



**HAL**  
open science

# Analyse des propriétés mécaniques de composites taffetas verre/matrice acrylique en relation avec les propriétés d'adhésion des fibres sur la matrice

Zakariya Boufaida

► **To cite this version:**

Zakariya Boufaida. Analyse des propriétés mécaniques de composites taffetas verre/matrice acrylique en relation avec les propriétés d'adhésion des fibres sur la matrice. Autre [cond-mat.other]. Université de Lorraine, 2015. Français. NNT : 2015LORR0108 . tel-01751805

**HAL Id: tel-01751805**

**<https://hal.univ-lorraine.fr/tel-01751805v1>**

Submitted on 29 Mar 2018

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

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



## AVERTISSEMENT

Ce document est le fruit d'un long travail approuvé par le jury de soutenance et mis à disposition de l'ensemble de la communauté universitaire élargie.

Il est soumis à la propriété intellectuelle de l'auteur. Ceci implique une obligation de citation et de référencement lors de l'utilisation de ce document.

D'autre part, toute contrefaçon, plagiat, reproduction illicite encourt une poursuite pénale.

Contact : [ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr](mailto:ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr)

## LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10

[http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg\\_droi.php](http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php)

<http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm>

# THÈSE

Soutenue le 03 juillet 2015

**Pour l'obtention du doctorat de l'université de lorraine**

**(mention Mécanique et Energétique)**

par

Zakariya BOUFAIDA

**Analyse des propriétés mécaniques de composites  
taffetas verre/matrice acrylique en relation avec les  
propriétés d'adhésion des fibres sur la matrice**

<i>Rapporteurs :</i>	Stéphane PANIER	Professeur, MINES de Douai
	Alain THIONNET	Professeur, MINES ParisTech
<i>Examineurs :</i>	Fabienne TOUCHARD	Chargée de recherche (HDR), Institut Pprime, Poitiers
	Henri-François PERRIN	Docteur, Pôle de Plasturgie de l'Est, Saint Avold
<i>Encadrants :</i>	Stéphane ANDRE	Professeur, LEMTA, Nancy
	Laurent FARGE	Maître de conférences (MCF), LEMTA, Nancy

## Remerciements

Je tiens à présenter ma profonde gratitude et mes sincères remerciements à mes encadrants de thèse Monsieur le Professeur Stéphane ANDRE et Messieurs les Maîtres de conférences Laurent FARGE et Julien BOISSE. Je les remercie d'avoir été mes mentors de m'avoir donné confiance à travers leur qualités humaines. Chaque jour passé avec eux a été une chance tant d'un point de vue professionnelle que personnel. Je n'oublierai jamais leur disponibilité, leur patience, leur modestie scientifique, ainsi que leurs conseils éclairés afin de perfectionner ce travail.

Je remercie Monsieur le Professeur THIONNET pour avoir accepté de présider le jury de ma thèse ainsi que tous les membres du Jury : Monsieur le Professeur PANIER, Madame le Professeur TOUCHARD et Monsieur le Docteur PERRIN qui m'ont honoré en acceptant de juger mon travail de thèse.

Merci également à Yves MESHAKA qui a été mon tuteur de monitorat à L'EEIGM, pour sa disponibilité, son aide et ses qualités humaines durant ces trois dernières années. Je remercie également tous mes étudiants de L'EEIGM pour leur sympathie et leur gentillesse, grâce à eux j'ai apprécié le métier d'enseignant.

Je remercie la Région Lorraine, le pôle de plasturgie de l'est, Arkema et le laboratoire LEMTA et pour leur participation financière et technique dans cette étude.

Je serai ingrat si je ne remerciais pas avec un grand Choukran mes frères Sofyane ABOU, Waseem AL HADAD pour tous les moments de rires et le fameux tacos du vendredi midi d'Abdellah. Egalement un grand duō xiè à mon frère chinois Jing YE pour les grands moments d'incompréhensions linguistiques, pour tous les week-ends et soirées passées ensemble dans notre vétuste bureau jaune. Mais surtout merci pour sa précieuse aide sur Matlab®. Tous les trois sachez que je ne vous oublierai jamais.

Je tiens également à saluer toutes les personnes qui, de près ou de loin, ont contribué à mon bien être durant ces trois dernières années. Je pense à Yassine ROUIZI (mon grand frère moralisateur), Yaoh AGBESSI ( le nouveau docteur du bureau), Omar RINGA (le futur docteur Incha allah), Rémy SELLIN (mon conseiller Pole emploi), Caroline HANOTIN (ma meilleure ennemie), Assma El KADDOURI (la boxeuse de choc), Farhad NIKFARJAM (le générateur de paroles aléatoires), Mondher BOUTERAA (l'italo-tunisien et futur docteur incha allah), Thomas GAUMONT ou Thomer SISLEY, Miloud HADJ ACHOUR (l'inventeur fou), Jamel OUHAJJOU (le médecin de mes appareils électroniques), Jihad ALBERJO (le calme) et Zakariya LAQUIBI (le calme bis).

Un grand merci à Alain GERRAD, Ludovic BUHLER, Claire QUINTEMP pour leurs aides techniques ainsi qu'à toutes les secrétaires du laboratoire pour leur infinie gentillesse, une mention spéciale pour Irène LEONARD et Fatiha BOUMENDJEL. Ne changez surtout pas.

Je n'oublie pas bien sur celle qui m'a soutenue dans les étapes les plus difficiles de ma thèse et qui n'a pas hésité durant ces deux dernières années à m'accompagner dans les aventures les plus folles (4L trophy, GR 20....). Tu as su être un soutien sans faille, je n'oublierais jamais ta gentillesse, et ta joie de vivre. Merci beaucoup Estelle, j'espère pouvoir un jour en faire autant.

Enfin, je clos cette liste de remerciements pour ma mère, mon père, ma sœur et mon frère que j'aime infiniment. Merci pour vos encouragements et votre soutien. Papa, maman, sans vous je ne serai probablement pas là. Merci de m'avoir toujours encouragé et cru en moi, en mes capacités et merci de m'avoir aidée à devenir ce que je suis aujourd'hui. Je remercie également mes oncles et tantes et mes cousins cousines surtout Sami qu'ils trouvent ici ma plus profonde gratitude et tout mon amour pour leur soutien et leurs encouragements.

# Sommaire

<b>INTRODUCTION .....</b>	<b>1</b>
<b>PARTIE I : ETAT DE L'ART .....</b>	<b>7</b>
<b>Chapitre I : Les matériaux composites .....</b>	<b>9</b>
I.1 Définition générale d'un matériau composite .....	9
I.2 Eléments constitutants d'un composite fibré à matrice polymère .....	10
I.2.1 La matrice .....	10
I.2.2 Les renforts fibreux .....	12
I.2.3 Traitement de surface des fibres : l'ensimage .....	15
I.2.4 Composite final : le stratifié .....	17
I.2.5 Une structure multi échelles .....	18
I.3 Modèles micromécaniques utilisés pour prédire les constantes élastiques effectives des composites .....	19
I.3.1 Notation.....	20
I.3.2 Modélisation d'un composite unidirectionnel .....	21
I.3.3 Comportement mécanique effectif d'un composite unidirectionnel ....	22
I.3.4 Expression des constantes élastiques d'un composite UD .....	23
I.3.5 Modélisation du comportement mécanique d'un stratifié à renfort tissu .....	28
I.3.6 Modélisation analytique du comportement mécanique des tissés : approches avancées .....	30
I.3.7 Principe de correspondance de Hashin .....	32
I.4 Conclusion .....	33
<b>Chapitre II : Techniques d'analyses expérimentales.....</b>	<b>41</b>
II.1 Introduction.....	41
II.2 Caractérisation macroscopique.....	41
II.2.1 Essais statiques : traction et flexion .....	41
II.2.2 Essais dynamiques .....	48
II.3 Caractérisation des composites aux échelles locales .....	49
II.3.1 Echelle mésoscopique .....	50
II.3.2 Echelle microscopique:.....	51
II.3.3 Caractérisation sub-microscopique.....	57
II.3.4 Conclusion .....	60

<b>PARTIE II : APPROCHE EXPERIMENTALE.....</b>	<b>67</b>
<b>Chapitre III : Matériaux.....</b>	<b>71</b>
III.1 Choix des matériaux .....	71
III.1.1 Renfort.....	71
III.1.2 Résine .....	72
III.1.3 Traitements de surface appliqués aux fibres .....	72
III.2 Elaboration des plaques composites.....	73
III.2.1 Procédé de fabrication .....	73
III.2.2 Influence de l'ensimage sur la fabrication des plaques .....	73
III.2.3 Composition des plaques .....	73
III.3 Prédiction des propriétés élastiques de nos composites.....	75
III.3.1 Principe général.....	75
III.3.2 Résultats .....	77
III.3.3 Comparaison avec les résultats obtenus par Naik et Ganesh [4] .....	79
III.3.4 Bilan .....	80
III.4 Conclusion .....	80
<b>Chapitre IV : Essais statiques.....</b>	<b>83</b>
IV.1 Introduction.....	83
IV.2 Traction 0°/90° .....	83
IV.2.1 Description de l'essai.....	83
IV.2.2 Observations MEB.....	87
IV.2.3 Bilan de l'essai de traction 0°/90° pour la comparaison des ensimages.. .....	88
IV.2.4 Caractérisation en cisaillement plan (traction $\pm 45^\circ$ ) .....	88
IV.2.5 Influence du textile sur le champ de déformation et l'endommagement .....	95
IV.2.6 Analyse des mécanismes d'endommagement.....	102
IV.3 Caractérisation en flexion par appuis rapprochés : résultats et analyses.....	104
IV.3.1 Essai de flexion sur poutre courte (Short Beam Shear) .....	104
IV.3.2 Contrôle des essais.....	108
IV.4 Conclusion .....	110
<b>Chapitre V : Essais dynamiques en fatigue.....</b>	<b>115</b>
V.1 Introduction.....	115
V.2 Essais de chargement cyclique : tests d'auto échauffement en fatigue .....	116
V.2.1 Caractéristiques de l'essai.....	116
V.2.2 Protocole expérimental.....	117
V.2.3 Analyse des courbes d'auto-échauffement. ....	119
V.2.4 Relation théorique entre $\Delta T_s$ et $\sigma_{12ma, MAX}$ dans le régime viscoélastique linéaire. ....	122
V.2.5 Principe du traitement des données.....	126

V.2.6	Résultats et interprétation des courbes expérimentales.....	127
V.3	Conclusion .....	129
<b>Chapitre VI : Analyse des propriétés du polymère dans le composite .....</b>		<b>133</b>
VI.1	Introduction.....	133
VI.2	Dispositif expérimental de DMA.....	133
VI.2.1	Caractéristiques de l'essai.....	133
VI.2.2	Résultats.....	134
VI.3	Utilisation de modèles micromécaniques pour prédire le module complexe des composites .....	135
VI.3.1	Hypothèses générales .....	136
VI.3.2	Approches élémentaires de modélisation .....	136
VI.3.3	Bilan de l'analyse du module complexe des composites :.....	141
VI.4	Analyse des propriétés de la résine au sein du composite par nano-indentation .....	141
VI.4.1	Principe.....	141
VI.4.2	Nano-indentation pour les systèmes bi-phasiques.....	142
VI.4.3	Dispositif expérimental et caractéristiques des essais.....	143
VI.4.4	Résultats.....	145
VI.4.5	Bilan des mesures de nano-indentation .....	148
VI.5	Conclusion .....	148
<b>PARTIE III: MODELISATION NUMERIQUE .....</b>		<b>153</b>
<b>Chapitre VII : Simulation à l'échelle d'un VER par le code CRAFT. ....</b>		<b>157</b>
VII.1	Introduction.....	157
VII.2	Présentation de CRAFT .....	157
VII.3	Principes mathématiques et mécaniques de la méthode de résolution utilisé par CRAFT .....	158
VII.3.1	Equations à résoudre .....	158
VII.3.2	Algorithme (continu) de résolution.....	160
VII.3.3	Extension au comportement non linéaire.....	160
VII.4	Prise en main du logiciel.....	161
VII.4.1	Fonctionnement .....	161
VII.4.2	Vérifications sur un cas test .....	162
VII.5	Application à notre cas d'étude.....	166
VII.5.1	Génération de la microstructure.....	166
VII.5.2	Propriétés effectives à la méso-échelle .....	168
<b>Chapitre VIII : Résultats de simulation .....</b>		<b>171</b>
VIII.1	Introduction.....	171
VIII.2	Etude des champs de déformations.....	171
VIII.2.1	Analyse des résultats.....	172

VIII.2.2	Dégradation du champ de déformation.....	176
VIII.2.3	Méthode d'intégration pour obtenir $\underline{U}_B(x, y, z)$ .....	178
VIII.2.4	Obtention du champ de déplacement $\underline{U}_{B_1}(X, Y)$ « vu par le capteur ».....	180
VIII.2.5	Confrontation des champs de déformations numériques et expérimentaux.....	183
VIII.3	Etudes des champs de contraintes.....	185
VIII.3.1	Problématique.....	185
VIII.3.2	Analyse de la carte de contrainte $\sigma_{12}$ méso.....	187
VIII.3.3	Analyse de la carte de contrainte $\sigma_{11}$ méso.....	188
VIII.3.4	Détection des seuils d'endommagements.....	190
VIII.3.5	Bilan des études des champs de contraintes .....	190
VIII.4	Conclusion .....	190
<b>CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES .....</b>		<b>193</b>
<b>ANNEXES .....</b>		<b>199</b>
<b>ANNEXE I : Etudes mécaniques de composites ignifugés.....</b>		<b>201</b>
<b>ANNEXE II : Validation numérique de la méthode de flexion sur poutre courte pour caractériser l'adhésion fibre-matrice .....</b>		<b>207</b>
<b>ANNEXE III : Principe de l'analyse de l'effet de l'ondulation des fibres sur la rigidité des composites étudiés pendant la thèse .....</b>		<b>211</b>

## Tables des illustrations

Figure I-1 : Représentation schématique d'un matériau composite de type particule-matrice, fibres courtes-matrice et fibres continues matrice [1].	9
Figure I-2 : Représentation d'un pli unidirectionnel : en zoom un toron et une fibre.	13
Figure I-3 : Représentation d'un tissu taffetas.	14
Figure I-4 : Représentation d'un tissu sergé.	14
Figure I-5 : Représentation d'un tissu satin pour n=4.	15
Figure I-6 : Observation au microscope à force atomique (AFM) de l'interphase pour un composite verre/époxy.	16
Figure I-7 : Schéma de diffusion de l'ensimage dans la matrice [10].	16
Figure I-8 : Partie gauche - stratifié composite [0°/-45°/+45°/0°/-45°/0°]. Partie droite - un pli composite.	18
Figure I-9 : Illustration des différents niveaux d'investigation au sein d'une structure composite.	19
Figure I-10 : Représentation schématique de l'ondulation d'un pli tissé.	21
Figure I-11 : VER utilisé pour l'approche « loi des mélanges ».	23
Figure I-12 : VER cylindrique.	23
Figure I-13 : VER du modèle d'Hopkins et Chamis.	25
Figure I-14 : VER du modèle d'Hopkins et Chamis avec interphase.	25
Figure I-15 : Modélisation d'un tissu taffetas par un modèle à plis UD croisés équivalent.	29
Figure I-16 : Observation au microscope optique de la tranche d'un stratifié composite à plis taffetas suivant l'épaisseur.	30
Figure I-17 : Représentation du VER pour des tissés : a) taffetas, b) sergé, satin [43].	31
Figure I-18 : VER d'un pli taffetas [47].	32
Figure II-1 : a) Essai de traction transverse sur composite Unidirectionnel NF ISO 527. b) Essai de flexion à avec les fibres orienté à 90° par rapport à la longueur de l'éprouvette.	42
Figure II-2 : Schéma d'un essai de cisaillement plan par cisaillement plan ASTM D3518.	43
Figure II-3 : Essai Short Beam Shear en flexion 3 points NF EN 6585.	45
Figure II-4 : Représentation de la contrainte $\sigma_{13}$ générant le cisaillement inter-laminaire.	45
Figure II-5 : a) Essai Iosipescu ASTM D5379 et géométrie standard de l'éprouvette. b) Différentes configurations de l'éprouvette doublement entaillée selon les propriétés en cisaillement désirées d'un composite UD [21].	46
Figure II-6 : Représentation schématique d'un essai de cisaillement par recouvrement (Double Notch Shear) sur éprouvette UD. Conformément à la norme ASTM D3848 [21].	47

