Ainsi, le théorème de représentation [Wineman et Pipkin, 1964] impose que la fonction de charge s'exprime selon l'un des choix suivants :

- f est une fonction symétrique des contraintes principales ;
- f est une fonction des trois premiers invariants de σ (I_1, I_2 et I_3) ;

- f est une fonction de I_1 et des invariants J_2 et J_3 du déviateur des contraintes s (avec $s = \sigma - (I_1 / 3)I$, $I_1 = \text{Tr}(\sigma)$ et $J_2(\sigma) = 1/2\text{Tr}(s^2)$ où Tr est la trace du tenseur) (VIII.2)

Pour les matériaux isotropes, c'est en général la fonction proposée par Von Mises qui est utilisée. Celle-ci n'utilise que le deuxième invariant du déviateur des contraintes J_2 sous la forme :

$$f(\sigma) = J(\sigma) - R_0 \text{ avec } J(\sigma) = \sqrt{3J_2(\sigma)} \text{ et } R_0 \text{ est la limite élastique.} \quad (\text{VIII.3})$$

Ce choix est valide dans le cas d'un matériau cristallin où la plasticité se traduit essentiellement par une déformation par cisaillement du réseau sans variation de volume [Taylor et Quinney, 1932]. Or dans le cas des matériaux polymères, il y a souvent une compressibilité plastique devant être représentée de manière spécifique. On peut donc avoir une forte sensibilité à la pression hydrostatique ce qui impacte directement le choix de la forme de la fonction de charge comme les travaux de C.H Wang et P. Chalkley le démontrent [Wang et Chalkley, 2000]. Il faut donc prendre en compte l'invariant I_1 dans le calcul de F. D.C Drucker et W. Prager, d'après [Drucker et Prager, 1952], proposent l'expression linéaire suivante :

$$f(\sigma) = J(\sigma) - \beta R_0 + (\beta - 1)I_1(\sigma) \text{ avec } \beta \geq 0. \quad (\text{VIII.4})$$

Afin de paramétriser la sensibilité à I_1 , la fonction précédente est élevée à une puissance a .

La fonction f_a est alors égale à [Joannès, 2007] :

$$f_a(\sigma) = J^a(\sigma) - \beta R_0^a + (\beta - 1)I_1(\sigma)R_0^{a-1} \text{ avec } \beta \geq 0, a \geq 1. \quad (\text{VIII.5})$$

Pour être homogène à une contrainte, ce qui facilite l'identification, la fonction de charge f s'écrit :

$$f(\sigma) = \text{signe}(f_a) \sqrt{|f_a|}. \quad (\text{VIII.6})$$

VIII.3 Résultats numériques

VIII.3.1 Etat de contraintes

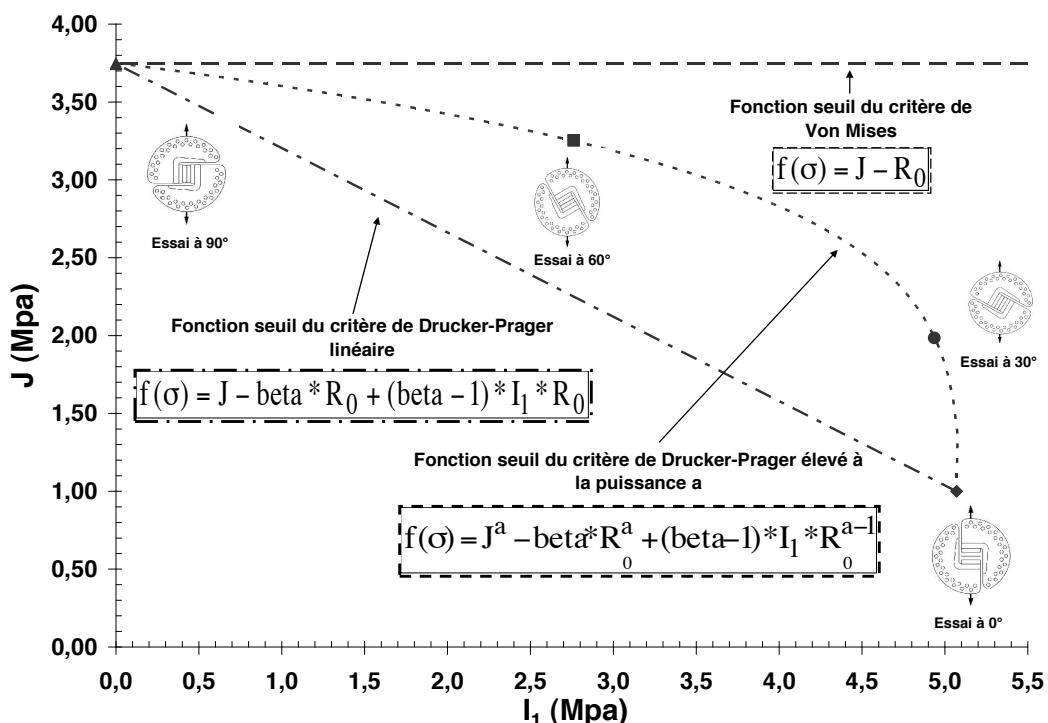
Les simulations numériques permettent d'accéder à l'état de contraintes au sein du joint de colle. Un post-traitement de cet état de contraintes, permet pour chaque pas de temps, ou de chargement appliqué sur le montage, de calculer les vecteurs contraintes moyennés dans l'ensemble du joint colle. Les simulations effectuées traduisent bien pour un angle de 0° , l'état multiaxial (triaxial) des contraintes. La trace du tenseur des contraintes a par conséquent une valeur importante. A contrario, pour un angle de 90° , l'état de contraintes est très proche de celui d'un cisaillement simple. La contrainte équivalente de Von Mises est par conséquent élevée. Les angles 30° et 60° représentent un état de contraintes mixte traction-cisaillement (voir les résultats du calcul purement élastique ci-dessous).

$\text{Angle } 0^\circ, \begin{pmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \sigma_{33} \\ \sigma_{12} \\ \sigma_{23} \\ \sigma_{31} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 7.79e^{-1} \\ 7.74e^{-1} \\ 1.00 \\ 4.23e^{-6} \\ -1.01e^{-4} \\ -2.89e^{-13} \end{pmatrix}$	$\text{Angle } 30^\circ, \begin{pmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \sigma_{33} \\ \sigma_{12} \\ \sigma_{23} \\ \sigma_{31} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 3.11e^{-1} \\ 6.99e^{-1} \\ 1.26 \\ -4.31e^{-5} \\ -7.88e^{-5} \\ -1.79e^{-1} \end{pmatrix}$
$\text{Angle } 60^\circ, \begin{pmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \sigma_{33} \\ \sigma_{12} \\ \sigma_{23} \\ \sigma_{31} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} -2.78e^{-1} \\ 3.87e^{-1} \\ 1.17 \\ -4.57e^{-5} \\ -2.43e^{-5} \\ 4.81e^{-1} \end{pmatrix}$	$\text{Angle } 90^\circ, \begin{pmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \sigma_{33} \\ \sigma_{12} \\ \sigma_{23} \\ \sigma_{31} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} -6.27e^{-14} \\ -1.94e^{-5} \\ -4.27e^{-5} \\ -1.48e^{-6} \\ 4.57e^{-6} \\ 1.00 \end{pmatrix}$

Où 3 est l'axe de sollicitation.

VIII.3.2 Diagramme (I_1 , J)

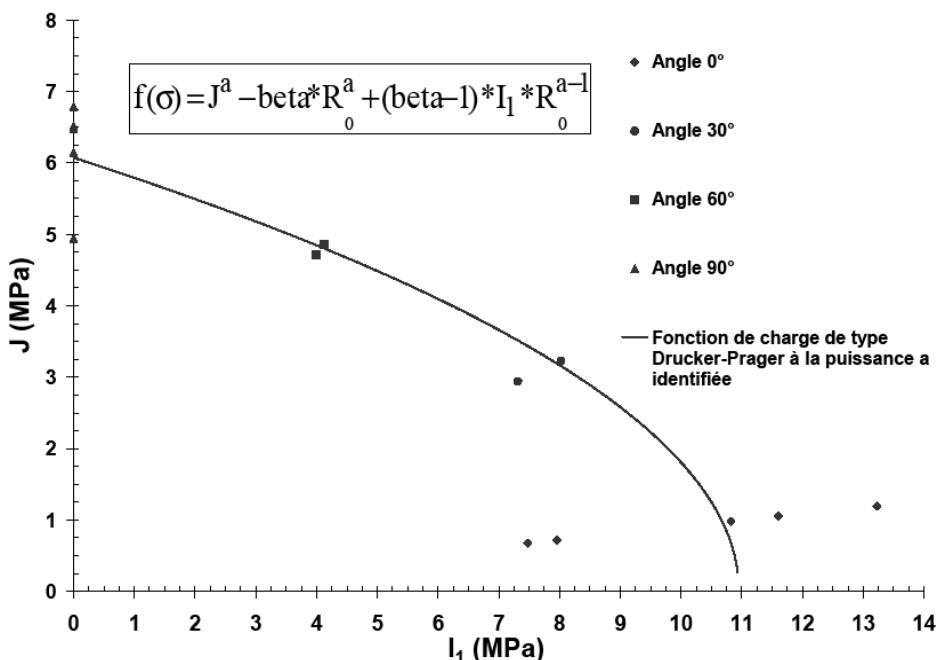
Toujours à partir des résultats numériques obtenus pour différents angles de sollicitations, nous sommes en mesure de calculer pour chaque pas de temps ou de charge, les valeurs d' I_1 et J moyennées sur l'ensemble du joint de colle. On peut ainsi établir le diagramme I_1 , J représentatif des limites recherchées, élasticité ou rupture (figure VIII.4). Ce diagramme illustre parfaitement la nécessité d'utiliser le critère de Drucker - Prager élevé à la puissance a . Sa formulation pour un matériau donné nécessite l'identification des paramètres a , β et R_0 .



VIII.4 Application à une colle polyuréthane

VIII.4.1 Identification de l'enveloppe (I_1, J)

Les limites d'élasticité précédemment déterminées (voir paragraphe V.3.2) permettent de tracer l'enveloppe (I_1, J). Une simulation numérique du montage complet est effectuée pas à pas jusqu'à atteindre la valeur de la limite d'élasticité trouvée expérimentalement et ce pour les différentes directions de sollicitation. Dans cette simulation on utilise, dans les éléments correspondant au joint de colle, un comportement viscoélastique original développé par A. Thionnet [Thionnet *et al.*, 2004] préalablement identifié sur éprouvettes haltères. La figure VIII.5 présente le diagramme obtenu. Etant donné la dispersion des points, nous avons ajusté au mieux une fonction convexe moyenne et identifié les paramètres de la fonction de charge. L'identification se fait par minimisation des moindres carrés avec un algorithme de type Levenberg-Marquardt. Des simulations du montage complet ont été ensuite réalisées au-delà de la limite élastique. L'écrouissage est modélisé par un modèle cinématique non linéaire, proposé par P.J. Armstrong et C.O. Frederick [Armstrong et Frederick, 1966], dont les coefficients sont ceux des éprouvette haltères. Les simulations numériques ont été poursuivies dans le domaine plastique.



VIII.4.2 Comparaison essais/simulations

L'implémentation de la fonction de charge de type Drucker - Prager élevée à la puissance a , associée à une loi de comportement viscoélastique a été réalisé dans le code de calcul ZéBuLoN via son module Zebfront. Les graphiques comparant charge/allongement obtenus soit par essais soit par simulations viscoélastoplastiques sont présentés en figure VIII.6. Grâce à la fonction de charge de type Drucker - Prager élevée à la puissance a , quel que soit l'angle de sollicitation, l'entrée en plasticité est correctement modélisée.

VIII. Méthode des éléments finis appliquée à l'essai Arcan-Mines

Ceci aurait été impossible avec une fonction de charge ayant une forme mathématique plus simple telle que celle du critère de Von Mises. De plus, l'allure globale des courbes simulées est cohérente avec celle des essais. Ainsi pour les essais en mode mixte (angles 30° et 60°), la différence entre allongement transverse et allongement longitudinal est bien représentée, à savoir l'allongement transverse est toujours supérieur à l'allongement longitudinal pour une même charge. Cependant nous observons une tendance générale à sous-estimer la charge dans le domaine plastique. Les éprouvettes halteres qui ont été utilisées pour déterminer les lois de comportement présentent des irrégularités de polymérisation et de nombreuses porosités. C'est pour cette raison que les paramètres du modèle d'écrouissage relevés sur ces éprouvettes s'avèrent être faibles pour simuler l'essai Arcan-Mines où le joint de colle présente peu de défauts. En effet, dans le joint de colle, les porosités sont minimisées par un serrage important lors de la réalisation des assemblages au moment de la polymérisation. On pourrait se servir de la modélisation du montage Arcan-Mines pour identifier les paramètres du modèle d'écrouissage du matériau constituant le joint de colle. Cependant cette optimisation numérique serait gourmande en temps calcul étant donné le nombre important d'éléments du modèle numérique et l'utilisation d'une loi de comportement non linéaire complexe. Néanmoins, ces simulations numériques démontrent la pertinence d'un critère d'entrée en plasticité sensible à la pression hydrostatique et donc la nécessité de tenir compte de la triaxialité de l'état de contraintes. De plus, ces résultats démontrent que le comportement de la colle sous forme d'éprouvette halter est très proche de celui en assemblage collé.

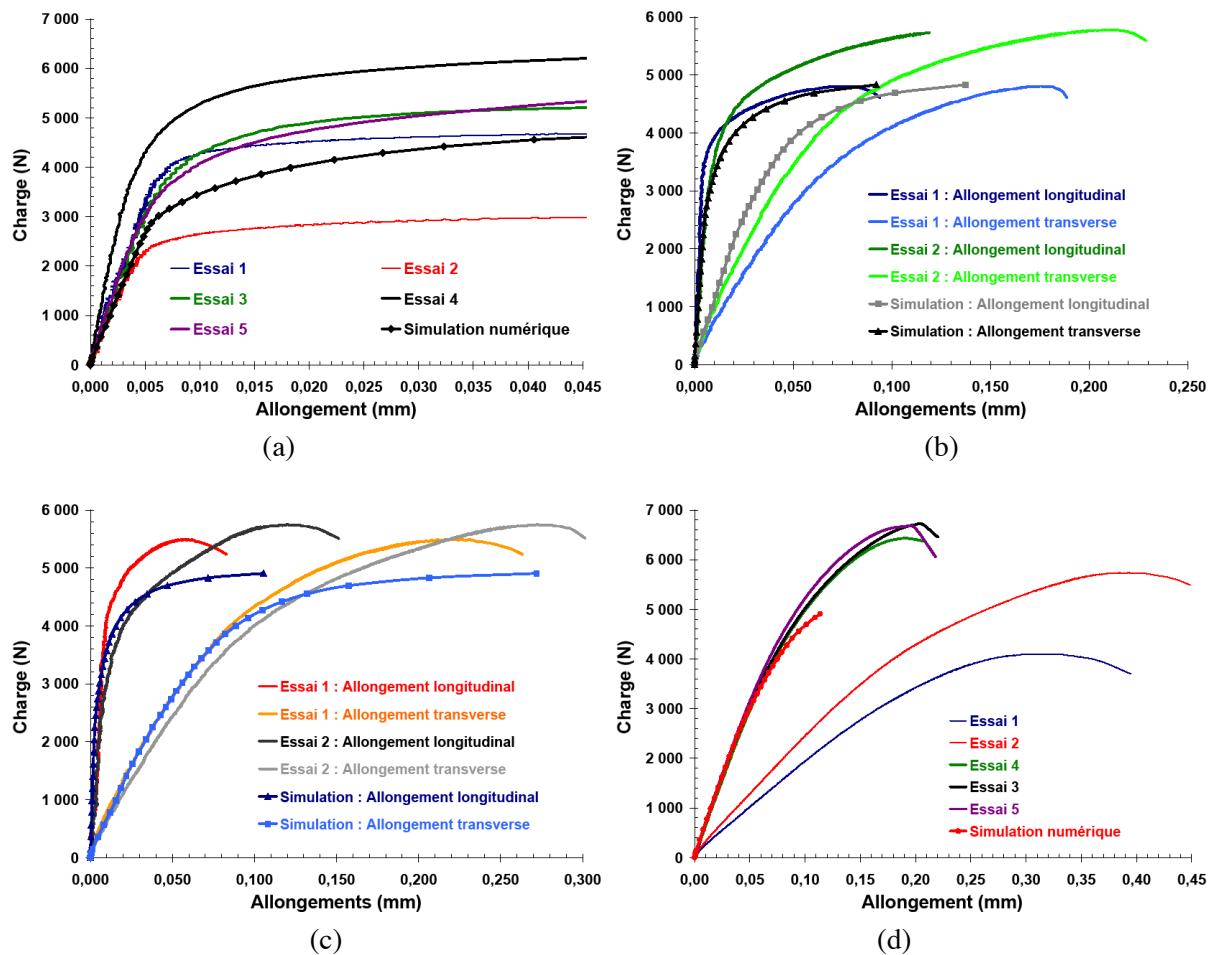


Figure VIII.6 – Charge vs allongement, comparaison essais/simulations viscoélastoplastiques sur joint de colle polyuréthane avec quatre angles de sollicitation : (a) 0°, (b) 30°, (c) 60° et (d) 90° (essais en trait plein sans marque, simulations numériques en trait plein avec marques)

VIII.5 Application aux éprouvettes carbone/PPS

VIII.5.1 Description de la modélisation

A partir du modèle numérique présenté au paragraphe VIII.1.1, l'assemblage collé (substrats métalliques plus adhésif) a été modifié en un assemblage hybride et collé (substrat métallique – adhésif époxy – échantillon en matériau composite – adhésif époxy – substrat métallique) afin de pouvoir simuler numériquement l'ensemble du dispositif Arcan-Mines dans le cas d'un échantillon en carbone/PPS. Sur la figure VIII.7, on a en rouge : les deux substrats métalliques, en bleu et en jaune : les deux joints de colle et en vert : l'éprouvette en matériau composite. Le maillage volumique de l'éprouvette en matériau composite résulte du plan présenté au paragraphe V.2.1 et est constitué d'environ 100 000 éléments de type parallélépipédique à intégration linéaire avec trois éléments par plis et un maillage de plus en plus fin vers les bords libres.

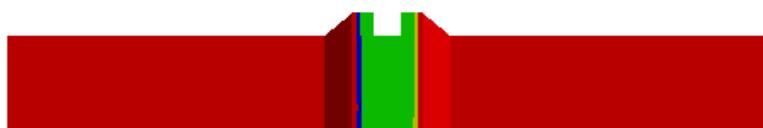


Figure VIII.7 – Coupe du modèle numérique de l'assemblage hybride et collé (substrat métallique – adhésif époxy – échantillon en matériau composite – adhésif époxy – substrat métallique)

VIII.5.2 Conditions aux limites

Pour permettre de transmettre, la force appliquée à une des goupilles du montage, du substrat métallique au joint de colle, nous avons utilisé une condition aux limites en équation appelée mpc 4 (voir figure VIII.8). En effet, les maillages ne sont pas compatibles, ainsi la relation établie par cette condition aux limites est telle que les dégrées de liberté du maillage le plus dense ici le substrat métallique seront égaux à ceux du maillage le moins dense ici le joint de colle. Les conditions aux limites des autres domaines (goupilles, demi-disques, substrats métalliques) du modèle numérique restent inchangées. Par contre, nous effectuons une simulation purement élastique avec pour le joint de colle, un comportement élastique isotrope défini au paragraphe V.4.3 et pour l'échantillon en carbone/PPS, un comportement élastique orthotrope défini à la fin du chapitre V.5. Le dépouillement des simulations reste identique à celui de l'essai. Comme les essais Arcan-Mines sur éprouvette en matériau composite ont été menés que sur deux orientations : en mode I soit un angle de 0° et en mode II soit un angle de 90°, il en sera de même pour les simulations numériques. Expérimentalement, nous avons testé quatre séquences d'empilement (voir paragraphe V.5.2.4) : 0° sens chaîne, 0° sens trame, 0°/+45°/0°/+45°/0°/-45°/0° et 0°/+20°/-20°/0°/-20°/+20°/0°. Pour chaque séquence d'empilement et les deux angles de sollicitation, nous avons sélectionné l'essai le plus représentatif. Nous avons ensuite réalisé pour chaque essai, un modèle numérique de l'échantillon en carbone/PPS et de son joint de colle ayant les dimensions exactes de celles mesurés avant essai. Nous avons donc huit modèles numériques distincts.

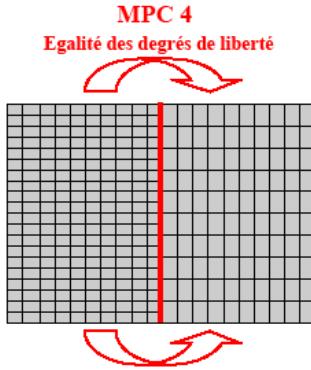


Figure VIII.8 – Illustration de l'intérêt de la condition aux limites de type mpc 4

VIII.5.3 Comparaison essais/simulations

Les graphiques comparant charge/allongement obtenus soit par essais soit par simulations élastiques sont présentés en figures VIII.9 et VIII.10. Nous constatons que pour les deux modes de sollicitation et toutes les séquences d'empilement, une quasi-superposition des courbes expérimentales et numériques dans leur domaine linéaire. Ainsi les écarts relatifs entre rigidités expérimentales et numériques sont faibles (voir tableau VIII.2). Les rigidités expérimentales sont définies comme les pentes des courbes charge – allongement dans le domaine élastique. Nous notons une tendance à obtenir des rigidités numériques inférieures à celles expérimentales. En toute rigueur, une étude de convergence du maillage au regard de la rigidité devrait être menée. Cependant au vue des faibles écarts relatifs en termes de rigidité et du coût élevé en temps de calcul que cela représenterait, il ne nous semble pas nécessaire de procéder à une telle analyse. En tout état de cause, le comportement élastique isotrope, défini au paragraphe V.4.3, de l'adhésif époxy et le comportement élastique orthotrope, défini à la fin du chapitre V.5, du carbone/PPS sont validés par ces simulations numériques. Comme on peut le constater sur la figure VIII.11, la condition aux limites de type mpc 4 permet bien de transmettre l'effort appliqué au niveau à une des goupilles au joint de colle puis à l'échantillon en carbone/PPS. Comme on peut le constater sur la figure VIII.11, la condition aux limites de type mpc 4 permet bien de transmettre, en mode I, l'effort appliqué au niveau à une des goupilles au joint de colle puis à l'échantillon en carbone/PPS. Pour une charge appliquée supérieure à la rupture observée expérimentalement (soit 700daN), nous constatons que le ratio, entre la surface de collage et celle de l'interface à tester du composite, est suffisant pour maintenir l'adhésif époxy dans son domaine élastique. En effet, la contrainte suivant z dans l'adhésif époxy est en moyenne égale à 10MPa, une valeur largement inférieure à sa limite élastique en mode I égale à 25MPa (voir paragraphe V.4.2). Là où la section a été réduite, la contrainte suivante z dans le matériau composite est en moyenne égale à 25MPa, une valeur supérieure à sa contrainte à rupture en mode I égale 16MPa. Cela justifie qu'expérimentalement, nous observions des ruptures dans la section centrale de l'échantillon en carbone/PPS (voir paragraphe V.5.2). La distribution de la contrainte suivant z présente une singularité de contrainte aux bords libres mais tend très rapidement vers sa valeur moyenne dont la valeur est égale à celle donnée par la formule analytique V.14. On retrouve dans la littérature les mêmes constatations [Cognard *et al.*, 2006] et [Cognard *et al.*, 2011]. Ces remarques sont aussi valables en mode II. Ainsi les formules analytiques utilisées au chapitre V sont donc valides. Par contre, l'association au dispositif expérimental d'une chaîne d'émission acoustique, nous avons démontré au paragraphe V.6.3 qu'indépendamment du mode de sollicitation, la non-linéarité du comportement du matériau composite était due au déclaminage. Pour améliorer la qualité de nos simulations numériques, il nous faut donc un critère capable de prédire l'amorçage du déclaminage.

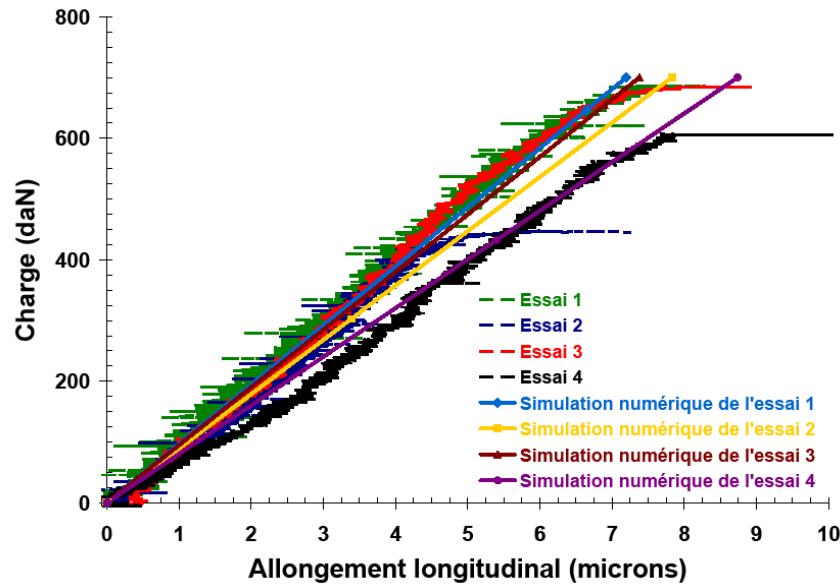


Figure VIII.9 – Charge vs allongement, comparaison essais/simulations élastiques sur échantillon en carbone/PPS en **mode I** avec quatre séquences d'empilement : 0° sens chaîne pour l'essai 1, 0° sens trame pour l'essai 2, $0^\circ/+20^\circ/-20^\circ/0^\circ/-20^\circ/+20^\circ/0^\circ$.pour l'essai 3 et $0^\circ/+45^\circ/0^\circ/+45^\circ/0^\circ/-45^\circ/0^\circ$ pour l'essai 4 (*essais en trait pointillé sans marque, simulations numériques en trait plein avec marques*)

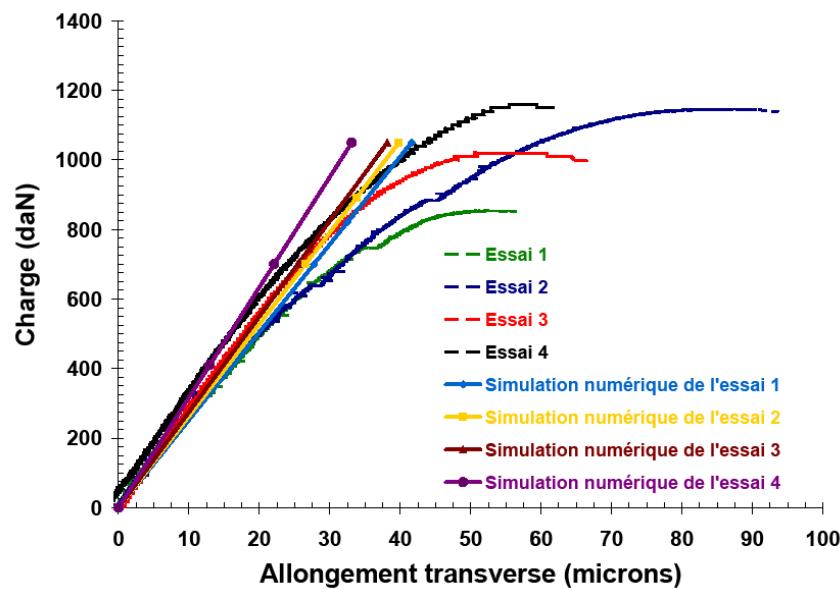


Figure VIII.10 – Charge vs allongement, comparaison essais/simulations élastiques sur échantillon en carbone/PPS en **mode II** avec quatre séquences d'empilement : 0° sens chaîne pour l'essai 1, 0° sens trame pour l'essai 2, $0^\circ/+20^\circ/-20^\circ/0^\circ/-20^\circ/+20^\circ/0^\circ$.pour l'essai 3 et $0^\circ/+45^\circ/0^\circ/+45^\circ/0^\circ/-45^\circ/0^\circ$ pour l'essai 4 (*essais en trait pointillé sans marque, simulations numériques en trait plein avec marques*)

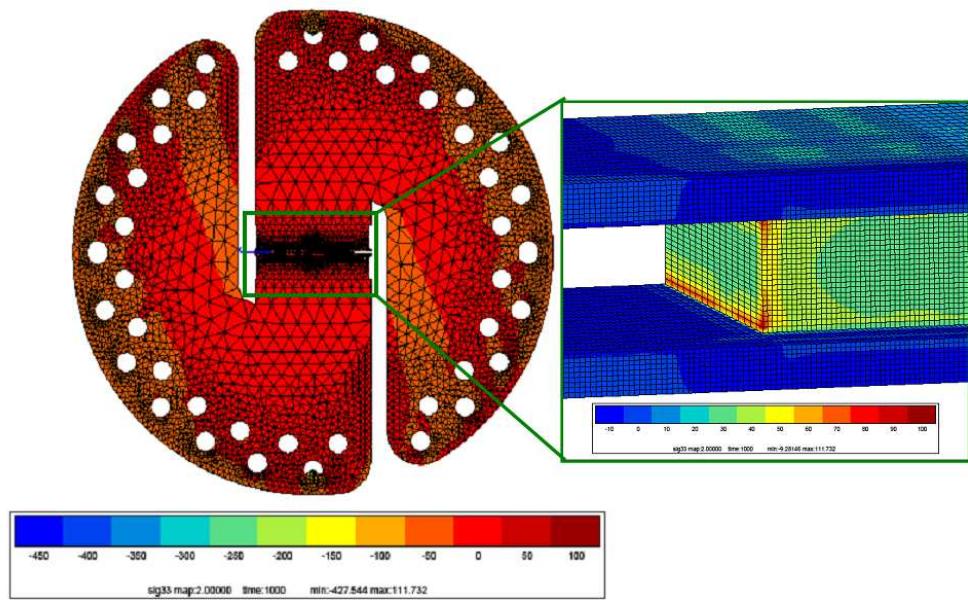


Figure VIII.10 – Champs de contraintes σ_{zz} obtenues numériquement suite à une simulation élastique du montage Arcan-Mines avec échantillon en carbone/PPS en mode I pour une charge appliquée de 700daN, (a) dispositif expérimental entier, (b) grossissement sur l'éprouvette en matériau composite

Mode	Séquence d'empilement	Référence	R (N/mm)	Ecart-relatif (%)
I	0 ° sens chaîne	Essai 1	100,813	3,481
		Simulation numérique de l'essai1	97,304	
	0° sens trame	Essai 2	94,817	5,666
		Simulation numérique de l'essai2	89,445	
	0°/+20°/-20°/0°/-20°/+20°/0°	Essai 3	100,419	5,497
		Simulation numérique de l'essai3	94,899	
	0°/+45°/0°/+45°/0°/-45°/0°	Essai 4	82,636	3,041
		Simulation numérique de l'essai 4	80,123	

Tableau VI.1 – Bilan des rigidités obtenues par essais Arcan-Mines et par simulations numériques pour le composite tissé satin 5 carbone/PPS constitué de 7 plis en mode I

II	0 ° sens chaîne	Essai 1	21,843	6,046
		Simulation numérique de l'essai1	23,249	
	0° sens trame	Essai 2	20,003	6,446
		Simulation numérique de l'essai2	21,381	
	0°/+20°/-20°/0°/-20°/+20°/0°	Essai 3	29,413	6,468
		Simulation numérique de l'essai3	27,511	
	0°/+45°/0°/+45°/0°/-45°/0°	Essai 4	27,212	5,206
		Simulation numérique de l'essai 4	28,707	

Tableau VI.2 – Bilan des rigidités obtenues par essais Arcan-Mines et par simulations numériques pour le composite tissé satin 5 carbone/PPS constitué de 7 plis en mode II

VIII.6 Conclusion

Pour les matériaux adhésifs, nos simulations numériques du dispositif expérimental Arcan-Mines complet ont démontré la pertinence d'un critère d'entrée en plasticité sensible à la pression hydrostatique et donc de tenir compte de la triaxialité de l'état de contraintes représentée par le premier invariant des contraintes I_1 . L'implémentation de la fonction de charge de type Drucker – Prager, élevée à la puissance a , a permis, quelque soit l'angle de sollicitation (angle 0°, angle 30°, angle 60° et angle 90°), de modéliser correctement l'entrée en plasticité. Ceci est impossible avec une fonction de charge ayant une forme mathématique plus simple. Il en résulte que l'allure globale des courbes simulées est cohérente avec celles des essais. Cela démontre que le comportement de l'adhésif sous forme d'éprouvette haltère est similaire de celui en assemblage collé.

Pour les matériaux composites, la modélisation de l'échantillon en carbone/PPS aux dimensions mesurées avant essai associé à des conditions aux limites de type mpc 4 nous a permis de reproduire la rigidité expérimentale pour deux modes de sollicitation et quatre séquences d'empilement différentes. Nous avons ainsi validé les propriétés élastiques de l'adhésif époxy présentées au chapitre V et celles du carbone/PPS présentées au chapitre III. Par contre pour être capable de modéliser le comportement non-linéaire observé en essai qui est dû au délamination, il nous faut un critère capable de prédire son amorçage.

Références Bibliographiques

[Armstrong et Frederick, 1966] Armstrong, P.J. et Frederick, C.O., (1966). A mathematical Representation of the Multiaxial Bauschinger Effect. CEGB Report, No° RD/B/N 731.

[Cognard *et al.*, 2006] Cognard, J.Y., Davies, P., Sohier, L., Créac'hcadec, R. (2006). A study of the non-linear behaviour of adhesively-bonded composite assemblies. Composite Structures, Vol. 76, N° 1-2, pp. 34-46.

[Cognard *et al.*, 2011] Cognard, J.Y., Sohier, L., Davies, P. (2011). A modified Arcan test to analyze the behavior of composites and their assemblies under out-of-plane loadings. Composites Part A : Applied Science and Manufacturing, Vol. 42, N° 1, pp. 111-121.

[Drucker et Prager, 1952] Drucker, D. C. et Prager, W. (1952). Soil mechanics and plastic analysis or limit design, Quarterly of applied mathematics, Vol. 10, N° 2, pp. 157-165.

[Joannès, 2007] Joannès, S. (2007). Caractérisation mécanique et outil d'aide au dimensionnement des collages structuraux. Manuscrit de thèse de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.

[Taylor et Quinney, 1932] Taylor, G. I et Quinney, H. (1932). The plastic distortion of metals. Philosophical transactions of the Royal Society of London A, Vol. 230, pp. 323-362.

[Thionnet *et al.*, 2004] Thionnet, A., Martin, C., Barradas, S. (2004). Mécanique et comportement des milieux continus, tome 2 : applications et théorie des invariants. Editions Ellipses.

[Wang et Chalkley, 2000] Wang, C.H. et Chalkley, P. (2000). Plastic yielding of a film adhesive under multiaxial stresses. International Journal of Adhesion and Adhesives, Vol. 20, N° 2, pp. 155-164.

[Wineman et Pipkin, 1964] Wineman, A. S. et Pipkin, A. C. (1964). Material symmetry restrictions on constitutive equations. Archive for Rational Mechanics and Analysis, Vol. 17, N° 3, pp. 184- 214.

Chapitre IX

Critère d'amorçage du délaminage

Dans ce chapitre, nous présentons l'écriture du critère d'amorçage du délaminage puis son identification par méthode inverse en comparant simulations numériques et observations optiques in-situ lors d'essais de traction plane.

Sommaire

IX.1 Description du critère d'amorçage du délaminage	122
IX.1.1 Choix du critère	122
IX.1.2 Concept	122
IX.1.3 Formulation	123
IX.1.4 Méthodes non locales	124
IX.2 Modèle numérique nécessaire à l'identification du critère.....	126
IX.2.1 Type d'éléments	126
IX.2.2 Conditions aux limites	128
IX.2.3 Etude de convergence au regard du critère	128
IX.3 Identification du critère d'amorçage du délaminage	131
IX.3.1 Résultats expérimentaux	131
IX.3.1 Résultats de la simulation numérique	136
IX.4 Validation du critère d'amorçage du délaminage	138
IX.4.1 Résultats de la simulation numérique	138
IX.4.2 Résultats expérimentaux	139
IX.4 Conclusion	143

IX.1 Description du critère d'amorçage du délaminage

IX.1.1 Choix du critère

Le délaminage dans les matériaux composites est habituellement provoqué par des discontinuités de géométrie tels que les bords, les trous, la fissuration des plis ou des défauts. Il peut à lui seul entraîner la rupture finale du stratifié par une perte importante de rigidité de la structure [Tay, 2003]. La cinétique de cette dégradation est souvent complexe. Ainsi il a été observé qu'avant l'initiation d'un délaminage, des éprouvettes testées ont un comportement globalement linéaire bien que des micro-délaminages se soient déjà développés pour finalement se combiner et donner naissance à un délaminage plus macroscopique dont la longueur est de l'ordre de l'épaisseur du pli [Caron *et al.*, 2006]. Pendant l'évolution de ces micro-délaminages, le comportement global reste linéaire du fait que l'effet de ces défauts n'est pas encore perceptible pour une sollicitation dans le plan. C'est par coalescence de ces défauts que se produit le délaminage final menant à la non-linéarité du comportement global [Herakovich *et al.*, 2000]. Cette non-linéarité peut être accentuée par d'autres dégradations telle que la fissuration des plis [Kim *et al.*, 1984] et [O'Brien, 1982]. Le délaminage, qui est un phénomène d'arrachement entre deux plis, induit un état de contrainte critique à l'interface de ceux-ci dépendant des trois composantes du vecteur de contrainte suivant : σ_{33} , σ_{13} et σ_{23} (composantes antiplanes) avec comme repère : 1=sens chaîne, 2=sens trame et 3=épaisseur. Où σ_{33} provoque un délaminage par ouverture appelé mode I. Tandis que les composantes σ_{13} et σ_{23} créent un délaminage par cisaillement appelés respectivement mode II et mode III (figure IX.1). L'évolution du délaminage se décompose en trois étapes : l'amorçage, l'évolution de la zone de dégradation et la croissance macroscopique. Nous allons, par la suite, nous attacher à la prédiction de l'amorçage du délaminage.

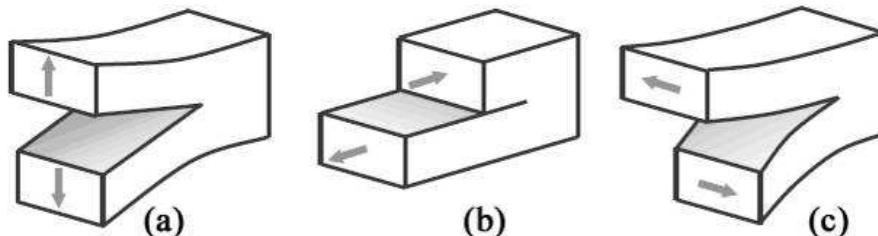


Figure IX.1 – Représentation des trois modes de délaminage, (a) mode I, (b) mode II et (c) mode III

IX.1.2 Concept

Pour obtenir une prédiction correcte de la croissance du délaminage, il suffit, dans la plupart des cas, de calculer un critère écrit en fonction du taux de restitution d'énergie G et donc basé sur la mécanique de la rupture. Cependant cette méthode est limitée par la prédiction de son amorçage [Rybicki *et al.*, 1977]. Pour s'affranchir de ce verrou, des techniques numériques basées sur des éléments d'interface sont employées [Mi *et al.*, 1998]. Ces éléments ont un comportement en tout ou rien (soit cohésif ou soit non cohésif) seulement identifiables par des essais spécifiques. Ainsi, nous proposons une troisième approche à la fois simple et robuste. Cette méthode est fondée sur l'écriture d'un critère calculé à l'aide des contraintes moyennes sur une zone critique.

Le critère découle des hypothèses suivantes (voir figure IX.2) :

- Si la contrainte normale (suivant l'axe 3) est négative (compression), alors elle retarde l'amorçage du délaminage en cisaillement (modes II et III) ;
- Si elle est positive (traction), alors elle le favorise ;
- Si elle est négative et que les cisaillements sont nuls, alors elle ne peut pas provoquer l'initiation du délaminage.

Ces postulats sont en accord avec les résultats expérimentaux décrits dans la littérature [Lagunegrand *et al.*, 2006].

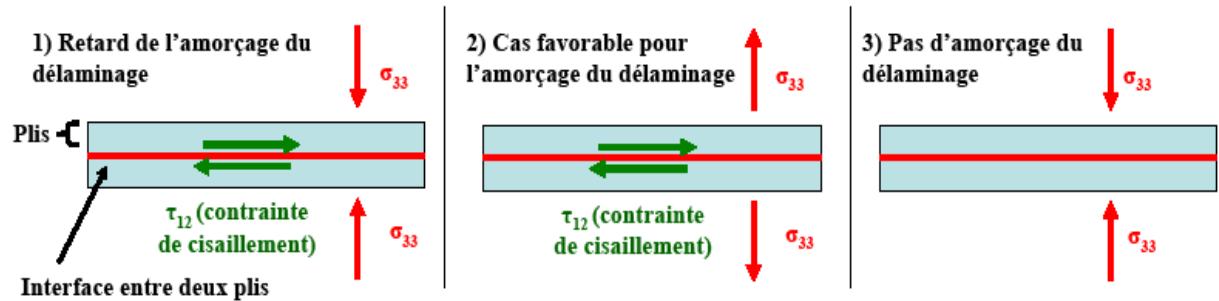


Figure IX.2 – Principes du critère d'amorçage du délaminage

IX.1.3 Formulation

Ces remarques sont systématisées par la loi de Coulomb décrivant le frottement entre deux corps [Coulomb, 1821]. En effet, elle décrit la relation qui existe entre effort normal et effort tangentiel lors du glissement entre deux solides en contact (figure IX.3). Le critère noté c suivant est donc proposé [Nimdum, 2009] :

$$c = \left(\langle F_3 \rangle^+ \right)^2 / Y_T^2 + \left(|F_1| + k_1 \langle F_3 \rangle^- \right)^2 / S_1^2 + \left(|F_2| + k_2 \langle F_3 \rangle^- \right)^2 / S_2^2 \quad (\text{IX.1})$$

$$\begin{aligned} \text{Si } F_3 < 0 \text{ alors } c &= \left(|F_1| + k_1 \langle F_3 \rangle^- \right)^2 / S_1^2 + \left(|F_2| + k_2 \langle F_3 \rangle^- \right)^2 / S_2^2 \\ \text{Si } F_3 > 0 \text{ alors } c &= \left(\langle F_3 \rangle^+ \right)^2 / Y_T^2 + \left(|F_1| \right)^2 / S_1^2 + \left(|F_2| \right)^2 / S_2^2 \end{aligned} \quad (\text{IX.2})$$

Avec $\vec{F} = \begin{pmatrix} F_1 \\ F_2 \\ F_3 \end{pmatrix} = \vec{\sigma} \vec{n} = \begin{pmatrix} \sigma_{13} \\ \sigma_{23} \\ \sigma_{33} \end{pmatrix}$; \vec{n} : effort normal

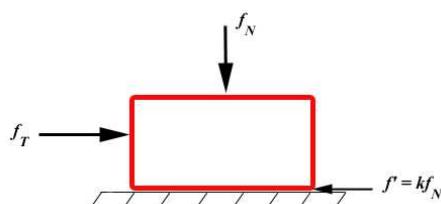


Figure IX.3 – Relation entre effort normal et effort tangentiel par la loi de Coulomb

IX. Critère d'amorçage du déclaminage

Le critère d'amorçage du déclaminage comporte donc cinq paramètres matériaux. Par définition, ces paramètres sont indépendants de la séquence d'empilement, de l'épaisseur, la teneur en masse ou en volume du renfort et donc intrinsèques à l'interface fibre/matrice du matériau étudié. D'après les résultats d'essais de flexion trois points à appuis rapprochés obtenus sur carbone/PPS consolidé (voir paragraphe III.4.3). Si on considère que les propriétés mécaniques liées aux cisaillements en mode II et III sont équivalentes, on peut simplifier l'écriture du critère en posant $S=S_1=S_2$ et $k=k_1=k_2$. Les paramètres Y_T et S caractérisent la résistance d'interface respectivement en traction et en cisaillement. Ils ont été déterminés via le dispositif expérimental Arcan-Mines. Plus précisément, ils correspondent aux points de non-linéarités du comportement observé en essais (voir paragraphe V.6.3). Le paramètre k exprime la capacité de frottement entre deux plis. Son identification sera réalisée par méthode inverse en corrélant observations optiques in-situ lors d'essais de traction plane et simulations numériques. Or, numériquement au bord libre de l'éprouvette, il y a présence de singularités de contraintes qui vont faire tendre le critère vers l'infini et donc par réciprocité faire tendre k vers l'infini. C'est physiquement inconcevable. Il faut donc s'assurer de l'indépendance du critère vis-à-vis du maillage par l'utilisation de méthodes dites non locales [Germain, 2006].