## Table des illustrations

---

Figure II-7 : Représentation schématique de l'interphase élastique rigide au niveau de la jonction fibre-matrice. ....	48
Figure II-8 : Courbe de Wöhler pour un composite tissus sollicité à $\pm 45^\circ$ [32]. ....	49
Figure II-9 : Structure interne d'un composite UD verre/époxy révélée par tomographie X et obtenue dans le cadre de la thèse et vue en coupe de la structure. ....	51
Figure II-10 : Clichés fractographiques MEB sur composite verre/polyester pour différentes concentrations d'ensimage. (a : 0%, b : 0.1% et c : 0.2% en masse). ....	53
Figure II-11 : Cliché fractographique au MEB montrant une rupture typique en mode I pour un système UD-carbone/époxy [42 -page 180]. ....	53
Figure II-12 : clichés fractographiques au MEB pour une éprouvette UD carbone/époxy sollicitée en flexion sur poutre courte présentant une rupture en mode II (résultats obtenus dans le cadre du projet « résine idéale »). ....	54
Figure II-13: a) Processus schématique du test de fragmentation. b) Rupture par décohésion interfaciale induite par fragmentation. ....	55
Figure II-14 : Représentation schématique du principe de déchaussement de la microgoutte. ....	56
Figure II-15 : a) Principe d'indentation (push out). b) Courbe schématique de push out. ....	57
Figure II-16 : Principe des différents modes d'analyse en AFM. ....	58
Figure II-17 : Cliché AFM d'interphase d'un composite verre/polypropylène [52]. ....	58
Figure II-18: a) Processus schématique d'indentation. b) courbe de charge décharge de nano-indentation. ....	59
Figure III-1 : a) Photographie du textile taffetas de verre-E. b) Ordre de grandeur du diamètre d'une fibre, cliché obtenu au microscope optique. ....	71
Figure III-2 : Observation au microscope optique de la section d'un toron (Grossissement x10 et dans l'insert x20). ....	74
Figure III-3 : a) Représentation des VER idéalisés : b) modèle OTFU, c) modèle OTFNU. ....	76
Figure III-4 : Evolution de $\bar{E}_x$ en fonction de $h/a$ . ....	77
Figure III-5 : Evolution de $G_{xy}$ en fonction de $h/a$ . ....	78
Figure III-6 : Agrandissement de la figure 5 pour le modèle OTFNU. ....	78
Figure III-7 : Evolution de $\bar{E}_x$ extrait de la figure 6 de [4] ....	80
Figure III-8 : Evolution de $G_{xy}$ extrait de la figure 7 de [4] ....	80
Figure IV-1 : Eprouvette de traction de forme haltère (taffetas verre/Elium®) ....	84
Figure IV-2: Eprouvette de traction de forme haltère (taffetas verre/Elium®) ....	84
Figure IV-3 : Courbe de traction à $0^\circ/90^\circ$ sur composites taffetas verre/Elium® avec des ensimages MC et Ac ....	85
Figure IV-4 : Modèle linéaire ajusté sur la plage $E_{xma} \in [0.1, 0.6]$ des courbes de traction $0^\circ/90^\circ$ ....	86

Figure IV-5: Séparation des courbes de traction 0°/90° pour les composites taffetas verre/Elium® avec des ensimages Ac et MC .....	86
Figure IV-6 : rupture d'une éprouvette taffetas de verre/Elium® sollicitée en traction transverse .....	86
Figure IV-7 : Illustrations des mécanismes de décohésion fibre-matrice pour des stratifiés composites. ....	87
Figure IV-8 : Fractographies obtenues par microscope électronique à balayage (MEB) après des essais de traction dans le sens des fibres chaînes pour des composites Taffetas verre/résine acrylate pour des ensimages MC et Ac .....	88
Figure IV-9 : Principe de la corrélation d'image 3D (3D-DIC). ....	90
Figure IV-10: Mesure de déformation par DIC-3D sur une surface locale comportant 3*3 facettes.....	91
Figure IV-11 : Forme de l'éprouvette et courbes de tractions correspondant à un cisaillement plan $\pm 45^\circ$ pour des composites taffetas verre/Elium® avec des ensimages Ac et MC.....	92
Figure IV-12 : Détermination du module cisaillement $G_{12}$ pour les composites taffetas verre/Elium avec des ensimages Ac et MC sollicités en cisaillement plan $\pm 45^\circ$ .....	93
Figure IV-13 : Séparation des courbes de cisaillement plan pour les composites Taffetas verre/Elium avec des ensimages Ac et MC. ....	94
Figure IV-14 : Profil de rupture d'une éprouvette taffetas de verre/Elium® sollicité en traction par cisaillement plan. ....	95
Figure IV-15: Mise en relation du textile (a) et du champ de déformation $\epsilon_x$ (b) mesuré sur la face principale de l'éprouvette pour le composite .....	96
Figure IV-16: Variation de la déformation à l'échelle de la mésostructure. ....	98
Figure IV-17: Evolution de la déformation $\epsilon_x$ (échelle mésoscopique) dans les régions 1 et 3 pour le matériau verre/Elium®/Ac. ....	99
Figure IV-18 : Evolution de la déformation $\epsilon_x$ (dans les régions 1 et 3) pour le matériau verre/Elium®/Ac et pour $\sigma_{12ma} < 30\text{MPa}$ .....	100
Figure IV-19 : Seuil d'endommagement pour le point C.....	101
Figure IV-20: Structure interne d'un composite taffetas de verre/Elium®/Ac endommagé obtenue avec 500 coupes de micro-tomographie X (résolution 6.5 $\mu\text{m}/\text{pixel}$ ).....	103
Figure IV-21: Coupe tomographique d'un composite taffetas de verre/Elium/Ac sollicité en traction par cisaillement plan .....	104
Figure IV-22: Principe de l'essai de flexion sur poutre courte: représentation schématique des zones d'endommagements par cisaillement interlaminaire. ....	105
Figure IV-23 : Cliché MEB sur éprouvette composite verre/Elium®/Ac sollicité par flexion sur poutre courte .....	106
Figure IV-24: Courbes d'essai de flexion sur poutre courte réalisées sur composites à renfort taffetas .....	107

Figure IV-25 : Observation au DIC d'une éprouvette taffetas/Elium sollicité en flexion sur poutre courte : a) peu après le passage à $F_{max}$ . b) longtemps après le passage par $F_{max}$ (fin de l'essai). c) zoom obtenu par MEB des zones endommagées .....	109
Figure IV-26 : Clichés de facies de rupture réalisé par MEB pour une éprouvette taffetas verre-Elium/AC sollicité en en flexion sur poutre courte jusqu'à rupture.....	110
Figure V-1 : Protocole d'auto-échauffement sous fatigue.....	117
Figure V-2 : Evolution de $\Delta T_s$ au cours de deux blocs de chargement correspondant à $\sigma_{12ma, MAX} \approx 26$ MPa puis $\sigma_{12ma, MAX} \approx 28$ MPa.....	119
Figure V-3 : Courbes $\Delta T_s = f(\sigma_{12ma, MAX})$ (éprouvette avec fibres orientées à $\pm 45^\circ$ ) et $\Delta T_s = f(\sigma_{xxma, MAX})$ (éprouvette avec fibres orientées à $0^\circ/90^\circ$ ) pour le matériau MC. ....	120
Figure V-4 : Courbe $\log_{10}(\Delta T_s) = f(\log_{10}\sigma_{12ma, MAX})$ pour les matériaux MC et Ac (éprouvettes avec fibres orientées à $\pm 45^\circ$ ). .....	121
Figure V-5 : Principe schématique du traitement des courbes d'auto-échauffement a) Modèle viscoélastique applicable au $i^{ème}$ point de mesure. b) Modèle viscoélastique non applicable au $i^{ème}$ point de mesure.....	127
Figure V-6 : Détection du seuil d'endommagement par auto échauffement sous fatigue pour les composites MC, Ac et NS. ....	128
Figure VI-1 : a) Dispositif expérimental de flexion 3 points. b) représentation schématique des configurations à $0^\circ/90^\circ$ et $\pm 45^\circ$ . .....	134
Figure VI-2 : a) schéma de l'interphase élastique au niveau de la jonction fibre-matrice. b) schéma d'une interphase circulaire autour d'une fibre.....	140
Figure VI-3 : propriétés d'interphase déterminées par optimisation numérique. ....	140
Figure VI-4 : Courbes d'indentation force = $f_h$ : a) sans décohésion fibre-matrice. b) avec décohésion fibre-matrice. ....	143
Figure VI-5 : Dispositif expérimental de nano-indentation.....	144
Figure VI-6 : a) Observation au microscope optique d'une grille d'indentation. b) Schéma d'une grille d'indentation. c) Schéma d'une zone impactée par indentation.....	144
Figure VI-7 : Représentation schématique de l'environnement d'un indenteur .....	145
Figure VI-8 : Représentation de l'évolution du module de Young local en fonction de la distance équivalente aux fibres proches (matériaux MC, Ac et NS). En insert : Courbes brutes d'indentation.....	147
Figure VI-9 : Représentation d'une interphase non homogène autour d'une fibre (mise en situation possible des points A, B et C de la figure VI-8).....	147
Figure VII-1 : Cas test - Réalisation aléatoire de distribution des fibres. ....	163
Figure VII-2 : Simulations par CRAFT du champ de déformation sur un composite avec fibres alignées, en disposition aléatoire. a et c) simulations issues de Moulinec et Suquet [1], b-d) nos propres simulations.....	164

Figure VII-3 : Courbes contrainte-déformation obtenues par simulation (CRAFT=lignes rouges; DAMSK=points bleus) pour les composites fibrés du cas test des figures 2b)-2d) dans le cas d'une matrice élasto-plastique parfaite (a) et plastique avec durcissement (b) comparés avec les données simulées dans les travaux de Moulinec [1].	165
Figure VII-4: Dimensions et architecture du textile taffetas « Fibres de verre ». zoom: VER élémentaire.	166
Figure VII-5 : Partie gauche : Observation au microscope optique de la section d'un toron (Grossissement x10 et dans l'insert x 20). Partie droite : Section 2D d'un toron, vue dans une représentation numérique 3D faite sous Solidworks®.	167
Figure VII-6 : (Partie gauche) modélisation 2D de la maille VER pour un composite à renfort taffetas. (Partie droite) modélisation 3D de la maille VER pour un composite à renfort taffetas réalisé sous Solidworks®.	168
Figure VIII-1 : Microstructure du VER : Composition des différentes phases du pli de surface.	172
Figure VIII-2 : a) champ de déformation numérique $\epsilon_{XX}^{meso}$ obtenu par CRAFT. b) champ de déformation $\epsilon_{XX}^{meso}$ expérimental obtenu par dispositif de corrélation d'image DIC.	173
Figure VIII-3 : Positions des différentes zones riches en fibres et riches en résines au sein du VER.	173
Figure VIII-4 : a) Superposition de $\epsilon_{XX}^{meso}$ numérique et expérimental suivant les profils 1, 2 et 3. b) Champs de déformation numérique et expérimental $\epsilon_{XX}^{meso}$ autour d'une poche de résine.	176
Figure VIII-5 : Représentation schématique des grilles "Capteur" et "Calcul" nécessaires à la transformation du champ de déformation obtenu sur la grille de calcul CRAFT.	177
Figure VIII-6 : Champs de déformation $\epsilon_{XX}^{meso}$ : a) obtenu par CRAFT et b) après procédure de lissage).	183
Figure VIII-7 : Superposition des profils numériques $\epsilon_{XX}^{meso}$ avant et après lissage selon les directions à 45°/ référentiel capteur (profils 6 et 7).	184
Figure VIII-8 : Comparaison des profils expérimentaux et numériques $\epsilon_{XX}^{meso}$ (après lissage) selon les directions à 45°/ référentiel capteur (profils 3 et 7).	185
Figure VIII-9 : Exemple de VER à l'échelle micrométrique.	186
Figure VIII-10 : Champ de contrainte numérique $\sigma_{12}^{meso}$ (repère lié aux fibres).	187
Figure VIII-11 : Evolution de la contrainte numérique $\sigma_{12}^{meso}$ suivant le profil 4.	188
Figure VIII-12 : a) champ de contrainte numérique $\sigma_{11}^{meso}$ (repère lié aux fibres). b) zoom schématique de la zone d'initiation de fissure.	189
Figure VIII-13 : a) Cliché de tomographie X réalisé sur un composite taffetas verre/Elium® sollicité en traction par cisaillement plan. b) Champ de contrainte numérique $\sigma_{11}^{meso}$ .	189

## Liste des tableaux

Tableau I-1 : Caractéristiques mécaniques moyennes des résines TD polyesters, époxydes et vinylesters [4].	11
<i>Tableau I-2 : Caractéristiques thermo-mécaniques moyennes de quelques résines TP [2].</i>	12
<i>Tableau I-3 : caractéristiques mécaniques moyennes en traction de fibres seules (verre-E, carbone, aramide)[4].</i>	13
Tableau I-4 : Expressions des constantes élastiques d'un composite UD avec les modèles de Chamis, d'Hopkins-Chamis et CCA (expressions simplifiées pour $E_1$ et $\nu_{12}$ pour le modèle CCA)	28
Tableau II-1 : Nature des informations obtenues par MEB en fonction des natures d'émissions.	52
Tableau III-1 : Données techniques des armatures en taffetas de verre E utilisé pour les composites du projet.	71
Tableau III-2 : Fraction volumiques des phases présentent dans la microstructure d'un .VER..	74
Tableau III-3 : Référencement des composites étudiés.	74
Tableau III-4 : Calcul du module de Young $E_x$ pour les modèles : à plis UD croisés équivalent, OTFU et OTFNU.	77
Tableau III-5 : Calcul du module de cisaillement $G_{xy}$ pour les modèles : OTFU et OTFNU.	78
Tableau VI-1 : Résultats expérimentaux des modules complexes obtenues par mesures DMA (fréquence : 1Hz et température : 25°C). Ecarts types réalisés pour 10 mesures.	134
Tableau VI-2 : Valeurs des constantes élastiques issues des différents modèles micromécaniques pour des fibres orientées à 0°/90° et ±45° - Comparaison avec la valeur mesurée expérimentalement.	137
Tableau VI-3 : Valeurs des constantes élastiques issues des différents modèles micromécaniques (configuration ±45° pour l'approche " à plis UD croisés équivalent " et pour l'approche améliorée 1 :modèle OTFNU). La colonne "Ecart" donne en % l'écart relatif par rapport aux valeurs expérimentales.	139
Tableau VII-1 : Propriété mécanique d'un toron constitutif du VRE pour différents modèles micromécaniques (Chamis, Gibson-Chamis).	169
Tableau VIII-1 : $E_{XXma}$ et $G_{12ma}$ obtenus par CRAFT, par modèle micromécanique et expérimentalement.	174

# INTRODUCTION



# INTRODUCTION

Dans le domaine des transports, l'allègement des structures est un moyen simple d'accéder à une meilleure efficacité énergétique. Pour prendre un exemple concret, en réduisant de 100 kg la masse d'une voiture, on économise 0,4 litres de carburant tous les 100 kilomètres. Dans les industries automobile et aéronautique, les matériaux métalliques sont donc progressivement remplacés par des matériaux composites y compris pour les pièces de structure. A poids équivalent, les composites possèdent en effet des performances mécaniques bien supérieures aux métaux tout en ayant une meilleure résistance à la corrosion. Actuellement les composites à matrices thermodures (TD) restent majoritairement utilisés dans le secteur automobile. Les matrices de ces matériaux sont infusibles et le polymère n'est donc pas récupérable simplement. En conséquence, les composites TD sont très peu recyclables.

Dans ce contexte, la région Lorraine, par son Agence de Mobilisation Economique, a décidé de financer un programme appelé « résine idéale ». L'objectif général du projet est de développer des résines thermoplastiques (TP) innovantes destinées à remplacer les résines TD. Cette transition présente essentiellement des avantages en termes de recyclabilité puisqu'un polymère TP se ramollit sous l'effet de la température et devient alors récupérable et donc réutilisable. Le projet « résine idéale » regroupe cinq partenaires basés, ou partiellement basés en Lorraine : deux industriels, le PPE (Pôle de Plasturgie de L'Est) et Arkema ainsi que trois laboratoires de recherche universitaire : le LCPM (Laboratoire de Chimie Physique Macromoléculaire), le LMOPS (Laboratoire Matériaux Optiques Photoniques et Systèmes) et le LEMTA (Laboratoire d'Energétique et de Mécanique Théorique et Appliquée). La répartition initiale des rôles était la suivante : la mise au point des nouvelles résines revenait au LCPM. La fabrication quantitative des résines devait être assurée par Arkema. Le PPE avait pour tâche essentielle de mettre au point les procédés permettant de fabriquer des plaques composites à partir des résines du projet. Il revenait au LMOPS de rechercher des solutions en termes d'ignifugation. La tâche du LEMTA, notre laboratoire, était d'analyser les propriétés mécaniques des composites obtenus. D'un point de vue général, nous n'avions pas pour objectif de mettre en œuvre des essais normalisés qui pourraient par ailleurs être réalisés chez les industriels partenaires. Le LEMTA a été associé au projet en raison de ses compétences générales dans le domaine de la caractérisation du comportement mécanique des matériaux à plusieurs échelles. Toutefois, nos études précédentes portaient exclusivement sur les polymères semi-cristallins. Nous étions donc sans expérience dans le domaine des composites. Pendant cette thèse, nous avons donc dû développer une métrologie fine adaptée à ces matériaux, notamment pour obtenir des informations sur les mécanismes de déformation et d'endommagement aux échelles locales.

Presque dès le début du projet, une résine de type acrylique a été retenue. Cette résine est actuellement disponible sur le marché sous la dénomination commerciale Elium®. Ce choix s'est rapidement imposé car il présentait des avantages très importants en termes de mise en œuvre : Le PPE a en effet montré que la résine Elium® pouvait s'adapter à des procédés de transformation très courants, comme par exemple la technologie RTM (Resin Transfer Molding). Ces procédés de transformation étaient précédemment exclusivement réservés aux résines TD. La résine Elium® est donc le premier polymère thermoplastique qui est compatible avec les moyens de production qui sont actuellement majoritairement utilisés par les fabricants de composites. Par ailleurs, des essais mécaniques « standards » ont montré que les pièces composites obtenues avec cette résine ont des propriétés mécaniques semblables à celles réalisées avec des TD.

Le choix définitif de la résine a naturellement constitué une étape importante du projet. Cependant, avant l'apparition de la résine Elium® sur le marché, cette famille de polymère n'était pas utilisée dans l'industrie des composites fibres longues. Il est donc nécessaire d'étudier le comportement mécanique spécifique des matériaux composites qui sont réalisés avec ce type de matrice. Par ailleurs, les polymères acrylates ont des propriétés chimiques spécifiques. Les traitements de surface qui sont actuellement appliqués aux fibres (ensimage), essentiellement pour favoriser l'adhésion entre la fibre et la matrice, pourraient donc ne pas être adaptés aux résines acryliques. Dans le cadre de cette thèse, nous nous sommes donc particulièrement intéressés à l'influence de l'ensimage sur les propriétés mécaniques de composites à matrice acrylate.

Pour des raisons qui seront évoquées brièvement dans la suite de ce manuscrit, cette étude a été réalisée avec des composites à renforts textile plutôt qu'avec des composites à renforts unidirectionnels (UD). Dans le cas des composites textiles, la présence du tissu est susceptible d'engendrer une structuration du champ de contrainte à l'échelle de la mésostructure. En conséquence, la contrainte ou la déformation qui s'applique à un Volume Élémentaire Représentatif, pris à l'échelle de l'interface fibre-matrice, ne peut pas être obtenue d'une façon directe à partir de la simple connaissance de la sollicitation mécanique macroscopique appliquée. Pour surmonter cette difficulté, nous avons dû utiliser des techniques de caractérisation locales et nous avons développé une démarche de modélisation destinée à obtenir les variations des champs de contrainte et de déformation à l'échelle de la mésostructure.

La première partie de la thèse est consacrée à un état de l'art que nous avons divisé en deux chapitres. Dans le premier chapitre, nous décrivons sommairement les principales caractéristiques des composites à matrice polymère et à fibres continues. L'accent est mis sur la description des modèles micromécaniques qui permettent de

prédire les constantes élastiques effectives de ces matériaux. Dans le deuxième chapitre, nous présentons les techniques expérimentales qui sont couramment utilisées pour analyser le comportement mécanique des composites aux différentes échelles. Nous nous sommes particulièrement intéressés aux méthodes permettant d'évaluer la qualité de l'adhésion entre la fibre et la matrice. La seconde partie de la thèse est consacrée à la présentation et à l'analyse de nos résultats expérimentaux. Cette partie est divisée en quatre chapitres. Dans le premier chapitre de cette deuxième partie, nous présentons les caractéristiques principales des matériaux que nous avons étudiés, à savoir des composites à renfort taffetas verre et à matrice Elium®. La caractérisation du comportement mécanique de nos composites à différentes échelles dans le cas de sollicitations statiques constitue l'objet du deuxième chapitre. Le troisième chapitre est consacré à l'étude du comportement en fatigue. Nous avons mis en évidence l'influence de l'ensimage sur les propriétés en fatigue de nos composites grâce à un traitement de données original conçu pour exploiter des mesures obtenues par thermographie infrarouge. Dans le quatrième chapitre de la deuxième partie, nous avons analysé les propriétés moyennes et locales de la résine au sein du composite. Cette étude est basée sur des expériences de nanoindentation et des mesures de modules complexes obtenues par spectrométrie mécanique. La troisième et dernière partie du manuscrit est consacrée au volet modélisation de la thèse. Dans le premier chapitre de cette troisième partie, nous présentons les caractéristiques générales et le principe global de notre démarche. Nous avons utilisé le logiciel CRAFT (Composite Response And Fourier Transforms), un code de calcul qui résout les équations de l'équilibre local grâce à une méthode spectrale. Nous avons notamment voulu montrer l'intérêt de ce type d'approche pour étudier le cas spécifique de matériaux qui, comme nos composites taffetas, sont structurés de façon parfaitement périodique. Dans le dernier chapitre de la thèse, nous présentons finalement les champs de contrainte et de déformation qui ont pu être obtenus à l'échelle de la mésostructure avec le logiciel CRAFT. Ces résultats sont en excellent accord avec les champs de déformation qui ont été mesurés par corrélation d'images. De plus, nous avons pu établir un lien entre la localisation de l'endommagement observée par tomographie X et les régions de concentrations de contraintes qui ont été mises en évidence par la modélisation.



# **PARTIE I : ETAT DE L'ART**



## PARTIE I : ETAT DE L'ART

### Chapitre I : Les matériaux composites

#### I.1 Définition générale d'un matériau composite

Un matériau composite peut être défini comme l'association d'une ou de plusieurs phases discontinues réparties dans une même phase continue. L'assemblage final donne un nouveau matériau dont on attend des propriétés supérieures à celles qu'auraient les constituants élémentaires pris séparément. Dans une terminologie issue du vocabulaire de la résistance des matériaux, les constituants de la phase discontinue sont appelés de manière générique : « renforts ». Le rôle essentiel des renforts est d'assurer la tenue mécanique du composite. La phase continue est appelée « matrice ». En premier lieu, la matrice garantit la cohésion de la structure et la transmission des efforts mécaniques aux renforts. Elle fournit également une protection à ces derniers contre diverses agressions chimiques qui pourraient provenir de l'environnement extérieur.

D'un point de vue général, les matériaux qui constituent la matrice peuvent être des métaux, des céramiques ou des polymères. On peut utiliser des renforts de type particulaire ou fibreux (fig.I-1). On distingue les fibres courtes (longueur : 0,1 mm à 1mm), longues (longueur : 1 mm à 50 mm) et continues (longueur supérieure à 50 mm). Dans la suite, nous ne nous intéresserons qu'à la famille de composites faisant l'objet de cette thèse : fibres longues et matrice polymère.

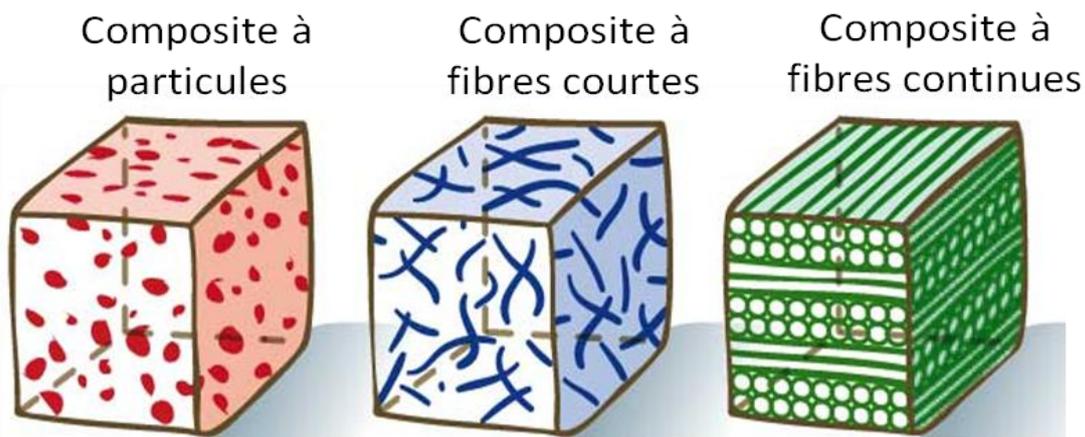


Figure I-1 : Représentation schématique d'un matériau composite de type particule-matrice, fibres courtes-matrice et fibres continues matrice [1].

Schématiquement, les propriétés des matériaux composites dépendent :

- Des propriétés des constituants élémentaires.
- De la distribution géométrique des renforts ; par exemple s'ils sont constitués de fibres, de leur orientation.
- Des interactions éventuelles entre les constituants : qualité de l'adhésion entre la matrice et les renforts

## **I.2 Éléments constituants d'un composite fibré à matrice polymère**

### **I.2.1 La matrice**

Dans l'industrie on trouve deux types de résines : les thermodures (TD) et les thermoplastiques (TP). Actuellement, les résines TD restent les plus employées [2]. Cependant, grâce aux progrès de la recherche sur les résines TP, leur part dans la production mondiale de composites est en constante augmentation. Elle est passée de 30% à 37% en volume entre 2002 et 2007. Des études récentes montrent que cette tendance perdure pour la période 2009-2014 [3].

#### **I.2.1.1 Les matrices thermodurcissables**

##### **Généralités**

Elles sont obtenues à partir de pré-polymères de faible poids moléculaire qui sont réticulés sous l'effet de la chaleur en présence de catalyseurs et de durcisseurs. Les principales résines thermodurcissables utilisées dans l'industrie composite sont les résines époxydes, polyesters et vinylesters (tableau I-1). Elles présentent une bonne résistance à la chaleur, un vieillissement lent et une bonne tenue aux agressions extérieures mais des durées de stockage avant mise en œuvre limitées, des temps de cuisson élevés ou encore des difficultés de recyclage.

##### **Mise en œuvre**

Dans l'industrie composite les principaux procédés de mise en forme des résines TD sont : le moulage par injection basse pression de résine liquide (procédé RTM : Resin Transfer Molding), le moulage au contact, la pultrusion, l'enroulement filamentaire ou encore l'infusion. Le procédé RTM est la technique la plus courante pour réaliser des pièces de structures en série de bonne qualité. Il consiste à remplir l'empreinte d'un moule rigide et fermé par injection de résine en un ou plusieurs points. Outre sa productivité importante le procédé RTM donne une grande flexibilité aux industriels de part sa souplesse de mise en œuvre et sa facilité de réglage des paramètres procédés (temps de cycle, forme des pièces, positions d'injection, taux de renforts...).

	Résines polyesters	Résines époxydes	Résines vinylesters
<i>Masse volumique (Kg/m<sup>3</sup>)</i>	1200	1100 à 1500	1200
<i>Module d'élasticité en traction (GPa)</i>	2.8 à 3.5	3 à 5	3.4 à 3.5
<i>Module d'élasticité en flexion (GPa)</i>	3 à 4.5		3.1 à 3.8
<i>Contrainte à la rupture en traction (MPa)</i>	50 à 80	60 à 80	70 à 85
<i>Contrainte à la rupture en flexion (MPa)</i>	90 à 130	100 à 150	115 à 140
<i>Allongement à la rupture en traction (%)</i>	2 à 5	2 à 5	2.5
<i>Résistance au cisaillement (MPa)</i>	10 à 20	30 à 50	
<i>Température de fléchissement sous charge à 1.8 MPa (°C)</i>	60 à 100	290	100 à 140

Tableau I-1 : Caractéristiques mécaniques moyennes des résines TD polyesters, époxydes et vinylesters [4].