IX.1.4 Méthodes non locales

Le problème de dépendance par rapport à la taille de maille, comme nous l'avons souligné, entraîne des résultats erronés et se pose d'autant plus quand les matériaux sont fragiles (comme les bétons, les matériaux composites et certains matériaux métalliques [Bažant *et al.*, 1988]). En effet, peu de non linéarités viennent atténuer les sur-contraintes locales. En outre pour ces matériaux, la probabilité d'amorçage de l'endommagement est bien souvent liée à la présence de défauts (comme les porosités, les inclusions, etc.). Or cette probabilité augmente avec la taille du volume considéré. De ces constats physiques, il en découle que la prédiction de l'amorçage du déclaminage ne peut être faite que par un critère tenant compte des valeurs locales mais également de leurs répartitions. On parle alors de critère non local. Il existe deux familles. La première est basée sur la moyenne des grandeurs locales (généralement des contraintes, des déformations ou des variables d'endommagement) sur une longueur, une surface ou un volume incluant la zone critique à évaluer [Whitney *et al.*, 1974]. La seconde prend en compte, pour ces mêmes grandeurs, l'effet de leurs gradients sur la zone considérée [Peerling *et al.*, 1996]. Nous nous proposons d'utiliser ces deux méthodes non locales conjointement.

IX.1.4.1 Méthode sur grandeur

Cette méthode consiste à moyennen les contraintes sur un domaine s'étendant jusqu'à une certaine distance critique notée a_0 . Il est à priori nécessaire de connaître autant de longueurs caractéristiques que de contraintes qu'on suppose être à l'origine du déclaminage. Afin de simplifier cette méthode, nous ne considérerons une longueur critique identique pour les trois contraintes antiplanes et égale à l'épaisseur d'un pli [Lorriot *et al.*, 2003] qui est une caractéristique du matériau. Ces hypothèses sont en accord avec les observations in-situ effectuées lors d'essais de traction simple. On obtient ainsi :

$$\overline{\sigma_{ij}}(a_0) = 1/a_0 \int_0^{a_0} \sigma_{ij}(\xi) d\xi \quad (\text{IX.3})$$

IX.1.4.2 Méthode sur gradient

Cette méthode consiste à tenir compte de la dérivée première des contraintes antiplanes sur une certaine zone d'effet nommée h . D'un point vue mathématique, on ajoute, à chaque contrainte antiplane, le coefficient directeur de la tangente au voisinage de ce point. Le calcul de cette méthode est illustré à la figure IX.4. Cela permet de conserver les variations des singularités de contraintes et donc d'avoir une meilleure prédiction de l'amorçage du déclaminage.

On a alors par la méthode de Landau et Páez [Landau et Páez, 2009] :

$$\sigma_{ij}(y) = \sigma_{ij} + \sigma_{ij}(y + h/2) - \sigma_{ij}(y - h/2) \quad (\text{IX.4})$$

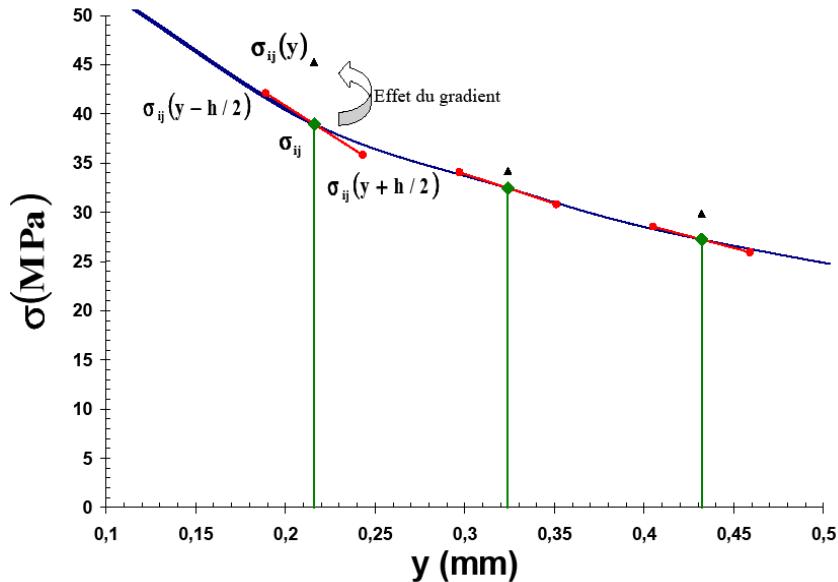


Figure IX.4 – Calcul de la prise en compte du gradient sur une zone d'effet h

IX.1.4.3 Combinaison des deux méthodes

Afin de combiner ces deux méthodes (voir schéma de la figure IX.5), les contraintes sont donc calculées en tenant compte de zone la zone d'effet h (IX.4) et ensuite injectées dans le critère (IX.2) en tant que contraintes moyennes. On a ainsi :

$$\bar{\sigma}_{ij}(a_0) = 1/a_0 \int_0^{a_0} \sigma_{ij}(y) + \sigma_{ij}(y + h/2) - \sigma_{ij}(y - h/2)(y) dy \quad (\text{IX.5})$$

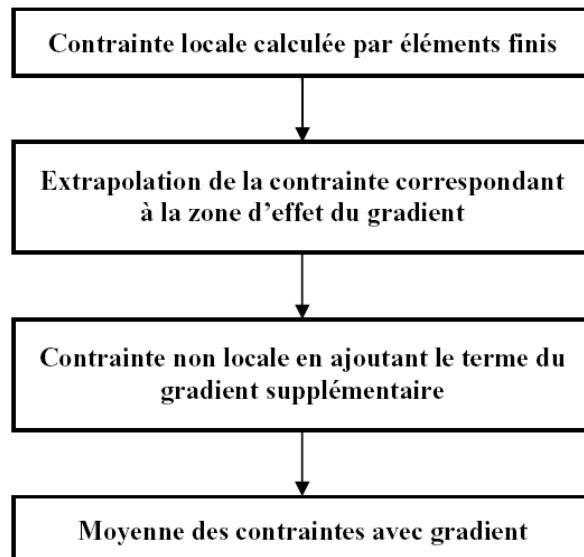


Figure IX.5 – Schéma d'évaluation de la moyenne des contraintes non locales avec gradient

IX.2 Modèle numérique nécessaire à l'identification du critère

IX.2.1 Type d'éléments

Dans les composites stratifiés, l'effet de bord libre lié à trop d'équations par rapport au nombre d'inconnues aux interfaces entre couches de l'éprouvette de traction plane, entraîne des singularités de contraintes. Ces singularités bien qu'atténuées localement par la viscoplasticité de la résine ou des fissures microscopiques, font que l'on observe au bord de l'éprouvette, l'initiation puis la propagation du délaminage (voir figure IX.6). A partir de cette constatation expérimentale, nous avons proposé un critère d'amorçage du délaminage. Pour identifier le paramètre k , exprimant la capacité de frottement entre deux couches, nous allons comparer les résultats des simulations numériques par éléments finis aux observations optiques in-situ réalisées lors d'essais de traction plane pour les empilements $0^\circ/+45^\circ/0^\circ/+45^\circ/0^\circ/-45^\circ/0^\circ$ et $0^\circ/+20^\circ/-20^\circ/0^\circ/-20^\circ/+20^\circ/0^\circ$. Or l'éprouvette de traction plane (voir paragraphe III.2.2) est fine et de forme parallélépipédique. Elle présente également un fort élancement et un axe privilégié (voir figure IX.6). Ainsi loin des mors de la machine de traction, l'état de contraintes dans le matériau est indépendant de sa position le long de l'axe sollicitation (ici suivant l'axe 1). De fait, nous pouvons remplacer les éléments volumiques traditionnels par des éléments finis spécifiques appelés pseudo tridimensionnels ou $2D^{1/2}$ et ne modéliser qu'une section transversale de l'éprouvette de traction plane (voir figure IX.6). Leur formulation est basée sur l'hypothèse que les sections droites sont toutes identiques et donc un calcul, initialement tridimensionnel, se réduit à un calcul sur une section droite soit bidimensionnel [Duplessis Kergomard, 2007]. Ainsi, à chaque section droite, on associe des degrés de liberté qui après déformation, restent identiques à un mouvement de corps solide près. Ce principe est très proche de celui proposé par [Pipes *et al.*, 1970] d'extension uniforme du stratifié et résolu par différences finies. Dans l'optique de prendre en compte le phénomène de singularités de contraintes au bord libre, il est nécessaire d'affiner le maillage au voisinage de celui-ci. Le nombre d'éléments, nécessaires pour bien retranscrire ce fait, est élevé (voir figure IX.7). Or l'utilisation d'éléments de type $2D^{1/2}$ permet de garder le temps de calcul acceptable. Sur la figure IX.7, nous observons, distinctement à l'interface entre deux plis de l'éprouvette, une variation importante de la contrainte σ_{22} en fonction de la distance y . En effet, au centre de l'éprouvette, celle-ci est nulle alors qu'au bord libre, elle est maximum. Cela s'explique par la discontinuité des propriétés matériau [Herakovich, 1997] et que le bord de l'éprouvette soit non chargé. La contrainte est donc bien singulière. Les trois raffinements de maillage démontrent que la valeur maximale atteinte par la contrainte (maillage n°1, $\sigma_{22\max}=0,36\text{ MPa}$; maillage n°2, $\sigma_{22\max}=4,59\text{ MPa}$ et maillage n°3, $\sigma_{22\max}=10,23\text{ MPa}$) et l'allure de la singularité, à proximité du bord libre, dépendent considérablement du raffinement du maillage. L'intensité de la contrainte augmente avec le nombre d'éléments. Il en résulte que notre critère prédira un amorçage du délaminage plus ou moins précoce en fonction du raffinement du maillage. Cela démontre la nécessité d'identifier un critère d'amorçage du délaminage en utilisant des méthodes non-locales. Il est à noter que la valeur de la contrainte σ_{22} donné par chaque maillage converge assez rapidement, pour une distance égale à l'épaisseur du pli, vers une solution unique.

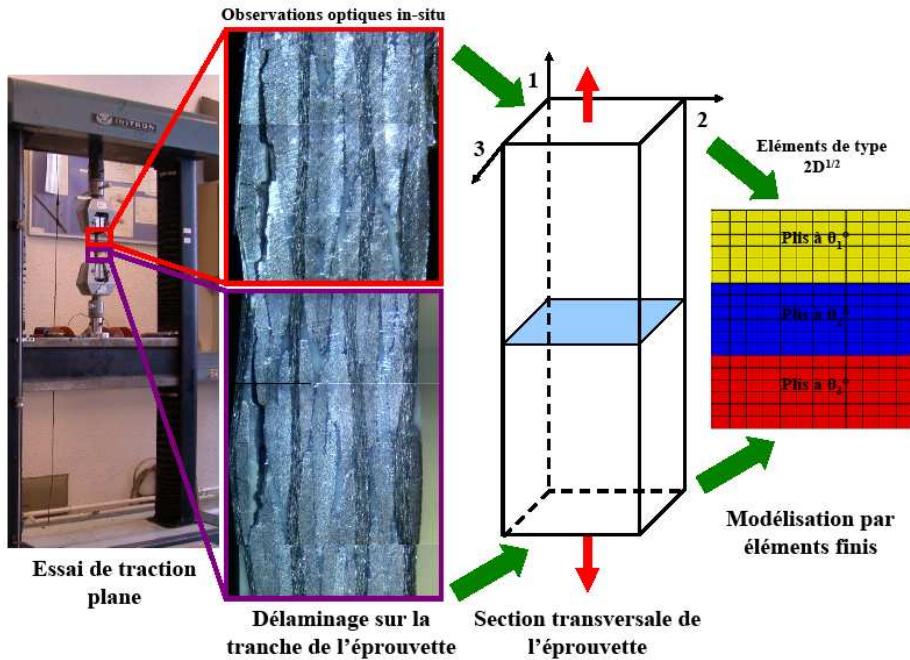


Figure IX.6 – Schéma de la modélisation numérique avec des éléments de type $2D^{1/2}$ d'une éprouvette de traction plane

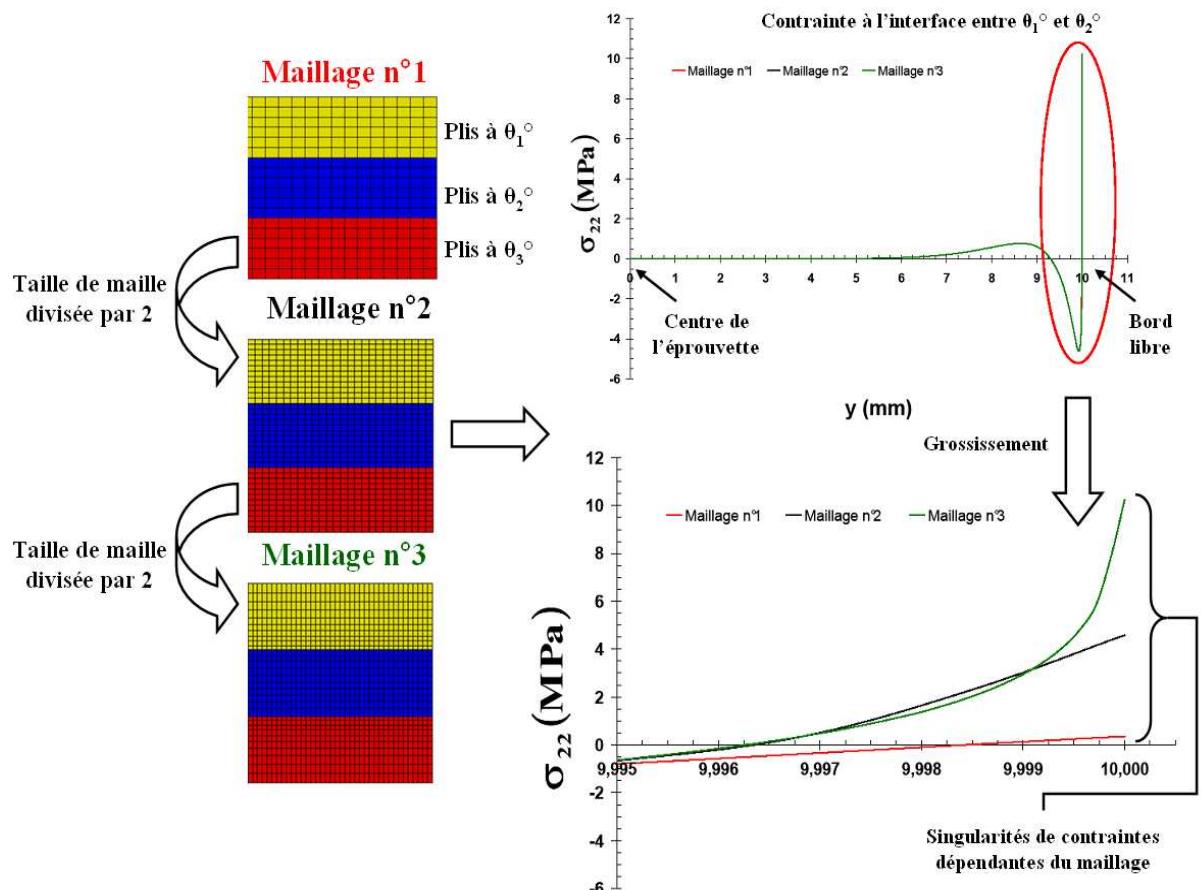


Figure IX.7 – Influence du raffinement du maillage sur la singularité de contrainte au bord libre

IX.2.2 Conditions aux limites

Le matériau composite stratifié à sept plis de carbone/PPS consolidé est décrit à l'échelle mésoscopique. Chaque pli est considéré comme homogène et orthotrope. De plus, le comportement élastique de chaque pli découle à une rotation d'angle près de la matrice de rigidité orthotrope évaluée à la fin du chapitre III. Les séquences $0^\circ/+45^\circ/0^\circ/+45^\circ/0^\circ/-45^\circ/0^\circ$ et $0^\circ/+20^\circ/-20^\circ/0^\circ/-20^\circ/+20^\circ/0^\circ$ présentent une symétrie miroir. La symétrie géométrique de l'éprouvette et celle propre aux deux empilements testés permettent de ne modéliser que seulement un quart de l'éprouvette (voir figure IX.8). Ainsi le côté gauche du modèle numérique a ses déplacements bloqués suivant l'axe 2. Et réciproquement, la ligne centrale du modèle numérique a ses déplacements bloqués suivant l'axe 3. Les interfaces entre plis sont considérées comme parfaites avec une rigidité infinie (interface 1 : $0^\circ/+45^\circ$, interface 2 : $+45^\circ/0^\circ$ et interface 3 : $0^\circ/+45^\circ$) et les bords libres sont droits. Le chargement appliqué suivant l'axe 1 sur l'ensemble des éléments correspond la contrainte macroscopique pour laquelle en essai, il a été observé in-situ du déclaminage. Les éléments utilisés de type $2D^{1/2}$ sont à intégration linéaire. Au niveau du maillage de l'éprouvette, trois domaines se distinguent :

- la zone d'intersection entre les interfaces et les bords libres, là où les contraintes antiplanes seront singulières et leurs gradients importants, est maillée très finement avec une taille d'éléments constante ;
- ensuite à une distance égale à sept plis, la zone de transition, là où les contraintes antiplanes se stabilisent, est maillée moins finement avec une taille d'éléments constante ;
- puis jusqu'au centre de l'éprouvette, là où les contraintes antiplanes sont homogènes, le maillage y plus grossier avec une taille d'éléments croissante.

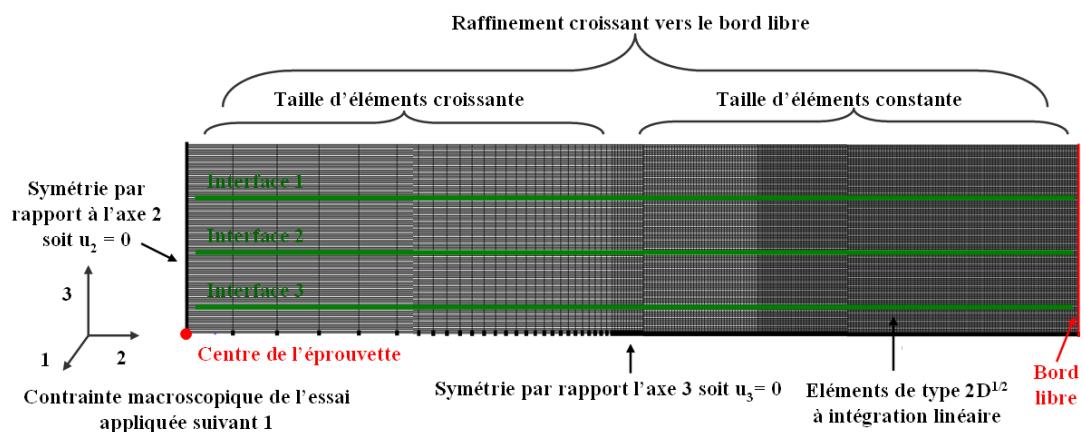


Figure IX.8 – Conditions aux limites du modèle numérique en éléments $2D^{1/2}$ (dans le même repère que celui du matériau étudié, 1 = sens chaîne, 2 = sens trame et 3 = épaisseur)

IX.2.3 Etude de convergence au regard du critère

Dans un premier temps, nous ne travaillons que sur l'empilement $0^\circ/+45^\circ/0^\circ/+45^\circ/0^\circ/-45^\circ/0^\circ$. D'après la figure IX.9, le critère d'amorçage du déclaminage est maximum, en se plaçant à une distance critique a_0 égale à l'épaisseur d'un pli (soit 0,317mm), à l'interface 2 : $+45^\circ/0^\circ$ soit celle située au centre du modèle. D'après la figure IX.10, la contrainte σ_{33} étant négative à la distance critique d'un pli, nous sommes bien dans le cas où l'identification du coefficient k est possible. Nous constatons que le déclaminage est ici majoritairement initié par la contrainte σ_{23} . En tout cas, les trois contraintes antiplanes atteignent leur maximum à proximité de la condition de bord libre. Par contre, elles sont nulles au centre de l'éprouvette (condition de bord libre pour $a_0=0mm$ et centre de l'éprouvette pour $a_0=11mm$). Elles sont donc toutes singulières.

Pour déterminer la taille de la maille la plus fine et la zone d'effet du gradient, nous nous servirons ainsi que des contraintes antiplanes extraites à cette interface. Dans ce but, nous procéderons à une étude de convergence de ces deux paramètres au regard du critère. Les paramètres nécessaires au calcul du critère sont issus de la littérature [Nimdum, 2009]. Nous estimons la convergence atteinte quand visuellement nous obtenons une superposition des courbes et un écart relatif entre celles-ci inférieure à 1%. En se plaçant toujours à une distance critique a_0 égale à l'épaisseur d'un pli, nous avons établi que la convergence était atteinte (voir figures IX.11, IX.12 et tableau IX.1) pour une taille de maille égale à la taille du pli divisé par cinquante (**taille de maille = pli/50**) et respectivement pour une zone d'effet du gradient égale à la taille du pli divisée par cinquante (**$h = pli/50$**). Dès lors que ces deux paramètres sont fixés, nous pouvons identifier le coefficient k propre au carbone/PPS consolidé. En effet, cette méthode nous permet de nous affranchir de la modélisation.

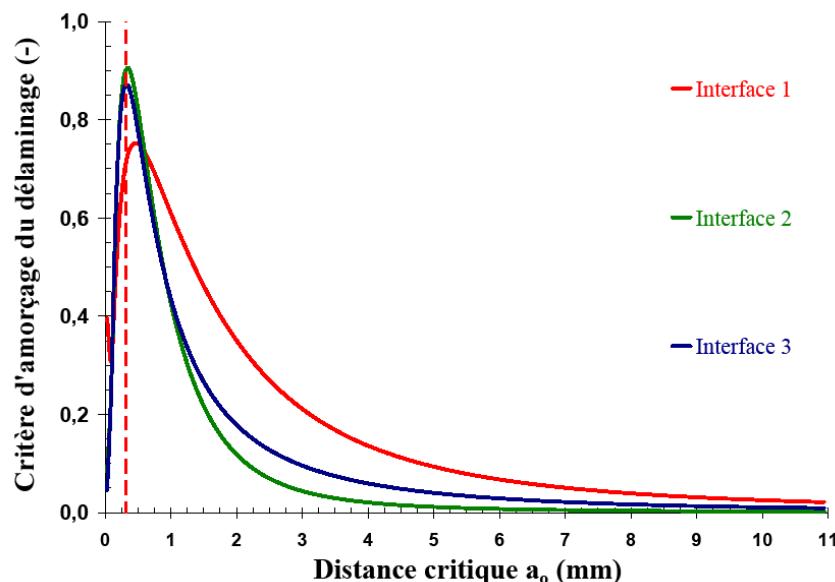


Figure IX.9 – Evolution du critère d'amorçage du délaminage en fonction de l'interface pour la séquence $0^\circ/+45^\circ/0^\circ/+45^\circ/0^\circ/-45^\circ/0^\circ$ (en pointillés rouges la distance critique égale à un pli)

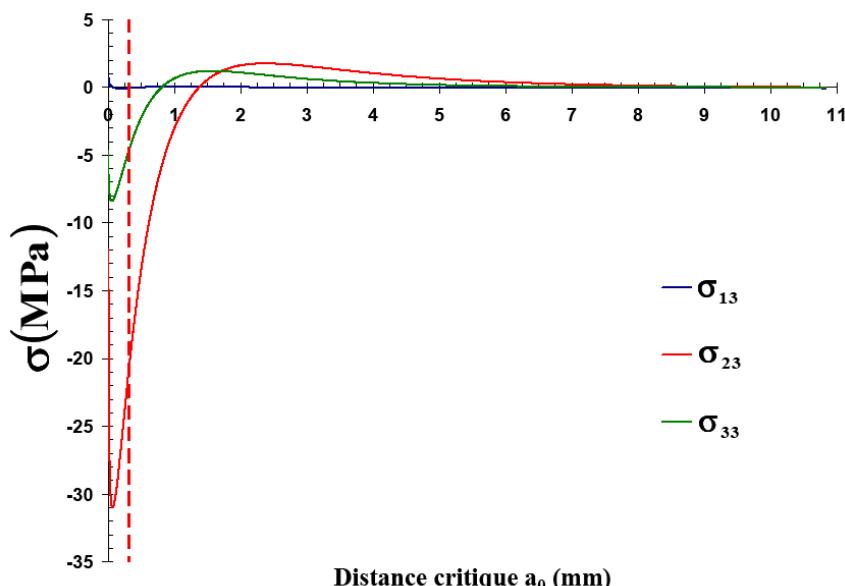


Figure IX.10 – Evolution des contraintes antiplanes le long de l'interface 2 pour la séquence $0^\circ/+45^\circ/0^\circ/+45^\circ/0^\circ/-45^\circ/0^\circ$ (en pointillés rouges la distance critique égale à un pli)

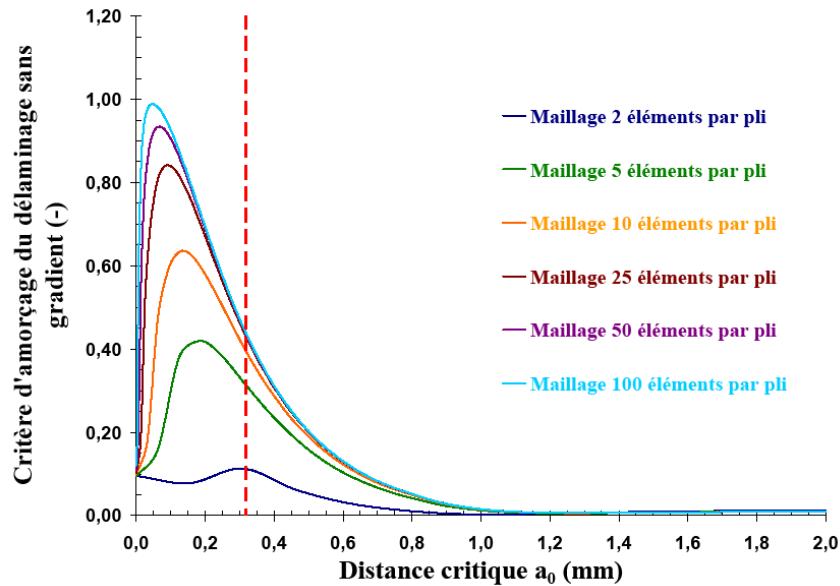


Figure IX.11 – Evolution du critère d'amorçage du délaminage en fonction de différents maillages pour la séquence $0^\circ/+45^\circ/0^\circ/+45^\circ/0^\circ/-45^\circ/0^\circ$ (en pointillés rouges la distance critique égale à un pli)

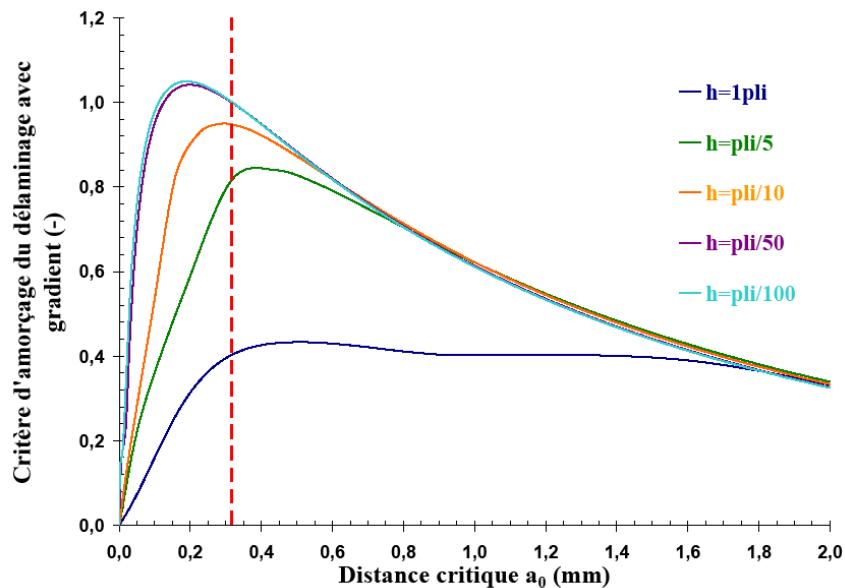


Figure IX.12 – Evolution du critère d'amorçage du délaminage en fonction de différentes zones d'effet du gradient pour la séquence $0^\circ/+45^\circ/0^\circ/+45^\circ/0^\circ/-45^\circ/0^\circ$ (en pointillés rouges la distance critique égale à un pli)

Taille de maille la plus fine	Critère d'amorçage sans gradient (-)	Ecart relatif de paramètre en paramètre (%)	Valeur de la zone d'effet h du gradient	Critère d'amorçage avec gradient (-)	Ecart relatif de paramètre en paramètre (%)
Pli/2	0,113	/	1 pli	0,403	/
Pli/5	0,320	182,707	Pli/5	0,817	102,493
Pli/10	0,397	24,003	Pli/10	0,941	15,181
Pli/25	0,434	9,494	Pli/50	1,004	6,657
Pli/50	0,439	1,043	Pli/100	1,003	0,058
Pli/100	0,441	0,592			

Tableau IX.1 – Bilan des résultats obtenus par simulations numériques d'un essai de traction plane pour le composite tissé satin 5 carbone/PPS constitué de 7 plis à $0^\circ/+45^\circ/0^\circ/+45^\circ/0^\circ/-45^\circ/0^\circ$

IX.3 Identification du critère d'amorçage du délaminage

IX.3.1 Résultats expérimentaux

IX.3.1.1 Méthode d'observations optiques in-situ de l'endommagement

Pour identifier puis valider le critère d'amorçage du délaminage, il faut comparer les résultats des simulations aux observations faites lors des essais de traction plane. Or le suivi de l'évolution des endommagements est possible en cours d'essai à l'aide d'une caméra 3-cdd munie d'un système de grossissement optique. Au préalable, la tranche de l'éprouvette est poli miroir. L'ensemble du système de grossissement et la caméra sont montés sur une colonne pouvant se déplacer dans les trois directions, permettant ainsi de visualiser l'ensemble de la longueur utile de l'éprouvette (voir figure IX.13). Celle-ci peut donc être observée en continu lors de l'essai de traction. Toutefois, la consigne de ces essais est modifiée (voir figure IX.14). Ainsi des pics de chargement sont programmés tous les 10% de la contrainte à rupture moyenne pour chaque séquence testée (soit environ tous les 45MPa pour la séquence $0^\circ/+45^\circ/0^\circ/+45^\circ/0^\circ/-45^\circ/0^\circ$ et tous les 52MPa pour la séquence $0^\circ/+20^\circ/-20^\circ/0^\circ/-20^\circ/+20^\circ/0^\circ$) afin de détecter au mieux et de comptabiliser les endommagements. Ceux-ci sont visualisés sur une longueur de 60mm située au centre de l'éprouvette (soit environ 45% de la totalité de la longueur utile) car jugée suffisamment représentative. Cette méthode ne donne évidemment des informations que sur les endommagements sur la tranche de l'échantillon. D'autres moyens de contrôle non destructifs sont envisageables (émission acoustique, thermographie infrarouge, radiographie aux rayons X, ultrasons, etc.) [Dumont-Fillon, 1996]. Pour éviter les fermetures de fissures après décharge sans en créer de nouvelles, à chaque palier d'observation, l'éprouvette est maintenue à une charge inférieure au seuil atteint précédemment (voir figure IX.14). Lors des observations, on applique donc une contrainte inférieure de 25% à celle correspondant au pic précédent. La mesure de l'allongement de l'éprouvette est également réalisée au cours de l'essai. Le test, piloté en charge, est mené jusqu'à rupture de l'éprouvette.

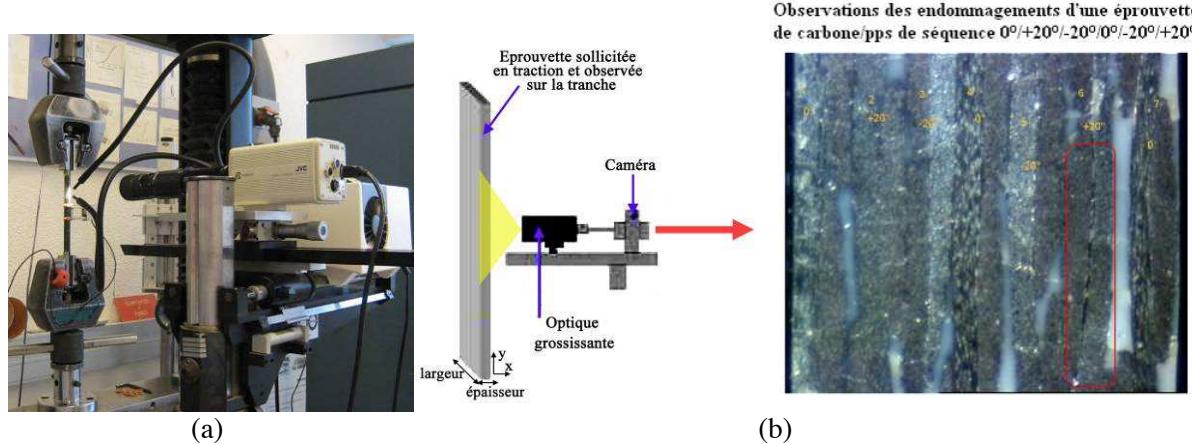


Figure IX.13 – Moyens d'observations optiques in-situ des endommagements : (a) montage expérimentale, (b) schéma et exemple d'endommagements sur une éprouvette de carbone/PPS consolidé de séquence $0^\circ/+20^\circ/-20^\circ/0^\circ/-20^\circ/+20^\circ$

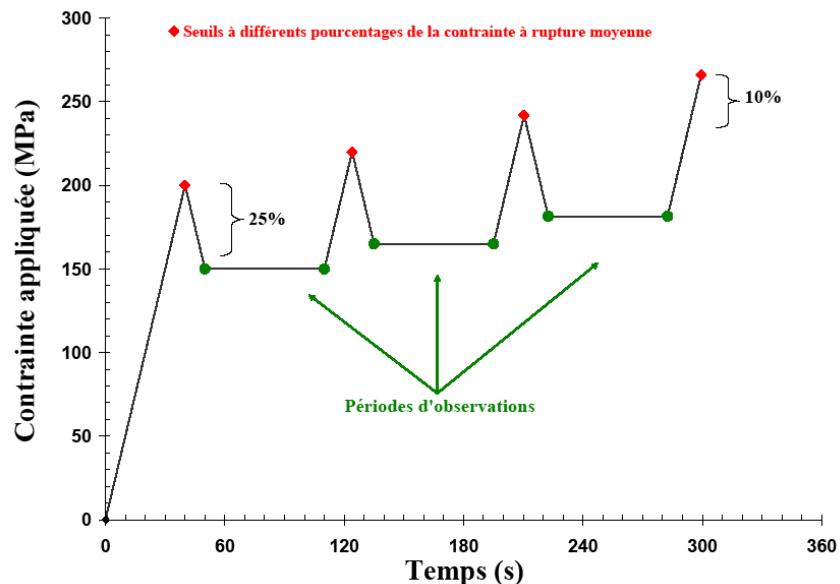


Figure IX.14 – Consigne imposé lors des essais de traction plane avec observations in-situ de l'endommagement

IX.3.1.2 Comportement en traction plane de la séquence $0^\circ/+45^\circ/0^\circ/+45^\circ/0^\circ/-45^\circ/0^\circ$

Avant d'observer les endommagements de la séquence $0^\circ/+45^\circ/0^\circ/+45^\circ/0^\circ/-45^\circ/0^\circ$, il faut appréhender le comportement de cet empilement sollicité en traction plane dans son sens chaîne. Pour cela trois essais de traction, à une vitesse de déformation de 10^{-4}s^{-1} , ont été réalisés. La procédure expérimentale est identique à celle décrite au paragraphe III.2.2. Compte tenu des faibles allongements longitudinaux (inférieur à 0,7mm) enregistrés lors des essais par rapport à la base de mesure initiale du capteur, l'hypothèse des petites perturbations reste valide. Nous pouvons donc travailler en contrainte et déformations dites nominales. Les résultats expérimentaux sont présentés en figure IX.15. Pour l'ensemble des essais, le comportement observé est de type élastique linéaire-fragile, comme le démontre les valeurs très proches de l'indice de corrélation d'une régression linéaire, avec rupture de l'éprouvette dans sa longueur utile. Ce comportement mécanique justifie la consigne décrite précédemment où une décharge jusqu'à une charge nulle n'est pas réalisée. La dispersion expérimentale étant faible (voir tableau IX.2), la contrainte et la déformation à rupture moyennes sont donc représentatives de ce stratifié.

Nous pouvons donc les utiliser pour calculer les pics de chargement nécessaires pour l'observation in-situ des endommagements. De plus, le module d'élasticité obtenu va nous permettre d'évaluer la vitesse de contrainte nécessaire au prochain essai pour rester dans la même gamme de vitesse de sollicitation.

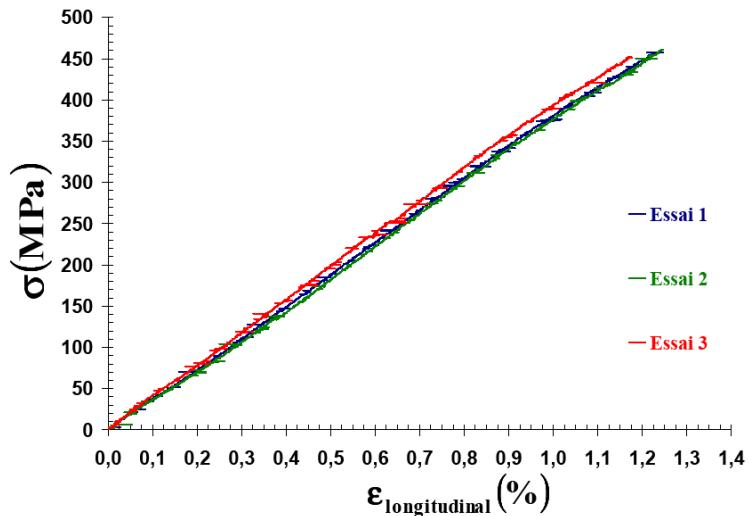


Figure IX.15 – Contrainte vs déformation longitudinale, essais de traction dans le sens chaîne sur la séquence $0^\circ/+45^\circ/0^\circ/+45^\circ/0^\circ/-45^\circ/0^\circ$

Propriétés	Moyenne	Ecart-type
$E(\text{GPa})$	38,282	0,695
ν (-)	0,230	0,013
Indice de corrélation d'une régression linéaire (-)	$9,995\text{e}^{-1}$	$8,981\text{e}^{-5}$
$\sigma^R(\text{MPa})$	457,009	4,772
$\epsilon_{\text{longitudinal}}^R(\%)$	1,223	0,039

Tableau IX.2 – Bilan des propriétés mécaniques en traction du composite tissé satin 5 carbone/PPS constitué de 7 plis à $0^\circ/+45^\circ/0^\circ/+45^\circ/0^\circ/-45^\circ/0^\circ$ dans le sens chaîne dans le domaine quasi-statique

IX.3.1.2 Endommagements de la séquence $0^\circ/+45^\circ/0^\circ/+45^\circ/0^\circ/-45^\circ/0^\circ$

Par observations optiques en cours d'essai de traction plane, nous avons pu identifier les différents types d'endommagements de l'empilement $0^\circ/+45^\circ/0^\circ/+45^\circ/0^\circ/-45^\circ/0^\circ$. De façon générale, les endommagements apparaissent souvent à proximité des talons de l'éprouvette puis progressent vers son centre. En effet, ceci est dû aux forts gradients de contraintes notamment en cisaillement présents dans la zone des talons. Cette apparition précoce des talons est évidemment gênante car notre modèle numérique, respectant le principe de Saint-Venant, ne tient pas compte de ce phénomène. C'est pourquoi on se focalisera exclusivement sur le centre de l'éprouvette (voir figure IX.16). Il est évident que les observations optiques sont tributaires du grossissement choisi. La détection de l'initiation du déclaminage est notre priorité. A cause du caractère inopiné de ce phénomène, nous avons opté pour une vue couvrant l'ensemble de la tranche de l'éprouvette. Si nécessaire, un agrandissement d'une zone précise, comme une interface, peut être réalisé.

IX. Critère d'amorçage du déclaminage

Nous observons trois phases d'endommagement spécifiques :

- entre 10 et 60% de la contrainte à rupture moyenne, initiation et croissance de la fissuration transverse dans les torons de fibres et dans la résine (voir clichés a,b et c de la figure IX.16) [Daggumati *et al.*, 2010] ;
- à 70% de la contrainte à rupture moyenne, amorçage du déclaminage à l'interface $0^\circ/\pm 45^\circ$ (repéré par des ellipses rouges) avec une séparation nette des plis identifiable par la non réflexion de la lumière (voir clichés d de la figure IX.16) ;
- de 80% de la contrainte à rupture moyenne jusqu'à rupture totale de l'éprouvette, multiplication et croissance du déclaminage en différents points mais toujours à une interface $0^\circ/\pm 45^\circ$ associées à un élargissement notable et croissant de l'échantillon caractéristique du déclaminage (voir clichés e et f de la figure IX.16).

A partir de la mesure des modules élastiques à chaque charge vers un pic à un pourcentage donné de la contrainte à rupture moyenne, on peut définir une variable d'endommagement D^* définie comme suit :

$$D^* = (E_0 - E) / (E_0 - E_r) \quad (\text{IX.6})$$

Avec E_0 le module élastique lors de la première charge, E le module élastique à la charge considérée et E_r le module élastique lors de la charge conduisant à la rupture de l'éprouvette.

Cette variable est couramment utilisée dans le domaine de la fatigue des matériaux composites [Mao *et al.*, 2002], [Toubal *et al.*, 2006] et [Wu *et al.*, 2010]. Cette variable comptabilise l'endommagement accumulé au cours des chargements et évolue de zéro à un où un signifie la rupture du matériau. D'après la figure IX.17, nous constatons que cette variable évolue suivant trois étapes distinctes :

- entre 10 et 30% de la contrainte à rupture moyenne (marqueur vert), augmentation brusque car en trois charges, la variable passe de 0 à 0,7 ;
- entre 30% et 70% de la contrainte à rupture moyenne augmentation graduelle car en six charges, la variable passe de 0,7 à 0,8 ;
- entre 90% de la contrainte à rupture moyenne (marqueur rouge) jusqu'à rupture totale de l'éprouvette, à nouveau augmentation brusque car en deux charges, la variable passe de 0,8 à 1.

Nous supposons que la première étape est due à la mise en charge de l'empilement du fait de la présence des trois plis à $\pm 45^\circ$ qui ne sont donc pas dans l'axe de la sollicitation. La deuxième étape établit que la fissuration transverse est peu préjudiciable pour le matériau car les nombreux torons la cloisonnent et ralentissent sa propagation. La dernière étape justifie que le déclaminage soit un endommagement très préjudiciable car son initiation est un signe annonciateur de la rupture de l'échantillon. Nous avons donc déterminé expérimentalement la contrainte macroscopique d'amorçage du déclaminage pour la séquence $0^\circ/+45^\circ/0^\circ/+45^\circ/0^\circ/-45^\circ/0^\circ$ égale à 70% de la contrainte à rupture moyenne (soit 318,361 MPa) nécessaire à l'identification du paramètre k , caractérisant le frottement entre couches, du critère d'amorçage du déclaminage.