### I.2.1.2 Les matrices thermoplastiques

#### Généralités

Elles sont constituées d'un ensemble de macromolécules longues, linéaires ou ramifiées et enchevêtrées entre elles. Les résines TP sont mises en forme à l'état liquide à une température supérieure à leur température de transition vitreuse ( $T_g$ ) pour les polymères amorphes (exemple : le Polyétherimide) ou à leur température de fusion ( $T_f$ ) pour les polymères semi-cristallins (exemple : le polyamide). Elles sont susceptibles d'être ramollies par chauffage ou durcies par refroidissement, et cela de manière répétée. Comme cela a été évoqué précédemment, les résines thermoplastiques sont de plus en plus fréquemment employées dans l'industrie composite : actuellement le développement de matériaux à matrice TP est deux fois supérieur à celui basé sur des matrices TD. On classe généralement en trois catégories distinctes, les résines TP entrant dans la fabrication de composites :

- Les polymères dits de "grande diffusion", dont les propriétés mécaniques sont plus faibles mais bénéficient d'un coût compatible avec une production en grande série.
- Les polymères dits "d'utilisation technique", dont les propriétés mécaniques sont supérieures aux polymères de grande diffusion et qui sont utilisés pour des objets industriels courants comme les pièces de structures.
- Les polymères dits de "hautes performances", présentant des propriétés mécaniques spécifiques élevées et un coût unitaire important.

#### Propriétés des résines TP

Ces résines présentent des atouts indéniables: une meilleure ténacité, des cycles de traitement plus rapides et surtout une meilleure recyclabilité. La récupération s'effectue simplement en refondant le matériau et en le remoulant [5], [6]. Néanmoins des carences subsistent toujours vis-à-vis des résines TD comme : une tenue à la température limitée, une résistance aux agressions chimiques faible ou encore un vieillissement mal connu et plus rapide. Le tableau I-2 présente les propriétés mécaniques de certaines résines TP. A titre comparatif nous avons ajouté les propriétés mécaniques du polyméthacrylate de méthyle (PMMA) qui est une résine acrylique de nature chimique proche de celle utilisée dans le projet « résine idéale ». Les résines acryliques possèdent des propriétés thermo-mécaniques supérieures aux polymères de grande diffusion (GD) mais une tenue en température moindre que celle des polymères haute performance (environ 60-100°C).

	Matrices TP	Masse volumique (Kg/m <sup>3</sup> )	Contrainte à la rupture (traction) (MPa)	Module d'élasticité longitudinale (MPa)	Température de fléchissement sous charge (°C)
<i>Polymère GD</i>	Polypropylène	900	30	1200	50-60
<b><i>Polymère technique</i></b>	<i>Polyamide</i>	1100	65	4000	65-100
	<b>PMMA</b>	<b>1180</b>	<b>65</b>	<b>3100</b>	<b>95</b>
	<i>Polycarbonate</i>	1200	63	2430	145
<i>Polymère haute performance</i>	PEEK	1300	90	4000	150-160
	PPS	1300	65	4000	>260
	Polyetherimide	1150	105	3300	200
	PEI				

Tableau I-2 : Caractéristiques thermo-mécaniques moyennes de quelques résines TP [2].

### Mise en œuvre

Les composites à résine TP sont généralement mis en forme par des techniques analogues aux composites à base de thermodurcissables (enroulement filamentaire, pultrusion) ou par des techniques analogues à la mise en œuvre de polymères TP comme le thermoformage. Toutefois pour les matériaux à résine acrylique, les récentes avancées techniques ont permis de produire des pièces de structure par le procédé RTM [7].

### I.2.2 Les renforts fibreux

Les fibres ont pour rôle principal d'améliorer les caractéristiques mécaniques du matériau: rigidité, résistance à la rupture, dureté. Cependant, elles peuvent aussi influencer sur d'autres propriétés d'usage, liées par exemple au comportement thermique : tenue en température ou tenue au feu[4]. Dans l'industrie, le choix de la

fibres se fait généralement parmi les trois matériaux suivants : carbone, verre ou aramide. Le tableau I-3 donne à titre d'exemples quelques-unes de leurs propriétés mécaniques.

	Verre-E	Carbone	Aramide
Résistance à la traction (GPa)	3,8	5.5	3.0
Module d'élasticité en traction (GPa)	72	294	112
Elongation à la rupture (%)	4.9	1.9	2.4

Tableau I-3 : caractéristiques mécaniques moyennes en traction de fibres seules (verre-E, carbone, aramide)[4].

### I.2.2.1 Architecture des renforts

Dans une structure composite, ce sont les sollicitations mécaniques qui définissent la nature, l'orientation et l'architecture du renfort. Dans le cas de matériaux réalisés avec des fibres longues, on utilise fréquemment des tissus (satin, sergé, taffetas) ou des stratifiés obtenus à partir de plis unidirectionnels (UD) (figure. I-2). Pour un renfort tissé, la période spatiale représente le plus petit intervalle pour lequel un motif se reproduit suivant les directions de chaîne ou de trame (figures I-3 et I-4).

Généralement, les mèches de base, ou torons, constituant les armatures sont fabriquées à partir de plusieurs centaines de filaments enrobés dans de la matrice. Les torons sont caractérisés par leurs :

- Diamètre (2 à 4 mm)
- Nombre de filament
- Titre : exprimé en tex (g/Km) correspondant à la masse de 1000m de fil.
- Torsion : nombre de tours par mètre
- Ténacité : valeur de la rupture en traction

#### Les plis unidirectionnels

Ce qu'on appelle plis correspond à une nappe de torons parallèles, assemblés et maintenus entre eux par des fils de trame légers et cousus perpendiculairement.

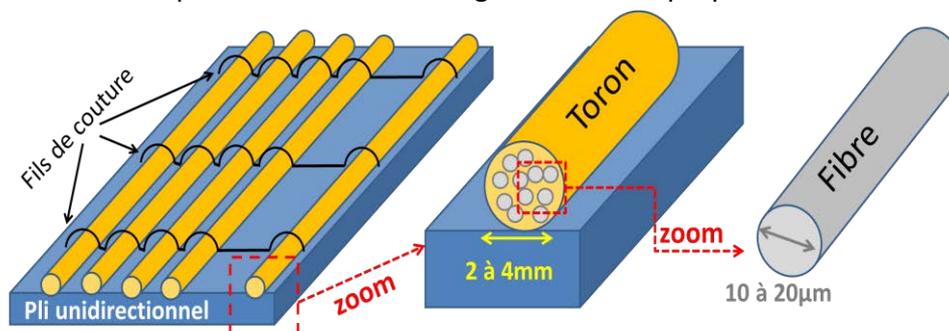


Figure I-2 : Représentation d'un pli unidirectionnel : en zoom un toron et une fibre.

### Le taffetas

Le taffetas correspond à une nappe de tissu où chaque toron de chaîne passe successivement en dessous puis au-dessus de chaque toron de trame (figure I-3). Le tissu possède de bonnes propriétés en terme de stabilité lors de la mise en œuvre du composite. Toutefois du fait des nombreux entrecroisements successifs, un embuage important est créé. Cela correspond à l'ondulation des fibres qui peut réduire les propriétés mécaniques d'ensemble.

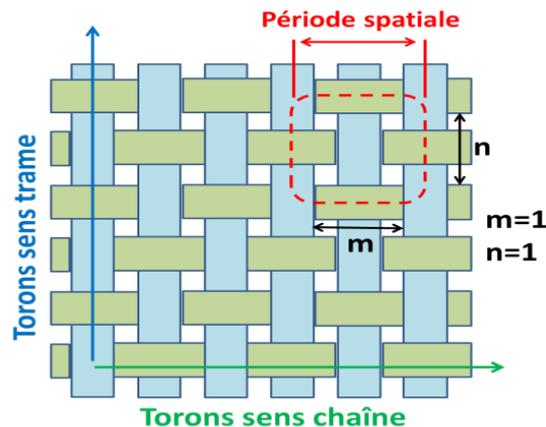


Figure I-3 : Représentation d'un tissu taffetas.

### Le sergé

Le sergé correspond à une nappe de tissu où chaque toron de chaîne passe au-dessus de ( $n=2$ ) torons de trame et où chaque toron de trame passe au-dessus de ( $m=2$ ) torons de chaîne (figure I-4). Cette armure offre une plus grande souplesse que le tissu taffetas en gardant une bonne densité de fils.

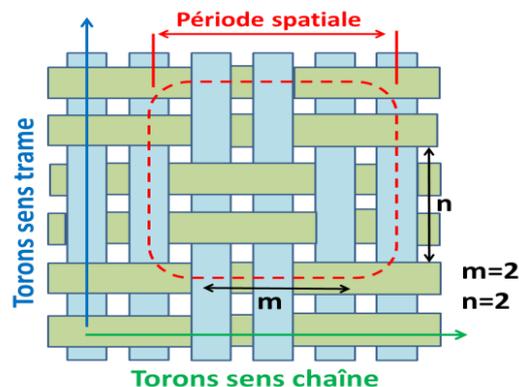


Figure I-4 : Représentation d'un tissu sergé.

### Le satin

Le satin correspond à une nappe de tissu où chaque fil de chaîne passe au-dessus de ( $n-1$ ) fils de trame et réciproquement. Sur la figure I-5 on représente un tissu satin pour «  $n=4$  ». Ces tissus présentent un aspect différent sur chaque face. Ils présentent

également une forte masse spécifique tout en restant assez souples et adaptés à la mise en forme de surfaces complexes.

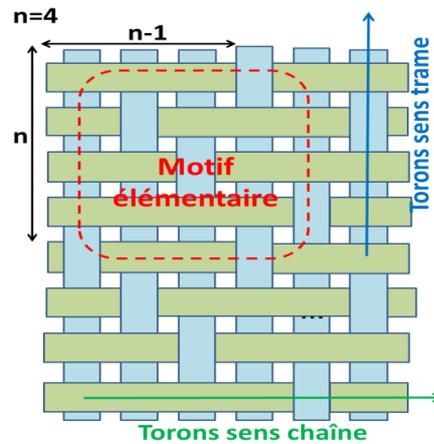


Figure I-5 : Représentation d'un tissu satin pour  $n=4$ .

## I.2.3 Traitement de surface des fibres : l'ensimage

### I.2.3.1 Rôle de l'ensimage

Pour favoriser la cohésion entre le renfort et la résine, un traitement de surface « appelé ensimage » est appliqué aux fibres lors de la mise en œuvre du composite [8][9]. Son rôle est de protéger les fibres et de créer un lien entre la fibre et la matrice. De nombreuses études ont mis en évidence que l'ensimage améliore les propriétés mécaniques des composites [10]–[12]. En pratique, son efficacité dépend de sa répartition à la surface de la fibre [13] mais surtout de sa compatibilité chimique avec la matrice [14].

### I.2.3.2 Composition de l'ensimage

Dans le cas des fibres de verre, l'ensimage est composé d'un mélange de plusieurs constituants dont chacun est destiné à faciliter une des différentes étapes de mise en œuvre du composite. Parmi ces éléments, le plus influent est l'agent de couplage qui ne représente qu'une faible fraction de la composition du mélange [8]. Dans la littérature, très peu d'informations sont disponibles concernant la formulation exacte des traitements de surface. Les ingrédients nécessaires à l'élaboration de l'ensimage relèvent d'un savoir-faire propre à chaque fabricant de fibres. Toutefois, pour les fibres de verre, il est commun de trouver des systèmes à base de silanes sensés réagir efficacement avec le silicium du renfort [15], [16].

Concernant les fibres de carbone, le traitement de surface se fait en deux étapes. La première consiste à développer divers traitements oxydants (chimique, thermique, électrolytique) afin de créer à la surface des fibres des groupements réactifs qui sont

supposés réagir avec la matrice polymère. La seconde étape consiste à faire un dépôt d'ensimage équivalent à celui correspondant aux fibres de verre.

### I.2.3.3 Description de l'interphase

La jonction fibre-matrice formée par la présence de l'ensimage n'est pas réductible à une simple surface. Cette région intermédiaire appelée interphase s'étend en fait dans les trois directions de l'espace. Du point de vue microstructural, elle correspond à un réseau d'interpénétration issu de la diffusion des espèces chimiques composant l'ensimage au sein de la matrice essentiellement [9]. La figure I-7 schématise bien le mécanisme d'inter-diffusion des molécules d'agents couplant au sein de l'interphase. Il est commun de considérer cette zone comme une troisième phase présente dans le matériau dont l'épaisseur et les caractéristiques sont différentes de la fibre et de la matrice en masse (figure I-6). Dans la littérature scientifique, les tailles rapportées pour l'interphase sont extrêmement variables allant de quelques nm à quelque  $\mu\text{m}$  [17]–[20].

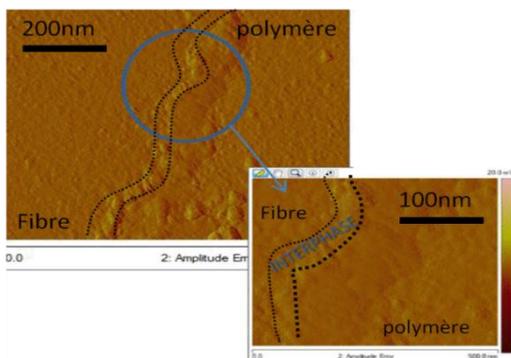


Figure I-6 : Observation au microscope à force atomique (AFM) de l'interphase pour un composite verre/époxy.

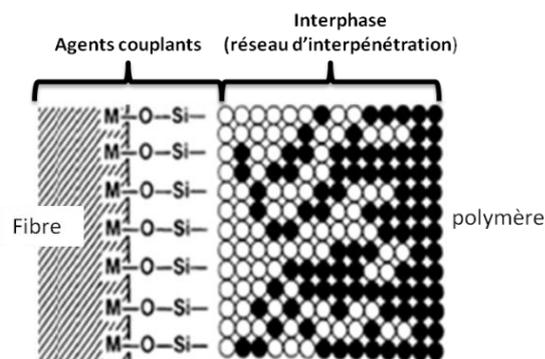


Figure I-7 : Schéma de diffusion de l'ensimage dans la matrice [10].

### I.2.3.4 Rôle clef de l'interphase

La région interfaciale joue un rôle essentiel dans la définition des caractéristiques des composites. Il est généralement reconnu qu'elle affecte ses propriétés mécaniques ultimes [11], [12], [21]–[24]. En fonction de la nature du traitement de surface, l'adhésion fibre-matrice via l'interphase peut être grandement impactée. Ainsi une modification de l'interphase peut changer les propriétés mécaniques fondamentales comme : la résistance à la traction/compression/cisaillement, la dureté et la durabilité du composite [11], [22], [23], [25], [26].

Au-delà des performances statiques il a été démontré que l'interphase permet essentiellement d'améliorer la résistance à la fatigue [10], [25], [27]. En général, les phénomènes mis en jeu sont assez complexes. Les premiers travaux dans ce domaine,

obtenus principalement pour des UD, montrent qu'il existe trois mécanismes d'endommagement successifs pour une sollicitation en fatigue. En premier lieu il y a formation et croissance de fissures. Par la suite une décohésion fibre-matrice est observée qui conduit à la rupture du renfort. Ainsi une interphase de bonne qualité a pour effet de retarder la décohésion fibres-matrice améliorant ainsi les performances du matériau en fatigue [28]. Des travaux complémentaires ont montré que ces mécanismes d'endommagements sont liés à la ductilité de l'interphase [16], [29]. Dans le cas d'une faible adhésion interfaciale, les fissures de fatigue se localisent de façon privilégiée à l'interface. La ruine du matériau intervient par décohésion fibres-matrice sans aucune rupture de fibres [16], [30]. Les fissures se propagent le long de l'interphase ainsi la rupture de la fibre est retardée et la durabilité du matériau est améliorée [16]. Par ailleurs dans le cas d'une forte adhésion interfaciale, une amélioration significative de la durabilité des matériaux est aussi observée, en particulier lorsque le composite est sollicité en fatigue à des niveaux de contrainte très élevés [16]. Tous ces travaux montrent que le challenge actuel est de relier les caractéristiques microscopiques d'interphase aux propriétés mécaniques sous chargement statique et en fatigue.

#### **1.2.4 Composite final : le stratifié**

Le composite stratifié est une structure formée d'une superposition de « n » plis de renforts à fibres longues qui sont liés par de la résine polymère. L'orientation des différentes nappes est choisie en fonction des sollicitations mécaniques que la structure doit subir. Les propriétés globales du composite dépendent donc des propriétés matériaux de chaque pli. Les séquences d'empilements constituant le stratifié sont codifiées par une nomenclature qui décrit, selon la direction de l'épaisseur, la position et l'orientation de chaque pli du composite. Afin de préciser leur orientation, il faut définir un repère de référence  $R_1(O, x_1, y_1, z_1)$  associé au stratifié avec :

- $x_1$  : vecteur associé généralement à la direction du chargement principal, qui définit l'axe à partir duquel on mesure l'angle d'orientation de chaque pli.
- $z_1$  : vecteur correspondant à la direction perpendiculaire au plan du stratifié.

Ensuite on définit un repère local  $R_2^n(O, x_2^n, y_2^n, z_1^n)$  associé à chaque pli du stratifié avec :

- $n$  : indice définissant le  $n^{ième}$  pli
- $x_2^n$  : vecteur associé à la direction principale des fibres
- $\theta_n = (x_1, x_2^n)$  : l'angle d'orientation du  $n^{ième}$  pli par rapport au repère local du stratifié.

Pour un composite à  $n$  plis à architecture identique, la description des empilements se fait du haut vers le bas en écrivant les angles d'orientations couche après couche  $[\theta_1/\theta_2/ \dots \dots / \theta_{n-1}/\theta_n]$ . La figure I-8 donne un exemple de stratifié à cinq couches pour un composite à renfort UD  $[0^\circ/-45^\circ/+45^\circ/0^\circ/-45^\circ/0^\circ]$ . Cette nomenclature est également valable pour les renforts tissés.

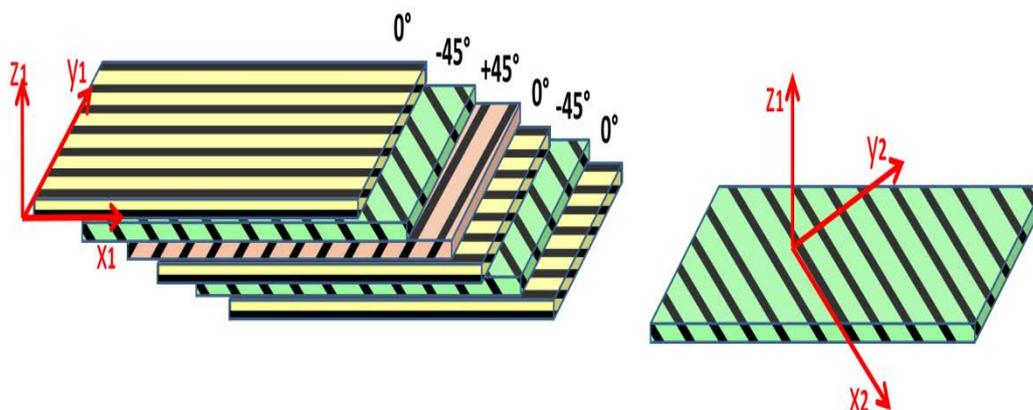


Figure I-8 : Partie gauche - stratifié composite  $[0^\circ/-45^\circ/+45^\circ/0^\circ/-45^\circ/0^\circ]$ . Partie droite - un pli composite.

### I.2.5 Une structure multi échelles

Un matériau composite est structuré à plusieurs échelles (figure I-9). Dans la suite de la thèse, on utilisera les appellations suivantes pour désigner ces différentes échelles:

- L'échelle macroscopique correspond naturellement à la taille de la pièce qui sera utilisée en service.
- L'échelle mésoscopique est associée à l'organisation du matériau qui est observable à une échelle millimétrique : épaisseur des plis qui constituent un stratifié ou tailles caractérisant le tissu (période spatiale du tissu, largeur d'un toron...).
- L'échelle micrométrique correspond à la structuration du matériau qui est observable sur quelques dizaines de micromètres : diamètre des fibres, distance inter-fibres...
- L'échelle submicrométrique correspond à des régions spécifiques du composite dont l'extension spatiale s'étend sur une distance qui est égale ou qui est inférieure au micromètre : frontière fibre-matrice, interphase...

Connaissant les caractéristiques des constituants élémentaires (fibre et matrice) ainsi que l'organisation du matériau aux différentes échelles, il est possible de prédire le comportement mécanique macroscopique d'un composite. Cela nécessite l'emploi de modèles qualifiés de « micromécaniques ». Ces modèles prennent en compte le

comportement mécanique du composite aux échelles locales. Dans le paragraphe suivant, nous présentons les principaux modèles micromécaniques utilisés pour prédire le comportement mécanique macroscopique des composites et correspondant au couple : matrice polymère/fibres longues.

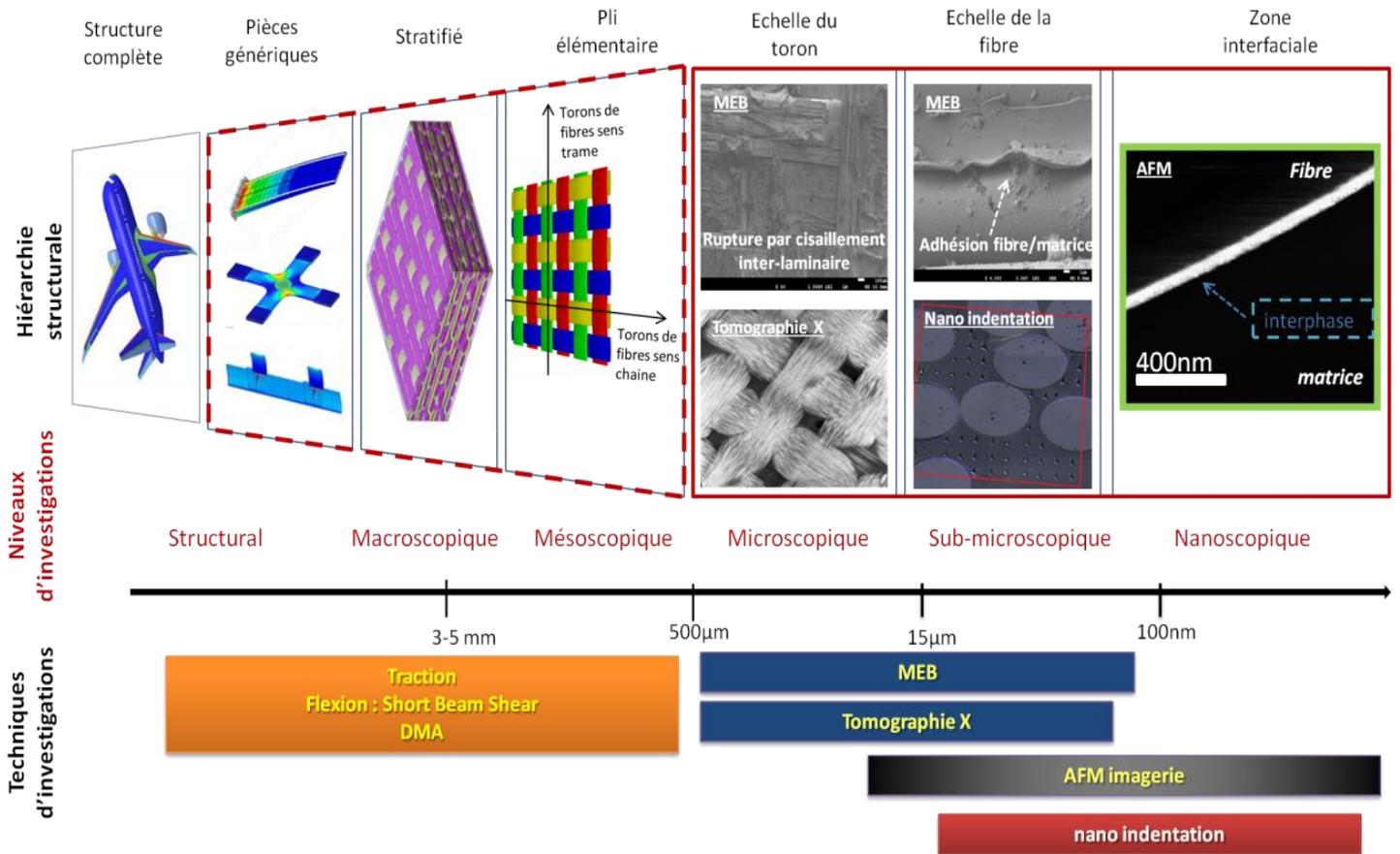


Figure 1-9 : Illustration des différents niveaux d'investigation au sein d'une structure composite.

### I.3 Modèles micromécaniques utilisés pour prédire les constantes élastiques effectives des composites

L'organisation interne des matériaux composites aux différentes échelles est en général très bien connue et relativement facile à décrire. Il est alors possible de mettre en œuvre des techniques de modélisation qui, partant des échelles locales, permettent de prédire les constantes élastiques effectives du matériau. Les données « d'entrée » des modèles « micromécaniques » ainsi obtenus sont : les caractéristiques des constituants élémentaires, constantes élastiques des fibres et de la matrice, ainsi que le détail de la géométrie des renforts dans les différentes couches. Pour les composites stratifiés à plis UD, comme pour les tissés, la première étape de la modélisation consiste nécessairement à obtenir une description du comportement mécanique

global d'un milieu constitué de matrice et de fibres unidirectionnelles. Le Volume Élémentaire Représentatif (VER) doit alors être choisi à l'échelle micrométrique : Il s'agit généralement d'une fibre entourée par de la matrice ; la proportion de matrice dans le VER étant calculée de façon à respecter le taux de fibre global. La description du comportement mécanique d'un stratifié constitué de plis UD peut alors être obtenue immédiatement en appliquant simplement la théorie classique des stratifiés. Pour un tissé, une étape supplémentaire d'homogénéisation à l'échelle mésoscopique est nécessaire. Les dimensions du VER seront alors égales aux périodes (ou à des fractions des périodes) spatiales du tissu. A l'intérieur du VER mésoscopique, les constituants élémentaires sont : les poches de résine et les torons dont l'orientation est susceptible de varier par rapport aux directions de la chaîne et de la trame (ondulation). Localement, on considérera que les torons sont des composites UD ayant un taux de fibre plus élevé que celui correspondant au tissé global.

Ce paragraphe est organisé de la façon suivante : Tout d'abord, en nous situant à l'échelle micrométrique, nous décrivons brièvement différentes approches qui permettent d'obtenir les constantes élastiques de composites UD. Ensuite, en nous plaçant à l'échelle mésoscopique, nous présentons certains modèles utilisés pour prédire le comportement mécanique des composites textiles. Enfin, nous décrivons brièvement le principe de correspondance de Hashin qui permet de calculer les constantes élastiques complexes des composites.

Pour simplifier les notations, nous avons considéré que les fibres et la matrice étaient isotropes. Cette hypothèse est valable pour toutes les matrices polymères. Les fibres de verre, utilisées pour les composites que nous avons étudiés, sont également isotropes. En revanche, ce n'est pas le cas pour les fibres de graphite et de carbone.

Les approches strictement numériques fournissent des résultats qui sont en principe valables que pour le matériau précis dont le comportement mécanique a été simulé. Dans ce paragraphe, nous avons fait le choix de présenter essentiellement des travaux qui pourront être réutilisés par la suite de façon simple dans le cadre de cette thèse. Il s'agit donc principalement de modèles analytiques permettant de calculer les constantes élastiques effectives des composites

### **I.3.1 Notation**

Le système d'axe (1,2,3) correspond à un repère local. L'axe 1 est selon la direction locale des fibres et les axes 2 et 3 selon deux directions transverses. La direction 2 est toujours prise dans le plan de la plaque composite. Pour une couche textile, le système d'axe (x,y,z) est associé à un repère global. L'axe x correspond à la direction de la chaîne, l'axe y à la direction de la trame et l'axe z à la normale à la plaque (figure I-10).

Dans un toron pris dans la trame, les axes 2 et y sont équivalents. En moyenne, la direction 3 est selon z.

On notera  $E_i$  le module de Young,  $\nu_i$  le coefficient de Poisson,  $G_i = \frac{E_i}{2(1+\nu_i)}$  le module de cisaillement,  $K_i = \frac{E_i}{2(1-2\nu_i)(1+\nu_i)}$  le module de compression latérale et  $k_i = \frac{E_i}{3(1-2\nu_i)}$  le module de dilatation. Avec,  $i=f$  pour les fibres et  $i=m$  pour la matrice.

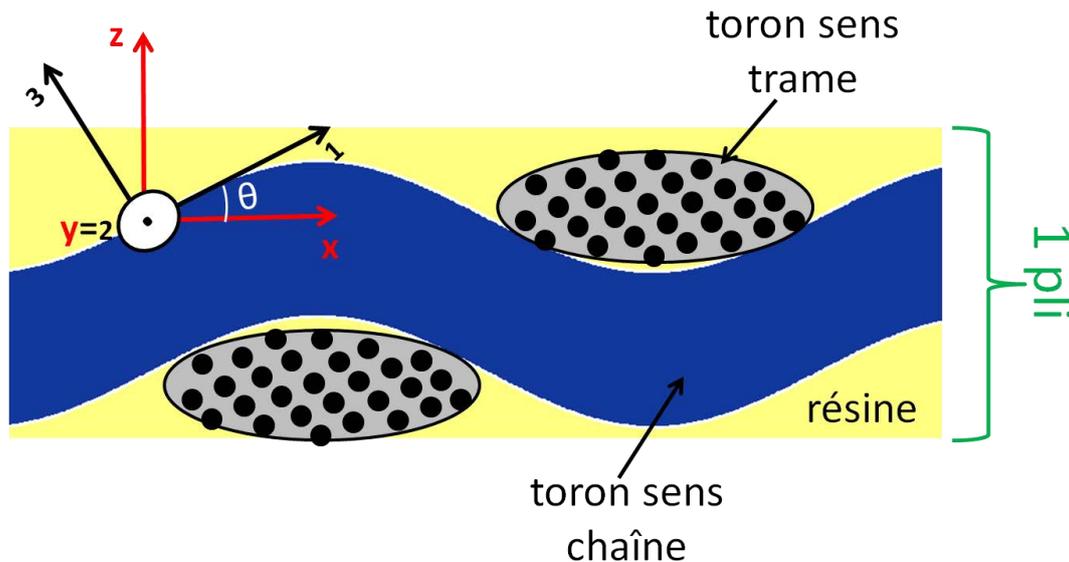


Figure I-10 : Représentation schématique de l'ondulation d'un pli tissé.