(b) Palier à 10% de la contrainte à rupture moyenne (soit environ 45MPa)



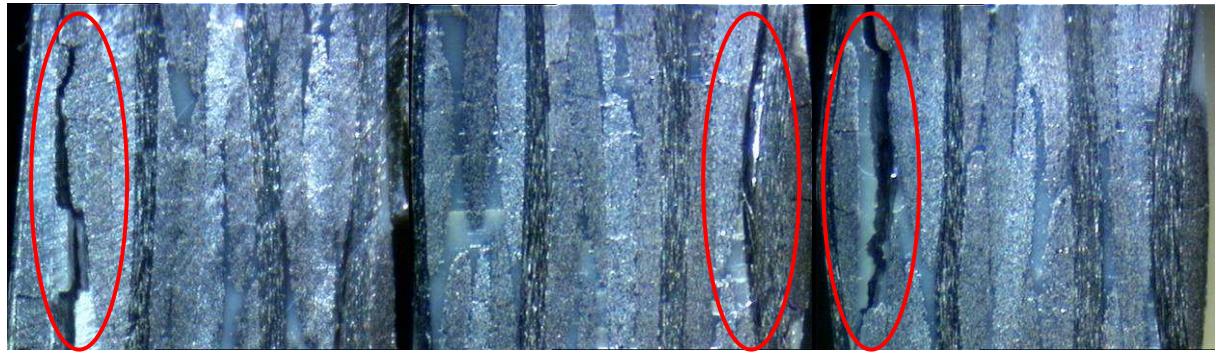
(c) Palier à 60% de la contrainte à rupture moyenne (soit environ 227MPa)



(d) Palier à 70% de la contrainte à rupture moyenne (soit environ 318MPa)



(e) Palier à 90% de la contrainte à rupture moyenne (soit environ 410MPa)



(f) Palier à 100% de la contrainte à rupture moyenne (soit environ 456MPa)

Figure IX.16 – Observations optiques in-situ durant un essai de traction plane sur éprouvette de séquence 0°/+45°/0°/+45°/0°/-45°/0° du composite tissé satin 5 carbone/PPS (a : avant essai et b, c, d, e, f : paliers respectivement à 10, 60, 70, 90 et 100% de la contrainte à rupture moyenne)

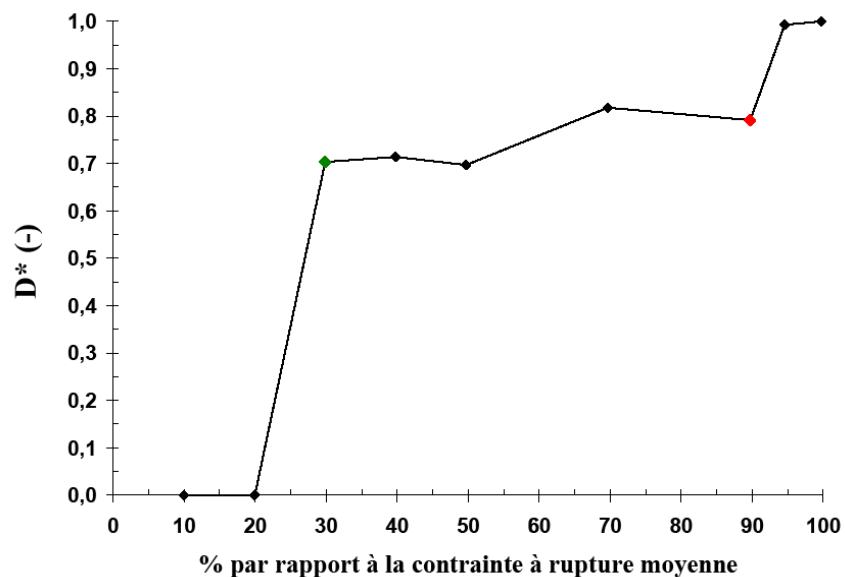


Figure IX.17 – Variable d'endommagement D^* vs pourcentage à la contrainte à rupture moyenne durant un essai de traction plane sur éprouvette de séquence 0°/+45°/0°/+45°/0°/-45°/0° du composite tissé satin 5 carbone/PPS

IX.3.1 Résultats de la simulation numérique

Expérimentalement, c'est à l'interface 0°/+45° où nous avons observé un amorçage du déclaminage pour une contrainte macroscopique appliquée équivalente à 70% de la contrainte à rupture (soit 318.36 MPa). Numériquement, ayant fixé par une étude de convergence la taille la plus fine du maillage (égale à l'épaisseur d'un pli divisé par 50) et la zone d'effet du gradient (égale à l'épaisseur du pli divisé par 50), nous extrayons les contraintes antiplanares σ_{33} , σ_{13} et σ_{23} exprimées dans le repère du matériau (1 : sens chaîne, 2 : sens trame et 3 : épaisseur) nécessaires au calcul du critère à une distance critique égale à l'épaisseur du pli. Pour déterminer la valeur de k , caractérisant le frottement entre plis, il suffit que le critère soit unitaire. Pour cela, nous traçons l'évolution du critère d'amorçage du déclaminage en fonction de différentes valeurs du coefficient k (voir figure IX.18). Nous avons fixé sa variation de 0 à 1,5 par pas constant de 0,025. Nous constatons que le critère d'amorçage est maximum quand le coefficient k est nul. A contrario, le critère d'amorçage du déclaminage est minimum quand le coefficient k est maximum.

Par interpolation affine entre deux ordonnées très proche de un (soient respectivement k égales à 0,85 et 0,875), nous obtenons un k égal à 0,859. Nous vérifions ensuite que le critère d'amorçage du délaminage soit bien unitaire à une distance critique égale à l'épaisseur du pli en traçant son évolution le long de l'interface $0^\circ/+45^\circ$ (voir figure IX.19). Comparé au carbone/époxy [Nimdu, 2009], la valeur du coefficient k est très élevée. Il est probable que la capacité de frottement entre couches soit liée à la viscosité de la résine. Or il est connu que les matrices thermoplastiques ont une viscosité supérieure aux matrices thermodurcissables. En tout cas, la prédition d'amorçage du délaminage en mode I est en accord avec nos observations optiques in-situ (voir figure IX.5.d). Nous avons donc identifié, indépendamment du maillage, l'ensemble des coefficients du critère d'amorçage. Nous allons, à présent, valider la valeur du coefficient k en comparant les résultats de la simulation numérique de la séquence $0^\circ/+20^\circ/-20^\circ/0^\circ/-20^\circ/+20^\circ/0^\circ$ à l'essai de traction plane correspondant.

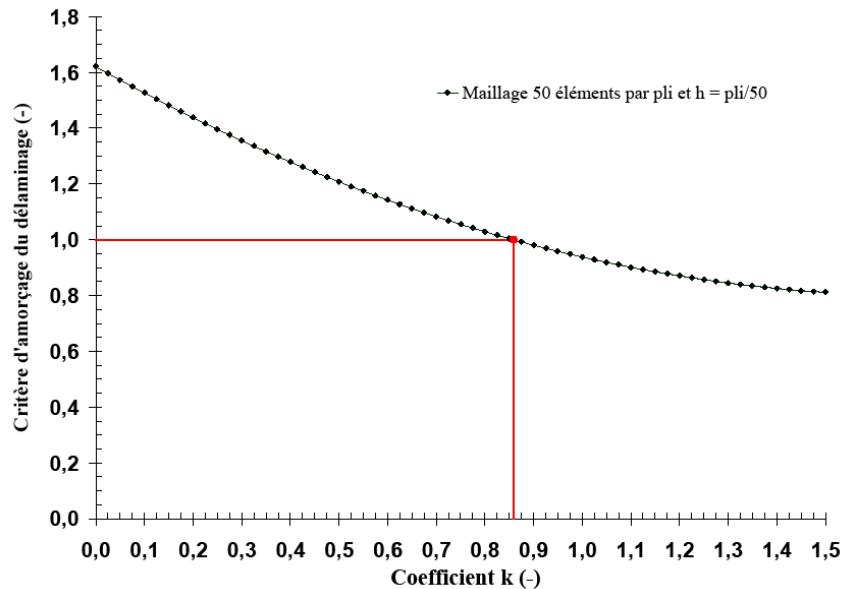


Figure IX.18 – Evolution du critère d'amorçage du délaminage pour différentes valeurs de k

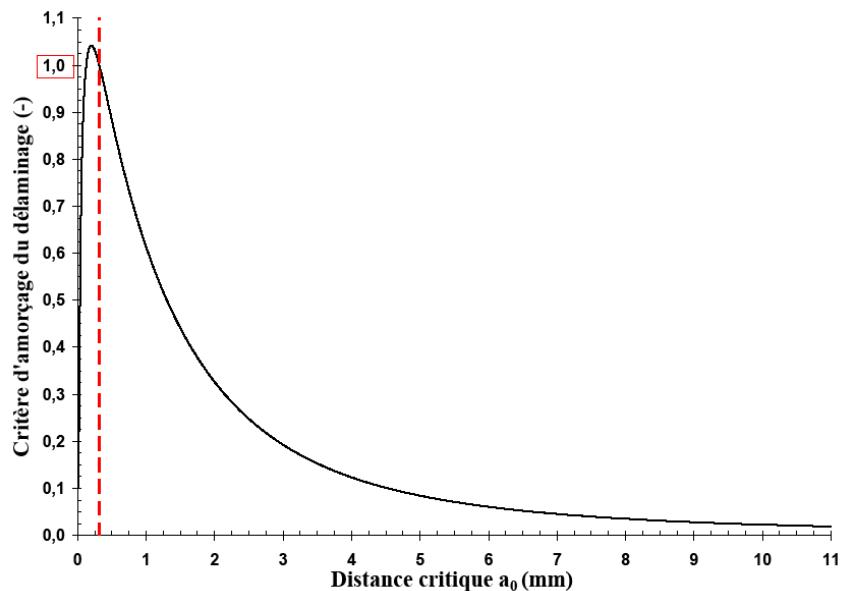


Figure IX.19 – Evolution du critère d'amorçage du délaminage le long de l'interface $0^\circ/+45^\circ$ pour $k=0,851$ (en pointillés rouges la distance critique égale à un pli)

IX.4 Validation du critère d'amorçage du délaminage

IX.4.1 Résultats de la simulation numérique

Lors des simulations numériques de la séquence $0^\circ/+20^\circ/-20^\circ/0^\circ/-20^\circ/+20^\circ/0^\circ$, avec les valeurs de maille la plus fine et de la zone d'effet du gradient que nous venons de fixer (égales à l'épaisseur d'un pli divisé par 50) et également avec le coefficient k déterminé au paragraphe précédent, nous avons constaté que le critère d'initiation du délaminage était le plus élevé à l'interface $-20^\circ/+20^\circ$ (voir figure IX.20). Ceci est dû à la différence de rigidité entre ces deux plis. Nous avons ensuite recherché la contrainte macroscopique pour laquelle le critère soit unitaire à cette interface en se plaçant toujours à une distance critique a_0 égale à l'épaisseur d'un pli (voir figure IX.20). Nous avons identifié, par interpolation affine, sa valeur à 77% de la contrainte à rupture (soit 403,610 MPa). En effet, localement la contrainte antiplane σ_{13} tend vers la valeur limite de la résistance d'interface en cisaillement obtenue au moyen d'essais Arcan-Mines (voir figure IX.21). De plus, la contrainte σ_{13} est prépondérante devant les deux autres contraintes antiplanes σ_{23} et σ_{33} . Elle va donc initier le délaminage en mode II. C'est analogue aux résultats obtenus à l'interface $0^\circ/45^\circ$. Même si les distributions des contraintes diffèrent entre les deux séquences testées. En effet, la rigidité globale de la séquence $0^\circ/+20^\circ/-20^\circ/+20^\circ/0^\circ$ est supérieure de 25% à celle de la séquence $0^\circ/+45^\circ/0^\circ/+45^\circ/0^\circ/-45^\circ/0^\circ$. En outre, la contrainte σ_{33} étant négative, elle retarde donc l'amorçage du délaminage. Ce cas de figure étant pris en compte par notre critère via le coefficient k , nous sommes bien en mesure de le valider.

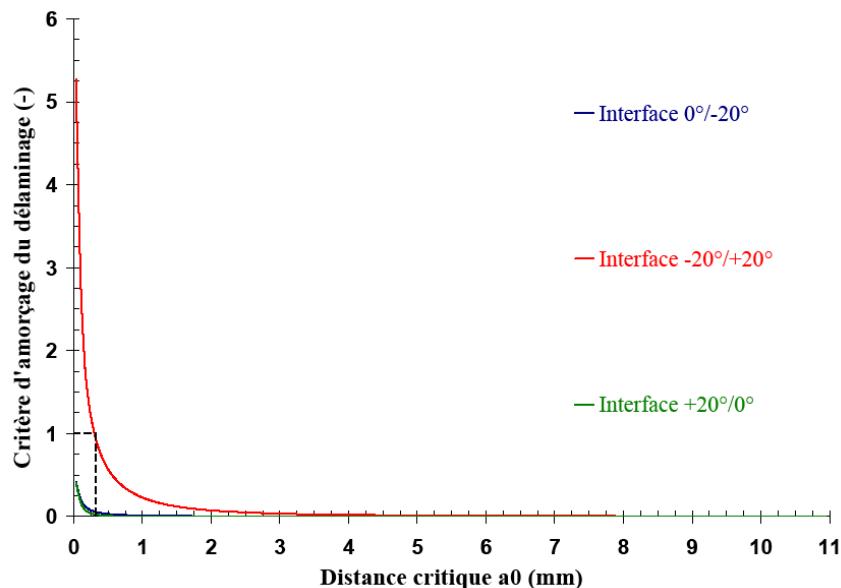


Figure IX.20 – Evolution du critère d'amorçage du délaminage en fonction des interfaces pour la séquence $0^\circ/+20^\circ/-20^\circ/0^\circ/-20^\circ/+20^\circ/0^\circ$ (en pointillés noirs la distance critique égale à un pli)

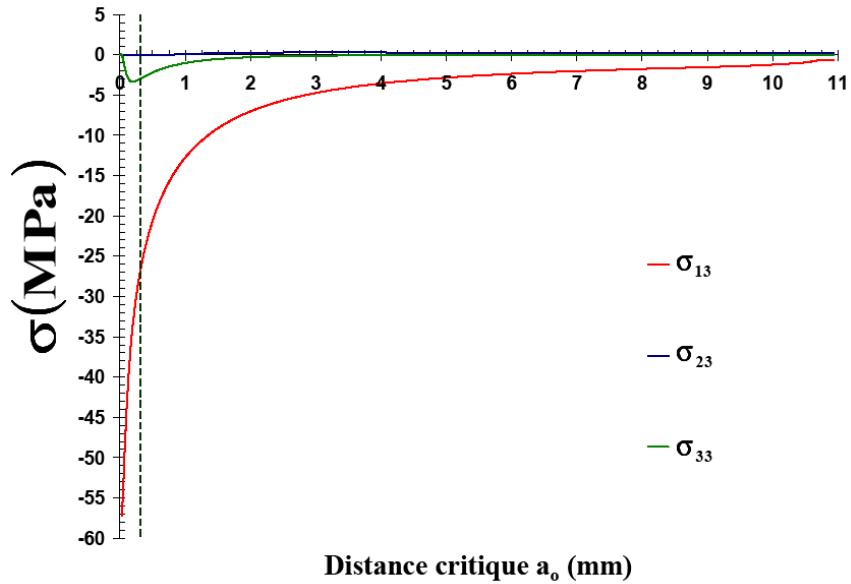


Figure IX.21 – Evolution des contraintes antiplanes le long de l'interface -20°/+20° (en pointillés noirs la distance critique égale à un pli)

IX.4.2 Résultats expérimentaux

IX.4.2.1 Comportement en traction plane de la séquence 0°/+20/-20°/0°/-20°/+20°/0°

Avant d'observer les endommagements de la séquence 0°/+20/-20°/0°/-20°/+20°/0°, il faut appréhender le comportement de cet empilement sollicité en traction plane dans son sens chaîne. Pour cela trois essais de traction, à une vitesse de déformation de 10^{-4}s^{-1} , ont été réalisés. La procédure expérimentale est identique à celle décrite au paragraphe III.2.2. Compte tenu des faibles allongements longitudinaux (inférieur à 0,6mm) enregistrés lors des essais par rapport à la base de mesure initiale du capteur, l'hypothèse des petites perturbations reste valide. Nous pouvons donc à nouveau travailler en contrainte et déformations dites nominales. Les résultats expérimentaux sont présentés en figure IX.22. Pour l'ensemble des essais, le comportement observé est là aussi de type élastique linéaire-fragile, comme le démontre les valeurs très proches de un de l'indice de corrélation d'une régression linéaire, avec rupture de l'éprouvette dans sa longueur utile. Ce comportement mécanique justifie la consigne décrite au paragraphe IX.3.1.1. La dispersion expérimentale étant mineure (voir tableau IX.3), la contrainte et la déformation à rupture moyennes sont donc représentatives de ce stratifié. Nous pouvons donc les utiliser pour calculer les pics de chargement nécessaires pour l'observation in-situ des endommagements. De plus, le module d'élasticité obtenu va nous permettre d'évaluer la vitesse de contrainte nécessaire au prochain essai pour rester dans la même gamme de vitesse de sollicitation. Nous constatons que ce stratifié a des caractéristiques élastiques et à ruptures supérieures à celles du stratifié 0°/+45°/0°/+45°/0°/-45°/0° mais inférieures au stratifié à 0°. Ceci est dû aux quatre plis à $\pm 20^\circ$ qui sont moins désaxés par rapport au sens de sollicitation que les trois plis à $\pm 45^\circ$.

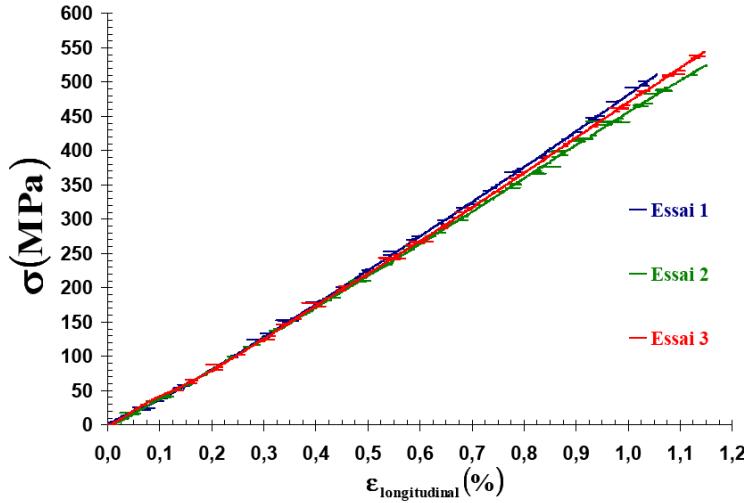


Figure IX.22 – Contrainte vs déformation longitudinale, essais de traction dans le sens chaîne sur la séquence 0°/+20/-20°/0°/-20°/+20°/0°

Propriétés	Moyenne	Ecart-type
E(GPa)	47,829	1,254
ν (-)	0,130	0,010
Indice de corrélation d'une régression linéaire (-)	9,991e⁻¹	3,986e⁻⁵
σ^R (MPa)	526,830	16,625
ε_{longitudinal}^R (%)	1,118	0,055

Tableau IX.3 – Bilan des propriétés mécaniques en traction du composite tissé satin 5 carbone/PPS constitué de 7 plis à 0°/+20/-20°/0°/-20°/+20°/0° dans le sens chaîne dans le domaine quasi-statique

IX.4.2.2 Endommagements de la séquence 0°/+20/-20°/0°/-20°/+20°/0°

Par observations optiques en cours d'essai de traction plane, nous avons pu identifier les différents types d'endommagements de l'empilement 0°/+20/-20°/0°/-20°/+20°/0°. A l'instar de l'autre séquence testée, nous observons à nouveau trois phases d'endommagement :

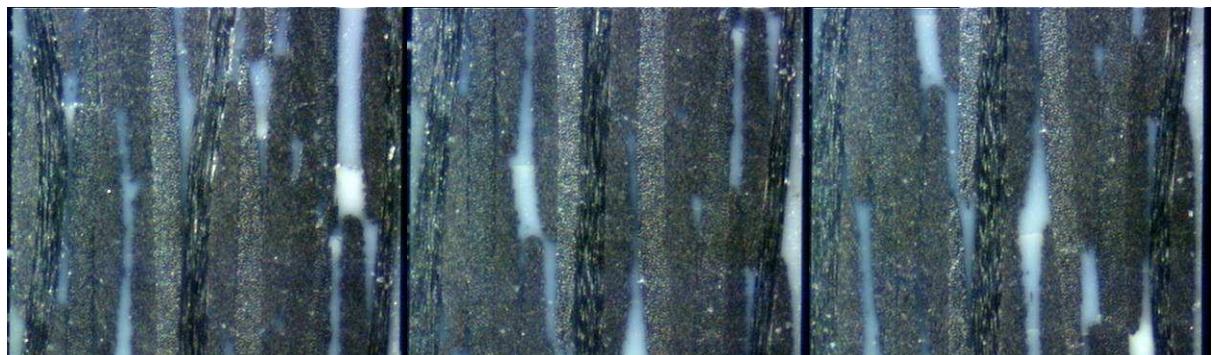
- entre 10 et 70% de la contrainte à rupture moyenne, initiation et croissance de la fissuration transverse dans les torons de fibres et dans la résine (voir clichés a,b et c de la figure IX.23) ;
- à 80% de la contrainte à rupture moyenne, amorçage du délaminage à l'interface -20°/+20° (repéré par une ellipse rouge) avec une séparation nette des plis identifiable par la non réflexion de la lumière (voir clichés d de la figure IX.23) ;
- de 80% de la contrainte à rupture moyenne jusqu'à rupture totale de l'éprouvette, multiplication et croissance du délaminage en différents points à toutes les interfaces : 0°/-20°, -20°/+20° et +20°/0° avec un élargissement de l'échantillon peu prononcé (voir clichés e et f de la figure IX.23).

Grâce aux modules élastiques mesurés à chaque charge vers un pic à un pourcentage donné de la contrainte à rupture moyenne, nous avons pu calculer la variable d'endommagement D* (IX.6).

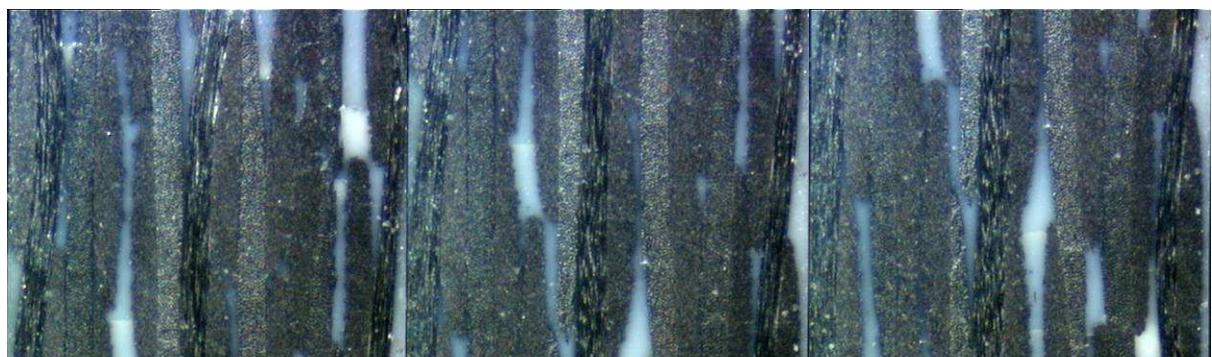
D'après la figure IX.24, nous constatons que cette variable évolue suivant trois étapes distinctes :

- entre 10 et 20% de la contrainte à rupture moyenne (marqueur vert), augmentation brusque car en deux charges, la variable passe de 0 à 0,35 ;
- entre 20% et 60% de la contrainte à rupture moyenne, augmentation graduelle car en quatre charges, la variable passe de 0,35 à 0,55 ;
- entre 70% de la contrainte à rupture moyenne (marqueur rouge) jusqu'à rupture totale de l'éprouvette, à nouveau augmentation brusque car en six charges, la variable passe de 0,7 à 1.

Nous supposons que la première étape est due à la mise en charge de l'empilement du fait de la présence des quatre plis à $\pm 20^\circ$ qui ne sont donc pas dans l'axe de la sollicitation. La deuxième étape établit que la fissuration transverse est peu préjudiciable pour le matériau car les nombreux torons la cloisonnent et ralentissent sa propagation. La dernière étape justifie que le délaminage soit un endommagement très préjudiciable car son initiation est un signe annonciateur de la rupture de l'échantillon. Nous avons donc déterminé expérimentalement la contrainte macroscopique d'amorçage du délaminage pour la séquence $0^\circ/+20^\circ/-20^\circ/0^\circ/-20^\circ/+20^\circ/0^\circ$, à l'interface $-20^\circ/+20^\circ$, égale à 80% de la contrainte à rupture moyenne (soit 421,021 MPa). Notre critère prédisait un amorçage pour une contrainte macroscopique égale à 77% de la contrainte à rupture moyenne (soit 403,610 MPa). On a un écart relatif de 4% entre le calcul numérique et l'observation in situ. Ainsi, nous pouvons considérer notre critère d'amorçage du délaminage comme étant validé. La prédiction numérique étant inférieure au résultat expérimental, notre critère est donc également conservatif. De plus, l'utilisation de deux méthodes non locales, sur grandeur et sur gradient, ont permis de s'affranchir du maillage nécessaire aux simulations numériques. Par ailleurs, cette comparaison entre essais et simulations numériques, nous a permis de confirmer à nouveau la matrice de rigidité orthotrope évaluée au chapitre III. En effet, il y a concordance entre les modules élastiques mesurés lors des essais et ceux de la simulation numérique.



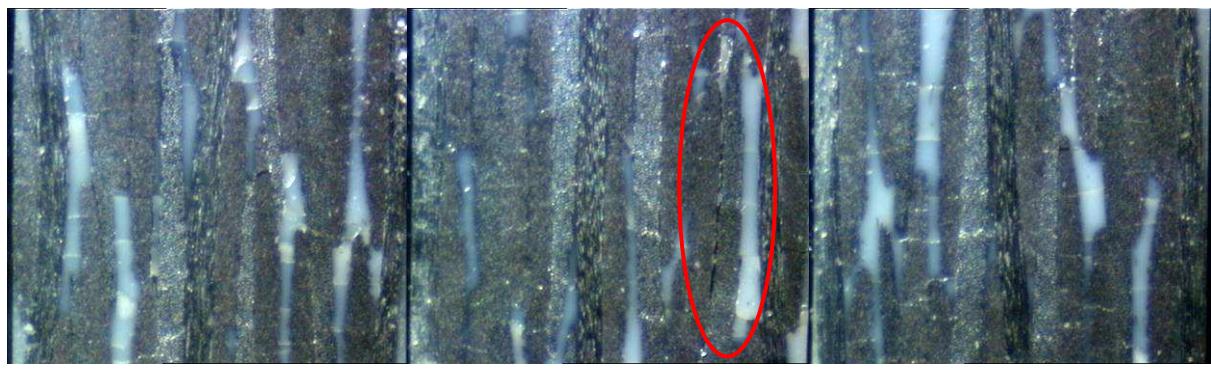
(a) Avant essai



(b) Palier à 10% de la contrainte à rupture moyenne (soit environ 54 MPa)



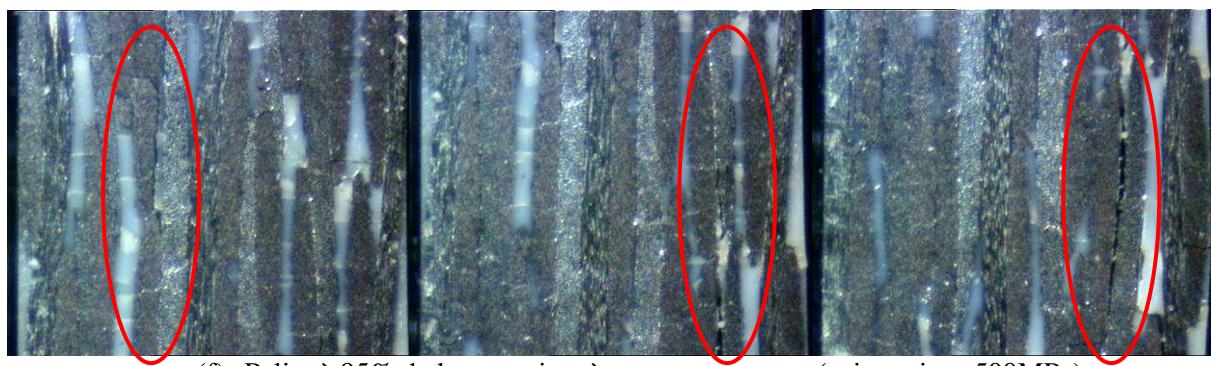
(c) Palier à 70% de la contrainte à rupture moyenne (soit environ 369MPa)



(d) Palier à 80% de la contrainte à rupture moyenne (soit environ 421MPa)



(e) Palier à 90% de la contrainte à rupture moyenne (soit environ 474MPa)



(f) Palier à 95% de la contrainte à rupture moyenne (soit environ 500MPa)

Figure IX.23 – Observations optiques in-situ durant un essai de traction plane sur éprouvette de séquence $0^\circ/+20^\circ/-20^\circ/0^\circ/-20^\circ/+20^\circ/0^\circ$ du composite tissé satin 5 carbone/PPS (a : avant essai et b, c, d, e, f : paliers respectivement à 10, 70, 80, 90, et 95% de la contrainte à rupture moyenne)

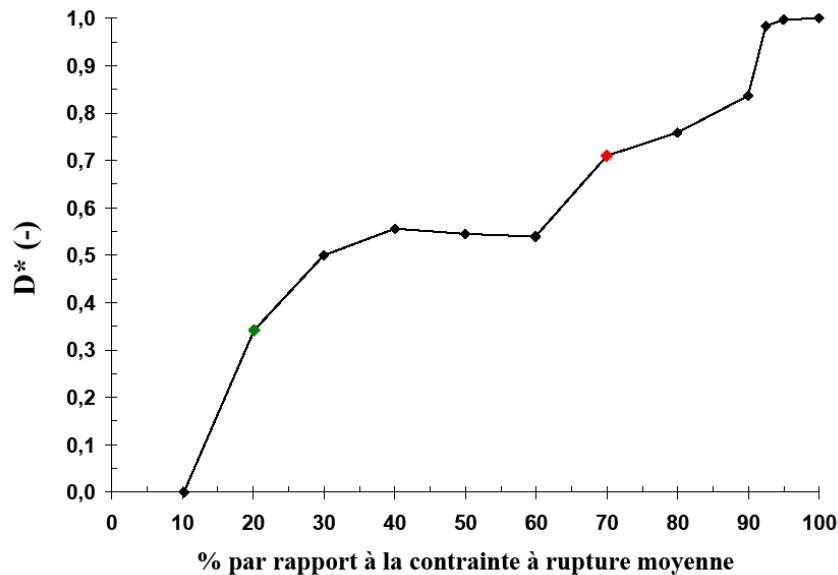


Figure IX.24 – Variable d'endommagement D^* vs pourcentage à la contrainte à rupture moyenne durant un essai de traction plane sur éprouvette de séquence $0^\circ/+20^\circ/-20^\circ/0^\circ/-20^\circ/+20^\circ/0^\circ$ du composite tissé satin 5 carbone/PPS

IX.4 Conclusion

Un critère d'amorçage du délaminage dû aux effets de bord a été défini (IX.2). Nous avons choisi une expression en termes de contraintes car simple d'utilisation et robuste. Sa formulation tient compte, non seulement, des modes de sollicitation délaminantes (traction et cisaillement) mais à également d'un phénomène de retard dû à la compression. Ainsi par analogie avec la loi de Coulomb, plus l'interface est comprimée, plus la résistance en cisaillement est augmentée. Ce critère comporte trois paramètres intrinsèques au matériau étudié : Y_T , S et k . Les coefficients Y_T et S , caractérisant les résistances d'interface respectivement en traction et en cisaillement, ont été déterminés au moyen du dispositif expérimental Arcan-Mines. Ce sont les points de non-linéarité des comportements obtenus lors de ces essais. L'identification et la validation du paramètre k , décrivant la capacité de frottement entre strates, reposent sur une méthode, dite inverse, comparant des résultats de simulations numériques à des observations optiques in-situ lors d'essais de traction. Par ailleurs, les contraintes sont numériquement singulières à l'intersection du bord libre et d'une interface. Afin de garantir un sens physique à la valeur de k , il faut s'émanciper de ce problème. Pour cela, nous avons choisi d'adoindre au calcul du critère deux méthodes non-locales : l'une sur grandeur consistant à effectuer une moyenne sur une longueur caractéristique (IX.3), et l'autre sur gradient permettant de tenir compte de la première dérivée (IX.4). Nous préférons ainsi étudier notre critère sur une zone plutôt qu'en un point donné. Dans les métaux, cette distance est liée à la taille des grains. Dans les composites, de nombreux travaux montrent qu'il s'agit de l'épaisseur d'un pli, une caractéristique propre à chaque matériau. Ainsi tous nos résultats numériques sont traités à une distance critique du bord libre a_0 égale à l'épaisseur d'un pli. Expérimentalement, les observations optiques in-situ lors d'essais de traction, sur les séquences $0^\circ/+45^\circ/0^\circ/+45^\circ/0^\circ/-45^\circ/0^\circ$ et $0^\circ/+20^\circ/-20^\circ/0^\circ/-20^\circ/+20^\circ/0^\circ$, ont mis en évidence deux endommagements majeurs : la fissuration transverse et le délaminage, compte tenu du grossissement choisi.

IX. Critère d'amorçage du délaminage

Dans les deux cas, l'initiation du délaminage est très préjudiciable pour l'éprouvette car annonciatrice de sa rupture. En effet, nous avons déterminé les contraintes macroscopiques responsables du délaminage égales respectivement à 70% et 80% de la contrainte à rupture moyenne. A partir de ces résultats, nous avons établi puis validé la valeur du paramètre k (voir tableau IX.4). De plus, la prédiction faite par le critère s'avère être conservatrice par rapport à l'expérimental. Le cas quasi-statique étant modélisé, il faut à présent s'interroger sur l'évolution de ce critère dans le cadre de sollicitations cycliques en d'autres termes en fatigue.

Y_T (MPa)	S (MPa)	k (-)	a₀ (mm)
14,717	25,780	0,851	0,317

Tableau IX.4 – Valeurs des paramètres identifiés du critère d'amorçage du délaminage du carbone/PPS consolidé

Références Bibliographiques

- [Bažant *et al.*, 1988] Bažant, Z.P., Pijaudier-Cabot, G. (1998). Nonlocal continuum damage, localization instability and convergence. *Journal of Applied Mechanics*, Vol. 55, N°2, pp. 287-293.
- [Caron *et al.*, 2006] Caron, J.F., Diaz Diaz, A., Carreira, R.P., Chabot, A., Ehrlacher, A. (2006). Multi-particle modelling for the prediction of delaminating in multi-layered materials. *Composites Science and Technology*, Vol. 66, N° 6, pp. 755-765.
- [Coulomb, 1821] Coulomb, C.A. (1821). Théorie des machines simples, en ayant égard au frottement de leurs parties et à la roideur des cordages. Bachelier.
- [Daggumati *et al.*, 2010] Daggumati, S., De Baere, I., Van Paepegem, W., Degrieck, J., Xub, J., Lomov, S.V., Verpoest, I. (2010). Local damage in a 5-harness satin weave composite under static tension : Part I – Experimental analysis. *Composites Science and Technology*, Vol. 70, N° 13, pp. 1926-1933.
- [Dumont-Fillon, 1998] Dumont-Fillon, J. (1998). Contrôle non destructif. *Technique de l'ingénieur*. N° R1400.
- [Duplessis Kergomard, 2007] Duplessis Kergomard, Y. (2007). Etude expérimentale et numérique de la fissuration intralaminaire et de l'initiation du délaminage de bord libre dans les structures stratifiées pseudo-tissées. *Manuscrit de thèse de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris*.
- [Germain, 2006] Germain, N. (2006). Modélisation non locale de l'endommagement dans les structures composites. *Manuscrit de thèse de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris*.
- [Herakovich, 1997] Herakovich, C.T. (1997). *Mechanics of Fibrous Composites*. Wiley.
- [Herakovich *et al.*, 2000] Herakovich, C.T., Schroedter III, R.D., Gasser, A., Guitar, L. (2000). Damage evolution in $[\pm 45]_s$ laminates with fiber rotations. *Composites Science and Technology*, Vol. 60, N° 15, pp. 2781-2789.
- [Kim *et al.*, 1984] Kim, R.Y., Soni, S.R. (1984). Experimental and analytical studies on the onset of delaminating in laminated composites. *Journal of composites materials*, Vol.18, N° 1, pp. 71-80.
- [Lagunegrand *et al.*, 2006] Lagunegrand, L., Lorriot, Th., Harry, R., Wargnier, H. (2006). Design of an improved four point bending test on a sandwich beam for free edge delamination studies. *Composites Part B: Engineering*, Vol. 37, N° 2-3, pp. 127-136.
- [Landau et Páez, 2007] Landau, R.H. et Páez M.J. (2007). *Computational Physics: Problem Solving with Computers*. Wiley Interscience.
- [Lorriot *et al.*, 2003] Lorriot, Th., Marion, G., Harry, H., Wargnier, H. (2003). Onset of free-edge delamination in composite laminates under tensile loading. *Composites:Part B Engineering*, Vol. 34: N° 5, pp. 459-471.
- [Mao *et al.*, 2002] Mao, H., Mahadevan, S. (2002). Fatigue damage modelling of composite materials. *Composite Structures*, Vol. 58, N° 4, pp. 405-410.
- [Mi *et al.*, 1998] Mi, Y., Crisfield, M.A., Davies, G.A.O., Hellweg, H.B. (1998). Progressive delamination using interface elements. *Journal of Composite Materials*, Vol. 32, N° 14, pp. 1246-1272.

IX. Critère d'amorçage du déclaminage

[Nimdu, 2009] Nimdu, P. (2009). Dimensionnement en fatigue des structures ferroviaires en composites épais. Manuscrit de thèse de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.

[O'Brien, 1982] O'Brien, T.K. (1982). Characterization of delaminating onset and growth in a composite laminate. ASTM special technical publication, N°. 775, pp. 140-167.

[Peerling *et al.*, 1996] Peerlings, R.H.J., De Borst, R., Brekelmans, W.A.M., De Vree, J.H.P. (1996). Gradient enhanced damage for quasi-brittle materials. International Journal for Numerical Methods in Engineering, Vol. 39, N° 19, pp. 3391-3403.

[Pipes *et al.*, 1970] Pipes, R.B., Pagano, P.J. (1970). Interlaminar stresses in composite laminates under uniform axial extension. Journal of Composite Materials, Vol.4, N° 4, pp. 538-548

[Rybicki *et al.*, 1977] Rybicki, E.F., Kanninen, M.F. (1977). A finite element calculation of stress intensity factors by a modified crack closure technique. Engineering Fracture Mechanics, Vol.9 N° 4, pp. 931-938.

[Tay, 2003] Tay T.E. (2003). Characterization and analysis of delamination fracture in composites: An overview of developments from 1990 to 2001. Applied Mechanics Reviews, Vol. 56, N° 1, pp. 1-33.

[Toubal *et al.*, 2006] Toubal, L., Karama, M., Lorrain, B. (2006). Damage evolution and infrared thermography in woven composite laminates under fatigue loading. International Journal of Fatigue, Vol. 28, N° 12, pp. 1867-1872.

[Whitney *et al.*, 1974] Whitney, J.M., Nuismer, R.J. (1974). Stress fracture criteria for laminated composites containing stress concentrations. Journal of Composite Materials, Vol. 8, N° 3, pp. 253-265.

[Wu *et al.*, 2010] Wu, F., Yao, W. (2010). A fatigue damage model for composite materials. International Journal of Fatigue, Vol. 32, N° 1, pp. 134-138.

Quatrième partie

Influence de l'environnement sur le comportement mécanique

Chapitre X

Caractérisation expérimentale de la tenue en fatigue

Dans ce chapitre, nous présentons le dispositif expérimental nécessaire à la campagne d'essais en fatigue de type traction-traction. Ces tests ont permis de révéler les endommagements relatifs à une sollicitation cyclique et les dégradations du comportement mécanique qu'ils occasionnent. Nous décrirons également une étude menée sur la tenue en fatigue des résistances d'interfaces.

Sommaire

X.1 Contexte	149
X.1.1 Définitions	149
X.1.2 Endommagements en fatigue et influence de l'environnement sur les matériaux composites	149
X.1.3 Processus des dégradations en fatigue des matériaux composites	150
X.2 Conditions expérimentales	151
X.2.1 Moyen d'essais	151
X.2.1.1 Protocole	152
X.3 Analyse des résultats expérimentaux	154
X.3.1 Amorçage du délamination en fonction du nombre de cycles et de la contrainte maximale appliquée	154
X.3.2 Observations des endommagements au cours des cycles de fatigue	156
X.3.3 Evolution de la rigidité en fonction des cycles	161
X.4 Etude de la tenue en fatigue des résistances d'interfaces	164
X.4.1 Objectif	164
X.4.2 Protocole	165
X.4.3 Résultats expérimentaux	166
X.5 Conclusion	172

X.1 Contexte

X.1.1 Définitions

La fatigue, en mécanique, signifie appliquer à une structure (par exemple une éprouvette de traction) des sollicitations répétées. L'effet des répétitions va conduire à la ruine de celle-ci sous des chargements plus faibles que sa limite à rupture sous sollicitation monotone. La durée de vie en fatigue dépend du niveau du chargement appliqué, de son histoire, et de l'environnement. Or dans le domaine aéronautique, l'enchaînement des cycles de décollage-atterrissement fait qu'une attention toute particulière est portée sur les phénomènes liés à la fatigue. De façon pratique, les essais de fatigue, pilotés en contraintes, sont réalisés au moyen de cycles sinusoïdaux décrits par quatre paramètres : la fréquence notée f , le rapport des extrema noté R , leur amplitude notée σ_a et leur moyenne notée σ_{moyen} (voir figure X.1). Dans le cas des matériaux composites sollicités en traction, pour éviter tout flambement de l'éprouvette au cours de l'essai, le rapport des extrema est strictement compris entre zéro et un (soit $0 < R < 1$), impliquant que l'amplitude σ_a soit inférieure à la moyenne σ_{moyen} (soit $\sigma_a < \sigma_{moyen}$). On parle alors de contraintes ondulées [Rabbe *et al.*, 2000] ou d'essais de fatigue de type traction-traction (voir figure X.1).