### I.3.2 Modélisation d'un composite unidirectionnel

Un composite unidirectionnel est statistiquement isotrope transverse. A l'échelle macroscopique, les propriétés élastiques de ce composite dépendent donc de 5 constantes indépendantes. En général, on fait le choix suivant :

- Module de Young longitudinal :  $E_1$
- Coefficient de Poisson longitudinal :  $\nu_{12}$
- Module d'Young transverse :  $E_2$
- Module de cisaillement longitudinal :  $G_{12}$
- Module de cisaillement transverse :  $G_{23}$

Dans le paragraphe ci-dessous, nous utiliserons également comme intermédiaire de calcul le module de compression latérale du composite  $K_1$  qui est relié aux constantes élastiques précédentes par la relation :

$$E_2 = \frac{2}{\frac{1}{2K_1} + \frac{1}{2G_{23}} + 2\frac{\nu_{12}^2}{E_1}} \quad (1)$$

En appliquant la théorie classique des stratifiés, on peut décrire le comportement mécanique d'un composite à plis UD en connaissant simplement la matrice rigidité des plis et l'orientation des fibres dans chaque couche. Par ailleurs la matrice rigidité d'un pli UD ne dépend que de quatre constantes :  $E_1$ ,  $E_2$ ,  $G_{12}$  et  $\nu_{12}$ . En conséquence, de nombreux modèles micromécaniques se limitent à l'obtention de ces quatre modules élastiques et ne fournissent aucune indication pour calculer  $G_{23}$ . Dans le cas des tissés, un toron peut être considéré localement comme un UD. La direction 1, prise le long d'un petit élément de ce toron, fait un angle  $\theta$  variable avec la direction x de la chaîne (figure I-10). Cet angle correspond à une rotation locale autour de y. Dans le repère global, le module de cisaillement local  $G_{xy}(\theta)$ , associé à ce petit élément de toron, est alors donné par la relation:

$$\frac{1}{G_{xy}(\theta)} = \frac{\cos^2(\theta)}{G_{12}} + \frac{\sin^2(\theta)}{G_{23}} \quad (2)$$

On comprend donc qu'il faut connaître  $G_{23}$  pour mettre en œuvre une procédure destinée à calculer la constante effective  $G_{xy}$  d'un textile si on veut prendre en compte l'ondulation.

### I.3.3 Comportement mécanique effectif d'un composite unidirectionnel

Globalement, nous distinguerons deux types d'approches qui permettent d'obtenir les constantes élastiques globales d'un composite UD fibres longues :

- Les méthodes variationnelles.
- Les méthodes basées sur le calcul de modules effectifs obtenus en « moyennant » les champs de contrainte et de déformation sur un VER.

#### I.3.3.1 Méthodes variationnelles : Modèle CCA

Les méthodes variationnelles ont été essentiellement développées par Hashin [31]–[33]. Ces approches sont basées sur l'utilisation des théorèmes énergétiques qui permettent de traiter un problème de mécanique en recherchant les extrema de l'énergie potentielle et de l'énergie complémentaire. En minimisant l'énergie potentielle, on obtient des bornes hautes pour les constantes élastiques  $K_1$ ,  $G_{23}$ ,  $G_{12}$ ,  $E_1$  et  $\nu_{12}$ . Les bornes basses pour ces mêmes constantes élastiques sont calculées en maximisant l'énergie potentielle complémentaire. En pratique, on se place dans le cadre du modèle CCA (Composite Cylinder Assemblage détaillé dans [32]). Ce modèle est obtenu en considérant que les fibres ont un diamètre qui varie de façon aléatoire au sein du matériau. Dans ce cas les bornes haute et basse coïncident pour  $K_1$ ,  $G_{12}$ ,  $E_1$  et  $\nu_{12}$ . Par ailleurs, Hashin recommande de compléter le jeu de constantes élastiques

avec la borne haute associée à  $G_{23}$ .  $E_2$  peut alors être obtenu à partir avec l'équation 1 [31], [34].

### I.3.3.2 Méthode des modules effectifs associés à un VER

Un module effectif associé à un VER est obtenu en suivant la procédure suivante [35] :

1. Une déformation ou une contrainte est imposée à un VER.
2. On calcule la réponse associée : champ de contrainte ou de champ déformation au sein du VER.
3. Les constantes élastiques effectives sont alors obtenues en calculant des valeurs moyennes sur l'ensemble du VER.

Cette procédure peut être très simple à mettre en œuvre dans le cas où on fait l'hypothèse que les champs de contrainte ou de déformation sont uniformes dans les différentes phases du VER. L'approche « loi des mélanges » ainsi que le modèle de Hopkins et Chamis présentés ci-dessous utilisent cette hypothèse

## I.3.4 Expression des constantes élastiques d'un composite UD

### I.3.4.1 Expressions de $E_1$ et $\nu_{12}$

#### Loi des mélanges

La loi des mélanges est une approche élémentaire qui permet d'obtenir très simplement les valeurs de  $E_1$  et de  $\nu_{12}$  pour un composite UD en considérant la cellule VER représentée sur la figure I-11

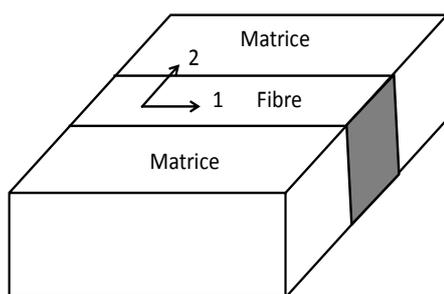


Figure I-11 : VER utilisé pour l'approche « loi des mélanges ».

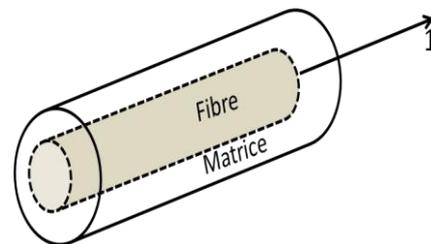


Figure I-12 : VER cylindrique .

On suppose qu'une déformation longitudinale uniforme est appliquée à l'ensemble du VER. De plus, on fait l'hypothèse que la contrainte est uniaxiale selon la direction 1 dans la matrice comme dans la fibre. En exprimant la contrainte longitudinale moyenne et la déformation transverse moyenne, on établit alors facilement les expressions donnant le module longitudinal et le coefficient de Poisson longitudinal :

$$E_1 = E_f V_f + (1 - V_f) E_m \quad (3)$$

$$\nu_{12} = \nu_f V_f + (1 - V_f) \nu_m \quad (4)$$

Ces expressions sont regroupées sous le nom de « loi des mélanges » puisque l'analyse ne nécessite que la connaissance de valeurs moyennes pour les contraintes et les déformations : la détermination des valeurs locales n'est pas nécessaire.

### Solution exacte

Dans le cadre de l'élasticité linéaire, il est possible de trouver la solution exacte correspondant à un VER ayant une géométrie plus réaliste (figure I-12) que celle correspondant à la figure I-11. En imposant une déformation longitudinale uniforme à ce VER cylindrique, on montre qu'il existe une distribution de contrainte transverse non uniforme dans la matrice dans le cas où les coefficients de Poisson de la matrice et de la fibre n'ont pas la même valeur [4]. L'hypothèse d'un état de contrainte uni-axiale, utilisée pour l'approche « loi des mélanges », n'est donc pas rigoureusement exacte. En calculant les valeurs moyennes des déformations et des contraintes dans le VER, on obtient alors les expressions suivantes pour  $E_1$  et  $\nu_{12}$  :

$$E_1 = E_f V_f + (1 - V_f) E_m + \frac{4(\nu_f - \nu_m)^2 V_f (1 - V_f)}{\frac{V_f}{K_m} + \frac{1 - V_f}{K_f} + \frac{1}{G_m}} \quad (5)$$

$$\nu_{12} = \nu_f V_f + (1 - V_f) \nu_m + \frac{\left(\frac{1}{K_m} - \frac{1}{K_f}\right) (\nu_f - \nu_m) V_f (1 - V_f)}{\frac{V_f}{K_m} + \frac{1 - V_f}{K_f} + \frac{1}{G_m}} \quad (6)$$

On notera que ces deux expressions peuvent être retrouvées indépendamment dans le cadre du modèle CCA [32]. Dans les équations 5 et 6, il est facile de vérifier que le troisième terme correspond à une correction par rapport à la « loi des mélanges ». De simples applications numériques permettent de vérifier que cette correction est parfaitement négligeable pour  $E_1$  et demeure très limitée pour  $\nu_{12}$ . En pratique, on ne prend donc pas en compte ce terme correctif.  $E_1$  et  $\nu_{12}$  sont généralement obtenus grâce à la loi des mélanges (équations 3 et 4). Cette approche a été validée expérimentalement [36] ou à l'aide de comparaisons obtenues grâce à des simulations réalisées par la méthode des éléments finis [37].

### I.3.4.2 Expressions de $E_2$ , $G_{12}$ et $G_{23}$

#### Loi des mélanges

On peut également obtenir des expressions donnant  $E_2$  et  $G_{12}$  avec une approche élémentaire type « loi des mélanges ». En appliquant une contrainte transverse uniforme au VER de la figure I-11, on obtient facilement l'expression donnant  $E_2$  :

$$E_2 = \frac{1}{\frac{V_f}{E_f} + \frac{V_m}{E_m}} \quad (7)$$

La fibre et l'ensemble de la matrice sont alors supposés être en série par rapport au chargement transverse (figure I-11). De même, en appliquant une contrainte de cisaillement uniforme au VER de la figure I-11, on obtient une expression donnant  $G_{12}$  :

$$G_{12} = \frac{1}{\frac{V_f}{G_f} + \frac{V_m}{G_m}} \quad (8)$$

Malheureusement, la loi des mélanges (équations 7 et 8) donne des résultats pour  $E_2$  et  $G_{12}$  qui sont très sous-estimés par rapport aux valeurs expérimentales. Pour les fractions volumiques de fibre usuelles ( $\approx 0,5$ ), l'écart entre la loi des mélanges et les données expérimentales peut atteindre 40 % pour le module transverse [38]. Il est donc indispensable d'envisager d'autres approches.

#### Modèle de Hopkins et Chamis

Dans l'approche précédente, pour l'évaluation du module transverse, on suppose que l'ensemble de la matrice et de la fibre sont en série et subissent donc la même contrainte transverse selon 2. Dans la réalité, on ne peut pas considérer que toute la matrice est en série avec la fibre. Pour résoudre ce problème, Hopkins et Chamis ont travaillé avec le VER de la figure I-13 [39]. Sur cette figure, les aires correspondant respectivement aux fibres et à la matrice ont été choisies de façon à respecter la fraction volumique globale.

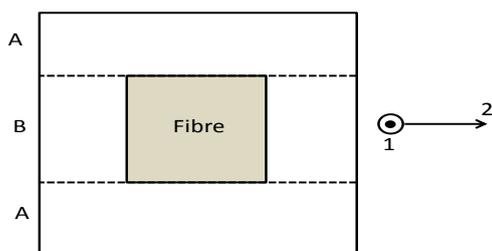


Figure I-13 : VER du modèle d'Hopkins et Chamis.

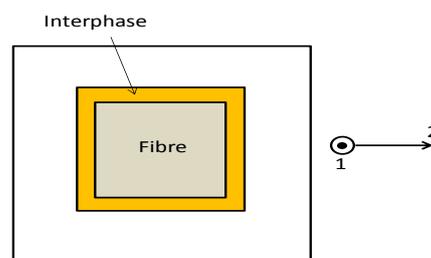


Figure I-14 : VER du modèle d'Hopkins et Chamis avec interphase.

Lorsqu'on applique une contrainte transverse uniforme selon 2 au VER, deux régions sont alors en parallèle :

- Région A : constituée de deux sous régions de matrice pure
- Région B : constituée de la fibre en série avec deux sous régions de matrice pure

On peut alors déterminer la valeur du module d'Young transverse  $E_2$  (équation 9). Le module de cisaillement  $G_{12}$  est obtenu en soumettant le VER à une contrainte de cisaillement (équation 10).

$$E_2 = E_m \left( (1 - \sqrt{V_f}) + \frac{\sqrt{V_f}}{1 - \sqrt{V_f} \left( \frac{1 - E_m}{E_f} \right)} \right) \quad (9)$$

$$G_{12} = G_m \left( (1 - \sqrt{V_f}) + \frac{\sqrt{V_f}}{1 - \sqrt{V_f} \left( \frac{1 - G_m}{G_f} \right)} \right) \quad (10)$$

En appliquant une déformation longitudinale selon 1, on vérifie facilement qu'on obtient les mêmes expressions que celles correspondant à la loi des mélanges pour  $E_1$  et  $\nu_{12}$  (équations 3 et 4).

### Modèle de Hopkins et Chamis avec interphase

On peut modifier le VER de la figure I-13 pour prendre en compte la présence d'une interphase autour de la fibre (figure I-14). On obtient alors les expressions ci-dessous pour les constantes élastiques[39] :

$$E_1 = E_m \cdot (1 - k_f) + k_f \left\{ \left[ 1 - \left( \frac{D}{D_0} \right)^2 \right] * E_i + E_f \left( \frac{D}{D_0} \right)^2 \right\} \quad (11)$$

$$\nu_{12} = \nu_m \cdot (1 - k_f) + k_f \left\{ \left[ 1 - \left( \frac{D}{D_0} \right)^2 \right] * \nu_i + \nu_f \left( \frac{D}{D_0} \right)^2 \right\} \quad (12)$$

$$E_2 = E_m \left\{ (1 - k_f) + \frac{\sqrt{k_f} \left( 1 - \frac{D}{D_0} \right)}{1 - \sqrt{k_f} \left( 1 - \frac{E_m}{E_i} \right)} + \frac{\sqrt{k_f} \left( \frac{D}{D_0} \right)}{1 - \left( 1 - \frac{D}{D_0} \right) \left( \frac{E_m}{E_i} \right) - \left( \frac{D}{D_0} \cdot \frac{E_m}{E_i} \right)} \right\} \quad (13)$$

$$G_{12} = G_m \left\{ (1 - k_f) + \frac{\sqrt{k_f} \left(1 - \frac{D}{D_0}\right)}{1 - \sqrt{k_f} \left(1 - \frac{E_m}{E_i}\right)} + \frac{\sqrt{k_f} \left(\frac{D}{D_0}\right)}{1 - \left(1 - \frac{D}{D_0}\right) \left(\frac{E_m}{E_i}\right) - \left(\frac{D}{D_0} \cdot \frac{E_m}{E_i}\right)} \right\} \quad (14)$$

Où  $D_0 - D$  et  $E_i$  sont respectivement l'épaisseur et le module de l'interphase. Ces expressions ont été établies initialement pour des composites fibres de métal-matrice céramique pour lesquels l'interphase se forme dans le métal par oxydation.  $k_f$  représente alors la fraction volumique de fibre avant la formation de l'interphase. Après la formation de l'interphase, il s'agit en fait de la fraction volumique de l'ensemble fibre+interphase. Pour utiliser ces équations pour les composites fibres de verre-matrice polymère où l'interphase se forme dans le polymère (§ VI.3.2.3), il faut adapter les équations 11, 12, 13 et 14 en calculant  $k_f$  de la façon suivante :

$$k_f = V_f \left(\frac{D_0}{D}\right)^2 \quad (15)$$

### Modèle de Chamis

Ce modèle est obtenu en ne retenant que la contribution de la partie B dans le VER de la figure I-13 [40]. On obtient alors les équations 16 et 17 pour le module d'Young transverse et le module de cisaillement :

$$E_2 = \frac{E_m}{1 - \sqrt{V_f} * \left(\frac{1 - E_m}{E_f}\right)} \quad (16)$$

$$G_{12} = G_m \left( (1 - \sqrt{V_f}) + \frac{\sqrt{V_f}}{1 - \sqrt{V_f} \left(\frac{1 - G_m}{G_f}\right)} \right) \quad (17)$$

### Modèle CCA

Pour le modèle CCA (présenté dans le § I.3.3.1),  $G_{12}$  est donné par l'équation 18.  $K_1$ , qui peut être vu ici comme un intermédiaire de calcul, est donné par l'équation 19 et  $G_{23}$  est obtenu grâce à l'équation 20. Finalement, avec les valeurs du module de compression latérale et du module de cisaillement transverse obtenues avec les équations 19 et 20, on peut calculer  $E_2$  à l'aide de l'équation 1.

$$G_{12} = G_m \left( \frac{G_f(1 + V_f) + G_m(1 - V_f)}{G_f(1 - V_f) + G_m(1 + V_f)} \right) \quad (18)$$

$$K_1 = K_m + \frac{V_f}{\frac{1}{k_f - k_m + \frac{1}{3}(G_f - G_m)} + \frac{(1 - V_f)}{k_m + \frac{4}{3}G_m}} \quad (19)$$

$$G_{23} = G_f + \frac{1 - V_f}{\frac{1}{G_m - G_f} + V_f \frac{K_f + 2G_f}{2G_f(K_f + G_f)}} \quad (20)$$

### I.3.4.3 Bilan

Le tableau I-4 récapitule les expressions des constantes élastiques d'un composite UD pour les trois modèles présentés ci-dessus.