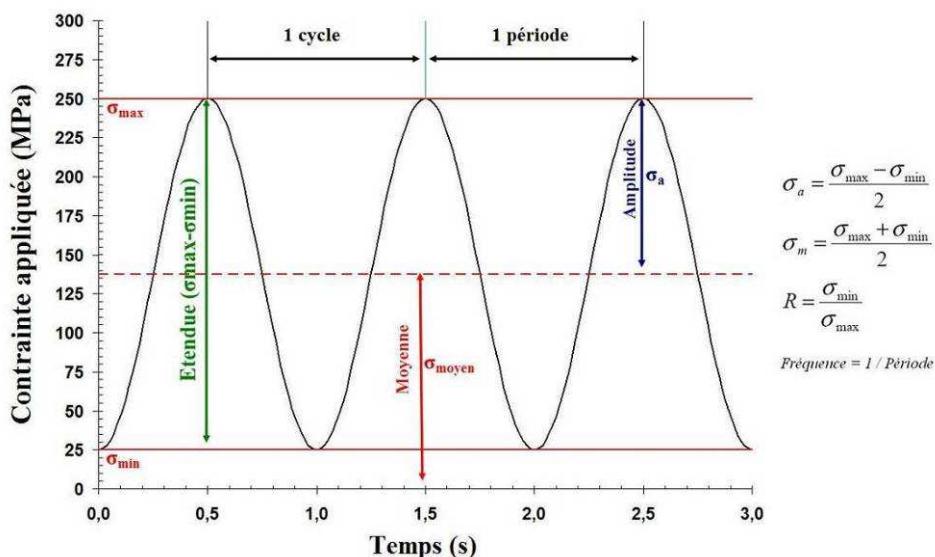


Figure X.1 – Description de la fatigue en contraintes ondulées de type sinusoïdale

X.1.2 Endommagements en fatigue et influence de l'environnement sur les matériaux composites

Pour les matériaux composites, l'endommagement dû à la fatigue en traction équivaut à l'apparition et à la croissance de microfissures se propageant plus ou moins rapidement sous l'effet de la répétition des cycles. Leur coalescence, plus ou moins rapide, en fissures macroscopiques entraîne la ruine de la structure et ce pour tous niveaux de sollicitation. Des études notamment celles de [Huang *et al.*, 2000] et de [Revest *et al.*, 2009] sur les composites stratifiés croisés à plis unidirectionnels ont montré que la fissuration intralaminaire apparaissait en premier puis ensuite venaient les délaminages en pointe de fissures, par analogie au cas statique comme décrit dans les travaux de [Duplessis Kergomard *et al.*, 2010].

X. Caractérisation expérimentale de la tenue en fatigue

Pour les stratifiés à plis tissés, il est souvent admis que l'on peut assimiler le tissu à un agencement de blocs unidirectionnels. Ainsi les travaux de [Fujii *et al.*, 1993], [Lafarie-Frenot *et al.*, 2001], [Pandita *et al.*, 2001], [Yoshioka *et al.*, 2002] et [Nimdu, 2009] ont montré que la fissuration intralaminaire était souvent majoritaire dans les torons de trame déclenchant, avec le nombre de cycles, des délaminages en pointe de fissures et aux interfaces trame/chaîne. Ces mécanismes se retrouvent sur toutes les armures y compris le satin [Tsai *et al.*, 2000]. Ainsi pour bien interpréter les modes de ruine en fatigue, il faut comprendre l'état local des contraintes engendré par la sollicitation appliquée. En effet, si les matériaux composites ont de bonnes performances en traction cyclique comparés aux matériaux métalliques, a contrario ils s'endommagent plus sévèrement en compression ou en cisaillement. Or au cours d'une traction cyclique, un matériau composite tissé peut s'endommager localement en compression et en cisaillement du fait de l'état de contraintes singuliers au bord libre par exemple. Cela rend l'analyse difficile. Par conséquent, il apparaît important pour bien comprendre les phénomènes de fatigue dans les structures en matériaux composites, de prêter attention au choix des matériaux et de leur comportement vis-à-vis de la sollicitation appliquée et de l'état local de contraintes induit [Renard, 2010].

Pour les matériaux composites, l'environnement, ici en terme de température et d'humidité a un impact sur la tenue en fatigue, Ainsi les travaux de [Franco *et al.*, 2008], sur le carbone/PPS, ont établi que :

- Pour une température de -55°C, l'humidité augmentait la résistance en fatigue ;
- Pour des températures 20°C et 80°C, l'humidité est un facteur dégradant.

L'étude des faciès à rupture a relevé qu' :

- A -55°C, la rupture est fragile et a lieu principalement au sein de la matrice ;
- A 20°C, la rupture est ductile avec de l'abrasion et a lieu aux interfaces ;
- A 80°C, la rupture est fragile et a lieu principalement au sein de la matrice.

X.1.3 Processus des dégradations en fatigue des matériaux composites

Les mécanismes d'endommagement, décrits au paragraphe précédent, ont généralement un impact sur les propriétés élastiques. Ainsi dans le cas d'une traction cyclique, il faut donc étudier la relation entre contrainte appliquée et rigidité résiduelle [Van Paepegem *et al.*, 2002]. Il a été observé que la dégradation du module élastique en fonction du nombre de cycles se divisait en trois stades (voir figure X.2) pour de l'unidirectionnel carbone/époxy d'empilement (0°/90°/0°/90°)₂ en fatigue de type traction-traction ($R=0,1$) d'après les travaux de [Highsmith *et al.*, 1982] et [Schulte, 1993]. Ces trois étapes sont les suivantes :

- une phase d'initiation (stade I) caractérisée par une dégradation rapide de la rigidité, de 2 à 5 %, due à la fissuration transverse ;
- une phase intermédiaire (stade II), au cours de laquelle la réduction de rigidité s'accentue de 1 à 5% de façon quasi-linéaire par rapport au nombre de cycles. Les endommagements prépondérants sont alors les délaminages aux bords libres et la fissuration longitudinale parallèlement aux fibres à 0 ;
- une phase finale (stade III) où la rigidité chute brutalement jusqu'à la rupture finale. A ce stade, la première rupture de fibres initie un transfert local de la charge à supporter sur ces voisines, engendrant de proche en proche leurs ruptures puis celles des torons et enfin celle de l'éprouvette.

Ce processus existe pour d'autres matériaux composites comme par exemple de l'unidirectionnel verre/vinylester [Demers, 1998], ou pour des tissus 2-D et 3-D [Ding *et al.*, 1995] et également pour d'autres types de sollicitation comme par exemple en flexion [Roudet *et al.*, 2002]. Il est évident que sa progression et son évolution dépendra des conditions expérimentales (fréquence, contrainte maximale appliquée, rapport des extrema), de la nature du matériau testé (types de fibres et de matrice, architecture du renfort, fraction volumique de fibres, épaisseur, etc.) et de l'environnement (humidité [Shan *et al.*, 2002], température [Kawai *et al.*, 2006],etc.).

Pour conclure, Bathias et Baillon [Bathias et Baillon, 1997] ont résumé les principaux aspects du comportement en fatigue des matériaux composites :

- leur hétérogénéité leur confère une meilleure endurance en fatigue entaillée, grâce à la relaxation des contraintes autour des défauts ;
- les sollicitations de compression cyclique conduisent à un endommagement important des composites, contrairement aux métaux, qui ne se rompent pas dans le cas d'une telle sollicitation ;
- les mécanismes d'endommagement des composites ne se développent pas seulement en surface comme dans les métaux, mais également à cœur.

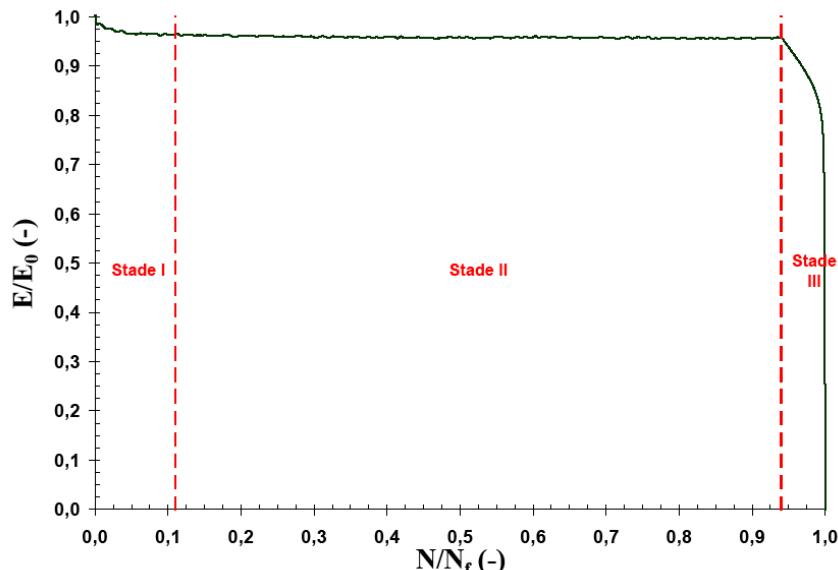


Figure X.2 – Evolution de la rigidité en fatigue de type traction-traction pour une éprouvette de carbone/époxy

X.2 Conditions expérimentales

X.2.1 Moyen d'essais

Les essais de fatigue réalisés sont de type traction-traction. Ils sont accomplis au moyen d'une machine hydraulique Mayes équipée d'une cellule de charge de 20 000daN (voir figure X.3) et dont la gamme de fréquences possibles s'étend de quelque millihertz à une dizaine d'herz. La fréquence étant dépendante du débit des pompes hydrauliques et de la plage de déplacement, elle doit être adaptée en fonction des caractéristiques de l'essai. Le pilotage peut être fait en contrainte ou en déformation. Afin d'avoir le maximum de stabilité, nous avons opté pour un contrôle en contrainte. L'allongement longitudinal de l'échantillon est mesuré par un capteur extensométrique de base de mesure égale à 25mm. Ainsi toutes les évolutions de rigidité sont enregistrées au cours du temps.

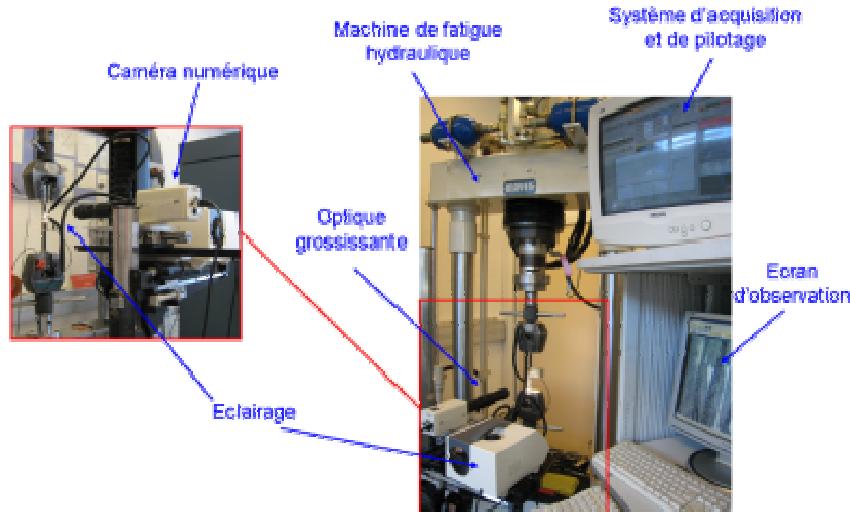


Figure X.3 – Dispositif expérimental utilisé en fatigue

X.2.1 Protocole

Les séquences testées de carbone/PPS consolidé sont les suivantes :

- sept plis tissés à 0° dans le sens chaîne ;
- sept plis tissés à 0° dans le sens trame,
- sept plis tissés croisés à 0°/+45°/0°/+45°/0°/-45°/0° dans le sens chaîne ;
- sept plis tissés croisés à 0°/+20°/-20°/0°/-20°/+20° dans le sens chaîne.

Lors des essais statiques de traction à différentes vitesses de sollicitation, ces quatre stratifications ont montré un comportement, linéaire élastique, insensible à l'effet de la vitesse de sollicitation dans le domaine quasi-statique éliminant ainsi toute influence de la fréquence dans la gamme réalisable par la machine hydraulique utilisée en fatigue. Par contre, dans le cas d'éprouvettes constituées uniquement de plis à $\pm 45^\circ$, comme le démontre les travaux de [Dan-Jumbo *et al.*, 1989], l'effet de la fréquence est à prendre en compte avec notamment un échauffement de l'éprouvette aux hautes fréquences. Les essais de type traction-traction ont réalisé avec les conditions suivantes :

- les niveaux de contraintes maximum appliqués sont 50% σ_R , 70% σ_R et 90% σ_R pour les stratifiés à plis tissés et 30% σ_R , 50% σ_R et 90% σ_R pour les stratifiés à plis tissés croisés avec σ_R la contrainte à rupture moyenne obtenue en statique ;
- le rapport entre la contrainte minimale et celle maximale, soit R , est fixé à 0.1 ;
- la fréquence choisie est de 1 Hz ;
- tous les essais sont réalisés à température ambiante.

L'objectif de notre étude étant la prédiction de l'amorçage du déclaminage, nous avons décidé d'arrêter l'essai de fatigue dès l'observation de déclaminage ou à 1 million de cycles, temps jugé suffisamment long pour considérer qu'aucun déclaminage ne pourra survenir par la suite. Les dimensions des éprouvettes testées en fatigue sont identiques à celles ayant servies pour les essais statiques, à savoir 250mm*25mm. Les moyens d'observation sont équivalents à ceux utilisés en statique, soit une analyse optique in-situ à l'aide d'une caméra 3-cdd munie d'un système grossissant (figure X.3). La tranche des éprouvettes est donc préalablement polie miroir. Lors des essais, les mesures de la rigidité résiduelle lors d'une rampe de charge-décharge sont programmées pour différents nombres de cycles : 10, 50, 100, 500, 1 000, 2 000, 3 000, 4 000, 5 000 puis tous les 5 000 cycles (figure X.4).

Lors des paliers nécessaires aux observations, on se place à une charge inférieure de 25% à la contrainte maximale imposée durant les cycles afin de ne pas créer d'endommagements supplémentaires. De plus, les rampes de charge-décharge sont effectuées à une vitesse de sollicitation équivalente à une vitesse de déformation de 10^{-4}s^{-1} afin de mesurer des modules élastiques comparables à ceux obtenus lors des essais statiques.

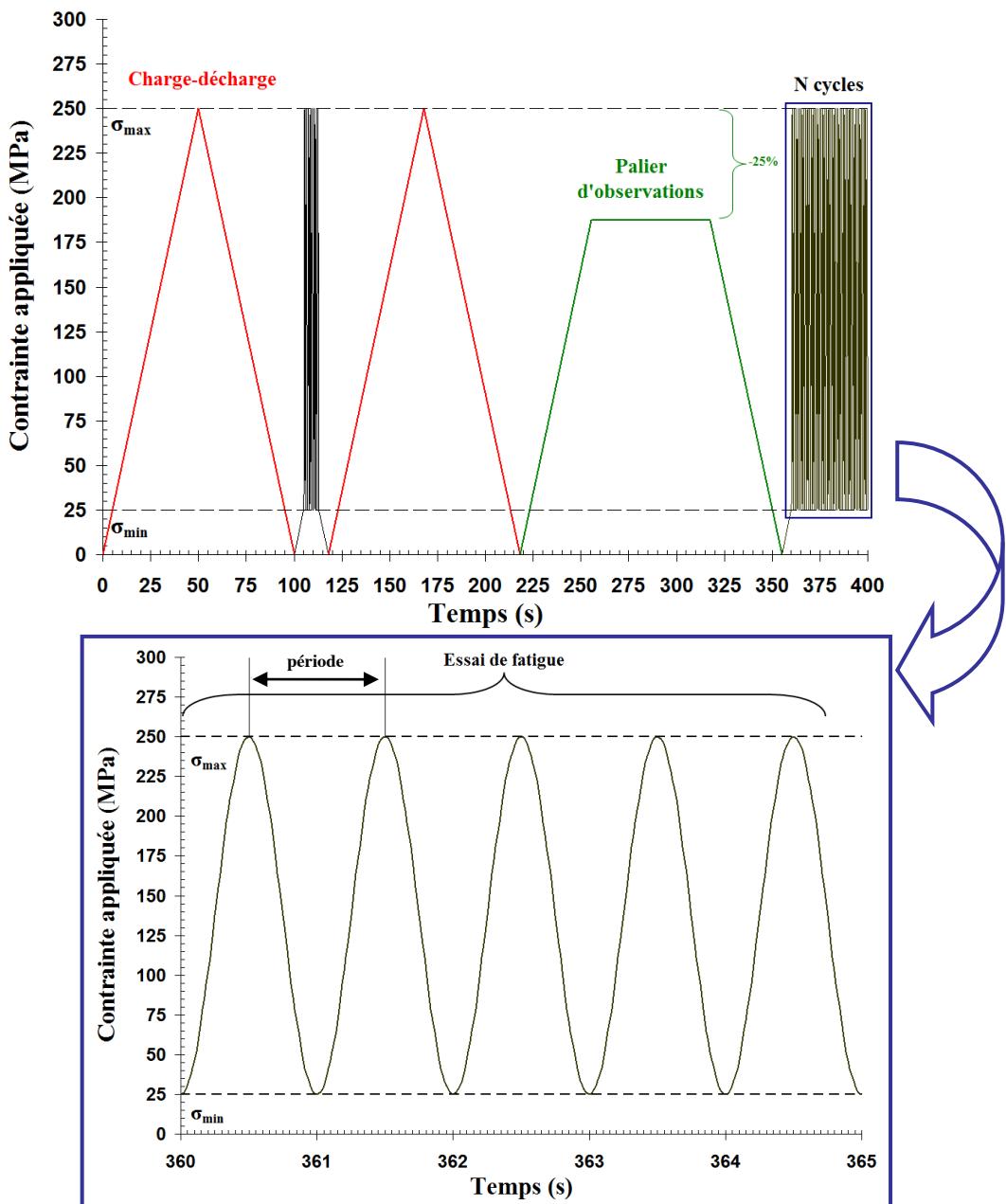


Figure X.4 – Consigne en contrainte utilisée lors des essais de fatigue

X.3 Analyse des résultats expérimentaux

X.3.1 Amorçage du déclaminage en fonction du nombre de cycles et de la contrainte maximale appliquée

Dans le but d'établir un critère d'amorçage du déclaminage en fatigue, il faut relier mathématiquement le rapport, entre la contrainte maximale appliquée σ_{\max} et la contrainte d'amorçage du déclaminage en statique $\sigma_{\text{amorçage}}$, en fonction du nombre de cycles nécessaire à l'apparition du déclaminage $N_{\text{amorçage}}$ (voir tableaux X.1 et X.2). Pour les matériaux composites tissés en carbone/époxy, il est possible d'identifier une fonction puissance [Nimdum, 2009] capable de lisser la courbe expérimentale obtenue. Son expression est la suivante :

$$\sigma_{\max} / \sigma_{\text{amorçage}} = (K_1)^{-(N_{\text{amorçage}} - 1)^{K_2}} \quad (\text{X.1})$$

Où K_1 et K_2 sont des paramètres matériau, indépendants de la séquence d'empilement et du nombre de plis.

D'après la figure X.5, une telle fonction ne semble pas adapter à notre cas du fait de la dispersion expérimentale liée à la difficulté de détecter clairement l'initiation du déclaminage pour le carbone/PPS consolidé. En tout cas, nous constatons une tendance intrinsèque au matériau étudié. En effet, pour les quatre séquences de stratification, en dessous d'un ratio $\sigma_{\max}/\sigma_{\text{amorçage}}$ égal à 0,6, aucune observation optique in-situ du déclaminage n'a été faite avant un million de cycles soit la limite considérée comme infinie (voir tableau X.1). Ainsi nous pouvons considérer que pour se prémunir du déclaminage en fatigue de type traction-traction, il suffit que la contrainte maximale ne dépasse pas 0,6 fois la contrainte d'amorçage en statique. Il serait intéressant de dupliquer les essais réalisés afin de confirmer ou d'infirmer ce seuil. En tout cas, le déclaminage s'amorce pour des faibles nombres de cycles, inférieurs à 300 200 cycles. Ceci est cohérent par rapport à la phase intermédiaire (phase II) du processus de dégradation de la rigidité décrit au paragraphe précédent (voir figure X.2). Nous remarquons une autre orientation (voir tableaux X.1 et X.2), au regard du nombre de cycles nécessaire à l'observation du déclaminage, l'empilement de sept plis à 0° découpé dans le sens trame est le plus résistant. A contrario, l'empilement 0°/+20/-20°/0°/-20°/+20°/0° est le moins résistant.

Séquence d'empilement	Contrainte maximale appliquée (MPa)	Pourcentage par rapport à la contrainte à rupture moyenne en statique (%)	$\sigma_{\max}/\sigma_{\text{amorçage}}$ (-)	Nombre de cycles (-)	Observations optiques in-situ du déclaminage
0° dans le sens chaîne	629,437	94,066	1	1	✓
	603,962	90,259	0,960	200 121	✓
	467,839	69,916	0,743	60 084	✓
	333,196	49,794	0,529	1 000 452	✗
0° dans le sens trame	577,133	89,834	1	1	✓
	577,190	89,842	1	5 000	✓
	447,531	69,660	0,775	1 000 458	✗
	293,943	45,754	0,509	1 100 531	✗

Tableau X.1 – Bilan des résultats obtenus lors des essais en fatigue de type traction-traction pour les composites tissés de carbone/PPS consolidé

Séquence d'empilement	Contrainte maximale appliquée (MPa)	Pourcentage par rapport à la contrainte à rupture moyenne en statique (%)	$\sigma_{\max}/\sigma_{\text{amorçage}}$ (-)	Nombre de cycles (-)	Observations optiques in-situ du délaminage
$0^\circ/+45^\circ/0^\circ/+45^\circ/0^\circ/-45^\circ/0^\circ$	318,361	69,662	1	1	✓
	319,397	69,888	1,003	5 000	✓
	227,849	49,857	0,716	300 179	✓
	137,103	30,000	0,431	1 000 000	✗
$0^\circ/+20^\circ/-20^\circ/0^\circ/-20^\circ/+20^\circ/0^\circ$	421,021	79,916	1	1	✓
	367,630	69,782	0,873	50	✓
	263,580	50,031	0,626	1 014	✓
	158,048	30,000	0,375	1 000 000	✗

Tableau X.2 – Bilan des résultats obtenus lors des essais en fatigue de type traction-traction pour les composites tissés croisés de carbone/PPS consolidé

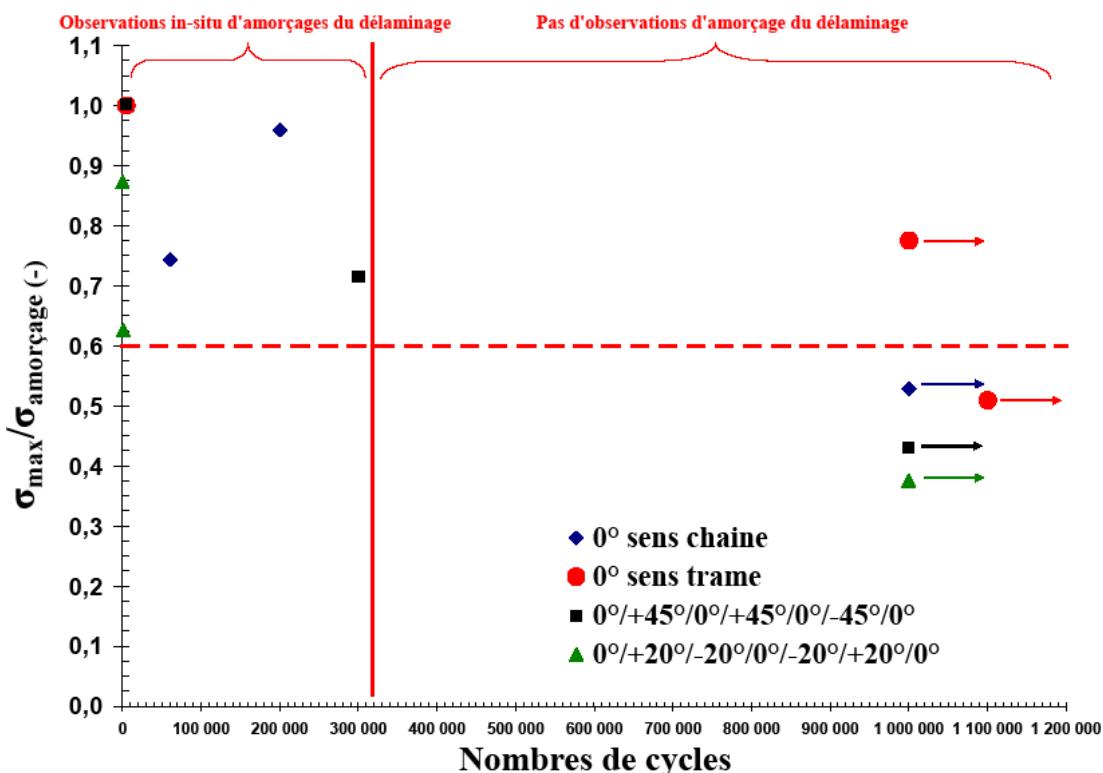
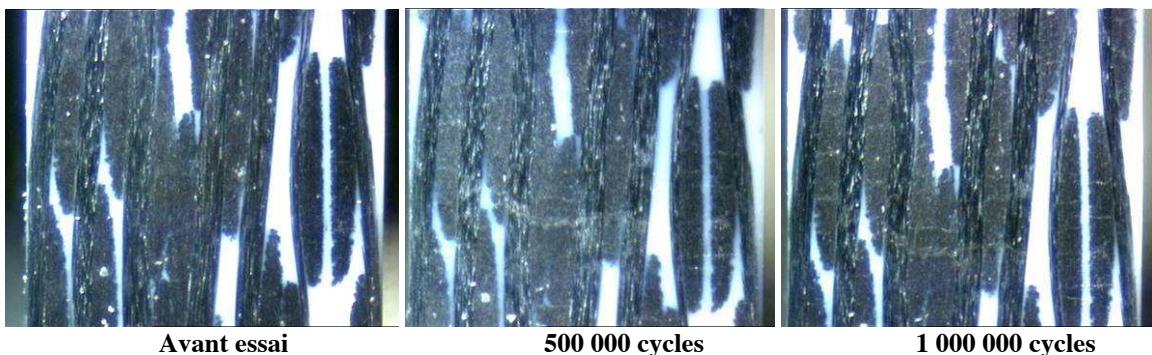


Figure X.5 – Rapport $\sigma_{\max}/\sigma_{\text{amorçage}}$ vs nombre de cycles, essais de fatigue de type traction-traction sur du carbone/PPS consolidé (les flèches signifient une limite infinie pour l'amorçage du délaminage)

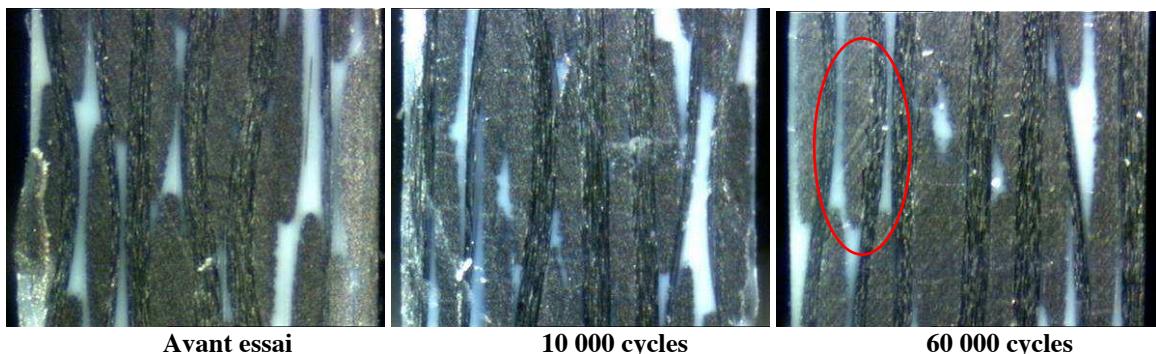
X.3.2 Observations des endommagements au cours des cycles de fatigue

X.3.2.1 Sept plis à 0° dans le sens chaîne

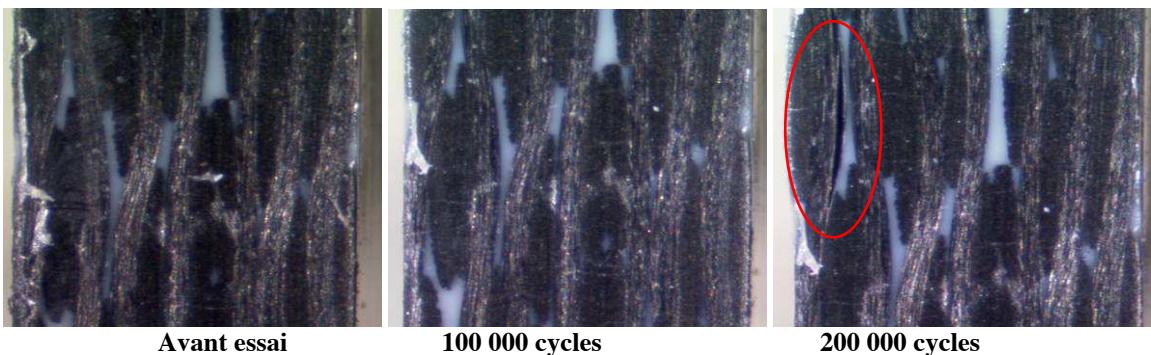
Pour l'échantillon sollicité à 50% σ_R , nous observons uniquement de la fissuration dite transverse, car perpendiculaire à l'axe de sollicitation, au sein des torons de trame (voir figure X.6 a). A l'opposé, pour les échantillons sollicités à 70% σ_R et 90% σ_R (voir figures X.6 b et c), nous constatons dans un premier temps une fissuration transverse puis, respectivement à 60 000 cycles et 200 000 cycles, des fissures longitudinales caractéristiques du délaminage en mode I (ellipses rouges). Ce phénomène s'explique par les efforts de flexion engendrés par le tissage [Nimendum, 2009].



(a) Observations faits sur un échantillon sollicité en fatigue à $f=1\text{Hz}$, $R=0.1$ and $\sigma_{\max}=50\%\sigma_r$ (uniquement présence de fissures transverses)



(b) Observations faits sur un échantillon sollicité en fatigue à $f=1\text{Hz}$, $R=0.1$ and $\sigma_{\max}=70\%\sigma_r$ (fissures transverses et délaminage)

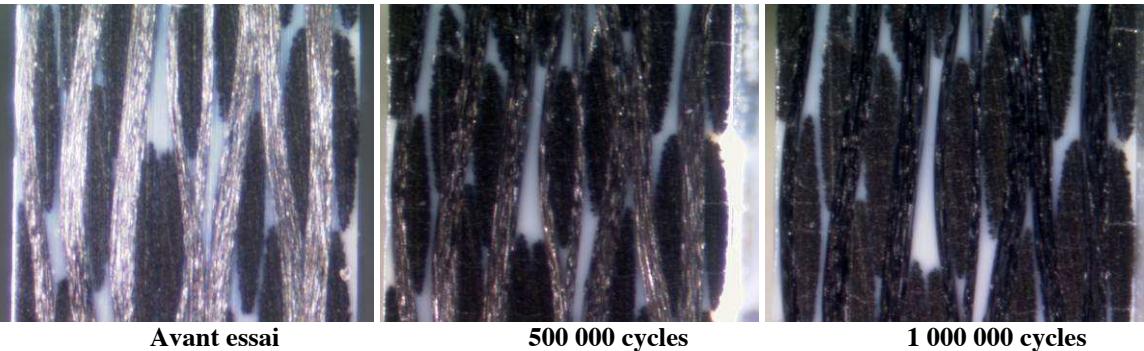


(c) Observations faits sur un échantillon sollicité en fatigue à $f=1\text{Hz}$, $R=0.1$ and $\sigma_{\max}=90\%\sigma_r$ (fissures transverses et délaminage)

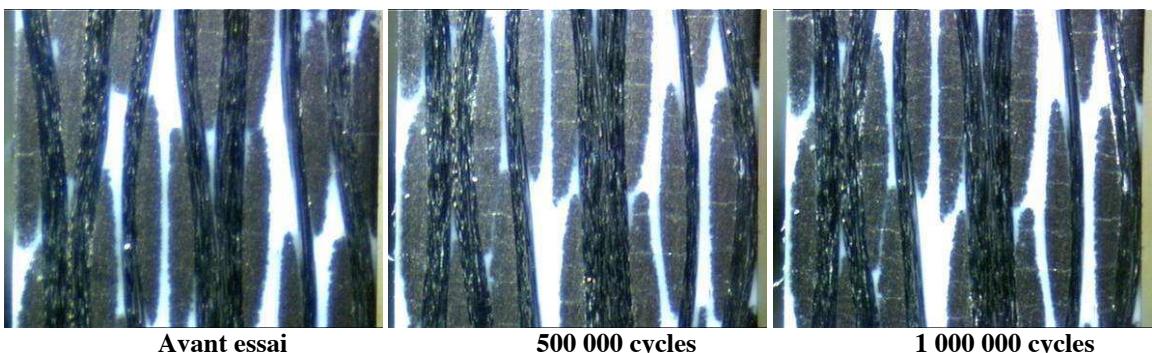
Figure X.6 – Observations optiques in-situ durant les essais de fatigue pour plusieurs nombres de cycles pour des éprouvettes à sept plis à 0° sollicitées dans le sens chaîne de carbone/PPS consolidé

X.3.2.2 Sept plis à 0° dans le sens trame

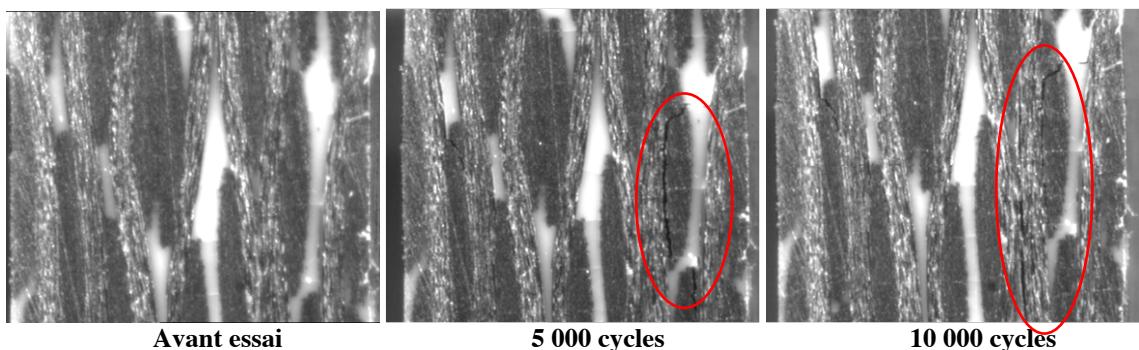
Dans ce sens de sollicitation, nous avons constaté, pour les échantillons testés à 50% σ_R et 70% σ_R , exclusivement de la fissuration transverse (figures X.7 a et b). A la différence de celui testé à 90% σ_R , où à 5 000 cycles, nous avons détecté la présence de délaminage en mode I. Par la suite, le délaminage grandit et se propage aux plis adjacents. Tout comme en statique, le carbone/PPS consolidé est plus résistant dans le sens de sa trame que celui de sa chaîne.



(a) Observations faits sur un échantillon sollicité en fatigue à $f=1\text{Hz}$, $R=0.1$ et $\sigma_{\max}=50\%\sigma_r$ (uniquement présence de fissures transverses)



(b) Observations faits sur un échantillon sollicité en fatigue à $f=1\text{Hz}$, $R=0.1$ et $\sigma_{\max}=70\%\sigma_r$ (uniquement présence de fissures transverses)

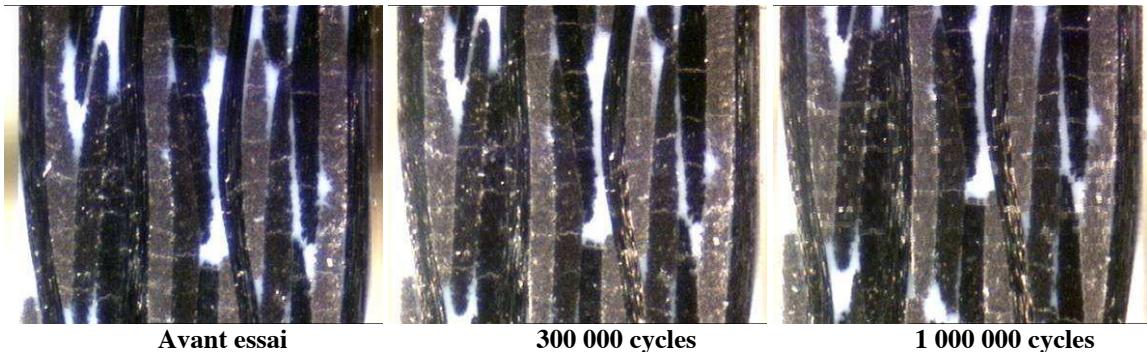


(c) Observations faits sur un échantillon sollicité en fatigue à $f=1\text{Hz}$, $R=0.1$ et $\sigma_{\max}=90\%\sigma_r$ (fissures transverses et délaminage)

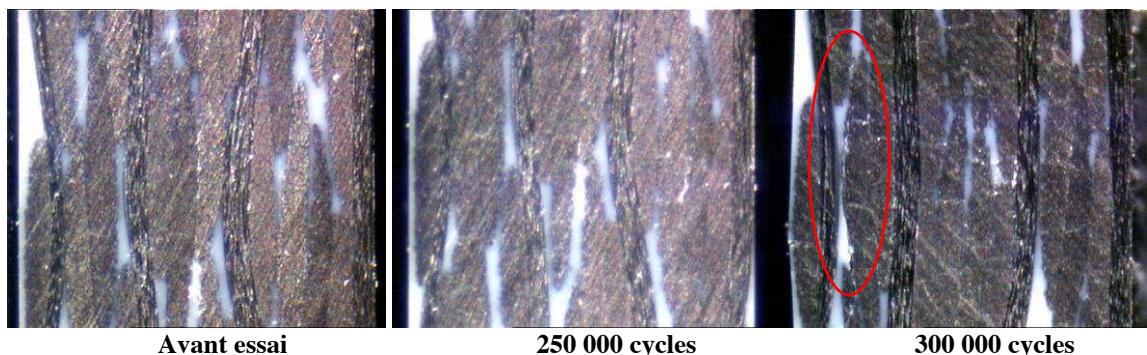
Figure X.7 – Observations optiques in-situ durant les essais de fatigue pour plusieurs nombres de cycles pour des éprouvettes à sept plis à 0° sollicitées dans le sens trame de carbone/PPS consolidé

X.3.2.3 Sept plis à 0°/+45°/0°/+45°/0°/-45°/0° dans le sens chaîne

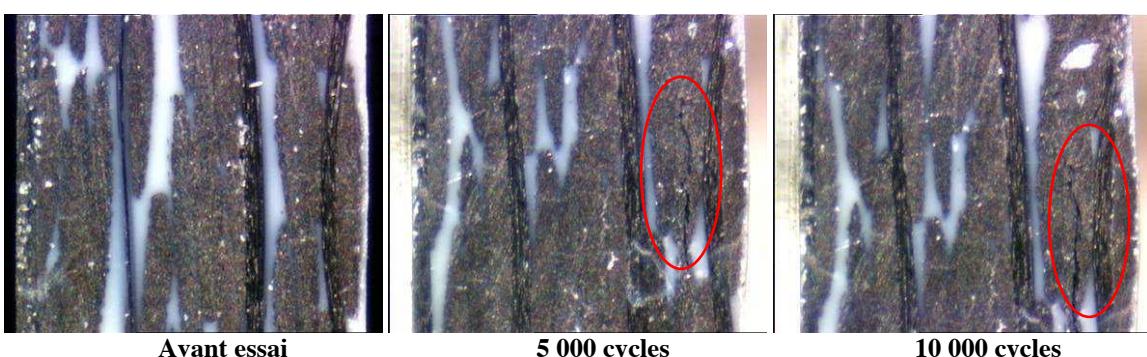
Pour cette séquence, seul l'échantillon sollicité à 30% σ_r ne présente qu'exclusivement de la fissuration transverse (figure X.8 a). Tandis que les échantillons sollicités à 50% σ_r et 70% σ_r présentent une fissuration transverse puis du déclaminage, à l'interface des plis à 0° et à ±45°, respectivement à 300 000 cycles et à 5 000 cycles (figures X.8 b et c).



(a) Observations faits sur un échantillon sollicité en fatigue à $f=1\text{Hz}$, $R=0.1$ et $\sigma_{\max}=30\%\sigma_r$ (uniquement présence de fissures transverses)



(b) Observations faits sur un échantillon sollicité en fatigue à $f=1\text{Hz}$, $R=0.1$ et $\sigma_{\max}=50\%\sigma_r$ (fissures transverses et déclaminage)

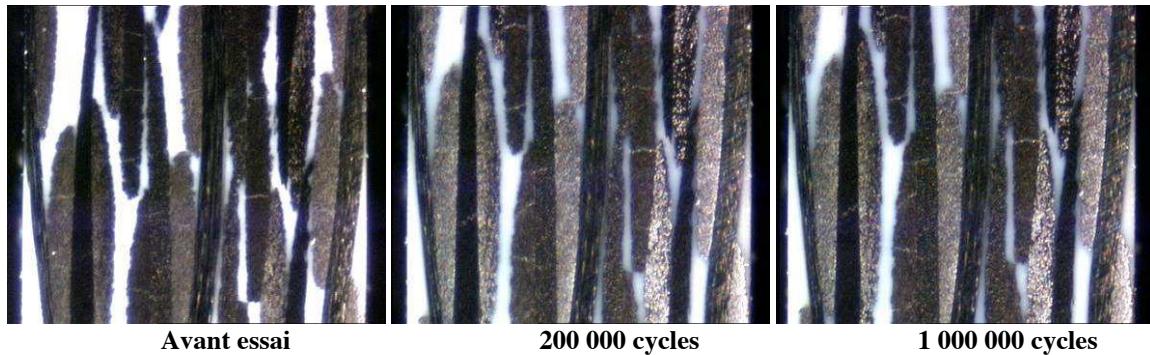


(c) Observations faits sur un échantillon sollicité en fatigue à $f=1\text{Hz}$, $R=0.1$ et $\sigma_{\max}=70\%\sigma_r$ (fissures transverses et déclaminage)

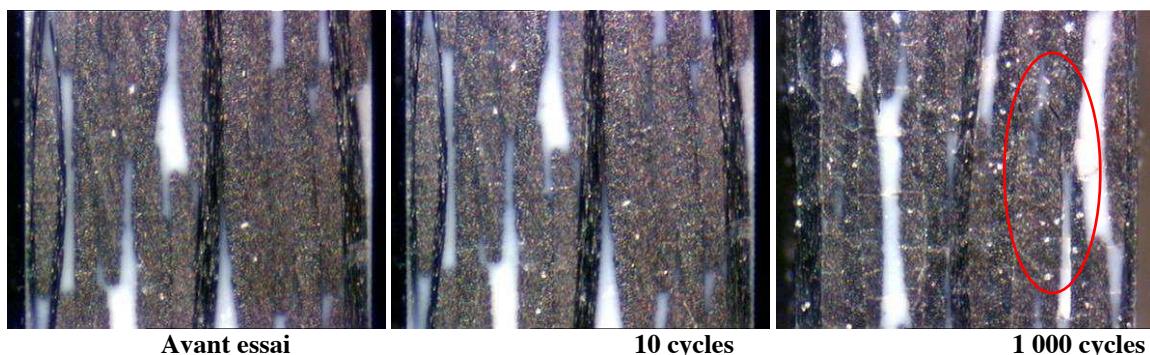
Figure X.8 – Observations optiques in-situ durant les essais de fatigue pour plusieurs nombres de cycles pour des éprouvettes à sept plis à 0°/+45°/0°/+45°/0°/-45°/0° sollicitées dans le sens chaîne de carbone/PPS consolidé

X.3.2.4 Sept plis à 0°/+20°/-20°/0°/-20°/+20°/0° dans le sens chaîne

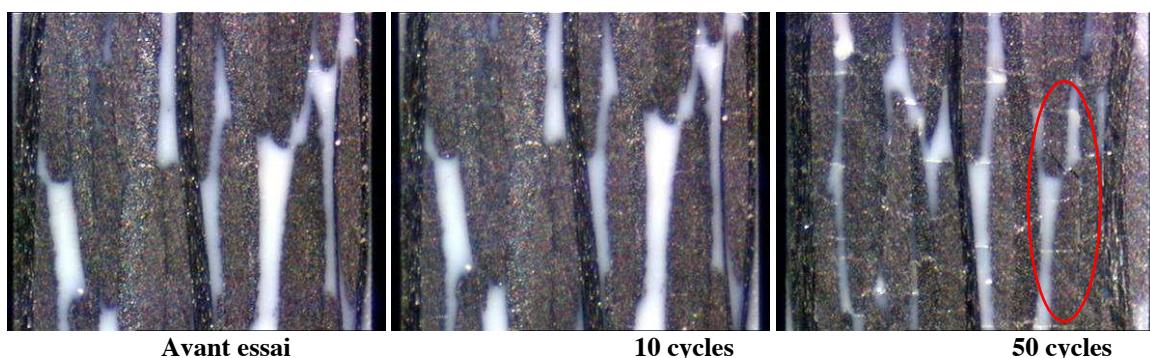
Pour cette séquence aussi, seul l'échantillon sollicité à 30% σ_r ne présente qu'exclusivement de la fissuration transverse (figure X.9 a). Tandis que les échantillons sollicités à 50% σ_r et 70% σ_r montrent une fissuration transverse puis du délaminage, à l'interface des plis -20°/+20°, respectivement à 1 000 cycles et à 50 cycles (figures X.9 b et c). Néanmoins, le délaminage en mode II à l'interface des plis -20°/+20° n'est pas aisément à observer. Il nécessite un grossissement plus important ou l'emploi d'autres méthodes d'observations tels que la radiographie à rayons X.



(a) Observations faits sur un échantillon sollicité en fatigue à $f=1\text{Hz}$, $R=0.1$ et $\sigma_{\max}=30\%\sigma_r$ (uniquement présence de fissures transverses)



(b) Observations faits sur un échantillon sollicité en fatigue à $f=1\text{Hz}$, $R=0.1$ et $\sigma_{\max}=50\%\sigma_r$ (fissures transverses et délaminage)



(c) Observations faits sur un échantillon sollicité en fatigue à $f=1\text{Hz}$, $R=0.1$ et $\sigma_{\max}=70\%\sigma_r$ (fissures transverses et délaminage)

Figure X.9 – Observations optiques in-situ durant les essais de fatigue pour plusieurs nombres de cycles pour des éprouvettes à sept plis à 0°/+20°/-20°/0°/-20°/+20°/0° sollicitées dans le sens chaîne de carbone/PPS consolidé

X.3.2.5 Mécanismes d'endommagement en fatigue pour le carbone/PPS consolidé

A partir des observations optiques in-situ présentées ci-dessous, pour les quatre séquences d'empilement de carbone/PPS consolidé, dans le cadre d'essais de fatigue de type traction-traction, nous pouvons en déduire les enseignements suivants :

- la cinématique des mécanismes d'endommagement est, en premier, initiation puis propagation de la fissuration transverse qui est perpendiculaire au sens de sollicitation, ensuite amorçage puis multiplication du délaminage qui est parallèle au sens de sollicitation;
- même aux plus faibles contraintes maximales appliquées, dès les premiers cycles, la fissuration transverse apparaît dans chaque toron puis sa densité augmente mais reste cloisonnée au sein des torons, ici les fissures transverses réfléchissent la lumière et donc se matérialisent par des traits blancs sur les clichés de la figure X.10a ;
- seulement au-delà de 0,6 fois la contrainte d'amorçage du délaminage en statique, nous observons du délaminage dû à la modification de l'état de contraintes locale par les cycles subis, ici pas de réflexion de la lumière ainsi le délaminage se concrétise par des traits sombres sur les clichés de la figure X.10b ;
- pour différentes contraintes maximales appliquées, les mécanismes d'endommagement sont identiques, néanmoins plus la contrainte maximale appliquée augmente, plus leur évolution est rapide;
- la contrainte maximale appliquée est le principal paramètre expérimental responsable de l'état d'endommagement de l'éprouvette ;
- les mécanismes d'endommagement de fatigue sont similaires à ceux observés lors des essais statiques en traction plane.

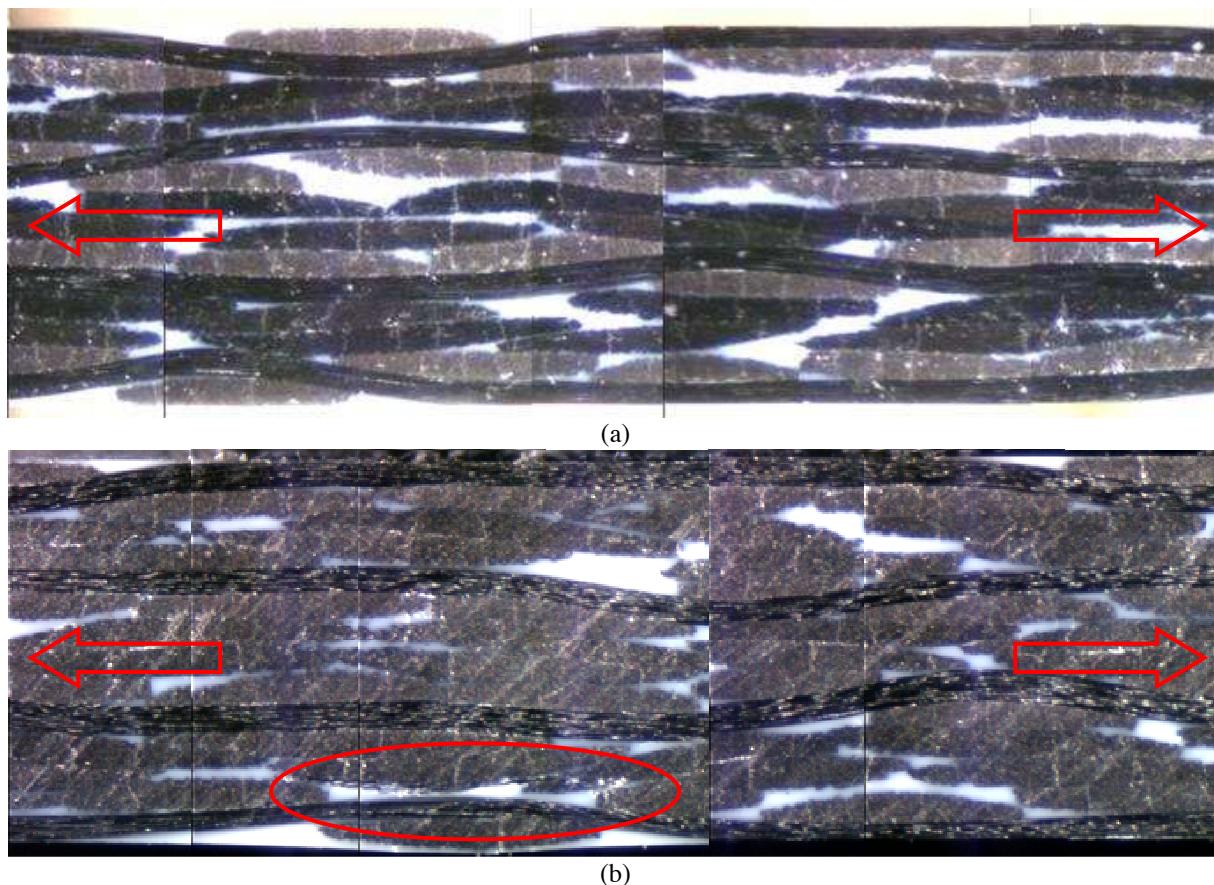


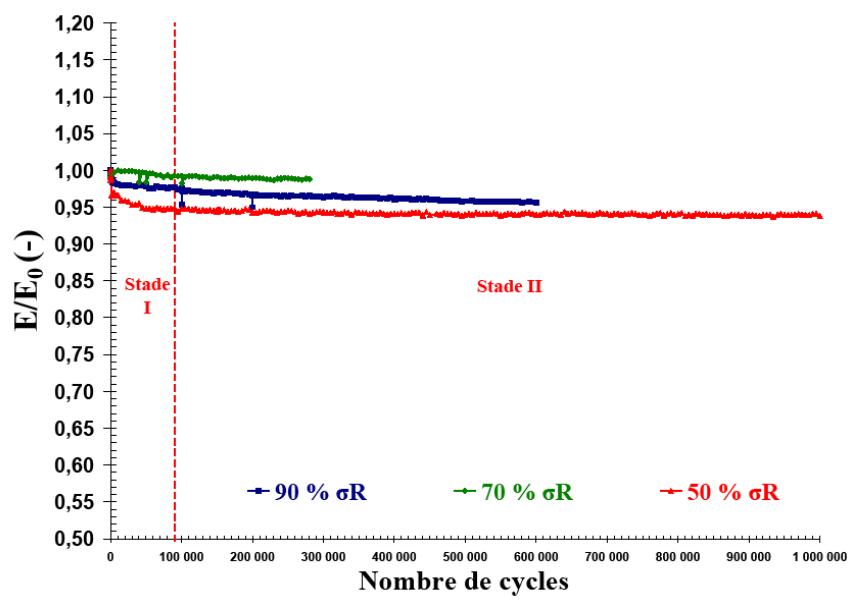
Figure X.10 – Observations optiques in-situ durant les essais de fatigue pour deux niveaux de chargement pour des éprouvettes à sept plis à $0^\circ/+45^\circ/0^\circ/+45^\circ/0^\circ/-45^\circ/0^\circ$ sollicitées dans le sens chaîne : (a) $\sigma_{\max}=30\%\sigma_r$ au bout de 10 cycles, (b) $\sigma_{\max}=50\%\sigma_r$ au bout de 300 000 cycles (flèches rouges : sens de sollicitation)

X.3.3 Evolution de la rigidité en fonction des cycles

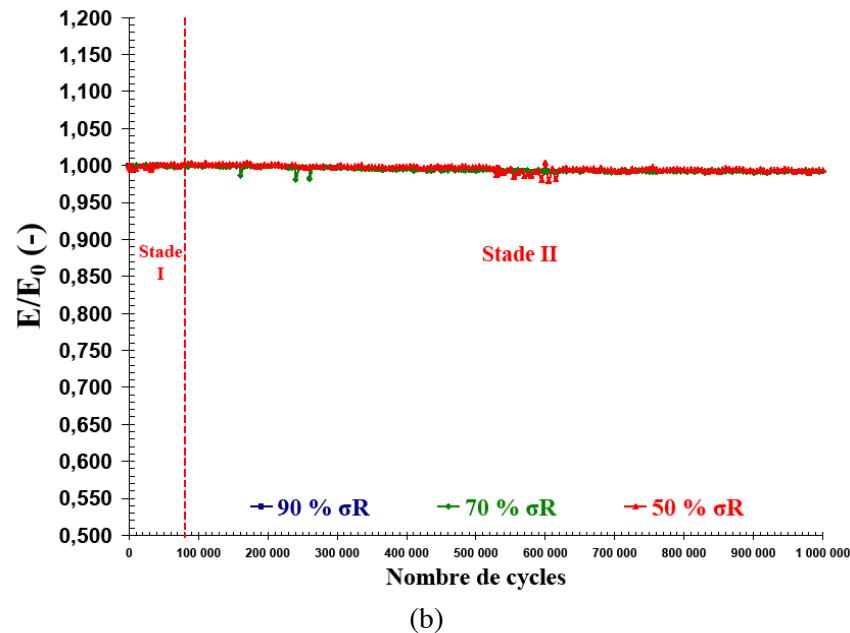
Grâce à la consigne de l'essai de fatigue de type traction-traction, la dégradation de rigidité au cours des cycles a pu être étudiée. A cet effet, l'évolution du rapport entre le module élastique au cycle considéré noté E et le module initial E_0 en fonction du nombre de cycles est représentée en figure X.11. Pour les trois niveaux de chargement de chaque séquence d'empilement testée, deux étapes plus ou moins marquées ont été identifiées :

- une phase d'amorçage (phase I) entraînant une décroissance rapide du module élastique du comportement macroscopique dû à l'initiation et la propagation de la fissuration transverse;
- une phase de stabilisation (phase II), entre 80 000 et 130 000 cycles, car le module élastique reste constant à la dispersion de mesure près jusqu'à l'arrêt de l'essai, signifiant la probable saturation de la fissuration transverse.

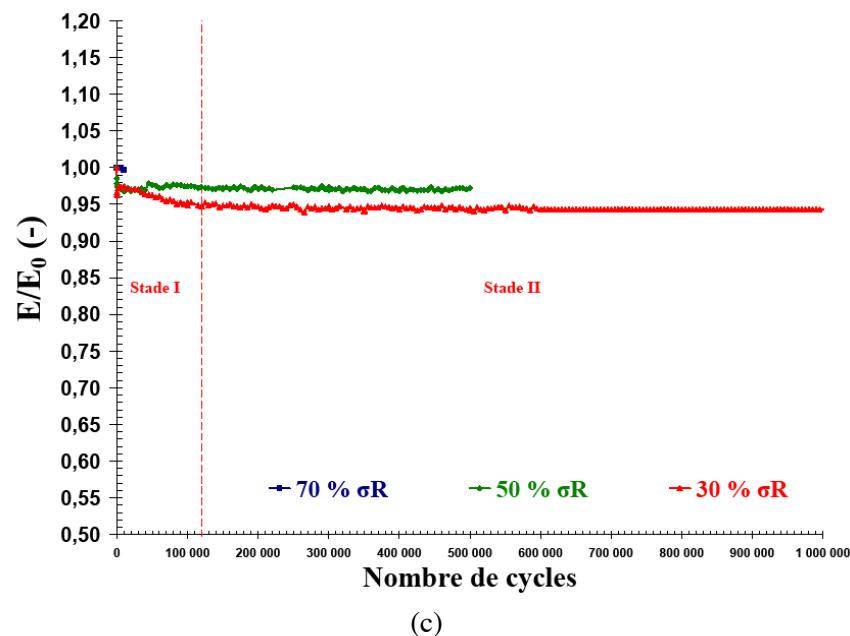
Ces deux phases sont en accord avec la bibliographie exposée au paragraphe X.1.3. Pour l'ensemble des essais menés en fatigue sur du carbone/PPS consolidé, la diminution de rigidité la plus importante est égale à 6,256% (voir tableaux X.3 et X.4). Ces résultats ont été confirmés par les travaux effectués par le CNRT Matériaux de l'ENSI CAEN. En comparaison avec le carbone/époxy tissé, avec un abattement de 10% à la fin du stade II comme l'indique les travaux de [Nimendum, 2009], le matériau de l'étude est beaucoup moins sensible à la fatigue. Au regard du plus grand abattement de rigidité mesuré en cours d'essai, la séquence à 0° dans le sens trame est la plus résistante. A contrario, la séquence à 0° dans le sens chaîne est la moins résistante. Cette remarque est à nuancer car la dispersion expérimentale n'a pas été prise en compte puisque les essais n'ont pas été dupliqués. Dans certains cas, le module initial est inférieur à celui mesuré au bout d'une dizaine de cycles, ceci est dû à un alignement des fibres suivant l'axe de sollicitation. Dans ce cas, le module élastique initial est remplacé par celui mesuré après une dizaine de cycles. Dans le stade de stabilisation, les mesures de la rigidité ont, dans l'ensemble, de très faibles variations. Cela signifie que l'amarrage du capteur extensométrique et sa précision sont dès plus satisfaisants. En première approche, pour dimensionner de façon très conservatrice en fatigue, il suffit d'appliquer le critère d'amorçage du déclaminage identifié en statique en tenant compte d'un abattement de 6,256% de la rigidité puis de s'assurer que la contrainte maximale soit inférieure à 0,6 fois la contrainte d'amorçage du déclaminage en statique. Nous proposons d'affiner cette approche en réécrivant notre critère par le biais d'essais Arcan-Mines en fatigue [Joannès *et al.*, 2010].



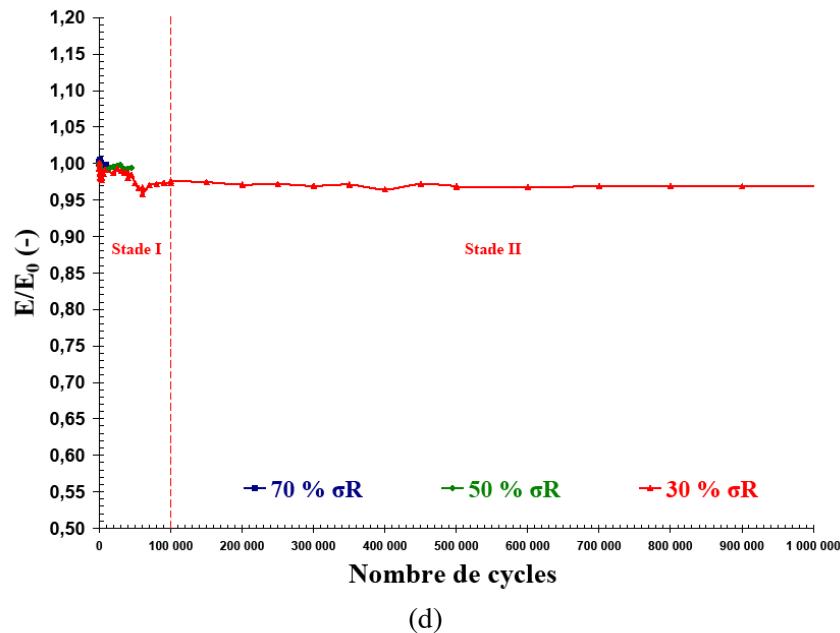
(a)



(b)



(c)



(d)

Figure X.11 – Rapport E/E_0 vs nombre de cycles, essais de fatigue de type traction-traction pour trois niveaux de chargement sur du carbone/PPS consolidé : (a) 0° dans le sens trame, (b) 0° dans le sens trame, (c) $0^\circ/+45^\circ/0^\circ/+45^\circ/0^\circ/-45^\circ/0^\circ$ et (d) $0^\circ/+20^\circ/-20^\circ/0^\circ/-20^\circ/+20^\circ/0^\circ$

Séquence d'empilement	Contrainte maximale appliquée (MPa)	Pourcentage par rapport à la contrainte à rupture moyenne en statique (%)	E/E_0 minimal (-)	Nombre de cycles correspondant au stade II (-)	Observations optiques in-situ du délaminage
0° dans le sens chaîne	603,962	90,259	0,956	100 000	✓
	467,839	69,916	0,964	20 015	✓
	333,196	49,794	0,937	110 000	✗
0° dans le sens trame	577,190	89,842	0,994	5 000	✓
	447,531	69,660	0,981	40 000	✗
	293,943	45,754	0,991	80 000	✗

Tableau X.3 – Bilan des résultats obtenus lors des essais en fatigue de type traction-traction pour les composites tissés de carbone/PPS consolidé

Séquence d'empilement	Contrainte maximale appliquée (MPa)	Pourcentage par rapport à la contrainte à rupture moyenne en statique (%)	E/E ₀ minimal (-)	Nombre de cycles correspondant au stade II (-)	Observations optiques in-situ du délaminage
0°/+45°/0°/+45°/0°/-45°/0°	319,397	69,888	0,997	10 000	✓
	227,849	49,857	0,968	140 000	✓
	137,103	30,000	0,939	120 000	✗
0°/+20°/-20°/0°/-20°/+20°/0°	367,630	69,782	0,996	10 000	✓
	263,580	50,031	0,989	45 000	✓
	158,048	30,000	0,958	1000 000	✗

Tableau X.4 – Bilan des résultats obtenus lors des essais en fatigue de type traction-traction pour les composites tissés croisés de carbone/PPS consolidé

X.4 Etude de la tenue en fatigue des résistances d'interfaces

X.4.1 Objectif

Pour prédire la durée de vie des matériaux en fatigue, bien souvent une approche analytique, consistant à ajuster le diagramme S/N (avec S la contrainte maximale appliquée et N_{Rupture} le nombre de cycles à rupture) par une fonction logarithmique, est utilisée. Ainsi les travaux de [Loverich *et al.*, 2000] sur le carbone/PPS proposent la formule suivante :

$$S/S_{Rupture} = A_n + B_n (\log N_{Rupture})^{P_n} \quad (X.2)$$

Où S_{Rupture} est la contrainte à rupture en statique d'une éprouvette de traction tandis qu'A_n, B_n et P_n sont des constantes du matériau.

Cette approche globale ne peut s'appliquer dans le contexte de l'amorçage du délaminage. En effet, le délaminage, étant un décollement des plis, reste un phénomène local. Ainsi reformulé dans le contexte de la fatigue, c'est-à-dire en tenant compte des quatre principaux paramètres expérimentaux (soient le nombre de cycles N, la fréquence f, la contrainte maximale appliquée σ_{max} et le rapport des extrema R), le critère d'amorçage du délaminage devient :

$$c = \left(\langle F_3 \rangle^+ / Y_T^{\text{Fatigue}} (N, f, R, \sigma_{\text{max}}) \right)^2 + \left((|F_1| + k \langle F_3 \rangle^-) + (|F_2| + k \langle F_3 \rangle^-) \right) / S^{\text{Fatigue}} (N, f, R, \sigma_{\text{max}}) \quad (X.3)$$

Il faut donc être en mesure de quantifier la tenue en fatigue des résistances d'interfaces en mode I (soit le paramètre Y_T) et mode II (soit le paramètre S). Le dispositif expérimental Arcan-Mines, avec lequel nous avons déterminé leurs valeurs en statique, nous permettra de répondre à cette problématique. A la différence des résistances d'interfaces, le paramètre k qui décrit la capacité de frottement entre deux plis, ne pouvant être relié physiquement à un quelconque processus de dégradation lié aux chargements cycliques, est considéré comme insensible à la fatigue.

X.4.2 Protocole

La préparation des éprouvettes est identique à celle utilisée pour les essais statiques (voir paragraphe V.2). Par contre, dans le but de suivre le développement des endommagements en fonction des cycles, un des côtés de l'éprouvette est poli miroir avant essai (voir figure X.12). De plus, afin d'évaluer l'évolution de la rigidité en fonction des cycles, un capteur extensométrique est amarré sur la face opposé de l'échantillon (voir figure X.13). Nous nous sommes servis de la même machine hydraulique et de la même consigne que celles présentées précédemment au paragraphe X.2 pour les essais de fatigue sur éprouvettes droites. Par cohérence avec les essais Arcan-Mines réalisés en statique, la vitesse lors des mesures de la rigidité résiduelle par charge-décharge est fixée à 1MPa/s afin que le matériau étudié reste dans le domaine quasi-statique. Cependant, lors des essais statiques, le comportement, pour les deux modes de sollicitation, s'avère être linéaire puis non-linéaire. Le délaminage en est le responsable. Ainsi pour ne pas rompre précocement l'échantillon lors des essais de fatigue, la contrainte maximale appliquée a été choisie inférieure de x% au point de non-linéarité. Les paramètres Y_T et S ont été définis comme égaux aux points de non-linéarité respectivement en mode I (traction) et II (cisaillage). Les conditions des essais sont donc les suivantes :

- les niveaux de contraintes maximum appliqués sont 80% Y_T^{Statique} et 90% Y_T^{Statique} pour le mode I avec Y_T^{Statique} la contrainte normale moyenne correspondant au point de non-linéarité obtenue en statique ;
- les niveaux de contraintes maximum appliqués sont 90% S^{Statique} et 95% S^{Statique} pour le mode II avec S^{Statique} la contrainte de cisaillement moyenne correspondant au point de non-linéarité obtenue en statique
- le rapport R et la fréquence f restent égaux respectivement à 0.1 et à 1Hz ;
- la séquence testée a sept plis tissés à 0° ;
- tous les essais sont réalisés à température ambiante.



Figure X.12 – Echantillon Arcan-Mines poli miroir avant essai

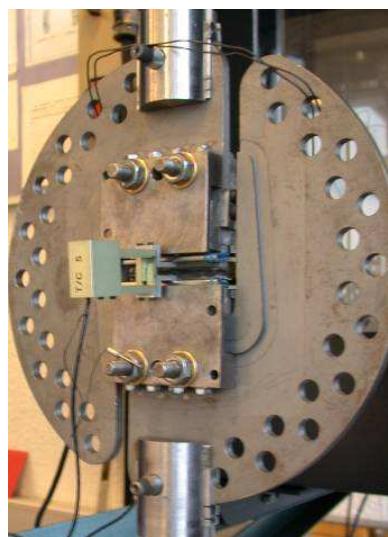


Figure X.13 – Capteur extensométrique fixé au dispositif expérimental Arcan-Mines

X.4.3 Résultats expérimentaux

X.4.3.1 Rupture par délaminage en fonction du nombre de cycles

A contrario des essais sur éprouvettes droites, lorsque le délaminage s'amorce, alors la rupture de l'échantillon Arcan-Mines se produit soudainement. Ce phénomène se manifeste pour les deux modes de sollicitation. Ceci s'explique par un effet d'échelle. En effet, dans le cas de l'échantillon Arcan-Mines, la surface à délaminer entièrement pour rompre l'éprouvette est environ dix fois plus faible que celle de l'éprouvette droite (Arcan-Mines, $S = 350\text{mm}^2$; Eprouvette droite, $S = 3250\text{mm}^2$). Les faciès à rupture des essais en fatigue sont similaires à ceux obtenus en statique (voir figures X.14 et X.15). Nous retrouvons, sauf dans un cas, une des faces du faciès plus sombre que son opposé. Des analyses thermogravimétriques ont démontré que le faciès le plus clair avait le taux massique de résine le plus élevé (voir paragraphe V.5.2.3). Nous avons ainsi démontré, pour les modes I et II, que l'interface carbone/PPS a bien été rompue en fatigue. Les résistances d'interfaces en traction et en cisaillement sont donc effectivement sensibles aux chargements cycliques. Dans le cas de la figure X.15b, le délaminage au sein du composite a conduit à transfert de la charge sur l'adhésif époxy qui n'a pas pu la supporter (voir l'encadré en rouge). C'est pourquoi nous observons une rupture adhésive entre la colle et le substrat métallique. Au regard du nombre de cycles à rupture (voir figures 14 et 15), la résistance d'interfaces en mode II est plus endurante que celle en mode I. Il est donc possible de corrélérer mathématiquement le rapport, entre la contrainte maximale appliquée et la contrainte moyenne correspondant au point de non-linéarité obtenue en statique, au nombre de cycles à rupture (voir tableau 5). N'ayant à notre disposition que deux points expérimentaux, nous ne sommes en mesure que de proposer une fonction affine pour décrire la dégradation liée aux conditions des essais de fatigue. Cette approche, quoique simpliste, établit clairement que les fonctions de dégradations des résistances d'interfaces des deux modes sont distinctes. Une des perspectives serait d'identifier des fonctions de dégradations plus complexes. Pour cela, il faudrait dupliquer les résultats expérimentaux et effectuer des essais à des niveaux de contraintes plus bas.



Figure X.14 – Faciès à rupture après essais Arcan-Mines en mode I (traction) et en fatigue sur du carbone/PPS consolidé à sept plis tissés à 0° : (a) Essai 1 soit $\sigma_{\max} = 90\% Y_T^{\text{Statique}}$, (b) Essai 2 soit $\sigma_{\max} = 80\% Y_T^{\text{Statique}}$



Figure X.15 – Faciès à rupture après essais Arcan-Mines en mode II (cisaillement) et en fatigue sur du carbone/PPS consolidé à sept plis tissés à 0° : (a) Essai 1 soit $\tau_{\max} = 95\% S^{\text{Statique}}$, (b) Essai 2 soit $\tau_{\max} = 90\% S^{\text{Statique}}$

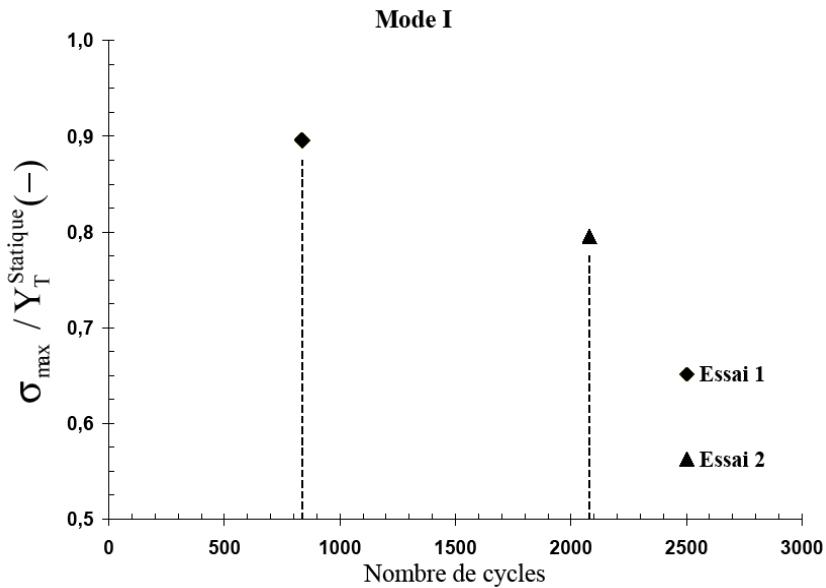


Figure X.16 – Rapport $\sigma_{\max} / Y_T^{\text{Statique}}$ vs nombre de cycles, essais Arcan-Mines en mode I (traction) et en fatigue sur du carbone/PPS consolidé à sept plis tissés à 0°

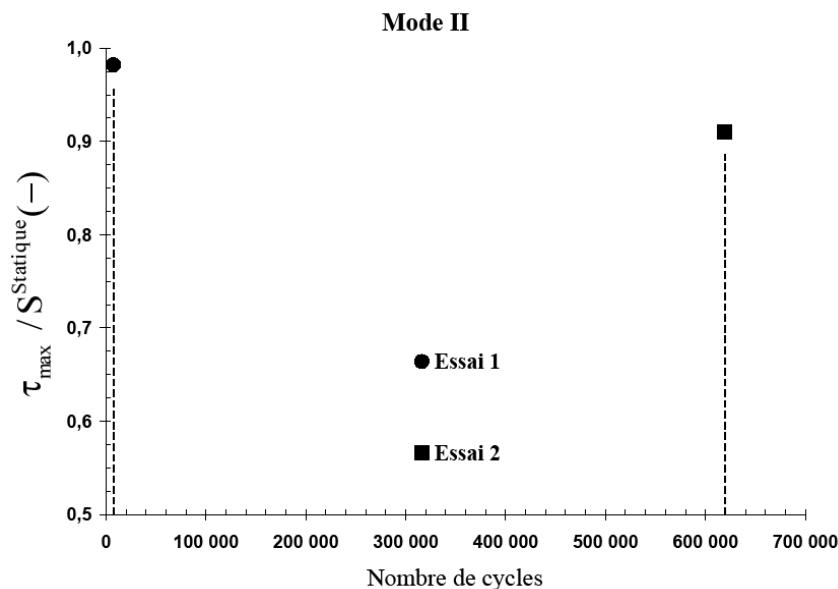


Figure X.17 – Rapport $\tau_{\max} / S^{\text{Statique}}$ vs nombre de cycles, essais Arcan-Mines en mode II (cisaillement) et en fatigue sur du carbone/PPS consolidé à sept plis tissés à 0°

Mode de sollicitation	Contrainte maximale appliquée (MPa)	Pourcentage par rapport à la contrainte correspondant au point de non-linéarité moyenne en statique (%)	Nombre de cycles à rupture (-)	Pente (-)	Ordonnée à l'origine (-)
I	13,187	89,603	836	$-8,112e^{-5}$	0,964
	11,702	79,512	2 080		
II	25,321	98,218	7 498	$-1,173e^{-7}$	0,983
	23,453	91,043	619 316		

Tableau X.5 – Bilan des résultats obtenus lors des essais Arcan-Mines sur du carbone/PPS consolidé à sept plis tissés à 0°

X.4.3.2 Observations de l'endommagement au cours des cycles de fatigue

En mode I, au grossissement optique considéré, aucun endommagement n'a pu être observé avant rupture (voir figure X.18). La fissuration transverse est par définition perpendiculaire à l'axe de sollicitation. Or l'axe d'observation et celui de sollicitation se confondent. C'est pourquoi cet endommagement n'apparaît pas sur nos clichés. De plus, l'amorçage du délamination n'a pas pu être observé. Il faudrait donc associer au montage Arcan-Mines un autre moyen de contrôle non destructif tel que l'émission acoustique. En effet, cette technique s'est révélée pertinente en statique (voir paragraphe V.6.3)

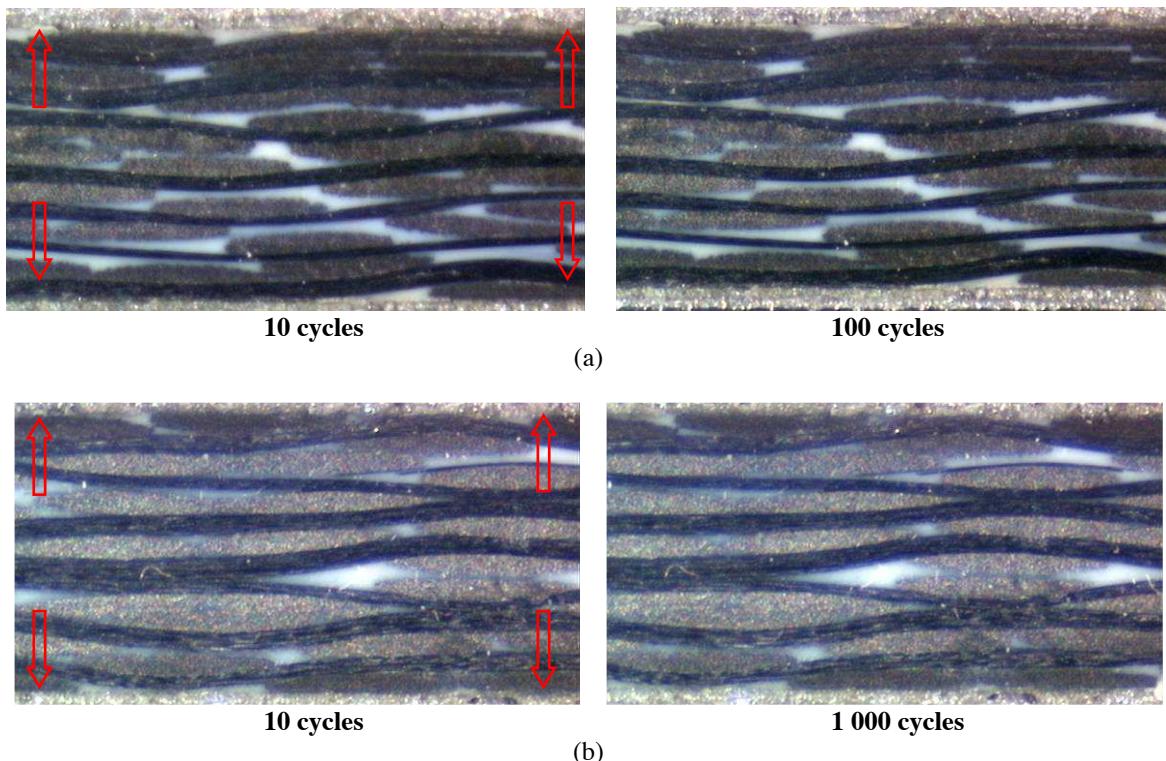


Figure X.18 – Observations optiques in-situ lors des essais Arcan-Mines en mode I (traction) et en fatigue sur du carbone/PPS consolidé à sept plis tissés à 0° : (a) Essai 1 soit $\sigma_{\max} = 90\% Y_T^{\text{Statique}}$, (b) Essai 2 soit $\sigma_{\max} = 80\% Y_T^{\text{Statique}}$ (flèches rouges : sens de sollicitation)

A contrario en mode II, au grossissement considéré, nous avons pu observer, se développer au sein de l'échantillon de carbone/PPS, un endommagement (voir figure X.19). En effet, dès les premiers cycles, la fissuration transverse apparaît puis se multiplie mais reste cloisonnée au sein des torons de fibres. Les fissures transverses réfléchissent la lumière et donc se matérialisent par des traits blancs sur les clichés des figures X.19a et X.19b. En effet, ici l'axe d'observation est perpendiculaire à celui de sollicitation. Cette dégradation du matériau est comparable à celle observée sur éprouvettes droites. Par contre, l'amorçage du déclassement n'a pu là encore être observé. A l'instar du mode I, associé au dispositif expérimental Arcan-Mines une chaîne d'acquisition d'émission acoustique permettrait de lever ce verrou technique.

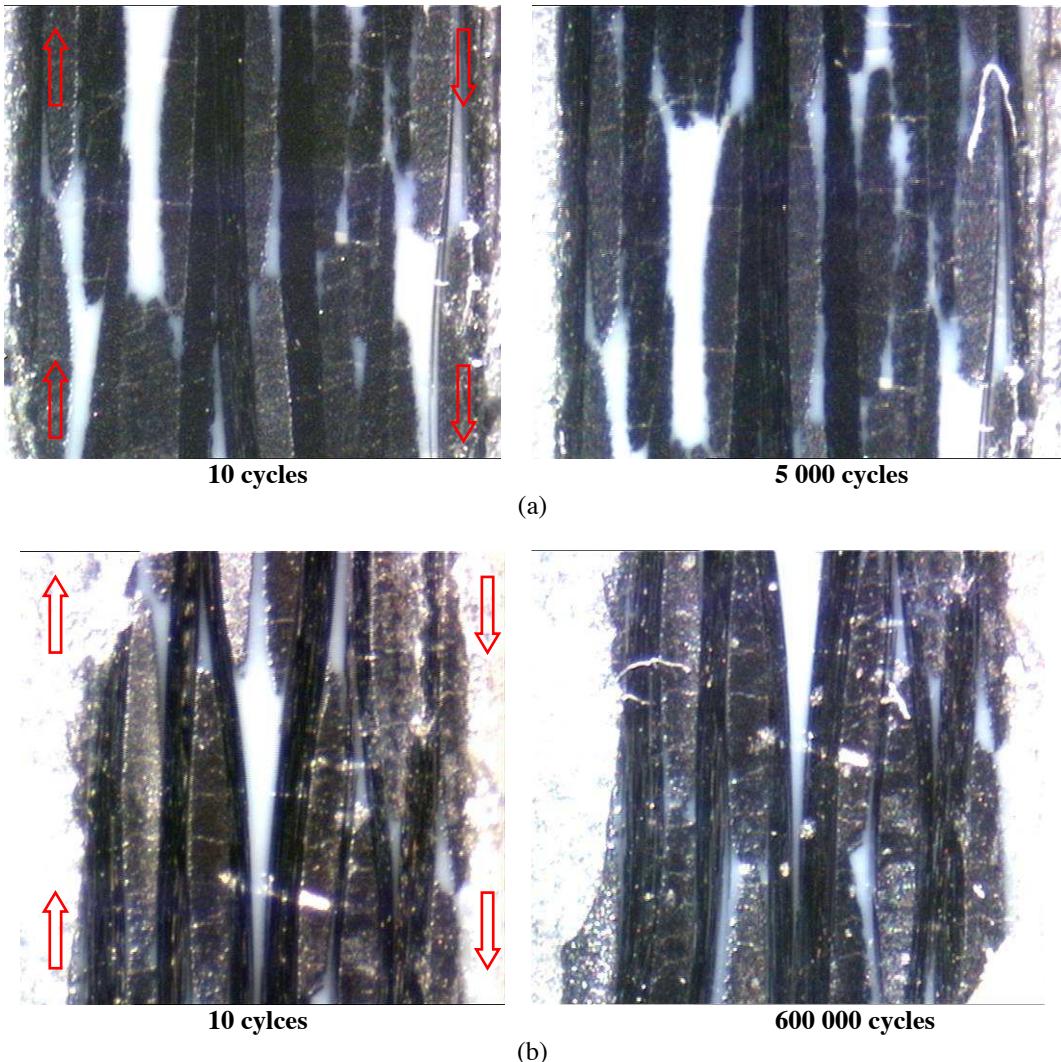


Figure X.19 – Observations optiques in-situ lors des essais Arcan-Mines en mode I (traction) et en fatigue sur du carbone/PPS consolidé à sept plis tissés à 0° : (a) Essai 1 soit $\tau_{\max} = 95\% S^{\text{Statique}}$, (b) Essai 2 soit $\tau_{\max} = 90\% S^{\text{Statique}}$ (flèches rouges : sens de sollicitation)

X.4.3.3 Evolution de la rigidité en fonction des cycles

Pour les deux modes de sollicitations, à partir du déplacement et de la force mesurés lors des charges-décharges, et au moyen des formules analytiques du paragraphe V.5.1, les évolutions du rapport, entre le module élastique au cycle considéré et le module initial, en fonction du nombre de cycles peuvent être représentées (voir figures X.20 et X.21). Où E et G sont respectivement les modules élastiques de traction et de cisaillement suivant l'épaisseur au cycle considéré du carbone/PPS. Nous supposerons que l'adhésif époxy a des propriétés mécaniques inchangées par rapport au cas statique (voir paragraphe V.4.2). Les valeurs ainsi obtenues ne sont certes que des estimations.

X. Caractérisation expérimentale de la tenue en fatigue

Cependant le rapport, entre le module élastique au cycle considéré et le module initial, reste un très bon indicateur de la dégradation de la rigidité du matériau composite en fonction du nombre de cycles. Au regard de l'abattement de rigidité avant rupture, nous constatons qu'en fatigue, la résistance d'interfaces en mode II est plus tenace que celle en mode I. Du fait qu'en mode I, les allongements à mesurer soient infimes (de l'ordre du micron), il n'est pas étonnant que les variations du module soient si importantes. Néanmoins, nous observons uniquement une tendance : la rigidité diminue en fonction du nombre de cycles. Le module élastique de traction suivant l'épaisseur est donc affecté par un endommagement lors de chargements cycliques. En mode II, les allongements à mesurer sont plus conséquents (de l'ordre de la dizaine de microns), les variations du module sont donc plus faibles. Nous observons, pour l'essai à 90% de la contrainte moyenne correspondant au point de non-linéarité obtenue en statique, alors trois phases distinctes :

- une phase d'initiation jusqu'à 60 000 cycles avec une perte de rigidité rapide de 5% ;
- une phase de stabilisation de 60 000 cycles à 580 000 cycles avec une perte de rigidité progressive de 3% ;
- une phase finale jusqu'à 615 000 cycles avec une perte de rigidité brutale de 11%.

Ce type de processus de dégradation est comparable à celui décrit par de nombreux travaux sur des éprouvettes droites en divers matériaux composites sollicitées en fatigue de traction-traction. A défaut de liens tangibles avec les endommagements par le biais de contrôle non destructif, nous ne pouvons qu'émettre une supposition. Selon nous, les première et deuxième phases seraient dues à la fissuration transverse. A contrario, la dernière phase serait due au délamination. En tout cas, nous avons explicitement établi que le module élastique de cisaillement suivant l'épaisseur se dégrade lors de chargements cycliques. A long terme, pour dimensionner de façon précise en fatigue, il faudra tenir compte ces abattements subis en fonction des conditions d'essais de fatigue (N , f , R , σ_{\max}) par ces modules élastiques qui composent la matrice orthotrope d'élasticité du carbone/PPS.