	Chamis	Hopkins et Chamis	CCA
$E_1$	Equation 3		
$E_2$	Equation 16	Equation 9	Equation 1
$\nu_{12}$	Equation 4		
$G_{12}$	Equation 17	Equation 10	Equation 18
$G_{23}$	X	X	Equation 20

Tableau I-4 : Expressions des constantes élastiques d'un composite UD avec les modèles de Chamis, d'Hopkins-Chamis et CCA (expressions simplifiées pour  $E_1$  et  $\nu_{12}$  pour le modèle CCA)

On pourra noter que, dans le cas de fibres anisotropes, les résultats correspondant à ces trois modèles peuvent être trouvés dans les références [41] (CCA), [39] (Hopkins et Chamis) et [40] (Chamis).

### I.3.5 Modélisation du comportement mécanique d'un stratifié à renfort tissu

Dès lors qu'on connaît la matrice de rigidité d'une couche, le comportement mécanique d'un stratifié à renfort tissu peut être obtenu en appliquant la théorie classique des stratifiés. La matrice rigidité d'une couche dépend de quatre constantes :  $E_x$  : module d'élasticité dans le sens chaîne,  $E_y$  : module d'élasticité dans le sens trame,  $G_{xy}$  : module de cisaillement et  $\nu_{xy}$  : coefficient de Poisson.

### I.3.5.1 Approche élémentaire : « plis UD croisés équivalent »

La façon la plus simple de modéliser le comportement mécanique d'une couche « tissu » est de considérer cette couche comme constituée de deux couches unidirectionnelles respectivement orientées selon la chaîne et la trame (figure I-15) [42]. La hauteur relative de ces deux couches correspond à la proportion de fibre dans chacune des deux directions. La fraction volumique de fibre est considérée comme uniforme. Les constantes élastiques des couches UD peuvent être calculées à partir des modèles micromécaniques présentés dans le (§ I.3.2). Une matrice rigidité ( $Q_{ij}$  où  $i,j=1,2,6$ ) équivalent aux deux couches est alors obtenue dans le cadre de la théorie des stratifiés :

$$Q_{ij} = (h^0 Q_{ij}^0 + h^{90} Q_{ij}^{90}) \frac{1}{h^0 + h^{90}} \quad (20)$$

Avec :

- $Q_{ij}$ : matrice de rigidité réduite du stratifié
- $Q_{ij}^0$ : matrice de rigidité réduite du pli à  $0^\circ$
- $Q_{ij}^{90}$ : matrice de rigidité réduite du pli à  $90^\circ$
- $h^0$ : épaisseur du pli à  $0^\circ$
- $h^{90}$ : épaisseur du pli à  $90^\circ$

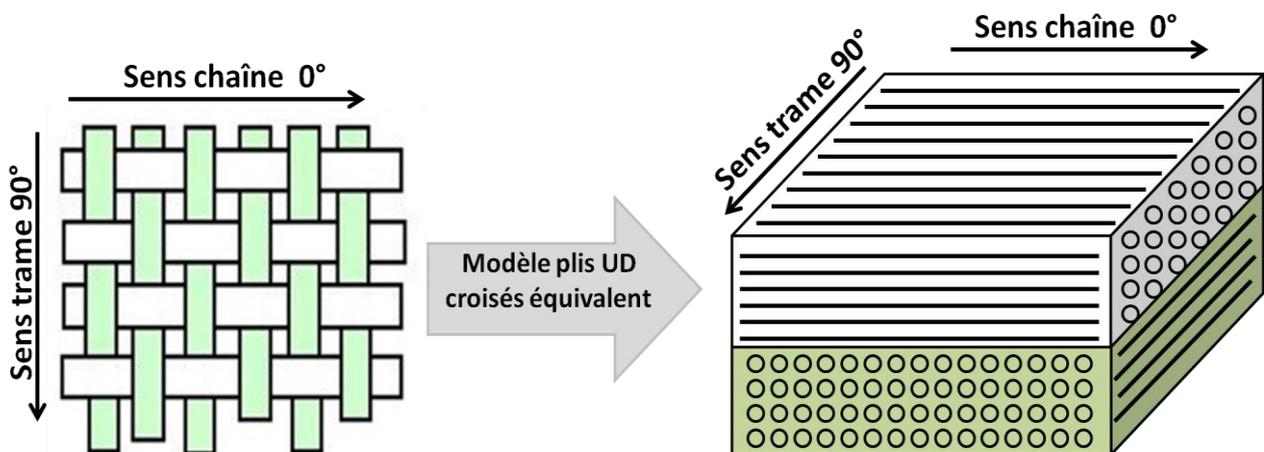


Figure I-15 : Modélisation d'un tissu taffetas par un modèle à plis UD croisés équivalent.

Sur la figure I-16, on a représenté une photographie correspondant à une couche réelle de tissé. On peut voir que la représentation simplifiée de la figure 15 ne permet pas de prendre en compte certaines caractéristiques de la mésostructure, en particulier :

- La géométrie des torons : les fibres présentent une certaine « ondulation » et ne sont pas exactement dirigées selon la chaîne ou la trame.

- La densité de fibres est non-uniforme à l'échelle de la mésostructure : on observe la présence de torons riches en fibre et des poches de résine pure.

Pour prendre en compte ces spécificités qui sont induites par la géométrie du renfort, il est nécessaire de travailler avec une représentation plus réaliste de la mésostructure.

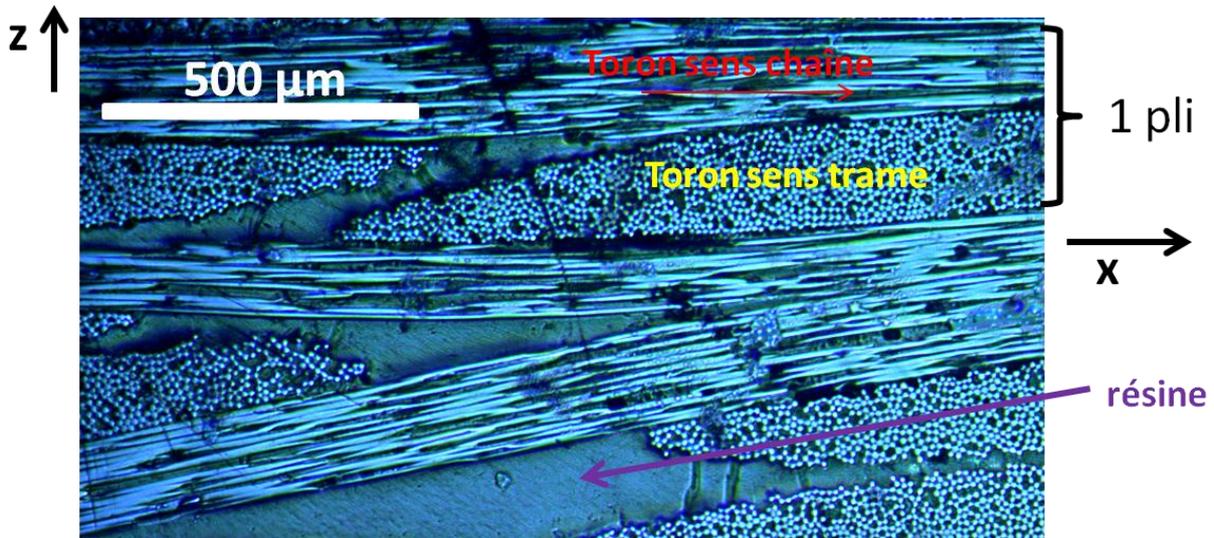


Figure I-16 : Observation au microscope optique de la tranche d'un stratifié composite à plis taffetas suivant l'épaisseur.

### I.3.6 Modélisation analytique du comportement mécanique des tissés : approches avancées

Chou et Ishikawa ont développé les premières approches analytiques qui prennent en compte le détail de la mésostructure des tissés dans le calcul des constantes élastiques du composite. Ces auteurs ont développé trois modèles distincts: le modèle mosaïque [43]–[45], le modèle « fiber undulation » [43][46] et le « bridging model » [46]. Dans le modèle mosaïque, le tissé est assimilé à un assemblage d'unités élémentaires (figure I-17). Chaque unité élémentaire comporte deux plis orientés respectivement à  $0^\circ$  et  $90^\circ$ . Le modèle ne respecte pas la continuité des fibres et néglige l'ondulation. Cependant, par rapport au modèle « plis croisés UD équivalent » décrit précédemment, le modèle mosaïque permettra par exemple de prendre en compte qu'un sergé ou un satin n'est pas équilibré en moyenne (figure I-17). En faisant l'hypothèse d'un état de déformation uniforme dans le plan moyen du composite, on obtient une borne haute pour la rigidité du matériau. La borne basse est calculée en faisant l'hypothèse d'un état de contrainte uniforme. Pour un taffetas, la borne haute correspond exactement au modèle « plis UD croisés équivalent » [47]. Le modèle « fiber undulation » s'applique essentiellement aux taffetas. Il s'agit une description « 1D » puisque seule l'ondulation des fibres le long de la chaîne (direction du

chargement) est prise en compte. Ce modèle permet d'obtenir les constantes  $E_x$  et  $G_{xy}$ . L'ondulation des torons est décrite à l'aide d'une fonction de forme sinusoïdale. La matrice rigidité locale à l'intérieur des torons de chaîne est calculée sur le système d'axes (1, 2, 3) (figure I-10) en utilisant le modèle CCA (§ 1.3.4.2). En faisant le changement de repère  $(1,2,3) \rightarrow (x,y,z)$ , puis en calculant une moyenne sur le VER mésoscopique, on obtient  $E_x$  et  $G_{xy}$ . Dans le chapitre III, nous avons utilisé ce modèle pour analyser l'effet de l'ondulation des fibres sur les constantes élastiques des composites que nous avons étudiés dans le cadre de cette thèse. Le troisième modèle développé par Chou et Ishikawa, le « bridging model », s'applique principalement aux satins.

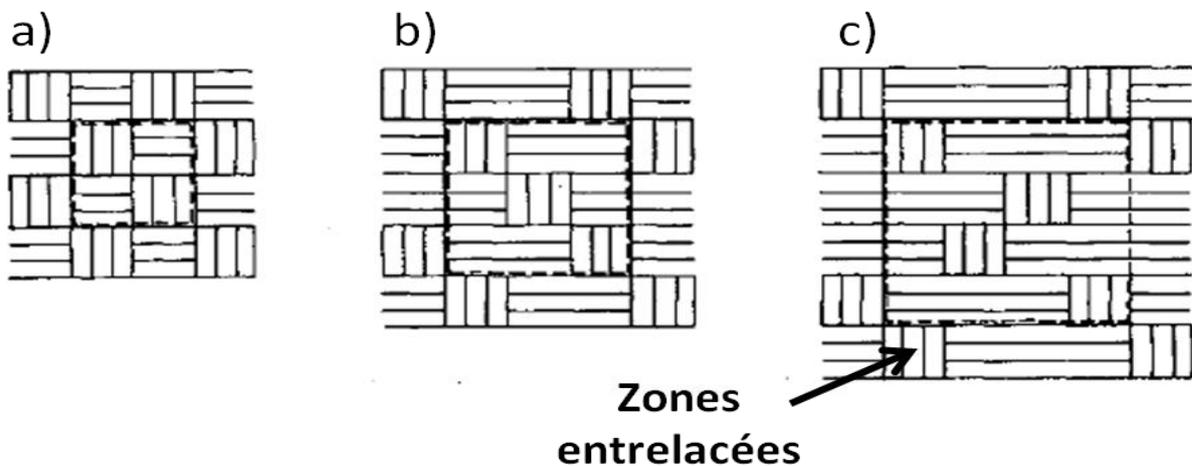


Figure I-17 : Représentation du VER pour des tissés : a) taffetas, b) sergé, satin [43].

Naik et Shembekar ont généralisé les approches 1D développées par Chou et Ishikawa pour obtenir un modèle 2D permettant de calculer toutes les constantes élastiques d'un taffetas [48]–[50]. L'approche développée par Naik et Shembekar a été complétée par Naik et Ganesh [47], [51] qui ont travaillé à partir de la cellule élémentaire très complète représentée sur la figure I-18. L'analyse permet alors de prendre en compte une description réaliste de l'ondulation et de la section des torons ainsi que de la présence d'un décalage éventuel entre deux torons adjacents (paramètres  $g_f$  et  $g_w$  sur la figure 18). Les constantes élastiques dans les torons sont également calculées à partir du modèle CCA (§ 1.3.4.2).