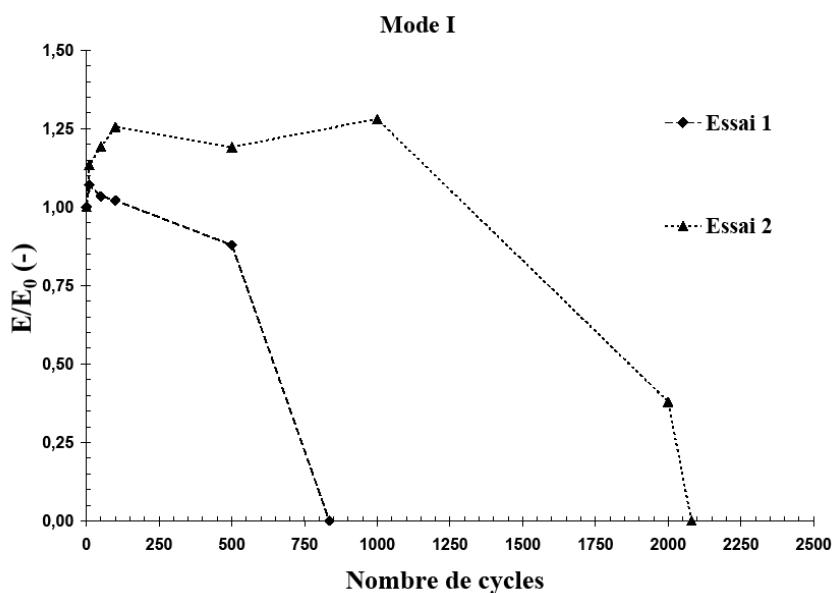


Figure X.20 – Rapport E/E_0 vs nombre de cycles, essais Arcan-Mines en mode I (traction) et en fatigue sur du carbone/PPS consolidé à sept plis tissés à 0° avec Essai 1 soit $\sigma_{\max} = 90\% Y_T^{\text{Statique}}$ et Essai 2 soit $\sigma_{\max} = 80\% Y_T^{\text{Statique}}$

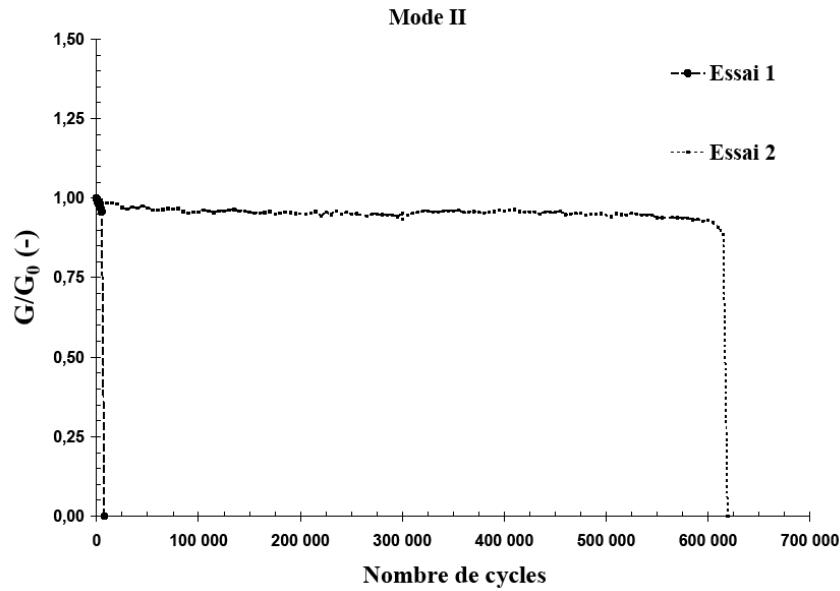


Figure X.21 – Rapport G/G_0 vs nombre de cycles, essais Arcan-Mines en mode I (traction) et en fatigue sur du carbone/PPS consolidé à sept plis tissés à 0° avec Essai 1 soit $\tau_{\max} = 95\% S^{\text{Statique}}$ et Essai 2 soit $\tau_{\max} = 90\% S^{\text{Statique}}$

Mode de sollicitation	Contrainte maximale appliquée (MPa)	Pourcentage par rapport à la contrainte correspondant au point de non-linéarité moyenne en statique (%)	Nombre de cycles à rupture (-)	Rigidité/Rigidité ₀ minimal (-)	Abattement (%)	Nombre de cycles lors de la mesure (-)
I	13,187	89,603	836	0,878	12,151	500
	11,702	79,512	2 080	0,378	62,124	2 000
II	25,321	98,218	7 498	0,957	4,335	5 000
	23,453	91,043	619 316	0,886	11,445	615 000

Tableau X.6 – Bilan des résultats obtenus lors des essais Arcan-Mines sur du carbone/PPS consolidé à sept plis tissés à 0°

X.5 Conclusion

Une campagne d'essais de fatigue de type traction-traction (fréquence de 1Hz, rapport des extrema égal à 0,1) sur éprouvette droite de carbone/PPS consolidé a mené aux enseignements suivants :

- pour les quatre stratifications testées, en dessous d'un ratio égal à 0,6 de la contrainte maximale appliquée sur la contrainte d'amorçage du délaminage en statique, aucune observation optique in-situ du délaminage n'a été faite avant un million de cycles soit la limite jugée comme infinie ;
- le délaminage s'amorce pour des faibles nombres de cycles, inférieurs à 300 200cycles ;
- au regard du nombre de cycles nécessaire à l'observation du délaminage, l'empilement de sept plis à 0° découpé dans le sens trame est le plus résistant, a contrario de l'empilement 0°/+20/-20°/0°/-20°/+20°/0°.

Les observations optiques in-situ nous ont permis d'aboutir aux conclusions suivantes :

- la cinématique des mécanismes d'endommagement est, en premier, initiation puis propagation de la fissuration transverse qui est perpendiculaire au sens de sollicitation, ensuite amorçage puis multiplication du délaminage qui est parallèle au sens de sollicitation;
- même aux plus faibles contraintes maximales appliquées, dès les premiers cycles, la fissuration transverse apparaît dans chaque toron puis sa densité augmente mais reste cloisonner au sein des torons
- seulement au-delà de 0,6 fois la contrainte d'amorçage du délaminage en statique, nous observons du délaminage dû à la modification de l'état de contraintes locale par les cycles subis
- pour différentes contraintes maximales appliquées, les mécanismes d'endommagement sont identiques, néanmoins plus la contrainte maximale appliquée augmente, plus leur évolution est rapide;
- la contrainte maximale appliquée est donc le principal paramètre expérimental responsable de l'état d'endommagement de l'éprouvette ;
- les mécanismes d'endommagement en fatigue sont similaires à ceux observés lors des essais statiques en traction plane.

Pour les trois niveaux de chargement de chaque séquence d'empilement testée, les phases de mesure de la rigidité résiduelle nous ont conduites à identifier deux étapes plus ou moins marquées :

- une phase d'amorçage (phase I) entraînant une décroissance rapide du module élastique du comportement macroscopique dû à l'initiation et la propagation de la fissuration transverse;
- une phase de stabilisation (phase II), entre 80 000 et 130 000 cycles, car le module élastique reste constant à la dispersion de mesure près jusqu'à l'arrêt de l'essai, signifiant la probable saturation de la fissuration transverse.

Il est à noter que les abattements de rigidité dus aux chargements cycliques sont faibles. Le matériau étudié est donc peu sensible à la fatigue. Néanmoins au regard des plus fortes diminutions de rigidité mesurées en cours d'essai, l'empilement de sept plis à 0° découpé dans le sens trame est le plus résistant, a contrario de l'empilement de sept plis à 0° découpé dans le sens chaîne. A partir de ces résultats, nous proposons pour dimensionner en fatigue d'appliquer le critère d'amorçage du délaminage identifié en statique en tenant compte d'un abattement de 6,256% de la rigidité puis de s'assurer que la contrainte maximale soit inférieur à 0,6 fois la contrainte d'amorçage du délaminage en statique. Pour étendre notre critère en fatigue, nous avons également effectué des essais Arcan-Mines en fatigue sur du carbone/PPS consolidé.

Ces tests ont eu pour principaux résultats :

- pour les échantillons Arcan-Mines contrairement aux éprouvettes droites, l'amorçage du délaminage signifie la rupture quasi-instantanée de l'éprouvette ;
- au regard du nombre de cycles à rupture et l'abattement de rigidité avant rupture, la résistance d'interfaces en mode II est plus tenace que celle en mode I ;
- l'identification de fonctions affines reliant les paramètres de l'essai de fatigue (N , f , R , σ_{\max}) aux coefficients des résistances d'interfaces en modes I (traction) et II (cisaillement) du critère d'amorçage du délaminage ;
- les fonctions de dégradations des résistances d'interfaces des deux modes sont distinctes ;
- la fatigue dégrade les modules élastiques de traction et de cisaillement suivant l'épaisseur du carbone/PPS.

Pour dimensionner de façon précise en fatigue, il faudrait tenir compte ces abattements subis en fonction des conditions d'essais de fatigue (N , f , R , σ_{\max}) par ces modules élastiques qui composent la matrice orthotrope d'élasticité du matériau étudié. Il faudrait également associer aux essais de fatigue un moyen supplémentaire de contrôle non destructif tel que l'émission acoustique afin de détecter plus finement les seuils d'endommagements. De plus, pour tenir compte de la dispersion expérimentale et valider les affirmations précédentes, il faudrait aussi dupliquer les essais déjà réalisés et également compléter la base existante.

Références Bibliographiques

- [Bathias et Baïlon, 1997] Bathias, C. et Baïlon, J.-P. (1997). *La fatigue des matériaux et des structures*. Hermès-Lavoisier.
- [Dan-Jumbo *et al.*, 1989] Dan-Jumbo, E., Zhou, S.G., Sun, C.T. (1989). Load-frequency effect on fatigue life of IMP6/APC-2 thermoplastic composite laminates. *ASTM Special Technical Publication*, N° 1044, pp. 113-132.
- [Demers, 1998] Demers C.E. (1998). Tension-tension axial fatigue of E-glass fiber reinforced polymeric composites : tensile fatigue modulus. *Construction and Building Materials*, Vol. 12, N° 1, pp.51-58.
- [Ding *et al.*, 1995] Ding, Y.Q., Yan, Y., McIlhagger, R. Brown, D. (1995). Comparison of the fatigue behaviour of 2-D and 3-D woven fabric reinforced composites. *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 55, N° 3-4, pp. 171-177.
- [Duplessis Kergomard *et al.*, 2010] Duplessis Kergomard, Y., Renard, J., Thionnet, A., Landry, C. (2010). Intralaminar and interlaminar damage in quasi-unidirectional stratified composite structures: Experimental analysis. *Composites Science and Technology*, Vol. 70, N° 10, pp. 1504-1512.
- [Franco *et al.*, 2008] Franco, L.A.L., Graça, M.L.A., Silva, F.S. (2008). Fractography analysis et fatigue of thermoplastic composite laminates at different environmental conditions. *Materials Science and Engineering A*, Vol. 488, N° 1-2, pp. 505–513.
- [Fujii *et al.*, 1993] Fujii, T., Amijima, S., Okubo, K. (1993). Microscopic fatigue processes in a plain-weave glass-fibre composite. *Composites Science and Technology*, Vol. 49, N° 4, pp. 327-333.
- [Joannès *et al.*, 2010] Joannès, S., Renard, J., Gantchenko, V. (2010). The role of talc particles in a structural adhesive submitted to fatigue loadings. *International Journal of Fatigue*, Vol. 32, N° 1, pp. 66–71.
- [Kawai *et al.*, 2006] Kawai, M., Taniguchi, T. (2006). Off-axis fatigue behavior of plain weave carbon/epoxy fabric laminates at room and high temperatures and its mechanical modelling. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, Vol. 37, N° 2, pp. 243-256.
- [Lafarie-Frenot *et al.*, 2001] Lafarie-Frenot, M.C., Hénaff-Gardin, C., Gamby, D. (2001). Matrix cracking induced by cyclic ply stresses in composite laminates. *Composites Science and Technology*, Vol. 61, N° 15, pp. 2327-2336.
- [Loverich *et al.*, 2000] Loverich, J.S., Russell, B.E., Case, S.W., Reifsnider, K.L. (2000). Life prediction of pps composites subjected to cyclic loading at elevated temperatures. *Time Dependent and Nonlinear Effects in Polymers and Composites. ASTM Special Technical Publication*, N° 1357, pp. 310-317.
- [Highsmith *et al.*, 1982] Highsmith, A.L., Reifsnider, K.L. (1982). Stiffness-reduction mechanisms in composite laminates. *ASTM Special Technical Publication*, N° 775, pp. 103-117.
- [Huang *et al.*, 2000] Huang, X., Gillespie, J.W., Eduljee, R.F., Shen, Z. (2000). Matrix cracking behavior of K3B/IM7 composite laminates sujet to static et fatigue loading. *Composite Structures*, Vol. 49, N° 4, pp. 435-441.

X. Caractérisation expérimentale de la tenue en fatigue

[Nimdum, 2009] Nimdum, P. (2009). Dimensionnement en fatigue des structures ferroviaires en composites épais. Manuscrit de thèse de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.

[Pandita *et al.*, 2001] Petita, S.D., Huysmans, G., Wevers, M., Verpoest, I. (2001). Tensile fatigue behaviour of glass plain-weave fabric composites in on-and off-axis directions. Composites Part A : Applied Science and Manufacturing, Vol. 32, N° 10, pp. 1533-1539.

[Rabbe *et al.*, 2006] Rabbe, P., Lieurade, H.-P., Galtier, A. (2000). Essais de fatigue-Partie I. Techniques de l'Ingénieur, N° M4170.

[Renard, 2010] Renard, J. (2010). Fatigue des matériaux composites renforcés de fibres continues. Techniques de l'Ingénieur, N° AM5410.

[Revest *et al.*, 2009] Revest, N., Thionnet, A., Renard, J., Boulay, L., Castaing, P. (2009). Endommagement par fissuration intralaminaire dans les structures épaisses en matériaux composites, Revue des composites et des matériaux avancés, Vol. 18, N° 3, pp. 355-373.

[Roudet *et al.*, 2002] Roudet, F., Desplanques, Y., Degallaix, S. (2002). Fatigue of glass/epoxy composite in three-point-bending with predominant shearing. International Journal of Fatigue, Vol. 24, N° 2-4, pp. 327-337.

[Shan *et al.*, 2002] Shan, Y., Liao, K. (2002). Environmental fatigue behavior and life prediction of unidirectional glass–carbon/epoxy hybrid composites. International Journal of Fatigue, Vol. 24, N° 8, pp. 847-859.

[Schulte, 1993] Schulte, K. (1993). Damage monitoring in polymer matrix structures. Journal de Physique IV, Colloque C7, supplément au Journal de Physique III, Vol. 3, pp. 1629-1636.

[Tsai *et al.*, 2000] Tsai, K.-H., Chiu, C., Wu, T.-H. (2000). Fatigue behavior of 3D multi-layer angle interlock woven composite plates. Composites Science and Technology, Vol. 60, N° 2, pp. 241-248.

[Van Paepegem *et al.*, 2002] Van Paepegem, W., Degrieck, J. (2002). A new coupled approach of residual stiffness and strength for fatigue of fibre-reinforced composites. International Journal of Fatigue, Vol. 24, N° 7, pp. 747-762.

[Yoshioka *et al.*, 2002] Yoshioka, K., Seferis, J.C. (2002). Modeling of tensile fatigue damage in resin transfer molded woven carbon fabric composites. Composites Part A Applied Science and Manufacturing, Vol. 33, N° 11, pp. 1593-1601.

Chapitre XI

Caractérisation expérimentale de l'influence de différentes conditions de vieillissement

Dans ce chapitre, nous présentons comment nous avons procédé pour établir quel environnement était le plus nocif pour le carbone/PPS consolidé. A cet effet, le matériau étudié a subi quatre conditions différentes de vieillissement, à savoir une immersion à température ambiante de 1 000 heures dans du méthyl éthyl cétone (MEC) notée VC1, une post-cuisson de 1 000 heures dans une étuve à 200°C notée VT1, une immersion dans de l'eau distillée à 70°C jusqu'à saturation notée VHI1 et enfin une exposition en humidité relative à un taux de 85% à 70°C jusqu'à saturation notée VHR1. Suite à ces vieillissements, des essais mécaniques et physico-chimiques ont été réalisés.

Sommaire

XI.1 Contexte.....	178
XI.2 Evolution la masse au cours des différentes conditions de vieillissement	178
XI.2.1 Immersion dans du méthyl éthyl cétone à température ambiante (VC1).....	179
XI.2.2 Post-cuisson à 200°C (VT1)	180
XI.2.2 Immersion dans de l'eau distillée à 70°C (VHI1).....	180
XI.2.3 Exposition à une humidité relative de 85% à 70°C (VHR1)	183
XI.3 Observations en microscopie optique suite aux différentes conditions de vieillissement.....	185
XI.4 Essais de calorimétrie différentielle à balayage modulé	187
XI.4.1 Principe de fonctionnement	187
XI.4.2 Taux de cristallinité	187
XI.4.3 Température de transition vitreuse.....	188
XI.4.4 Procédure expérimentale.....	189
XI.4.5 Résultats expérimentaux	189
XI.5 Essais de traction	191
XI.5.1 Procédure expérimentale.....	191
XI.5.2 Résultats expérimentaux	192
XI.6 Essais de flexion trois points à appuis rapprochés	194
XI.6.1 Protocole expérimental	194
XI.6.2 Résultats expérimentaux	195

XI.7 Essais de pendule de torsion	197
XI.7.1 Principe de fonctionnement	197
XI.7.2 Application à la mesure de la température de transition vitreuse	198
XI.7.3 Dépouillement de l'essai.....	198
XI.7.4 Protocole expérimental	200
XI.7.5 Résultats expérimentaux	201
XI.8 Conclusion	203

XI.1 Contexte

D'un point de vue du dimensionnement, il est très important de prendre en compte l'environnement dans lequel évoluera la pièce ou la structure. En effet, l'environnement est bien souvent un facteur de dégradation de grandeurs physico-chimiques et mécaniques. Par exemple, les travaux de [Lou *et al.*, 1988] ont démontré que des expositions hygrothermiques de matériaux composites en verre/PPS conduisent à diminuer leurs résistances face à diverses sollicitations (traction, compression, flexion, à l'impact et en fatigue). Dans le cadre de pièces montées sur nacelle, la liste des conditions de vieillissement est conséquente : humidité en température, solvants, huile, produits de nettoyage, kérésène, cycles thermiques, UV. Nous en avons identifié quatre susceptibles d'être particulièrement nocive pour le carbone/PPS étudié, à savoir :

- une immersion à température ambiante de 1 000 heures dans du méthyl éthyl cétone (MEC) notée VC1,
- une post-cuisson de 1 000 heures dans une étuve à 200°C notée VT1,
- une immersion dans de l'eau distillée à 70°C jusqu'à saturation notée VHI1
- une exposition en humidité relative à un taux de 85% à 70°C jusqu'à saturation notée VHR1.

A la suite de ces différentes conditions de vieillissement, nous avons mené des essais mécaniques (traction, flexion trois points et physico-chimiques (mdsc, pendule de torsion) afin d'évaluer leurs impacts sur des données nécessaires aux dimensionnements et sur des données propres à la santé matière comme le taux de cristallinité et la température de transitions vitreuse. Le but étant d'établir laquelle de ces conditions de vieillissement serait la plus pénalisante.

XI.2 Evolution la masse au cours des différentes conditions de vieillissement

Au cours de chaque vieillissement, un suivi de l'évolution de la masse en fonction du temps a été mis en place. Dans cette intention, des pesées d'échantillons témoins sont effectuées à intervalles réguliers sur une balance électronique Mettler AT250 précise à 0,01mg pour une capacité maximale de 50g. Pour n'étudier que les variations de la masse, nous calculons la masse relative au moyen de la formule suivante :

$$M_t = 100 \times (m_t - m_0) / m_0 \quad (X1.1)$$

Avec M_t la masse relative à l'instant t (en %), m_0 la masse initiale de l'échantillon (en g) et m_t la masse de l'échantillon au bout d'une durée t (en heures) de vieillissement.

Les éprouvettes nécessaires aux pesées, aux essais mécaniques (traction, flexion trois points à appuis rapproché) et physico-chimiques (mdsc, pendule de torsion) sont stockées de façon appropriée pour chaque condition de vieillissement (voir figure X I.1) :

- utilisation d'un bain-marie pour les immersions à température ambiante dans le méthyl éthyl cétone (VC1) et à 70°C dans de l'eau distillée (VHI1) ;
- emploi d'une étuve pour la post-cuisson à 200°C (VT1) ;
- usage d'une enceinte climatique pour l'exposition en humidité relative de 85% à 70°C (VHR1).

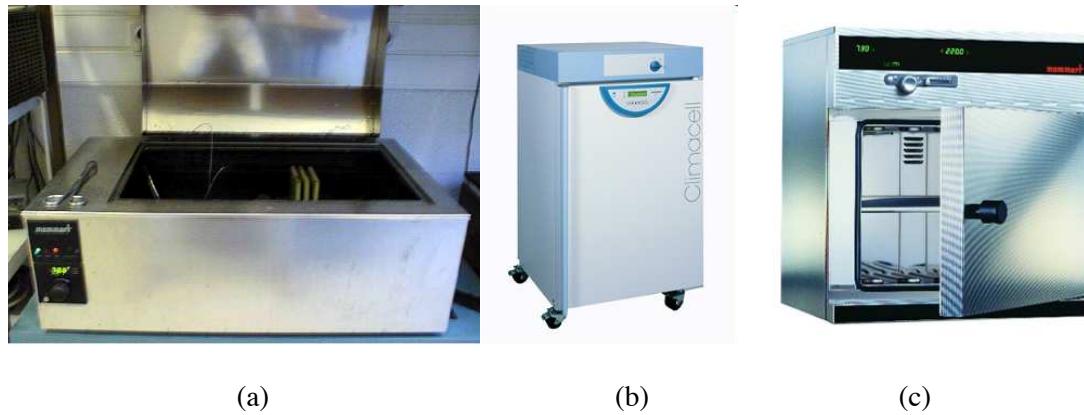


Figure XI.1 – (a) Bain-Marie, (b) étuve et (c) enceinte climatique utilisés pour les différentes conditions de vieillissement

XI.2.1 Immersion dans du méthyl éthyl cétone à température ambiante (VC1)

Lors de l'immersion dans du méthyl éthyl cétone à température ambiante, nous observons que la masse relative de notre échantillon ne cesse de croître (voir figure XI.2). Ici, c'est la moyenne de trois échantillons qui est représentée. Le solvant chimique est donc absorbé par le carbone/PPS consolidé. Ainsi au bout de 1 000 heures, la masse a augmenté de 0,753%. Ce résultat est cohérent par rapport aux travaux de [Ma *et al.*, 1992a]. D'après leurs recherches, la saturation de la masse de méthyl éthyl cétone absorbée se produit vers les 5 100 heures avec un gain de masse maximum de 2,57%. Ceci explique le faible gain de masse mesuré. En tout cas, la dispersion expérimentale est correcte.

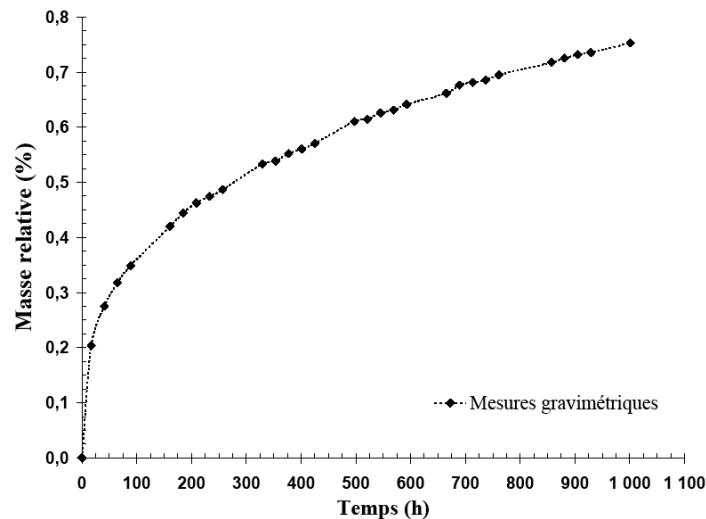


Figure XI.2 – Masse relative vs temps, courbe d'absorption de méthyl éthyl cétone à température ambiante lors de l'immersion du carbone/PPS consolidé

XI.2.2 Post-cuisson à 200°C (VT1)

Lors du maintien à 200°C, nous observons que la masse relative ne cesse de décroître et ceci en moyenne pour trois échantillons (voir figure XI.2). Le carbone/PPS consolidé se dégrade par oxydation au cours du vieillissement. Ce phénomène reste infime : la perte de masse n'étant que de 0,132% au bout de 1 000 heures. Il est aussi de courte durée car l'évolution de la masse tend à se stabiliser dès 200 heures d'exposition. La dispersion expérimentale est ici un peu plus prononcée à cause des faibles variations de masse à mesurer (de l'ordre de quelques centaines de milligrammes).

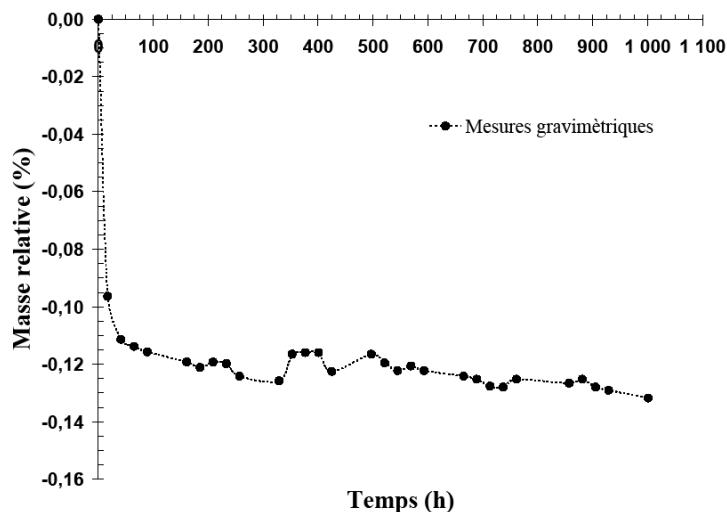


Figure XI.2 – Masse relative vs temps, courbe de perte de masse par oxydation du carbone/PPS consolidé lors du maintien à 200°C pendant 1 000 heures

XI.2.2 Immersion dans de l'eau distillée à 70°C (VHI1)

Lors de l'immersion dans de l'eau distillée à 70°C, nous constatons que la masse de l'échantillon augmente constamment jusqu'à atteindre un palier et ceci en moyenne pour trois éprouvettes (voir figure XI.4). En effet, entre 4 766 heures et 5 270 heures, la masse relative reste constante et égale à environ à 0,42%. Le matériau est donc saturé en eau. Ce résultat est conforme à ceux présentés dans les travaux de [Ma *et al.*, 1992b]. Nous observons peu de dispersion expérimentale. De plus, l'allure de la courbe, linéaire jusqu'à une masse relative de 0,4% puis s'incurvant au moment de la saturation quand le matériau arrive à sa position d'équilibre par rapport à son environnement, correspond au modèle donné par les lois de Fick. Notre échantillon est une plaque rectangulaire de taille 100mm*100mm. Le ratio entre l'épaisseur et la largeur de la plaque étant inférieur à 5/100, nous pouvons supposer la diffusion de l'eau au sein du carbone/PPS consolidé comme unidirectionnelle suivant l'épaisseur d'après [Bonniau, 1983]. La résolution mathématique des lois de Fick, dans le cadre d'une plaque mince (d'épaisseur 2h) au sein de laquelle un solvant se diffuse au cours du temps suivant l'épaisseur, est proposée par J. Crank [Crank, 1983] via l'équation suivante :

$$M_t = M_s \times \left(1 - 8/\pi^2 \sum_{n=0}^{\infty} 1/(2n+1)^2 \times \exp(-\pi^2 D t (2n+1)^2 / h^2) \right) \quad (\text{XI.2})$$

Où M_s est la masse relative à saturation (en %) et D est le coefficient de diffusion (en mm^2/h). Ce sont les deux uniques paramètres de ce modèle de diffusion fickienne. Le résultat est la masse relative absorbée, notée, M_t à un instant t donné.

XI. Caractérisation expérimentale de l'influence de différentes conditions de vieillissement

La prédiction faite par cette équation est donc directement comparable au résultat obtenu par mesure gravimétrique. Pour simplifier l'expression précédente, il faut considérer les aspects temps courts et temps longs :

- lorsque $M_t/M_s < 0,5$ (temps courts), alors l'intégration directe de la première loi de Fick [Durier, 2008] équivaut à :

$$M_t = M_s \left(\frac{4}{h} \times \sqrt{Dt/\pi} \right) \quad (\text{XI.3})$$

- lorsque $M_t/M_s > 0,5$ (temps longs), alors si on ne s'intéresse qu'au premier terme de la série (soit $n=0$), l'équation (XI.2) s'écrit :

$$M_t = M_s \left(1 - \frac{8}{\pi^2} \times \exp(-\pi^2 Dt/h^2) \right) \quad (\text{XI.4})$$

L'expression (XI.3) permet d'évaluer facilement le coefficient de diffusion D . En effet, à partir des résultats expérimentaux, il suffit simplement de déterminer la pente de la courbe de la masse relative absorbée M_t en fonction de la racine carré du temps. Cependant, les données obtenues par pesées sur des temps courts présentent bien souvent un indice de corrélation d'une régression linéaire peu élevé. Le calcul de la pente, qui en résulte, est donc approximatif. Ainsi nous proposons une méthode qui tiendra compte de l'ensemble des points de mesure gravimétriques. Elle consiste à venir ajuster une fonction continue de type exponentielle par la méthode des moindres carrés au moyen du logiciel Origin (voir figure XI.5). Par cette approche, les deux paramètres de la diffusion fickienne, à savoir la masse relative à saturation M_s et le coefficient de diffusion D , sont simultanément déterminés. La fonction choisie est aussi une résolution approchée des lois de Fick et a pour équation d'après [Shen *et al.*, 1976] :

$$M_t = M_s \left(1 - \exp(-7,3 \times (Dt/s^2)^{0,75}) \right) \quad (\text{XI.5})$$

Où s est l'épaisseur du matériau car il est exposé sur toutes ces faces au même environnement.

Cette approximation a été couramment utilisée pour décrire les phénomènes de vieillissement d'autres matériaux composites tels que du verre/époxy dans les travaux de [Dewimille *et al.*, 1982] et [Mercier, 2006]. D'après la figure XI.5, nous constatons que la fonction exponentielle, définie par la relation (XI.5), modélise de manière très satisfaisante l'absorption d'eau distillée lors d'une immersion à 70°C par le carbone/PPS consolidé. En effet, l'erreur relative entre le modèle et la dernière pesée n'est que d'environ 2%. Ainsi nous avons démontré qu'un modèle de Fick 1D permet de simuler convenablement la cinétique expérimentale. On peut à présent prédire, pour n'importe quel temps d'immersion dans l'eau distillée à 70°C, le gain de masse d'une pièce ou d'une éprouvette de carbone/PPS consolidé. Les paramètres identifiés sont résumés dans le tableau XI.1.

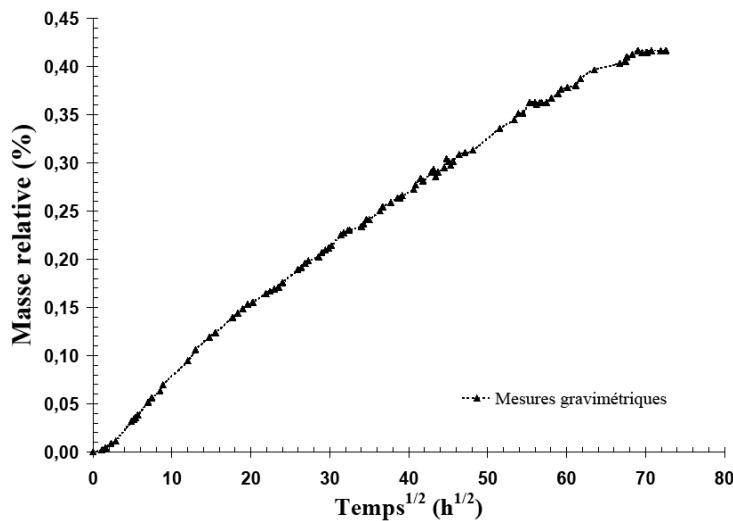


Figure XI.5 – Masse relative vs racine carré du temps, courbe d'absorption de l'eau distillée à 70°C lors de l'immersion du carbone/PPS consolidé jusqu'à saturation

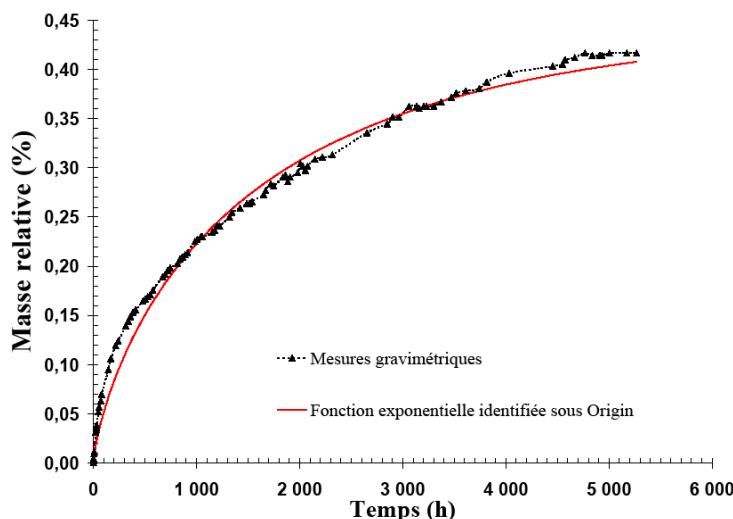


Figure XI.5 – Masse relative vs temps, comparaison entre la courbe expérimentale et celle de la fonction exponentielle (XI.5) identifiée sous Origin lors de l'immersion dans de l'eau distillée à 70°C du carbone/PPS consolidé (*pesées en trait pointillé avec marques, modèle en trait plein sans marque*)

Temps à saturation (h)	M_s (%)	D (mm^2/h)	s (mm)
4 766	0,449	$2,100 \times 10^{-4}$	2,219

Tableau XI.1 – Valeurs des paramètres identifiés du modèle de diffusion fickienne lors de l'immersion de carbone/PPS consolidé dans de l'eau distillée à 70°C

XI.2.3 Exposition à une humidité relative de 85% à 70°C (VHR1)

Lors du maintien dans d'enceinte climatique à une humidité relative de 85% à 70°C, nous constatons que la masse de l'échantillon augmente constamment jusqu'à atteindre un palier et ceci en moyenne pour trois éprouvettes (voir figure XI.6). En effet, entre 897 heures et 2 762 heures, la masse relative reste constante aux variations de mesure près et égale à environ à 0,07%. Le matériau est donc saturé en eau. Ce résultat est conforme à ceux présentés dans les travaux de [Ma *et al.*, 1992b] et celui émanant du CNRT Matériaux de l'ENSI CAEN. Nous observons une dispersion expérimentale conséquente car les variations de masse sont faibles de l'ordre de quelques dizaines de milligrammes. Cependant, l'allure de la courbe, linéaire jusqu'à 0,04% puis s'incurvant au moment de la saturation et enfin en palier, correspond là encore au modèle donné par les lois de Fick. De la manière que pour l'immersion, nous avons identifié les deux coefficients, à savoir la masse à saturation M_s et le coefficient de diffusion D , de la fonction exponentielle (XI.5) au moyen du logiciel Origin (voir figure XI.7). L'absorption d'eau distillée lors d'une exposition à une humidité relative de 85% à 70°C par le carbone/PPS consolidé est modélisée correctement. En effet, l'erreur relative entre le modèle et la dernière pesée n'est que d'environ 4%. Ainsi nous avons démontré qu'un modèle de Fick 1D permet de simuler convenablement la cinétique expérimentale. On peut donc également prédire, pour n'importe quel temps d'exposition à une humidité relative de 85% à 70°C, le gain de masse d'un échantillon de carbone/PPS consolidé. Les paramètres identifiés sont résumés dans le tableau XI.2. Comparativement à l'immersion, la cinétique est dix fois plus rapide mais la masse d'eau absorbée est cinq fois plus faible. Ce phénomène existe pour d'autres matériaux composites comme du verre/époxy [Mercier, 2006]. Dans le cas l'immersion, du fait du volume d'eau entourant l'échantillon, une pression s'exerce sur celui-ci. On parle alors de diffusion forcée. Ainsi le vieillissement en immersion est plus sévère qu'en atmosphère humide. D'ailleurs suite à cette exposition en atmosphère humide, les échantillons ont été placés en étuve à 70°C. Nous observons alors un retour à la masse initiale au bout de 164 heures (voir figure XI.8). Le phénomène d'absorption est donc réversible. Afin de nous assurer que la cinétique de désorption était identique à celle d'absorption, nous avons modifiée l'équation (XI.5) :

$$M_t = M_s - M_s \left(1 - \exp \left(-7,3 \times (Dt / s^2)^{0,75} \right) \right) \quad (\text{XI.6})$$

D'après la figure XI.8, les paramètres identifiés lors de l'absorption permettent de représenter fidèlement la désorption : le retour à la masse initiale étant prédit pour le même temps de séchage. Afin d'anticiper une possible dégradation significative du carbone/PPS consolidé, il faudrait étudier la cinétique de réabsorption après séchage. D'autre part, notre modèle d'absorption n'est valable que pour un taux d'humidité de 85% et une température de 70°C. Pour l'étendre sur une plage de température, on peut se baser sur l'équation de Van't Hoff liant la concentration à saturation d'une substance chimique au changement enthalpique associé à la réaction de dissolution [Wang *et al.*, 2011] ou encore sur la loi d'Arrhénius qui, par une fonction logarithmique, corrèle la vitesse d'une réaction chimique à la température [Mercier, 2006]. Par contre, en injectant ce modèle simple et robuste (XI.5) dans un code éléments finis, on pourra estimer de façon précise la masse réelle d'une pièce à n'importe quel stade de vieillissement hygrothermique.

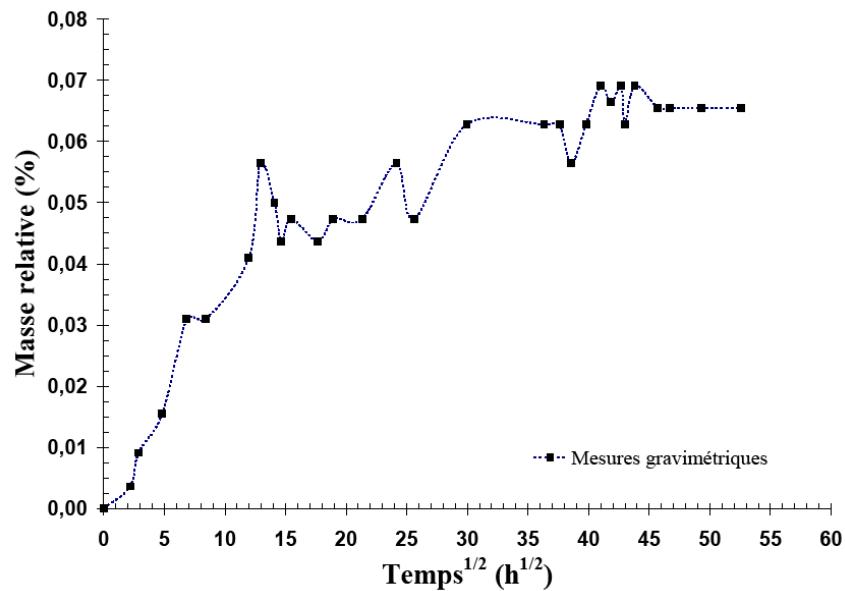


Figure XI.6 – Masse relative vs racine carré du temps, courbe d'absorption en humidité relative de 85% à 70°C du carbone/PPS consolidé jusqu'à saturation

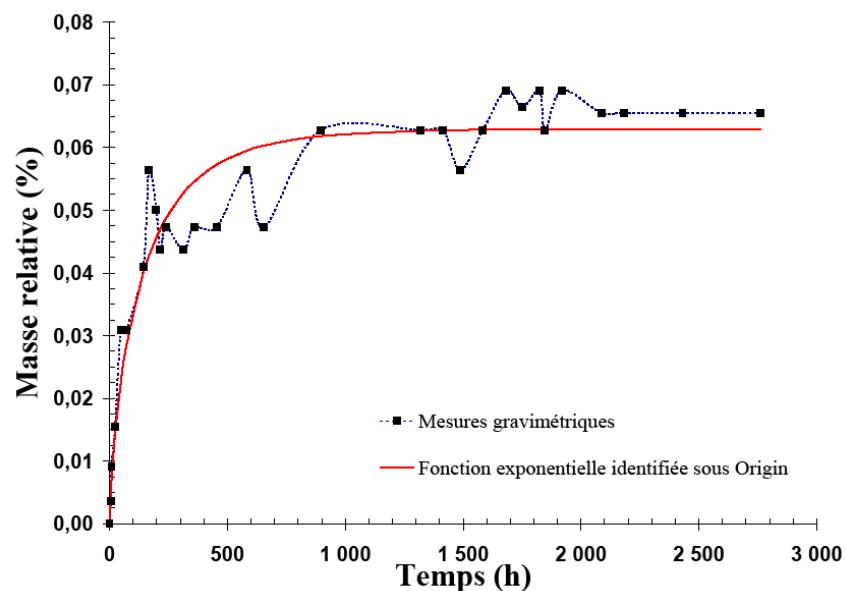


Figure XI.7 – Masse relative vs temps, comparaison entre la courbe expérimentale et celle de la fonction exponentielle (XI.5) identifiée sous Origin lors de l'exposition à une humidité relative de 85% à 70°C du carbone/PPS consolidé (*pesées en trait pointillé avec marques, modèle en trait plein sans marque*)

Temps à saturation (h)	M_s (%)	D (mm^2/h)	s (mm)
897	0,06298	$2,460e^{-03}$	2,219

Tableau XI.2 – Valeurs des paramètres identifiés du modèle de diffusion fickienne lors de l'immersion de carbone/PPS consolidé dans de l'eau distillée à 70°C

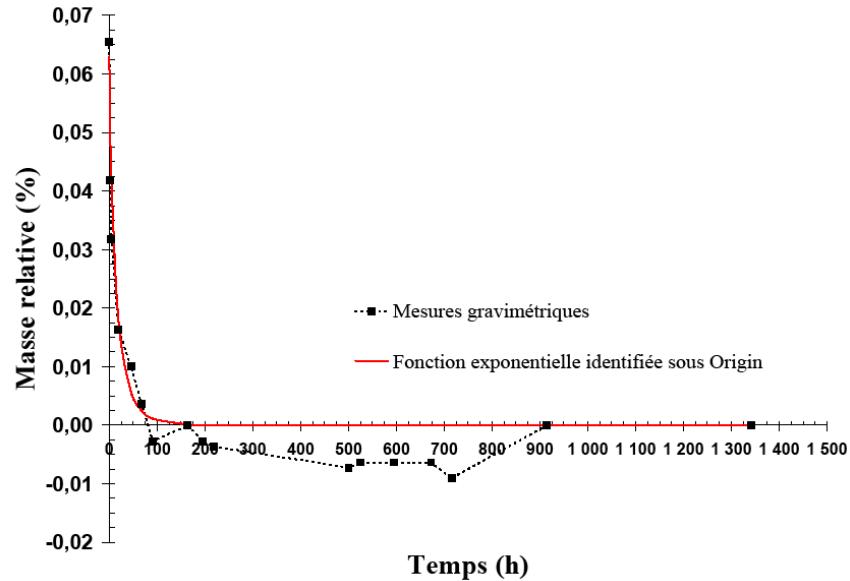


Figure XI.8 – Masse relative vs temps, comparaison entre la courbe expérimentale et celle de la fonction exponentielle (XI.6) identifiée sous Origin lors du maintien à 70°C du carbone/PPS consolidé (pesées en trait pointillé avec marques, modèle en trait plein sans marque)

XI.3 Observations en microscopie optique suite aux différentes conditions de vieillissement

Afin d'évaluer la qualité de l'interface fibres/matrice suite aux différentes conditions de vieillissement, nous avons enrobé dans une résine époxyde des échantillons vieillis et de référence que nous avons ensuite polis mécaniquement jusqu'à obtenir un état plan-miroir. Nous avons ensuite observé dans l'épaisseur sous microscope optique l'interface fibre/matrice. Nous obtenons les clichés présentés sur les figures XI.9 et XI.10. Nous en concluons qu'aux grossissements choisis pour les observations, aucunes conditions de vieillissement chimique n'ont pas dégradé l'interface fibres/matrice par rapport à l'état sec, c'est-à-dire ni des décohésions fibre/matrice ni des gonflements autour de la fibre n'ont été observés. Ces observations pourraient être parachevées par des observations à plus forts grossissements sous microscopie électronique à balayage.

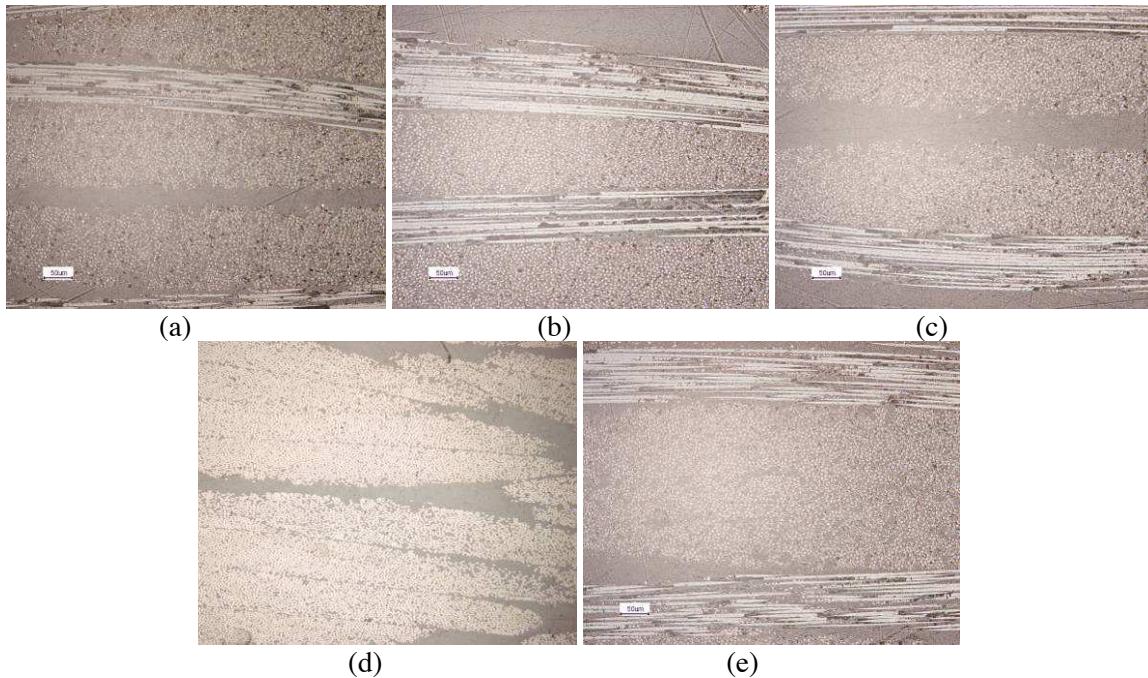


Figure XI.9 – Observations par microscopie optique à un grossissement fois 10 avant et après vieillissements de carbone/PPS consolidé : (a) Avant vieillissement, (b) VC1, (c) VT1, (d) VHI1 et (e) VHR1

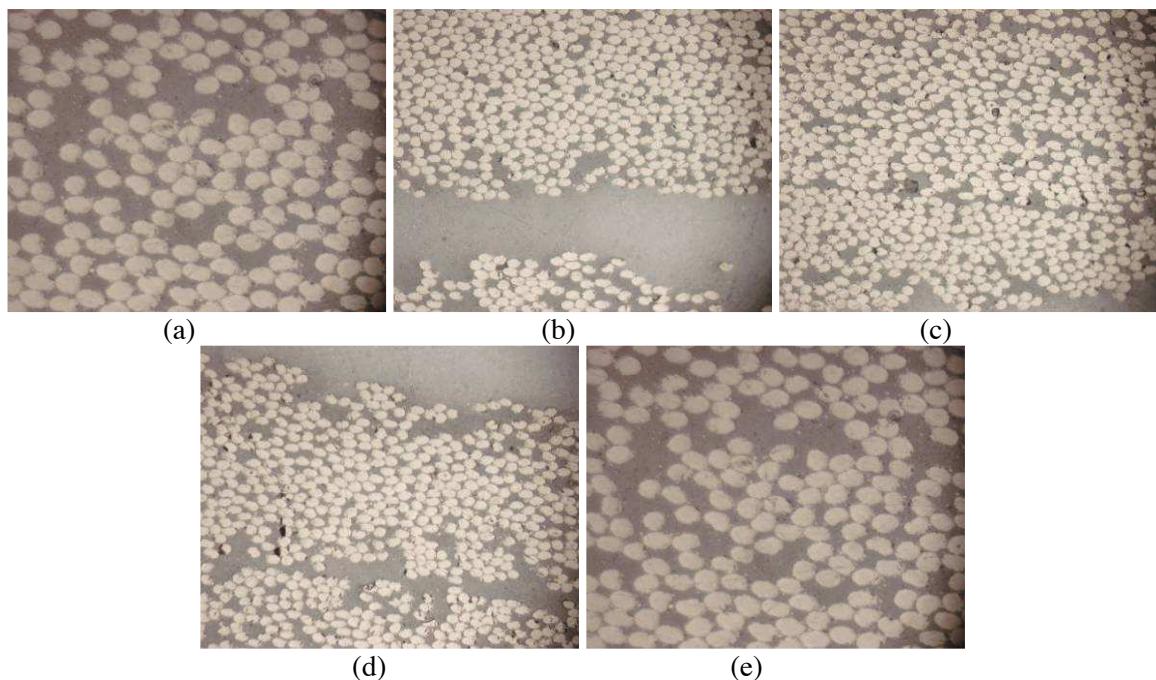


Figure XI.10 – Observations par microscopie optique à un grossissement fois 50 avant et après vieillissements de carbone/PPS consolidé : (a) Avant vieillissement, (b) VC1, (c) VT1, (d) VHI1 et (e) VHR1

XI.4 Essais de calorimétrie différentielle à balayage modulé

XI.4.1 Principe de fonctionnement

L'échantillon de quelques milligrammes serti dans une capsule d'aluminium est placé sur une cellule de mesure en platine, elle-même chauffée par un bloc chauffant. On place également une capsule de référence sur une autre cellule de mesure. Ainsi la température est contrôlée dans chacune des cellules de mesure de manière à celle qu'elle suive une rampe constante. Lors des changements d'état de l'échantillon, le bloc chauffant devra délivrer un flux de chaleur différent pour maintenir la température à la valeur de consigne. Cette différence entre les flux de chaleur dans les deux cellules est, théoriquement, liée aux caractéristiques thermiques que l'on souhaite mettre en évidence (voir figure XI.11).

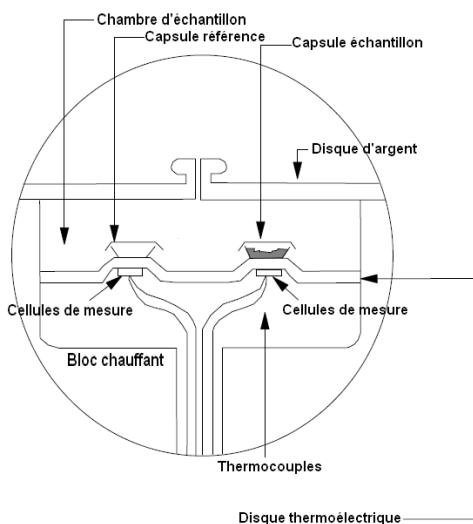


Figure XI.11 – Schéma de la cellule de mesure de la calorimétrie différentielle à balayage modulé

XI.4.2 Taux de cristallinité

La résine du matériau composite étudié est un polymère semi-cristallin. La proportion entre la phase organisée dite cristalline et celle sans ordre établi dite amorphe est définie par le taux de cristallinité noté X_c (en %). Or les propriétés mécaniques seront tributaires du taux de cristallinité. Il est donc primordial de le connaître et d'être capable d'évaluer son évolution suite aux différentes conditions de vieillissement. Il existe de nombreuses techniques permettant de mesurer le taux de cristallinité telles que la diffractométrie de rayons X [Small, 1986] et [Hay *et al.*, 2001], la mesure des enthalpies de fusion [Ferrara *et al.*, 1994] et [Lee *et al.*, 1995], la densimétrie, la résonance magnétique nucléaire à large bande et la spectroscopie infrarouge. Nous nous intéresserons qu'à la deuxième. Or la calorimétrie différentielle à balayage modulé (mdsc) mesure le flux de chaleur nécessaire pour que la température de l'échantillon par rapport à un matériau de référence (ici l'aluminium) augmente à une vitesse imposée et modulé [Grenet et Legendre, 2010]. Ce flux de chaleur est directement proportionnel à la capacité calorifique du matériau à une température donnée par l'équation du flux de chaleur :

$$dH / dt = Cp \times dT / dt + f(T, t) \quad (\text{XI.8})$$

XI. Caractérisation expérimentale de l'influence de différentes conditions de vieillissement

Avec dH/dt le flux de chaleur total mesuré par le calorimètre, Cp la capacité calorifique de l'échantillon, dT/dt la vitesse de chauffe et $f(T,t)$ la réponse cinétique.

Par intégration du signal mesuré soit le calcul de l'aire sous la courbe du flux chaleur en fonction de la température, on obtient l'enthalpie. Les transformations thermodynamiques de premier ordre comme la fusion vont se traduire par un pic. Dans le cas de la fusion, le pic est endothermique : en passant de l'état solide à liquide, la résine absorbe de la chaleur. Le rapport entre l'aire sous le pic de fusion de la résine étudiée et celle de sa référence correspondant au cas où la résine est 100% cristalline équivaut au calcul du taux de cristallinité. Dans le cas d'un matériau composite, il faut tenir compte de la fraction massique de fibres. En effet, les fibres de carbone sont inertes à la température où se produit la fusion de la résine (environ $T_f = 280^\circ\text{C}$). Ainsi le taux de cristallinité X_c est déterminé par l'équation suivante :

$$X_c = 100 \times \Delta H_{\text{mesuré}} / (M_r \times \Delta H_{100\% \text{cristallin}}) \quad (\text{XI.9})$$

Où $\Delta H_{\text{mesuré}}$ est l'aire mesurée par mdsc sous le pic de fusion correspondant à l'enthalpie de la réaction. M_r est le taux massique de résine supposé constant et égal à celui garanti par le fournisseur (à savoir 43%). $\Delta H_{100\% \text{cristallin}}$ est l'enthalpie de la fusion de la résine 100% cristalline. Sa valeur est à rechercher dans la littérature. Pour le polysulfure de phénylène (PPS), d'après [Spruiell *et al.*, 2004], $\Delta H_{100\% \text{cristallin}}$ est égale à 150,4 J/g.

XI.4.3 Température de transition vitreuse

L'autre caractéristique physico-chimique très importante d'un polymère est sa température de transition vitreuse notée T_g . Elle correspond au passage d'un état rigide équivalent à celui du verre (état dit vitreux) à un état souple équivalent au caoutchouc (état dit caoutchoutique). En dessous de celle-ci, les conformations moléculaires sont figées. Au dessus de la température de transition vitreuse, des portions de la chaîne du polymère peuvent se mouvoir créant un désenchevêtrement. Du point de vue thermodynamique, la température de transition vitreuse se traduit par une marche sur la courbe du flux de chaleur en fonction de la température due à un changement brusque de la capacité calorifique. C'est une transformation thermodynamique du second ordre. Cependant ce changement d'état se produit sur une plage de températures. La température de transition vitreuse est donc déterminée par la méthode des tangentes (voir figure XI.12). Plus le taux de cristallinité est élevé, plus la température de transition vitreuse est difficile à déceler (voir figure XI.12). En effet, ce changement d'état ne concerne que la partie amorphe du polymère.



Figure XI.12– Mesures de température de transition vitreuse par essais de mdsc pour deux types de résine PEEK pur (en vert : taux de cristallinité de 12% ; en bleu : taux de cristallinité de 30%)

XI.4.4 Procédure expérimentale

A partir d'un seul essai de calorimétrie modulé différentielle à balayage, on pourra ainsi extraire la température de transition vitreuse, le taux de cristallinité et la température de fusion (voir figure XI.13). En effet, la calorimétrie différentielle à balayage modulé s'avère être très performante pour révéler des transitions cachés (présence d'eau, mélanges, effet de recristallisation, etc.) et détecter des températures de transition vitreuse peu marquées en augmentant les seuils de détection des changements de capacité calorifique [Marcellan, 2003]. Les échantillons cylindriques de diamètre 5mm sont obtenus par carottage sous eau. Pour chaque condition de vieillissement et aussi pour l'état sec, nous extrayons, aléatoirement et de façon espacée, trois carottes par plaques. Puis chaque carotte, au moyen d'une lame de cutter, est séparée le long de l'épaisseur en cinq ou six disques. Ces disques d'environ un ou deux plis d'épaisseur sont ensuite testés un par un afin d'établir une cartographie des propriétés physico-chimiques de la résine dans l'épaisseur. La procédure d'essais est une rampe de 10°C/min modulé à $\pm 1,59^\circ\text{C}$ toute les 60s de l'ambiant à 320°C sous air. Les essais sont réalisés sur un analyseur enthalpique différentiel et modulé 2920 de la société TA Instruments. Sa calibration a été vérifiée par un test à l'indium.

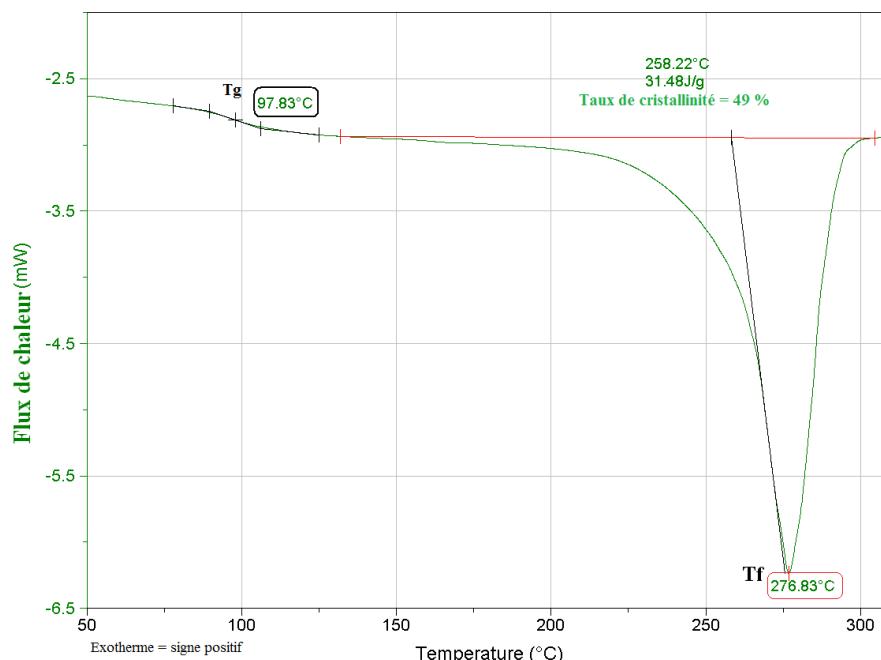


Figure XI.13– Flux de chaleur vs température, essais de mdsc avant vieillissement pour du carbone/PPS consolidé (*convention : exotherme positif*)

XI.4.5 Résultats expérimentaux

A partir de l'ensemble des résultats, nous avons établi, pour chaque condition de vieillissement, les ratios moyens T_g/T_{gAV} et X_c/X_{cAV} (voir figure XI.14). De cette comparaison entre état sain et vieilli, nous en déduisons les conclusions suivantes :

- le vieillissement chimique (VC1) diminue ces deux propriétés physico-chimiques ;
- le vieillissement thermique (VT1) améliore ces deux propriétés physico-chimiques ;
- les vieillissements hygrothermiques (VH11 et VHR1) diminuent le taux de cristallinité mais augmente la température de transition vitreuse.

XI. Caractérisation expérimentale de l'influence de différentes conditions de vieillissement

Pour les vieillissements hygrothermiques (VHI1 et VHR1), nous observons comme tendances :

- l'immersion dans l'eau distillée à 70°C (VHI1) abaisse de façon plus conséquente le taux de cristallinité que l'exposition en humidité relative de 85% à 70°C (VHR1) ;
- a contrario l'immersion dans l'eau distillée à 70°C (VHI1) augmente de façon plus conséquente la température de transition vitreuse que l'exposition vitreuse en humidité relative de 85% à 70°C (VHR1).

La troisième conclusion est contradictoire. En effet, plus le taux de cristallinité d'un polymère est faible, plus sa température de transition vitreuse est faible comme le démontre la figure XI.11. Des essais de viscoanalyseur, appareil sensible à l'effet mécanique de la température de transition vitreuse permettraient de lever cette ambiguïté. Pourtant le tableau XI.3 résumant les moyennes et écart-types obtenus suite aux essais de mdsc, démontre que les dispersions expérimentales pour les trois propriétés physico-chimiques sont raisonnables. Les méthodes de détermination associées à ces propriétés sont donc fiables et robustes. D'après la figure XI.15, les valeurs des deux propriétés physico-chimiques, hormis dans le cas du vieillissement chimique (VC1), se répartissent de façon homogène à travers l'épaisseur. Ceci signifie que dans les cas du vieillissement thermique (VT1) et des deux vieillissements hygrothermiques (VHI1 et VHR1), leurs dégradations, aux variations de mesure près, sont identiques en surfaces et à cœur. A contrario, on peut supposer, au regard de la répartition de la température de transition vitreuse le long de l'épaisseur, que les 1 000 heures d'immersion dans le méthyl éthyl cétone à température ambiante (VC1) ne sont pas suffisantes pour obtenir une diffusion totale du solvant des surfaces vers le cœur de l'échantillon. En tout cas au regard des abattements du taux de cristallinité et de la température de transition vitreuse, le vieillissement chimique (VC1) s'avère être le plus sévère des quatre conditions expérimentées. Par contre, s'il on souhaite augmenter ces deux propriétés alors une post-cuisson à 200°C de 1 000 heures est envisageable. En effet, ces résultats démontrent qu'au cours du vieillissement thermique, une recristallisation s'est effectuée à hauteur de 11%.

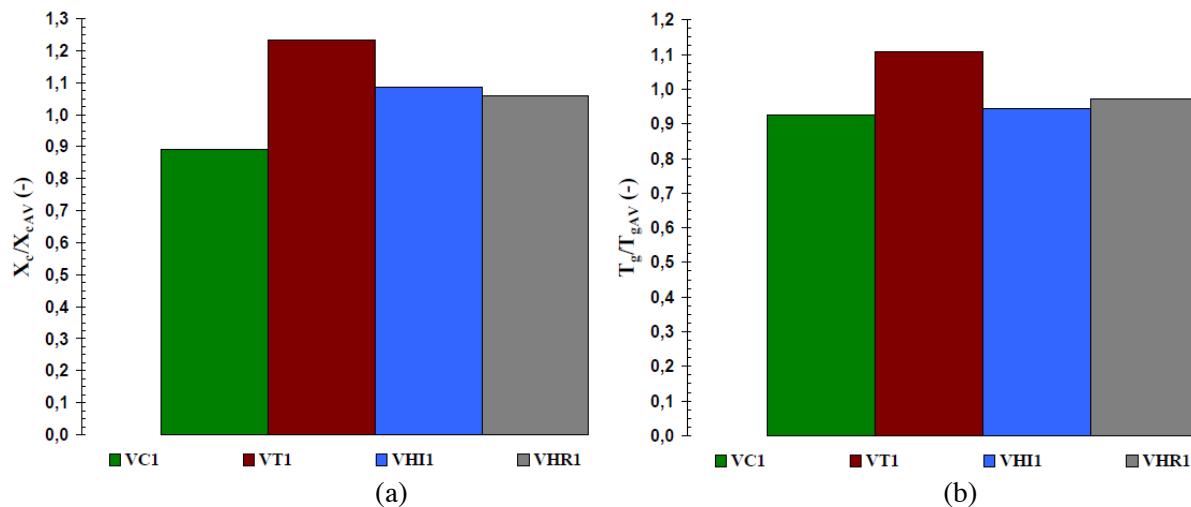


Figure XI.14– Résultats des essais de mdsc après vieillissements
(a): Ratio X_c/X_{cAV} , (b): Ratio T_g/T_{gAV}

Référence	X _c (%)	T _g (°C)	T _f (°C)	Ecart relatif de X _c par rapport à l'état sain (%)	Ecart relatif de T _g par rapport à l'état sain (%)	Ecart relatif de T _f par rapport à l'état sain (%)
Avant vieillissement	38,011±2,534	95,996±2,360	280,714±1,510	/	/	/
VC1	35,159±2,337	85,653±4,153	285,921±0,904	-7,502	-10,775	+1,855
VT1	42,155±2,480	118,360±3,677	289,763±2,395	+10,903	+23,297	+3,224
VHI1	35,883±1,829	104,398±2,895	284,902±1,976	-5,598	+8,752	+1,492
VHR1	36,882±2,328	101,633±1,851	280,597±1,366	-2,969	+5,872	-0,042

Tableau XI.3 – Bilan des taux de cristallinité X_c, des températures de transition vitreuse T_g et des températures de fusion T_f avant et après vieillissements obtenus par mdsc pour du carbone/PPS consolidé

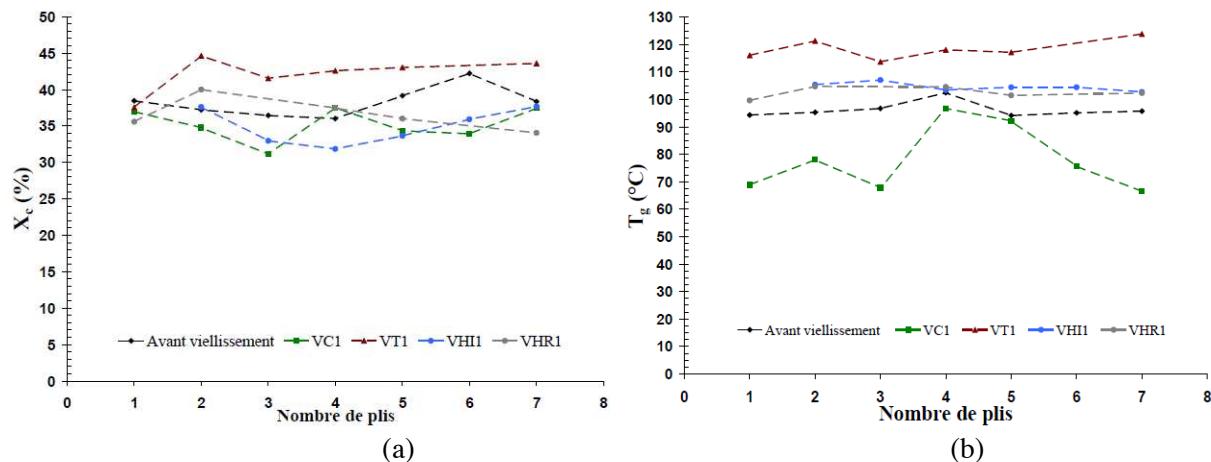


Figure XI.15 – Evolutions des propriétés physico-chimiques par plis obtenues par essais de mdsc avant et après vieillissements ; (a) : T_g, (b) : X_c

XI.5 Essais de traction

XI.5.1 Procédure expérimentale

Pour évaluer les possibles dégradations engendrées par les différentes conditions de vieillissement sur les propriétés mécaniques, nous avons réalisé des essais de traction uniaxiale. Pour chaque condition de vieillissement, trois éprouvettes ont été testées. Hormis dans le cas du vieillissement thermique, les talons verre/époxy sont collés avant vieillissement puis enveloppés par du ruban en téflon afin de les préserver de l'environnement. Les dimensions des éprouvettes et les moyens d'essais sont identiques à ceux utilisés dans le cadre de la caractérisation mécanique à l'état sec et à l'ambiant (voir paragraphe III.2.2). Les essais ont été effectués en contrôle de déplacement avec une vitesse de déformation égale à 10^{-4}s^{-1} . Le carbone/PPS utilisé pour cette campagne est constitué uniquement de plis à 0° mais provenant de deux fournisseurs différents : Tencate et Porcher. L'ensemble des éprouvettes sont découpés dans le sens chaîne. Le laps de temps entre l'essai de traction et la fin du vieillissement est inférieur à 24 heures. Les tests sont faits à température ambiante.

XI. Caractérisation expérimentale de l'influence de différentes conditions de vieillissement

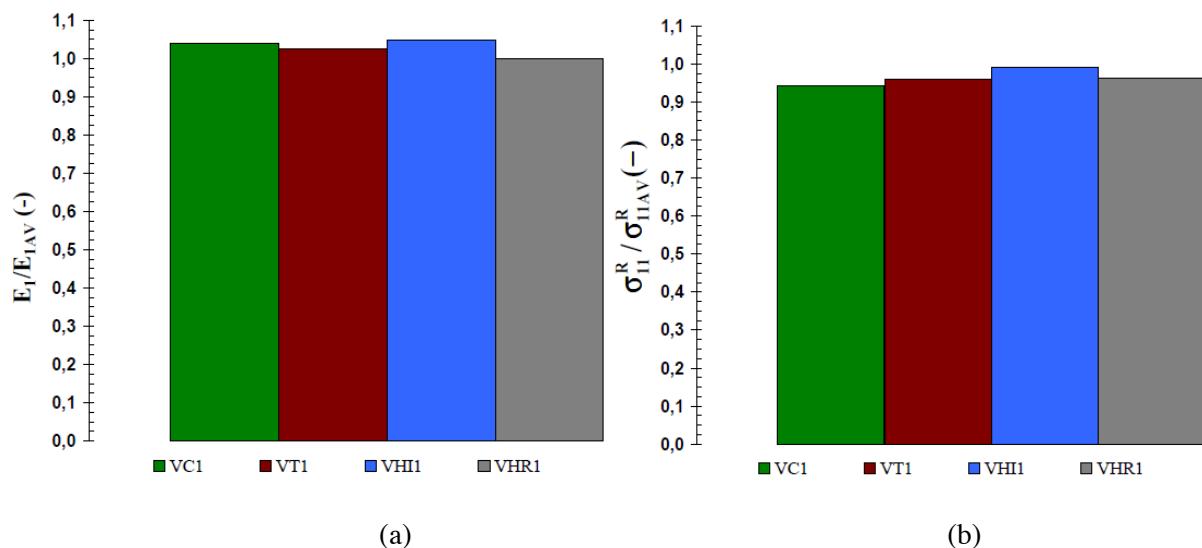
Compte tenu des faibles allongements longitudinaux (inférieurs à 0,5mm) enregistrés lors des essais par rapport à la basse de mesure initiale du capteur (égale à 25mm), l'hypothèse des petites perturbations est valide. Nous travaillons donc en contrainte et déformations nominales. Pour chaque essai, nous avons extrait trois propriétés mécaniques fondamentales à savoir le module élastique noté E_1 définie comme la pente passant par zéro de la courbe contrainte nominale – déformation nominale longitudinale, la contrainte à rupture notée σ_{11}^R et la déformation longitudinale à rupture notée ε_{11}^R .

XI.5.2 Résultats expérimentaux

De l'ensemble des résultats, nous avons établi, pour chaque condition de vieillissement, les ratios moyens E_1/E_{1AV} , $\sigma_{11}^R/\sigma_{11AV}^R$ et $\varepsilon_{11}^R/\varepsilon_{11AV}^R$ (voir figure XI.16). De cette comparaison entre état sain et vieilli, nous en déduisons les résultats suivants :

- le module élastique E_1 n'est diminué par aucune des conditions de vieillissement ;
- la diminution, la plus importante mais qui reste peu significative, des propriétés à rupture (σ_{11}^R et ε_{11}^R) est due au vieillissement chimique (VC1).

D'après les tableaux XI.4 et XI.5 résumant les moyennes et écart-types obtenus suite aux essais de traction, démontre que les dispersions expérimentales pour les trois propriétés mécaniques sont raisonnables. Les méthodes d'essais relatifs à ces propriétés sont donc appropriées. Au vue de la figure XI.17, les éprouvettes avant et après vieillissement ont toutes un comportement élastique linéaire-fragile avec rupture de l'éprouvette dans sa longueur utile. Dans ce sens de sollicitation, le comportement du carbone/PPS est modifié par aucune des quatre conditions de vieillissement. En effet, dans le sens chaîne, ce sont les torons de fibres de carbone qui reprennent principalement l'effort. Or le carbone n'est affecté par aucune des conditions de vieillissement testées. Il faudrait donc envisager de solliciter le matériau vieilli dans un sens où la résine joue un rôle mécanique plus prépondérant tel qu'à 45°. En tout cas pour le sens chaîne, le vieillissement chimique (VC1) s'avère être le plus sévère au regard des abattements de la contrainte à rupture et à la déformation à rupture obtenues par essais de traction dans le domaine quasi-statique.



XI. Caractérisation expérimentale de l'influence de différentes conditions de vieillissement

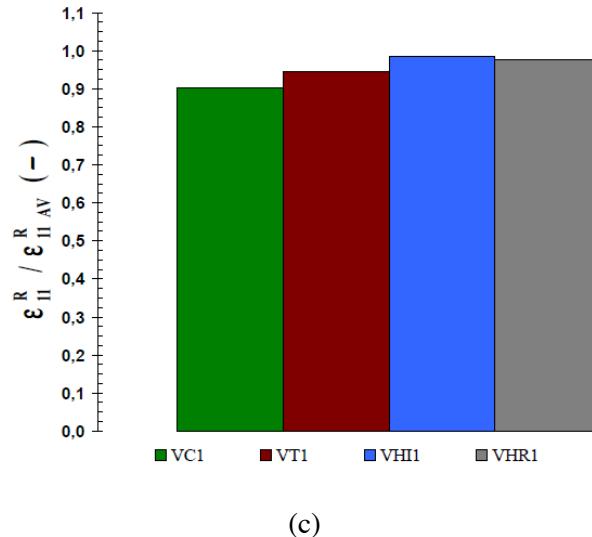


Figure XI.16 – Résultats des essais de traction uniaxiale après vieillissements

(a): Ratio E_1/E_{1AV} , (b): Ratio $\sigma_{11}^R/\sigma_{11AV}^R$ et (c) Ratio $\epsilon_{11}^R/\epsilon_{11AV}^R$

Propriétés	Avant vieillissement	VC1	VT1	VHI1
E_1 (GPa)	$55,559 \pm 1,348$	$57,766 \pm 1,353$	$56,962 \pm 47,398$	$58,308 \pm 1,828$
ν_{12} (-)	0,023	0,059	0,041	0,042
σ_{11}^R (MPa)	$829,599 \pm 59,059$	$782,640 \pm 61,704$	$796,896 \pm 47,398$	$821,175 \pm 24,339$
ϵ_{11}^R (%)	$1,473 \pm 0,133$	$1,330 \pm 0,131$	$1,390 \pm 0,058$	$1,452 \pm 0,117$
Ecart-relatif d' E_1 par l'état sain (%)	/	+3,974	+2,527	+4,949
Ecart-relatif d' σ_{11}^R par l'état sain (%)	/	-5,661	-3,942	-1,015
Ecart-relatif d' ϵ_{11}^R par l'état sain (%)	/	-9,718	-5,643	-1,405

Tableau XI.4 – Bilan des propriétés mécaniques avant et après vieillissements obtenus par essais de traction dans le domaine quasi-statique pour du carbone/PPS fournis par Tencate et constitué de 8 plis à 0° dans le sens chaîne

Propriétés	Avant vieillissement	VHR1
E_1 (GPa)	$58,252 \pm 6,699$	$58,303 \pm 3,382$
ν_{12} (-)	$0,039 \pm 0,0165$	$0,0198 \pm 0,007$
σ_{11}^R (MPa)	$668,086 \pm 76,903$	$643,832 \pm 31,060$
ϵ_{11}^R (%)	$1,134 \pm 0,205$	$1,108 \pm 0,115$
Ecart-relatif d' E_1 par l'état sain (%)	/	+0,088
Ecart-relatif d' σ_{11}^R par l'état sain (%)	/	-3,630
Ecart-relatif d' ϵ_{11}^R par l'état sain (%)	/	-2,363

Tableau XI.5 – Bilan des propriétés mécaniques avant et après vieillissements obtenus par essais de traction dans le domaine quasi-statique pour du carbone/PPS fournis par Porcher et constitué de 7 plis à 0° dans le sens chaîne

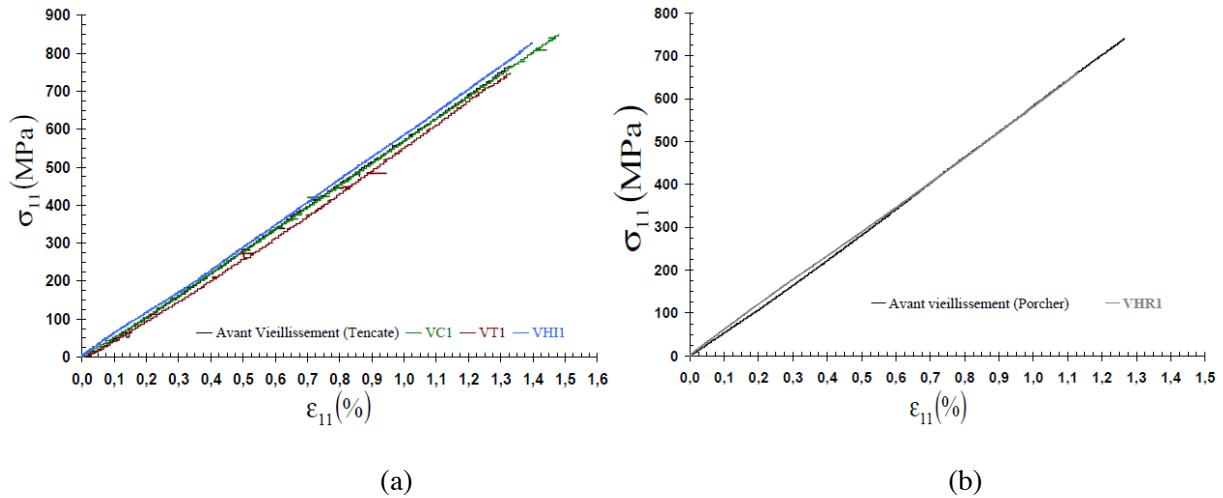


Figure XI.17 – Contrainte vs Déformation longitudinale, essais de traction dans le sens chaîne avant et après vieillissements ; (a): éprouvettes de chez Tencate, (b): éprouvettes de chez Porcher

XI.6 Essais de flexion trois points à appuis rapprochés

XI.6.1 Protocole expérimental

Pour évaluer les possibles dégradations engendrées par les différentes conditions de vieillissement sur les propriétés mécaniques permettant de juger de la qualité de l'adhésion fibre/matrice, nous avons réalisé des essais de flexion trois points à appuis rapprochés aussi appelés essais de cisaillement intralaminaire. Pour chaque condition de vieillissement, cinq éprouvettes ont été testées. Les dimensions des éprouvettes et les moyens d'essais sont identiques à ceux utilisés dans le cadre de la caractérisation mécanique à l'état sec et à l'ambiant (voir paragraphe III.4.2). La distance entre appuis est restée constante et fixée à 11mm afin de respecter la définition d'un essai de cisaillement intralaminaire. Les essais ont été effectués à vitesse de traverse constante égale à 1mm/min équivalent à une vitesse de déformation égale à 10^{-3}s^{-1} . Le carbone/PPS utilisé pour cette campagne est constitué uniquement de plis à 0° mais provenant de deux fournisseurs différents : Tencate et Porcher. L'ensemble des éprouvettes sont découpées dans le sens chaîne et avant vieillissement. Le laps de temps entre l'essai de flexion trois points à appuis rapprochés et la fin du vieillissement est inférieure à 24 heures. Les tests sont faits à température ambiante. Pour chaque essai, nous avons extrait deux propriétés mécaniques fondamentales à savoir la rigidité notée R définie la pente calculée dans le domaine linéaire de la courbe force - flèche, et la contrainte maximale de cisaillement notée τ_{\max} définie par la relation (III.31). En effet, la rigidité dépend du module élastique de cisaillement G_{13} par la relation III.26. On supposera son évolution, en fonction du vieillissement testée, équivalente à celle du coefficient élastique G_{13} . Quant à la contrainte maximale de cisaillement, c'est l'indicateur adéquat pour juger de la qualité de l'adhésion fibre/matrice.

XI.6.2 Résultats expérimentaux

De l'ensemble des résultats, nous avons établi, pour chaque condition de vieillissement, les ratios moyens R/R_{AV} et $\tau_{max} / \tau_{maxAV}$ (voir figure XI.18). De cette comparaison entre état sain et vieilli, nous en déduisons les résultats suivants :

- seul le vieillissement thermique (VT1) ne dégrade ni la rigidité ni la contrainte maximale de cisaillement ;
- la diminution la plus importante et la plus significative de ces deux propriétés est due à l'immersion dans de l'eau distillée à 70°C (VHI1) ;
- entre les deux conditions de vieillissements hygrothermiques (VHI1 et VHR1), l'immersion dans de l'eau distillée à 70°C (VHI1) s'avère être la plus critique.

D'après les tableaux XI.6 et XI.7 résumant les moyennes et écart-types obtenus suite aux essais de flexion trois points à appuis rapprochés, démontre que les dispersions expérimentales pour les propriétés mécaniques sont raisonnables. Les méthodes d'essais relatifs à ces propriétés sont donc adéquates. En tout cas pour le sens chaîne, le vieillissement hygrothermique en immersion (VHI1) s'avère être le plus sévère au regard des abattements du module élastique de cisaillement G_{13} et l'adhésion fibre/matrice. D'après les travaux de [Ray, 2006], la plastification de la résine provoque la diminution du module de cisaillement G_{13} . La plastification est l'insertion des molécules d'eau dans le réseau tridimensionnel du polymère en brisant les liaisons faibles de types Van der Waals ou hydrogène. La rupture des liaisons entre les chaînes va permettre une augmentation de la mobilité des chaînes elles-mêmes et donc diminuer sa rigidité. Pour l'adhésion fibre/matrice, celle-ci est dégradée chimiquement par hydrolyse définie comme le remplacement de liaisons hydrogène déjà existantes par des liaisons hydrogène entre l'eau et la substance en contact avec elle par l'action des ions HO^- et H_3O^+ . Ceci peut être démontré par une analyse spectroscopique infrarouge à transformée de Fourier basée sur l'absorption d'un rayonnement infrarouge par le matériau [Xiao *et al.*, 1997]. A contrario, le vieillissement thermique (VT1) améliore ces deux propriétés. Ceci est concordant par rapport aux résultats de calorimétrie différentielle à balayage modulé car en cisaillement, c'est la résine qui joue un rôle mécaniquement prépondérant. De plus, ces tests démontrent la bonne résistance du carbone/PPS vis-à-vis d'un solvant ici le méthyl éthyl cétone (VC1). Néanmoins au vue des courbes force-flèche (figure XI.19), le comportement global de l'éprouvette n'est altéré par aucune des conditions de vieillissement. Nous observons ainsi dans tous les cas un comportement linéaire puis non linéaire à cause des fissures délaminantes (voir figure XI.20) suivie d'un effondrement rapide de la charge supportée.

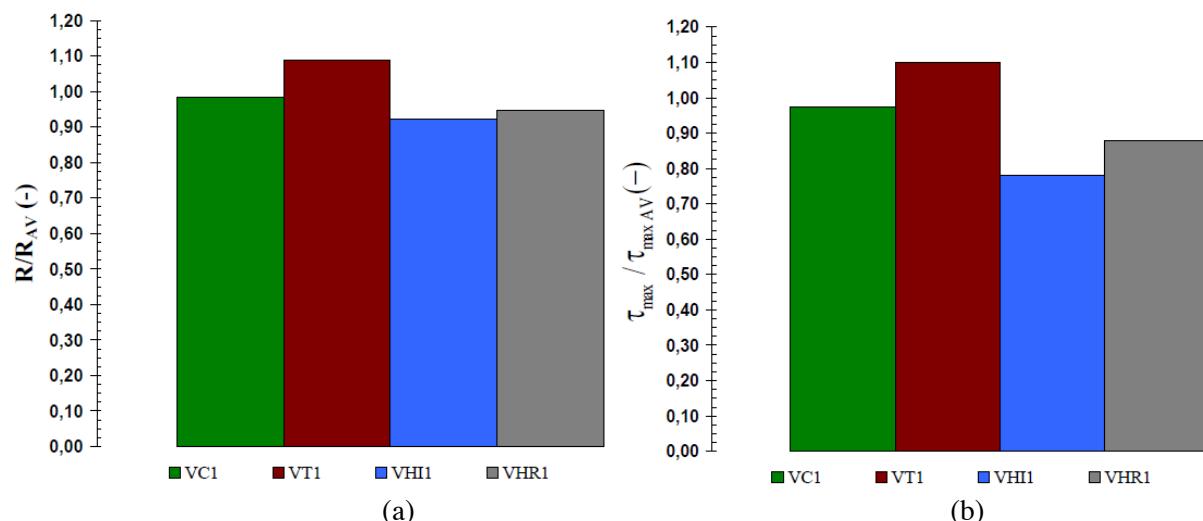


Figure XI.18– Résultats des essais de flexion trois points à appuis rapprochés après vieillissements (distance entre appuis de 11mm) (a): Ratio R/R_{AV} , (b): Ratio $\tau_{max} / \tau_{maxAV}$

Propriétés	Avant vieillissement	VC1	VT1	VHI1
R (daN/mm)	850,301±19,076	835,938±36,711	925,489±41,053	784,201±32,153
F_{max} (daN)	212,110±10,985	201,397±5,944	226,611±10,782	164,502±7,561
f_{cmax} (mm)	0,336±0,043	0,410±0,053	0,311±0,038	0,424±0,032
τ_{max} (MPa)	68,002±4,333	66,180±1,304	74,835±4,136	52,987±2,009
Ecart-relatif de R par l'état sain (%)	/	-1,689	+8,842	-7,774
Ecart-relatif d' τ_{max} par l'état sain (%)	/	-2,679	+10,047	-22,080

Tableau XI.4 – Bilan des propriétés mécaniques avant et après vieillissements obtenus par essais de flexion trois points à appuis rapprochés (distance entre appuis de 11mm) pour du carbone/PPS fournis par Tencate et constitué de 8 plis à 0° dans le sens chaîne

Propriétés	Avant vieillissement	VHR1
R (daN/mm)	1131,327±10,346	1071,510±46,628
F_{max} (daN)	186,192±3,898	161,906±6,767
f_{cmax} (mm)	0,233±0,026	0,268±0,039
τ_{max} (MPa)	60,391±1,358	53,076±2,492
Ecart-relatif de R par l'état sain (%)	/	-5,287
Ecart-relatif d' τ_{max} par l'état sain (%)	/	-12,113

Tableau XI.5 – Bilan des propriétés mécaniques avant et après vieillissements obtenus par essais de flexion trois points à appuis rapprochés (distance entre appuis de 11mm) pour du carbone/PPS fournis par Porcher et constitué de 7 plis à 0° dans le sens chaîne

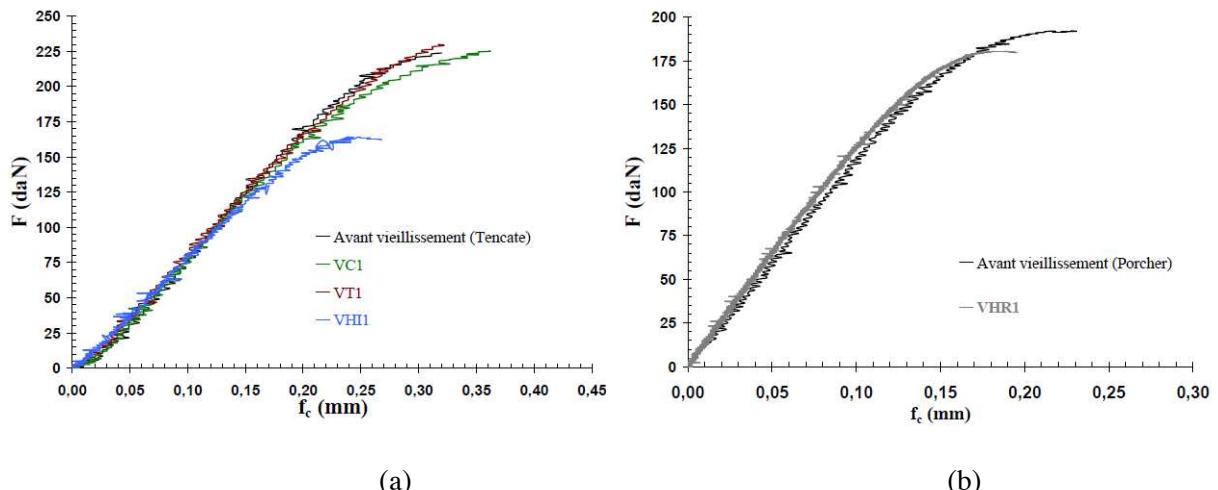


Figure XI.19 – Force vs flèche, essais de flexion trois points à appuis rapprochés dans le sens chaîne avant et après vieillissements ; (a): éprouvettes de chez Tencate, (b): éprouvettes de chez Porcher

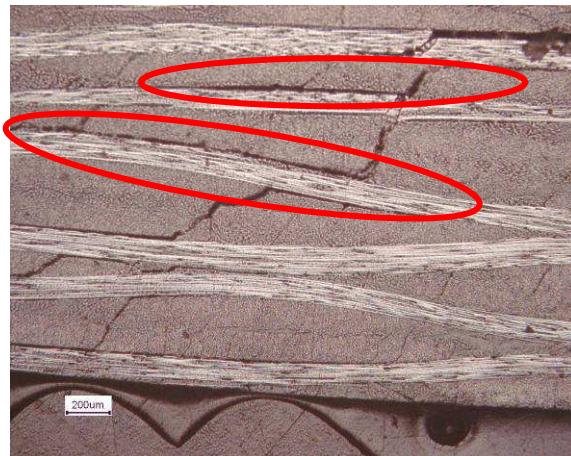


Figure XI.20 – Décohésions des couches observées par microscopie optique après essais de flexions trois points pour une distance entre appuis de 11mm (en rouge les fissures délaminantes) pour une éprouvette vieilli par immersion dans de l'eau à 70°C

XI.7 Essais de pendule de torsion

XI.7.1 Principe de fonctionnement

Suite aux différentes conditions de vieillissement, nous avons également étudié le comportement thermomécanique, c'est-à-dire l'évolution de la raideur du matériau en fonction de la température, au moyen d'un pendule de torsion de référence SMD 2000 de la société METRAVIB (voir figure XI.21). Cet appareil a pour principe celui d'un pendule de torsion inversé. L'instrument se compose de deux parties principales :

- une partie mécanique permettant la sollicitation en torsion de l'échantillon ; ce dernier est situé dans un four dont la température peut être régulée et programmée ;
- un équipement électronique qui pilote la partie mécanique, traite les données et fournit directement les résultats demandés par le programme.

Pour la partie mécanique, L'échantillon constitue l'élément de rappel du pendule de torsion inversé et compensé dont le moment d'inertie est très faible. L'interaction aimants-bobine de Helmotz parcourue par un courant va créer le couple de torsion. Ce couple est transmis à l'éprouvette par une tige de forte rigidité. La déformation angulaire de l'échantillon est mesurée par la méthode de Poggendorff. Le faisceau lumineux, émis par une source régulée, est réfléchi par un miroir fixé sur la tige vers une cellule photovoltaïque différentielle. Un amplificateur à faible dérive fournit une tension proportionnelle à la déformation de l'échantillon. Le système de suspension est constitué d'un fil, d'une poulie et d'un contrepoids qui élimine tout effort axial sur l'échantillon. Un amortisseur atténue l'influence des vibrations parasites induites par le milieu extérieur. Le four, plongeant dans un réservoir d'azote liquide permet de faire varier la température de -150°C à 400°C en conservant un gradient de température minimum. Un thermocouple mesure la température au niveau de l'éprouvette. Le système permet d'effectuer soit un balayage en température (à vitesse de montée variable), et ce, pour différentes fréquences de sollicitations; soit un balayage en fréquence, et ce pour différentes températures.

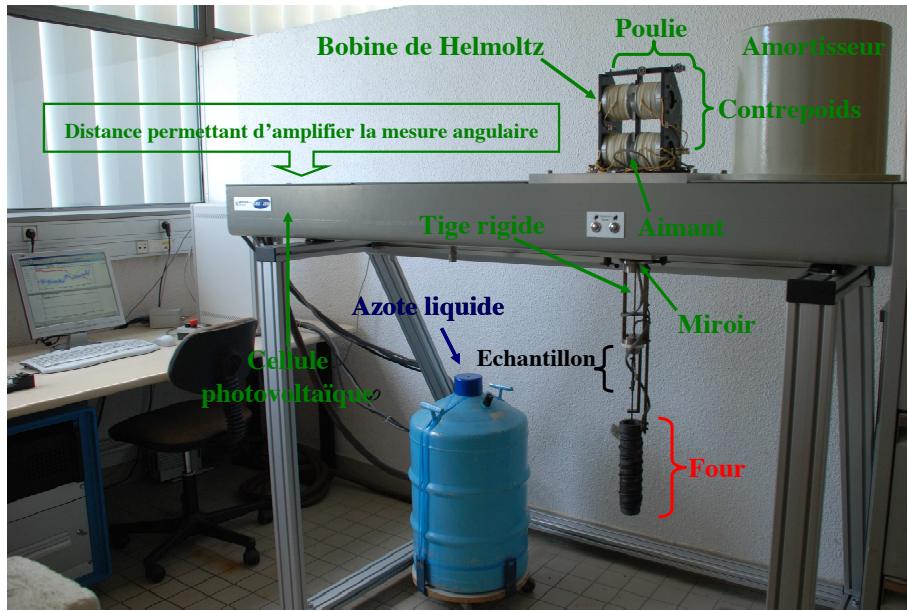


Figure XI.21 – Pendule de torsion

XI.7.2 Application à la mesure de la température de transition vitreuse

Ce dispositif expérimental permet d'analyser le coefficient de frottement interne défini par $\tan \delta = K''(\omega) / K'(\omega)$ (XI.10) et la raideur dynamique définie par $K(\omega) = K'(\omega) + iK''(\omega)$ (XI.11) sur une large plage de fréquence et de température. $K'(\omega)$ est la partie réelle de la raideur et donc représente les caractéristiques purement élastiques du matériau. $K''(\omega)$ est la partie imaginaire de la raideur et représente donc les phénomènes dissipatifs. Ainsi le coefficient de frottement interne traduit le déphasage entre la contrainte et la déformation. On parle de coefficient d'amortissement. En effet, lorsqu'un matériau viscoélastique est soumis à une excitation variable en fonction du temps, les relations entre contrainte et déformation ne peuvent plus être représentées par une relation de simple proportionnalité [Shaw et MacKnight, 2005]. Dans le cas particulier des polymères (voir figure XI.22), la transition vitreuse, passage de l'état vitreux à l'état caoutchoutique, correspond à des mouvements généralisés des chaînes macromoléculaires qui se manifestent par une chute importante de la partie réelle de la raideur et à contrario par un pic de forte amplitude du coefficient de frottement interne [Kechaou, 2003].

XI.7.3 Dépouillement de l'essai

Usuellement, la température de transition vitreuse est définie comme égale à la température du pic du coefficient de frottement interne. Comme illustré par la figure XI.22, pour un matériau composite unidirectionnel de fibres de carbone et à matrice thermodurcissable (ici un carbone/Epoxy), le signal mesuré du coefficient de frottement interne (soit la tangente de l'angle de déphasage) est suffisamment puissant et peu bruité pour déterminer objectivement la température du pic et donc la température de transition vitreuse (marque triangulaire violette). Dans le cas d'un matériau composite tissé en satin 5 de fibres de carbone et à matrice thermoplastique (ici le carbone/PPS étudié), le signal mesuré du coefficient de frottement interne a une plus faible intensité et assez bruité à cause du tissu 2D et du fort taux de cristallinité (environ 40%) qui occultent la réponse de la partie amorphe de la résine subissant le changement d'état. L'utilisation du pic de ce signal pour déterminer la température de transition vitreuse est ici peu adéquate (marque circulaire noir).

XI. Caractérisation expérimentale de l'influence de différentes conditions de vieillissement

Par contre, la raideur mesurée, bien que comportant quelques irrégularités de mesure, s'avère être utilisable pour déterminer la température de transition vitreuse. En effet, on distingue nettement quatre phases :

- entre 25°C et 90°C, un palier caractéristique de l'état vitreux où la raideur reste constante aux variations de mesure près ;
- entre 90°C et 120°C, une première diminution quasi linéaire de la raideur avec une pente élevée caractéristique du passage de l'état vitreux à l'état cauchoutchique ;
- entre 120°C et 210°C, une seconde diminution quasi-linéaire de la raideur avec une pente plus faible caractéristique de l'état caoutchouteux ;
- entre 210°C et 250°C, une troisième diminution quasi-linéaire de la raideur avec une pente élevée caractéristique de la fusion de la résine.

A partir de ces observations, nous proposons une nouvelle méthode pour déterminer la température de transition vitreuse. Les trois états : vitreux, caoutchouteux et passage de l'un à l'autre que l'on appellera par la suite état de transition seront approximés par des fonctions affines (voir figure XI.23). Les points d'intersection de ces fonctions définissent la température de transition vitreuse par la relation suivante :

$$T_g = (T_{\text{intersection1}} + T_{\text{intersection2}}) / 2 \quad (\text{XI.12})$$

Avec $T_{\text{intersection1}}$ est la température de l'intersection entre la fonction affine de la partie vitreuse et celle de la transition et $T_{\text{intersection2}}$ est la température de l'intersection entre la fonction affine de la transition et celle de la partie caoutchouteuse.

Cette méthode est très proche de celle ayant servie à déterminer la température de transition vitreuse par essais de calorimétrie différentielle à balayage modulé (msdc) présentée au paragraphe X.4.3.

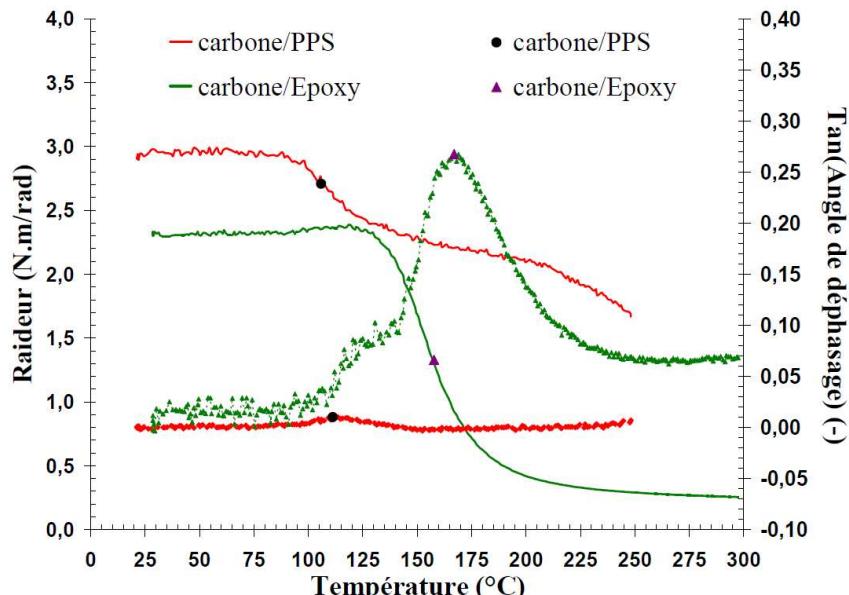


Figure XI.22 – Essais de pendule de torsion sur éprouvettes de carbone/PPS et de carbone/Epoxy

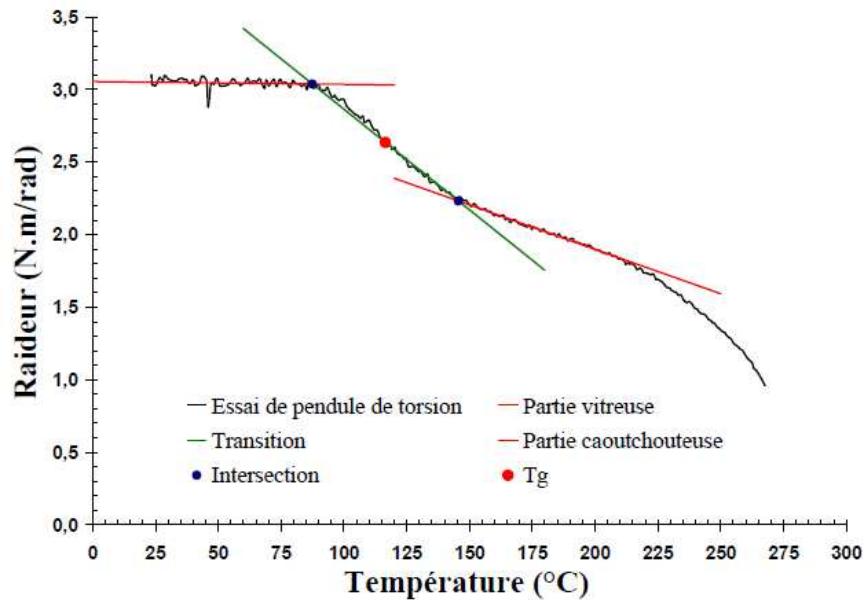


Figure XI.23 – Méthode de détermination de la température de transition vitreuse suite à un essai de pendule de torsion

XI.7.4 Protocole expérimental

Pour chaque condition de vieillissement, trois éprouvettes ont été testées. Les éprouvettes de forme parallélépipédique ont pour dimensions : 30mm*8mm (voir figure XI.24). En accord avec la littérature [Verdeau, 1988], les essais contrôlés en déformation angulaire ont pour paramètres : un angle imposé de 0,004rad à une fréquence de 1Hz associé à une rampe en température de 5°C/min de l'ambiant à 250°C. Le carbone/PPS utilisé pour ces tests est constitué uniquement de plis à 0° mais provenant de deux fournisseurs différents : Tencate et Porcher. L'ensemble des éprouvettes sont découpés à 45° afin de maximiser la réponse de la résine thermoplastique et avant vieillissement. Le laps de temps entre l'essai de pendule de torsion et la fin du vieillissement est inférieure à 24 heures. La raideur mesurée au cours de l'essai de pendule de torsion peut être reliée aux coefficients élastiques du matériau par une solution approchée issue de la théorie de Mindlin-Reissner. Le matériau étudié étant orthotrope, il y a couplage entre les modules de cisaillement, G_{12} et G_{13} , respectivement dans et en dehors du plan de torsion. C'est pourquoi nous avons préféré travailler avec une grandeur directement accessible par la mesure, c'est-à-dire la raideur.



Figure XI.24 – Eprouvette de pendule de torsion (*échelle 1/4*)

XI.7.5 Résultats expérimentaux

Pour chaque essai, nous avons déterminé la température de transition vitreuse au moyen de la technique présentée précédemment puis établi, pour chaque condition de vieillissement, les ratios moyens T_g/T_{gAV} (voir figure XI.25). De cette comparaison entre état sain et vieilli, nous en déduisons les faits suivants :

- le vieillissement chimique (VC1) diminue la température de transition vitreuse ;
- le vieillissement thermique (VT1) augmente la température de transition vitreuse ;
- l'immersion dans l'eau distillée à 70°C (VHI1) augmente la température de transition vitreuse alors que l'exposition vitreuse en humidité relative de 85% à 70°C (VHR1) n'a pas une influence significative sur cette propriété physico-chimique.

Ces tendances confirment celles obtenues par calorimétrie différentielle à balayage modulé. Nous observons un décalage de 20°C environ entre les deux techniques analyses, la température de transition vitreuse déterminée par le pendule de torsion étant supérieur à celle mesurée par la mdsc. Cette tendance se retrouve dans la littérature [Rieger, 2001]. En effet, la première est une technique d'analyse purement thermique, alors que la seconde est une technique thermomécanique et donc qui combine à la fois les effets d'une sollicitation mécanique et ceux d'une sollicitation thermique. Or on suppose que les effets d'une sollicitation mécanique prédominent sur ceux d'une sollicitation thermique induisant un retard du passage de l'état vitreux à l'état caoutchouteux. Dans notre cas, il faut noter que les rampes de température ne sont pas les mêmes. Malheureusement, le pendule de torsion utilisé n'a pas été en mesure de réguler correctement une rampe de température de 10°C/min. Le tableau XI.6 résumant les moyennes et écart-types obtenus suite aux essais de pendule de torsion, démontre que les dispersions expérimentales pour la température de transition vitreuse sont raisonnables. Notre méthode de détermination est donc jugée pertinente. De plus, les températures de transition vitreuse avant vieillissement sont conformes à celles données par [Myers, 1989]. D'après la figure XI.26, le comportement global de l'éprouvette est modifié par toutes les conditions de vieillissement. Nous observons, dans les cas des vieillissements chimique (VC1) et thermique (VT1), une diminution de la perte de raideur entre l'état vitreux et l'état caoutchouteux (voir tableau XI.7). A contrario, les vieillissements hygrothermiques (VHI1 et VHR1) ont tendance à accentuer cette même chute. En conclusion, au regard de l'abattement de la température de transition vitreuse, le vieillissement chimique (VC1) s'avère être le plus sévère mais au vue de la perte de raideur entre l'état vitreux et l'état caoutchouteux, le vieillissement hygrothermique en immersion dans de l'eau à 70°C s'avère être le plus critique.

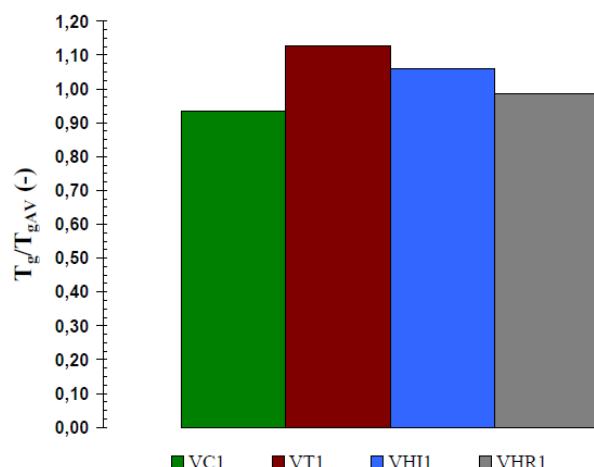


Figure XI.25– Ratio T_g/T_{gAV} , résultats des essais de pendule de torsion après vieillissements

Référence	T_g (°C)	Ecart relatif de T_g par rapport à l'état sain (%)
Avant vieillissement (Tencate)	116,796±9,088	/
Avant vieillissement (Porcher)	115,597±2,330	/
VC1	109,160±5,360	-6,538
VT1	131,682±4,175	+12,745
VHI1	123,567±0,143	+5,797
VHR1	113,789±4,174	-1,564

Tableau XI.6 – Bilan des températures de transition vitreuse T_g avant et après vieillissements obtenus par pendule de torsion pour du carbone/PPS consolidé

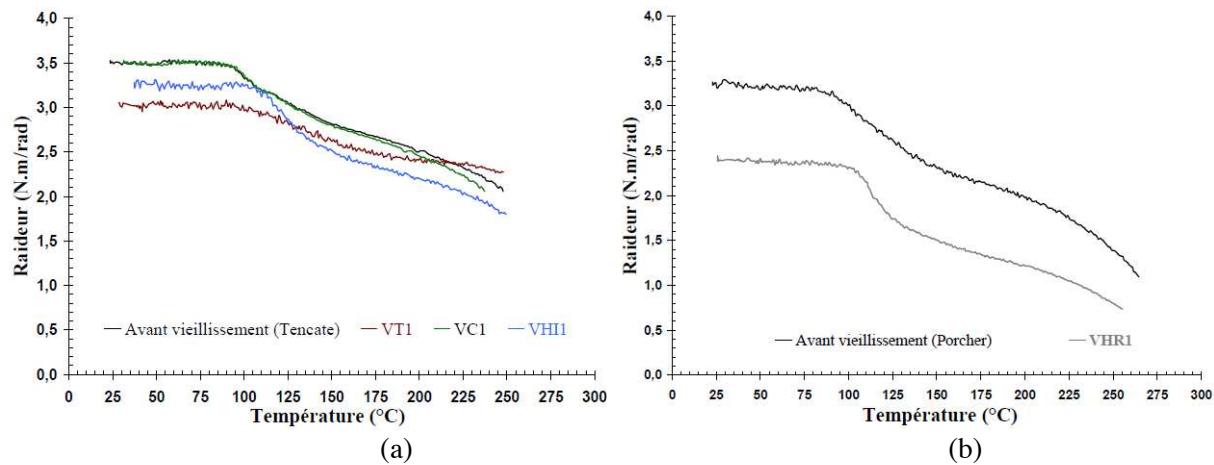


Figure XI.26 – Raideur vs température, essais de pendule de torsion à 45° avant et après vieillissements ; (a): éprouvettes de chez Tencate, (b): éprouvettes de chez Porcher

Référence	K' à 30°C (N.m/rad)	K' à 120°C (N.m/rad)	Perte de raideur entre 30°C et 120°C (%)	Ecart relatif de la perte de raideur entre 30°C et 120°C par rapport à l'état sain (%)
Avant vieillissement (Tencate)	3,095±0,212	2,752±0,285	12,470	/
Avant vieillissement (Porcher)	3,227±0,356	2,787±0,438	15,807	/
VC1	2,893±0,001	2,640±0,094	9,564	+23,31
VT1	3,208±0,292	3,051±0,226	5,142	+58,77
VHI1	2,329±0,102	1,805±0,028	29,027	-132,77
VHR1	3,180±0,155	2,633±0,049	20,771	-31,40

Tableau XI.7 – Bilan des raideurs à différentes températures avant et après vieillissements obtenus par pendule de torsion pour du carbone/PPS consolidé

XI.8 Conclusion

Nos conclusions pour les effets des quatre conditions de vieillissement : une chimique (immersion dans du méthyl éthyl cétone pendant 1 000 heures), une thermique (post-cuisson à 200°C de 1 000heures) et des deux hygrothermiques (immersion dans l'eau à 70°C et exposition en humidité relative à 70°C et 85% jusqu'à saturation) se résument à :

- pas de dégradation observée par microscopie optique de l'interface fibres/matrice ;
- au vue de la masse absorbée, l'immersion s'avère être plus sévère que l'exposition en humidité relative ;
- diminution du taux de cristallinité et de la température de transition vitreuse pour le vieillissement chimique ;
- augmentation du taux de cristallinité et de la température de transition vitreuse pour le vieillissement thermique ;
- pas de chute significative des propriétés mécaniques en traction ;
- fort abattement de la qualité de l'adhésion fibre/matrice en immersion dans l'eau à 70°C au vue de la contrainte maximale de cisaillement déterminée par essais de flexion trois points à appuis rapprochés.

Les résultats des essais de flexion trois points à appuis rapprochés suite au vieillissement en immersion dans l'eau à 70°C sont les plus dimensionnant, même si ce cas de figure a une probabilité faible de se produire pour une pièce aéronautique. En second, on retrouve l'exposition en humidité relative de 85% à 70°C. Ces résultats démontrent que l'eau a un impact très négatif sur la propriété d'adhésion fibre/matrice qui est une des clefs majeures de la performance du carbone/PPS. En termes de perspectives, il faudrait évaluer la résistance d'interfaces fibre/matrice via le dispositif Arcan-Mines après vieillissement hygrothermique afin de coupler critère d'amorçage du délaminage et environnement. D'autant plus que l'absorption d'eau peut être parfaitement modélisée par un simple modèle 1D de diffusion fickienne. La santé matière au travers de la température de transition vitreuse et le taux de cristallinité n'est pas à elle seule un indicateur suffisant. En effet, les physico-chimique du carbone/PPS diminue suite à la pénétration du solvant néanmoins sa contrainte maximale de cisaillement reste élevée. A l'opposé, une post-cuisson à 200°C pendant 1 000 heures se révèle être très bénéfique pour le matériau étudié. On peut l'expliquer par une recristallisation associée à une relaxation des contraintes internes créées lors du procédé de consolidation qui se fait sous pression et à chaud. L'ensemble de ces remarques est tributaire des essais réalisés. D'autres types d'essais tels que ceux pouvant être pratiqués dans le cas d'assemblage boulonné ou riveté apporteraient un éclairage supplémentaire [Aucher, 2009].

Références Bibliographiques

- [Aucher, 2009] Aucher, J. (2009). Etude comparative du comportement de composites à matrice thermoplastique ou thermodurcissable. Manuscrit de thèse de l'Institut National des Sciences Appliquées de Rouen.
- [Bonniau, 1983] Bonniau, P. (1983). Effets de l'absorption d'eau sur les propriétés électriques et mécaniques des matériaux composites à matrice organique - Etude appliquée à trois matériaux constitués de tissu de verre et de résine époxyde. Manuscrit de thèse de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- [Crank, 1983] Crank, J. (1983). The Mathematics of diffusion. Oxford Science Publications.
- [Dewimille *et al.*, 1982] Dewimille, B., Bunsell, A.R. (1982). The modelling of hydrothermal aging in glass fibre reinforced epoxy composites. *Journal of Physics D : Applied Physics*, Vol. 15, N° 10, pp. 2079-2092.
- [Durier, 2008] Durier, A.-L. (2008). Contribution à l'étude de l'interaction contraintes-diffusion dans les polymères. Manuscrit de thèse de l'Ecole Nationale Supérieure d'Arts et Métiers.
- [Ferrara *et al.*, 1994] Ferrara, J.A., Seferis, J.C., Sheppard, C.H. (1994). Dual-mechanism kinetics of polphenylene sulfide (PPS) melt-crystallization. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, Vol. 42, N° 2-3, pp. 467-484.
- [Grenet et Legendre, 2010] Grenet, J. et Legendre, B. (2010). Analyse calorimétrique différentielle à balayage (DSC). Technique de l'ingénieur, N° TI-P1205.
- [Hay *et al.*, 2001] Hay, J.N., Luck, D.A. (2001). The conformation of crystalline poly(phenylene sulphide). *Polymer*, Vol. 42, N° 19, pp. 8297-8301.
- [Kechaou, 2003] Kechaou, B. (2003). Corrélation entre propriétés diélectriques et mécaniques de composites à matrice époxyde renforcée par des fibres de verre E. Manuscrit de thèse de l'Ecole Centrale de Lyon et de la Faculté des Sciences de SFAX.
- [Lee *et al.*, 1995] Lee, T.H., Boey, F.Y.C, Khor, K.A. (1995). On the determination of polymer crystallinity for a thermoplastic PPS composite by thermal analysis. *Composites Science and Technology*, Vol. 53, N° 3, pp. 259-274.
- [Lou *et al.*, 1988] Lou, A.Y., Murtha, T.P. (1988). Environmental effects on glass fiber reinforced PPS stampable composites. *Journal of Materials Engineering*, Vol. 10, N° 2, pp. 109-116.
- [Ma *et al.*, 1992a] Ma, C.-C. M., Lee, C.-L., Tai, N.-H. (1992). Chemical resistance of carbon fiber-reinforced poly(ether ether ketone) and poly(phenylene sulfide) composites. *Polymer Composites*, Vol. 13, N° 6, pp. 435-440.
- [Ma *et al.*, 1992b] Ma, C.-C. M., Lee, C.-L., Tai, N.-H. (1992). Hygrothermal behavior of carbon fiber-reinforced poly(ether ether ketone) and poly(phenylene sulfide) composites. *Polymer Composites*, Vol. 13, N° 6, pp. 449-451.
- [Marcellan, 2003] Marcellan, A. (2003). Microstructures, micromécanismes et comportement à rupture de fibres PA 66. Manuscrit de thèse de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.

[Mercier, 2006] Mercier, J. (2006). Prise en compte du vieillissement et de l'endommagement dans le dimensionnement de structures en matériaux composites. Manuscrit de thèse de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.

[Myers, 1989] Myers, F.A. (1989). Stress-state effects on the viscoelastic response of polyphenylene sulfide (PPS) based thermoplastic composites. ASTM Special Technical Publication, N° 1044, pp. 154-182.

[Ray, 2006] Ray, B.C. (2006). Temperature effect during humid ageing on interfaces of glass and carbon fibers reinforced epoxy composites. Journal of Colloid and Interface Science, Vol. 298, N° 1, pp. 111-117.

[Rieger, 2001] Rieger, J. (2001). The glass transition temperature T_g of polymers—Comparison of the values from differential thermal analysis (DTA, DSC) and dynamic mechanical measurements (torsion pendulum). Polymer Testing, Vol. 20, N° 2, pp. 199-204.

[Shaw et MacKnight, 2005] Shaw, M.T., MacKnight, W.J. (2005). Introduction to polymer viscoelasticity, 3rd Edition. John Wiley & Sons Inc.

[Shen *et al.*, 1976] Shen, C.-H., Springer, G.S. (1976). Moisture absorption and desorption of composite material. Journal of Composite Materials, Vol. 10, N° 1, pp. 2-20.

[Small, 1986] Small, R.W.H. (1986). Method for direct assessment of the crystalline/amorphous ratio of polyetheretherketone (peek) in carbon fibre composites by wide angle x-ray diffraction. European Polymer Journal, Vol. 22, N°9, pp. 699-701.

[Spruiell *et al.*, 2004] Spruiell, J.E., Janke, C. (2004). A review of the measurement and development of crystallinity and its relation to properties in neat poly(phenylene sulphide) and its fiber reinforced composites. Oak Ridge National Laboratory Technical Report, ORNL /TM-2004/304, pp. 1-81.

[Verdeau, 1998] Verdeau, C. (1988). Influence des conditions d'élaboration sur la zone interfaciale de matériaux composites hautes performances à matrice thermoplastique. Manuscrit de thèse de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.

[Wang *et al.*, 2011] Wang, J., Li, K.-X., He, H.-W., Wang, J.-L., Sun, G.-H. (2011). Kinetic and thermodynamics analysis of water absorption in unidirectional fiber reinforced composites by polyethersulphone and polyphenylene sulfide. Colloids and Surfaces A: Physicochemical Engineering Aspects (en correction).

[Xiao *et al.*, 1997] Xia, G.Z., Delamar, M., Shanahan, M.E.R (1997). Irreversible interactions between water and DGEBA/DDA epoxy resin during hygrothermal aging. Journal of Applied Polymer Science, Vol. 65, N° 3, pp. 449-458.

Conclusion et perspectives

Ce travail de thèse a permis de valoriser certains outils de conception (lois de comportement, critères) directement utilisables en bureaux d'études afin d'aider au dimensionnement de matériaux composites à matrice thermoplastique ou d'assemblages collés. En effet, pour de nombreuses applications, ces matériaux seront soumis à des conditions d'utilisations plus ou moins sévères : quasi-statique, chargement multiaxiale, fatigue, après vieillissement, etc. Comment appréhender les mécanismes physiques induits par ces conditions ? Cette méconnaissance des propriétés résiduelles du matériau en fonction d'une durée de vie en service conduit dans la majorité des cas à surdimensionner ce qui entraîne un surcoût et un poids plus important. En aéronautique, le gain de masse afin d'économiser du carburant est une quête constante. Il faut en conséquence baser la conception sur une très bonne connaissance des matériaux composites pressentis. Concrètement, cela signifie bien analyser les mécanismes d'endommagement liés à ces conditions et évaluer les dégradations qui leur sont associées.

C'est dans ce contexte que nous avons étudié les composites tissés satin 5 en carbone/ polysulfure de phénylène (PPS) choisis par la société **Aircelle** (groupe Safran) pour réaliser certaines pièces de nacelle de moteur d'avion. La contribution majeure de cette thèse à ce projet a été d'étudier l'amorçage du délaminage : la séparation des plis constituant le matériau, en quasi-statique et en fatigue, puis l'identification d'un critère robuste et simple d'utilisation. Cet endommagement, propre aux matériaux composites tissés, est très préjudiciable pour une structure car lorsqu'il se produit, on observe bien souvent une ruine immédiate et totale de la structure. Sa propagation est assez bien décrite au travers de nombreux modèles en énergie. Par contre, son initiation est peu traitée. Or, il est plus simple de dimensionner dans le but de se prémunir d'un tel risque.

Pour atteindre cet objectif d'aide à la conception de pièces aéronautiques structurales en matériaux composites tissés, différents jalons ont été franchis. Nous allons les résumer.

Tout d'abord, nous avons étudié le comportement sous chargements quasi-statiques. Ainsi, nous avons mis en place une caractérisation mécanique détaillée (essais de traction, de flexion trois points, de compression dans l'épaisseur) afin d'obtenir expérimentalement la grande majorité des coefficients de la matrice de rigidité orthotrope. Cette matrice permet de connaître le comportement élastique dans n'importe quelle direction de sollicitation via la théorie des stratifiés. Elle est donc fondamentale pour la conception.

Lors des essais de traction hors axe (soit à 45°) ou essais de cisaillement plan, la non-linéarité du comportement associée à une dépendance vis-à-vis de la vitesse de sollicitation a été mise en évidence. Ceci est dû à l'expression de la résine thermoplastique semi-cristalline. Il a nous semblé pertinent de mener à bien des essais distinctifs aux éprouvettes découpées à 45° afin d'identifier au mieux le modèle phénoménologique capable de reproduire ce comportement. Pour cela des essais complexes (banc de torsion, charge-décharges, fluage-recouvrance et charge-relaxation), issues de travaux sur des élastomères, nous ont orientés vers un modèle elastoviscoplastique avec un écrouissage isotrope et une viscosité de type Norton.

Mais ce modèle, capable de modéliser parfaitement un essai de traction à 45°, ne comporte pas de critère d'amorçage des endommagements et notamment du délaminage. Or, le délaminage est par définition lié aux résistances d'interfaces fibre/matrice suivant trois modes (mode I : traction et modes II et III : cisaillements). Nous avons donc entrepris de valoriser un dispositif expérimental, habituellement utilisé pour les assemblages collés, le montage Arcan-Mines capable de caractériser mécaniquement ces résistances. Ainsi nous avons démontré la faisabilité de son utilisation pour un matériau composite à la fois en traction et en cisaillement. D'une part, la valeur ainsi déterminée s'avère être intrinsèque au matériau étudié. D'autre part, la résistance d'interfaces en mode II est supérieure à celle en mode I.

Conclusion et perspectives

A l'image des essais de flexion trois points, ces essais ont démontré que la qualité de l'adhésion fibre/matrice par rapport à des matériaux composites à matrice thermodurcissable tels que le carbone/époxy est faible. En associant à ce dispositif expérimental une chaîne d'émission d'acoustique, permettant de classifier les endommagements par les ondes sonores qu'ils émettent, nous avons pu mettre en évidence que pour les deux modes de sollicitation (traction ou cisaillement), les points de non-linéarité observés expérimentalement correspondent aux seuils d'amorçage du déclaminage. Ces valeurs nous ont donc permis d'identifier un critère d'amorçage du déclaminage.

Toujours du point de vue expérimental, nous avons largement abordé les influences des chargements cycliques et des différentes conditions de vieillissement. Nous nous sommes particulièrement intéressés aux endommagements relatifs à la fatigue et aux dégradations tant mécaniques que physico-chimiques après vieillissement. La campagne d'essais de fatigue de type traction-traction sur éprouvette droite a établi que les mécanismes d'endommagement en fatigue sont identiques à ceux observés lors des essais statiques et que la contrainte maximale appliquée est le principal paramètre expérimental responsable de l'état d'endommagement de l'éprouvette. Au vu des abattements de rigidité dus aux chargements cycliques (environ égaux à 6%) ; le matériau étudié est très peu sensible à la fatigue. Nous proposons, en première approche, pour dimensionner en fatigue : d'appliquer le critère d'amorçage du déclaminage identifié en statique en tenant compte de l'abattement de la rigidité puis de s'assurer que la contrainte maximale soit inférieure à un seuil donné et lié à la contrainte d'amorçage du déclaminage en statique (0,6 fois cette valeur). Pour étendre mathématiquement notre critère en fatigue, nous avons également effectué des essais Arcan-Mines en fatigue sur du carbone/PPS. Au vu du nombre de cycles à rupture, la résistance d'interface en mode II est plus endurante que celle en mode I. Ces essais ont clairement prouvé que les fonctions de dégradations des résistances d'interfaces des deux modes sont distinctes. Mais la base d'essais existante n'est pas suffisamment fournie pour mettre une description fine de la dégradation des résistances d'interfaces en fonction du nombre de cycles.

Comment établir quel environnement est le plus nocif pour le carbone/PPS ? Pour cela, le matériau a subi quatre conditions différentes de vieillissement (une chimique, une thermique et deux hygrothermiques). Pour pouvoir quantifier les dégradations mécaniques et physico-chimiques suites à ces vieillissements, nous avons mené à bien des essais de traction, de flexion trois points, de mdsc et de pendule de torsion. Les vieillissements hygrothermiques, et plus particulièrement l'immersion, s'avèrent être les plus critiques. À l'opposé, le vieillissement thermique améliore les propriétés du matériau par une recristallisation partielle au sein de la matrice et aussi une relaxation des contraintes internes créées lors de sa consolidation. Comparativement aux matériaux composites à matrice thermodurcissable, le carbone/PPS s'avère peu sensible au vieillissement. Un modèle 1D de diffusion fickienne a été identifié pour les deux vieillissements hygrothermiques. Il permet de prédire correctement la masse d'eau absorbée au cours du temps. Son implémentation dans un code éléments finis permettrait donc d'estimer de façon très précise la masse réelle d'une pièce à n'importe quel stade de vieillissement hygrothermique.

Du point de vue de la modélisation numérique, nous nous sommes astreints à être capable de représenter au mieux les comportements observés expérimentalement. Ainsi la matrice de rigidité orthotrope a été validée par corrélation entre simulations par éléments finis et résultats d'essais de flexion trois points.

Pour la loi de comportement des éprouvettes à 45°, une identification par optimisation numérique, basée sur la comparaison des résultats d'essais et de simulations numériques sur élément de volume via une méthode des moindres carrés, donne une bonne prédition du comportement jusqu'à 5% de déformation. Nous avons choisi d'arrêter l'identification à ce seuil de déformation car expérimentalement nous observons l'apparition de déclaminages accompagnés d'un réalignement des fibres suivant l'axe de sollicitation expliquant le rhéodurcissement du comportement. Nous ne souhaitons pas englober ce phénomène dans nos paramètres.

De même, pour les assemblages collés, les résultats d'essais Arcan-Mines démontrent que l'entrée en plasticité est dépendante de l'angle de sollicitation. Ceci est du à la pression hydrostatique. Nous avons donc identifié une fonction de charge de type Drucker-Prager modifiée à la puissance a . Il en résulte que pour tous les angles de sollicitation, l'entrée en plasticité est convenablement modélisée. Cela apporte une meilleure compréhension de l'essai.

Enfin, nous avons identifié et validé notre critère d'amorçage du délaminage basé sur la loi de Coulomb décrivant le frottement entre deux corps. Suite à la campagne d'essais Arcan-Mines, il nous restait à déterminer un seul coefficient : celui exprimant la capacité de frottement entre deux plis. Pour cela, nous avons procédé à des comparaisons entre observations in-situ lors d'essai de traction plane et simulations numériques avec des éléments 2D 1/2. Or, numériquement au bord libre de l'éprouvette, il y a présence de singularités de contraintes qui vont faire tendre le critère vers l'infini et donc par réciprocité faire tendre ce paramètre vers l'infini. C'est physiquement invraisemblable. Il faut donc s'assurer de l'indépendance du critère vis-à-vis du maillage par l'utilisation de méthodes dites non locales. Nous en avons couplé deux : celle sur grandeur (moyenne sur cette certaine zone) et celle sur gradient. Au final, la prédiction faite par le critère s'avère être corrélée par rapport à l'expérimental mais reste conservatrice. Si on considère qu'il est préférable de dimensionner les pièces pour que ce type d'endommagement n'apparaisse pas, plutôt que de constater son existence lors de sa propagation, un critère d'amorçage s'impose. C'est donc un apport important de ce travail de thèse que d'avoir proposé un critère pour pallier à ce manque. Et nous avons montré combien il est nécessaire dans le contexte des structures stratifiées, de privilégier des critères non locaux avec gradients en contraintes.

A titre de perspectives, il nous semble adéquat d'analyser les possibilités de détection des endommagements, de leur nature et de leur progression par des techniques non destructives. Ainsi on pourra s'intéresser aux ultrasons, à l'émission acoustique et à la thermographie infrarouge. L'émission acoustique a fourni des résultats pertinents en statique sur le montage Arcan-Mines. Et les travaux menés à l'ENSI Caen dans ce domaine sur éprouvettes haltères se sont révélés être très prometteurs. On peut donc envisager d'étendre ce cas à la fatigue. De plus, nous nous sommes focalisés sur le délaminage pour lequel un critère de dimensionnement a été proposé. Son identification et sa validation reposent sur des essais de traction menés sur éprouvettes droites. Or il est reconnu que le passage d'une éprouvette de laboratoire à une structure complète n'est pas simple. Il nous semble qu'il aurait été intéressant de tester ce critère en calculant une pièce réelle ayant des zones à forts gradients de contraintes. De plus, il serait souhaitable d'ajouter à ce critère une description de la dégradation des plis et donc d'aboutir à un modèle complet de l'endommagement. Enfin ; le dispositif Arcan-Mines nous a permis de caractériser mécaniquement les résistances d'interfaces suivant deux modes de délaminage. Nous avons pu ainsi établir les valeurs intrinsèques de l'interface carbone/PPS en statique et en fatigue. Il faudrait approfondir cette analyse en y ajoutant l'effet de la température et du vieillissement hygrothermique. De même ; dans le cadre du dimensionnement des structures en fatigue, il reste encore des inconnues en ce qui concerne la fatigue multiaxiale et sur l'extrapolation des modèles de laboratoire au cas des structures.

Prise en compte du vieillissement et de la fatigue dans le dimensionnement de structures en matériaux composite

RESUME :

L'objectif principal de cette étude est de prédire l'initiation du déclaminage en fatigue dans un matériau composite en carbone/polysulfure de phénylène (PPS). Dans le domaine des transports comme l'aéronautique ou l'aérospatiale, de nombreuses applications sont réalisées en les matériaux composites en raison de leur rapport résistance/masse volumique élevé. Les matrices thermoplastiques telles que le PPS témoignent d'un certain nombre d'avantages, tels que le recyclage, quand on les compare aux classiques résines thermodurcissables comme l'époxy. En effet, ce matériau peut présenter un taux de cristallinité et une température de transition vitreuse élevés et ainsi avoir de très bonnes propriétés thermomécaniques. Néanmoins avant de réaliser des pièces structurelles en composites thermoplastiques, une connaissance précise et globale du comportement mécanique est nécessaire aussi bien en statique, qu'en fatigue couplé au vieillissement. Plus particulièrement, lorsque, au cours des essais de fatigue, le déclaminage, défini comme le décollement entre couches adjacentes se produit, très souvent cela signifie une ruine rapide et totale de la structure. Ainsi, afin d'établir un critère capable de prévoir l'amorçage du déclaminage, des essais de fatigue à différents niveaux de contraintes et des essais Arcan-Mines sont été réalisés. Cette étude présente une procédure d'évaluation la résistance d'interfaces des matériaux composites soumis à des chargements cycliques. Enfin, nous proposons un critère fiable d'initiation au déclaminage et sa validation pour le matériau étudié.

Mots clés : Carbone/PPS, fatigue, vieillissement, comportement mécanique, critère d'amorçage du déclaminage

Taking into account the aging and fatigue of composite materials in the design

ABSTRACT :

The main objective of this study is to predict initiation of delamination in carbon/polyphenylenesulfide (PPS) composite material during fatigue testing. In transportation engineering fields such as aeronautics or aerospace, composite materials have many applications because of their high strength/weight ratio. Thermoplastic matrix as PPS offer a number of advantages, like recycling, compared to conventional thermosetting resins such as epoxies. Because this material can exhibit a high crystallinity rate and high glass transition temperature. And so have very good thermomechanical properties. Nevertheless, before making structural parts in thermoplastics composites, an accurate and global knowledge of the mechanical behaviour is needed as well in static, in fatigue and aging effects. When during fatigue testing delamination, defined as the debonding between two adjacent layers occurs, very often that means a rapid and detrimental failure for the structure. Therefore, in order to establish a criterion able to predict delamination onset, fatigue tests at different stress levels and Arcan-Mines tests have been performed. This study presents a procedure to evaluate the interface strength of laminated composites when submitted to fatigue loadings. Finally we propose a reliable delamination initiation criterion and its validation for the considered material.

Keywords : Carbon/PPS, fatigue, aging, mechanical behaviour, onset delamination criterion