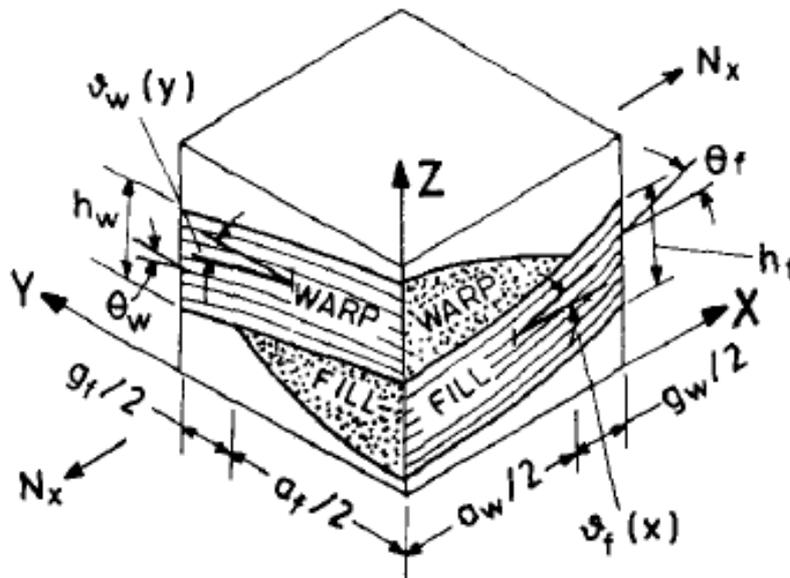


Figure I-18 : VER d'un pli taffetas [47].

### I.3.7 Principe de correspondance de Hashin

Avec les modèles micromécaniques présentés ci dessus, il est également possible de prédire les valeurs des modules effectifs complexes des matériaux composites. Cette approche repose sur l'utilisation du principe de correspondance. Ce principe permet d'obtenir la solution d'un problème de visco-élasticité linéaire à partir de la solution élastique du même problème [52]. L'applicabilité du principe de correspondance aux composites a été étudiée par Hashin [34], [53], [54]. Nous ne nous intéresserons qu'au cas d'une sollicitation sinusoïdale en régime permanent [34], [54]. La solution au problème viscoélastique s'obtient alors simplement en remplaçant les constantes élastiques dans la solution élastique par leur équivalent complexe. Par exemple, en reprenant l'analyse présentée dans le (§ I.3.4.1), la loi des mélanges donnera pour le module longitudinal complexe d'un UD :

$$E_1^* = E_f^* V_f + (1 - V_f) E_m^* \quad (21)$$

où l'indice supérieur \* a été ajouté pour désigner les grandeurs complexes.

Pour une sollicitation sinusoïdale, le principe de correspondance est applicable si les déformations et les contraintes sont uniformes à l'échelle du VER. Dans le cadre de cette thèse, nous travaillerons avec des fréquences ( $f$ ) de l'ordre du Hz. L'ordre de grandeur de la vitesse ( $c$ ) des ondes dans les solides est de quelques centaines de  $\text{ms}^{-1}$ . La longueur d'onde  $\lambda = \frac{c}{f}$  sera donc toujours très grande devant un VER pris à l'échelle microscopique (§ I.3.4) ou mésoscopique (§ I.3.6).

## **I.4 Conclusion**

Ce premier chapitre est essentiellement consacré à la description de l'organisation interne des matériaux composites fibres continues-matrice polymère. Nous avons montré que ces matériaux sont structurés à plusieurs échelles. En homogénéisant la structure interne, d'abord au niveau micrométrique, puis au niveau mésoscopique, il est possible d'obtenir une modélisation satisfaisante du comportement mécanique macroscopique. Du point de vue expérimental, il est nécessaire de trouver des techniques d'investigation qui permettent de caractériser les mécanismes de déformation et d'endommagement de ces matériaux aux différentes échelles. Dans le chapitre suivant, nous présentons les principales techniques de mesure utilisées pour étudier le comportement mécanique des composites.

## Bibliographie

- [1] "AGROCOMPOSITE JUTE - Gold of Bengal." [Online]. Available: <http://goldofbengal.com/les-projets/composite-jute/>. [Accessed: 29-Apr-2015].
- [2] L. Berreur, B. de Maillard, and S. Nösperger, "L'industrie française des matériaux composites." 2001.
- [3] Giocosa and Piccirelli, "Les composites dans l'industrie automobile." *Technique de l'ingénieur*, 2011.
- [4] J.-M. Berthelot, *Matériaux composites: comportement mécanique et analyse des structures*. Paris; Londres: Editions Tec & Doc, 2005.
- [5] Y. Yang, R. Boom, B. Irion, D.-J. van Heerden, P. Kuiper, and H. de Wit, "Recycling of composite materials," *Chem. Eng. Process. Process Intensif.*, vol. 51, pp. 53–68, Jan. 2012.
- [6] Henshaw, J. M, "Recycling and disposal of polymer-matrix composites," *ASM International*, pp. 1006–1012., 2001.
- [7] "Résines thermoplastiques Elium® pour composites." [Online]. Available: <http://www.arkema.fr/fr/produits/product-finder/range/Resines-Elium/?back=true>. [Accessed: 20-Apr-2015].
- [8] R. L. Gorowara, W. E. Kosik, S. H. McKnight, and R. L. McCullough, "Molecular characterization of glass fiber surface coatings for thermosetting polymer matrix/glass fiber composites," *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 32, no. 3–4, pp. 323–329, Mar. 2001.
- [9] P. Krawczak and A. Bergeret, "Liaison renfort/matrice: Définition et caractérisation, plastiques et composites." *Technique de l'ingénieur*, 2006.
- [10] A. T. DiBenedetto, "Tailoring of interfaces in glass fiber reinforced polymer composites: a review," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 302, no. 1, pp. 74–82, 2001.

- [11] E. Mäder, H.-J. Jacobasch, K. Grundke, and T. Gietzelt, "Influence of an optimized interphase on the properties of polypropylene/glass fibre composites," *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 27, no. 9, pp. 907–912, Jan. 1996.
- [12] F. M. Zhao and N. Takeda, "Effect of interfacial adhesion and statistical fiber strength on tensile strength of unidirectional glass fiber/epoxy composites. Part I: experiment results," *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 31, no. 11, pp. 1203–1214, 2000.
- [13] R. L. Zhang, Y. Liu, Y. D. Huang, and L. Liu, "Effect of particle size and distribution of the sizing agent on the carbon fibers surface and interfacial shear strength (IFSS) of composites," *Appl. Surf. Sci.*, vol. 287, pp. 423–427, Dec. 2013.
- [14] H. F. Wu, D. W. Dwight, and N. T. Huff, "Effects of silane coupling agents on the interphase and performance of glass-fiber-reinforced polymer composites," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 57, no. 8, pp. 975–983, Jan. 1997.
- [15] M. Dey, J. M. Deitzel, J. W. Gillespie, and S. Schweiger, "Influence of sizing formulations on glass/epoxy interphase properties," *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 63, pp. 59–67, Aug. 2014.
- [16] E. Mader, S. Gao, and R. Plonka, "Static and dynamic properties of single and multi-fiber/epoxy composites modified by sizings," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 67, no. 6, pp. 1105–1115, May 2007.
- [17] M. Munz, H. Sturm, E. Schulz, and G. Hinrichsen, "The scanning force microscope as a tool for the detection of local mechanical properties within the interphase of fibre reinforced polymers," *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 29, no. 9, pp. 1251–1259, 1998.
- [18] R. M. Winter and J. E. Houston, "Interphase Mechanical Properties in Epoxy-Glass Fiber Composites as Measured by Interfacial Force Microscopy," Sandia National Labs., Albuquerque, NM (United States), SAND--98-0994C; CONF-980405-- , Apr. 1998.
- [19] J.-K. Kim and A. Hodzic, "Nanoscale characterisation of thickness and properties of interphase in polymer matrix composites," *J. Adhes.*, vol. 79, no. 4, pp. 383–414, Apr. 2003.

- [20] S.-L. Gao and E. Mäder, "Characterization of interphase nanoscale property variations in glass fibre reinforced polypropylene and epoxy resin composites," *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 33, no. 4, pp. 559–576, 2002.
- [21] J. L. Thomason, "The interface region in glass fibre-reinforced epoxy resin composites: 3. Characterization of fibre surface coatings and the interphase," *Composites*, vol. 26, no. 7, pp. 487–498, Jul. 1995.
- [22] J. Berg and F. R. Jones, "The role of sizing resins, coupling agents and their blends on the formation of the interphase in glass fibre composites," *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 29, no. 9, pp. 1261–1272, 1998.
- [23] F. Hoecker and J. Karger-Kocsis, "Effects of the interface on the mechanical response of CF/EP microcomposites and macrocomposites," *Composites*, vol. 25, no. 7, pp. 729–738, Jan. 1994.
- [24] E. Mäder, K. Grundke, H.-J. Jacobasch, and G. Wachinger, "Surface, interphase and composite property relations in fibre-reinforced polymers," *Composites*, vol. 25, no. 7, pp. 739–744, Jan. 1994.
- [25] M. E. Foley, A. A. Obaid, X. Huang, M. Tanoglu, T. A. Bogetti, S. H. McKnight, and J. W. Gillespie, "Fiber/matrix interphase characterization using the dynamic interphase loading apparatus," *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 33, no. 10, pp. 1345–1348, 2002.
- [26] M. Tanoglu, S. H. McKnight, G. R. Palmese, and J. W. Gillespie Jr, "The effects of glass-fiber sizings on the strength and energy absorption of the fiber/matrix interphase under high loading rates," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 61, no. 2, pp. 205–220, 2001.
- [27] O. Konur and F. L. Matthews, "Effect of the properties of the constituents on the fatigue performance of composites: a review," *Composites*, vol. 20, no. 4, pp. 317–328, juillet 1989.
- [28] G. Shih and L. Ebert, "The effect of the fiber/matrix interface on the flexural fatigue performance of unidirectional fiberglass composites," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 28, no. 2, pp. 137–161, 1987.

- [29] J. Gassan, "A study of fibre and interface parameters affecting the fatigue behaviour of natural fibre composites," *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 33, no. 3, pp. 369–374, Mar. 2002.
- [30] E. K. Gamstedt, L. A. Berglund, and T. Peijs, "Fatigue mechanisms in unidirectional glass-fibre-reinforced polypropylene," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 59, no. 5, pp. 759–768, 1999.
- [31] Z. Hashin, "Analysis of Composite Materials—A Survey," *J. Appl. Mech.*, vol. 50, no. 3, p. 481, 1983.
- [32] Z. Hashin and B. W. Rosen, "The Elastic Moduli of Fiber-Reinforced Materials," *J. Appl. Mech.*, vol. 31, no. 2, p. 223, 1964.
- [33] Z. Hashin, "On elastic behaviour of fibre reinforced materials of arbitrary transverse phase geometry," *J. Mech. Phys. Solids*, vol. 13, no. 3, pp. 119–134, Jun. 1965.
- [34] Z. Hashin, "Complex moduli of viscoelastic composites—II. Fiber reinforced materials," *Int. J. Solids Struct.*, vol. 6, no. 6, pp. 797–807, Jun. 1970.
- [35] J. Renard, *Elaboration, microstructure et comportement des matériaux composites à matrice polymère*. Paris: Hermès science publications, 2005.
- [36] Adams, R.D, "damping properties analysis of composites," *Reinhart TJ AI*, vol. 1, pp. 206–217, 1987.
- [37] Caruso J.J and Chamis C.C, "Comparison of 3-D finite element results for lamina elastic constants with predictions from SMEs for carbon/epoxy," *J. Compos. Technol. Res.*, vol. 8, no. 3, pp. 77–83, 1986.
- [38] S. W. Tsai and H. T. Hahn, *Introduction to composite materials*. Westport, Conn: Technomic Pub, 1980.
- [39] D. A. Hopkins and C. C. Chamis, *A unique set of micromechanics equations for high-temperature metal matrix composites*. 1988.

- [40] C. C. Chamis, "Simplified composite micromechanics equations for hygral, thermal and mechanical properties," presented at the Ann. Conf. of the Society of the Plastics Industry Reinforced Plastics/Composites Inst., 7-11 Feb. 1983, United States, 1983.
- [41] Z. Hashin, "Analysis of Properties of Fiber Composites With Anisotropic Constituents," *J. Appl. Mech.*, vol. 46, no. 3, p. 543, 1979.
- [42] J.-M. Berthelot and J.-M. Berthelot, *Matériaux composites: comportement mécanique et analyse des structures*. Paris; Milan: Masson, 1996.
- [43] T.-W. Chou and T. Ishikawa, "One-dimensional micromechanical analysis of woven fabric composites," *AIAA J.*, vol. 21, no. 12, pp. 1714–1721, Dec. 1983.
- [44] T. Ishikawa and T.-W. Chou, "Elastic Behavior of Woven Hybrid Composites," *J. Compos. Mater.*, vol. 16, no. 1, pp. 2–19, Jan. 1982.
- [45] T. Ishikawa, "Anti-symmetric elastic properties of composite plates of satin weave cloth," *Fibre Sci. Technol.*, vol. 15, no. 2, pp. 127–145, Sep. 1981.
- [46] T. Ishikawa and T.-W. Chou, "Stiffness and strength behaviour of woven fabric composites," *J. Mater. Sci.*, vol. 17, no. 11, pp. 3211–3220, Nov. 1982.
- [47] N. K. Naik and V. K. Ganesh, "Prediction of on-axes elastic properties of plain weave fabric composites," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 45, no. 2, pp. 135–152, Jan. 1992.
- [48] N. K. Naik and P. S. Shembekar, "Elastic Behavior of Woven Fabric Composites: I--Lamina Analysis," *J. Compos. Mater.*, vol. 26, no. 15, pp. 2196–2225, Jan. 1992.
- [49] P. S. Shembekar and N. K. Naik, "Elastic Behavior of Woven Fabric Composites: II--Laminate Analysis," *J. Compos. Mater.*, vol. 26, no. 15, pp. 2226–2246, Jan. 1992.
- [50] N. K. Naik and P. S. Shembekar, "Elastic Behavior of Woven Fabric Composites: III -- Laminate Design," *J. Compos. Mater.*, vol. 26, no. 17, pp. 2522–2541, Jan. 1992.

- [51] N. K. Naik and V. K. Ganesh, "An analytical method for plain weave fabric composites," *Composites*, vol. 26, no. 4, pp. 281–289, Apr. 1995.
- [52] R. F. Gibson, *Principles of composite material mechanics*, 3rd ed. Boca Raton, Fla: Taylor & Francis, 2012.
- [53] Z. Hashin, "Viscoelastic fiber reinforced materials.," *AIAA J.*, vol. 4, no. 8, pp. 1411–1417, Aug. 1966.
- [54] Z. Hashin, "Complex moduli of viscoelastic composites—I. General theory and application to particulate composites," *Int. J. Solids Struct.*, vol. 6, no. 5, pp. 539–552, May 1970.



## **Chapitre II : Techniques d'analyses expérimentales**

### **II.1 Introduction**

Ce chapitre est consacré à un état de l'art portant sur les techniques qui sont couramment utilisées pour étudier le comportement mécanique des composites constitués d'une matrice polymère et de fibres longues. Nous avons accordé une attention particulière à la caractérisation de la qualité d'adhésion fibre-matrice.

Le chapitre est organisé de la façon suivante : Tout d'abord nous présentons brièvement les principaux essais normalisés permettant de caractériser le comportement mécanique des composites à l'échelle macroscopique. La seconde partie est complémentaire de la première : nous décrivons certaines techniques d'analyse qui sont utilisées pour observer et étudier les mécanismes de déformation et d'endommagement aux échelles locales en réponse à une sollicitation macroscopique.

### **II.2 Caractérisation macroscopique**

Dans cette partie, nous présentons les principaux essais normalisés permettant de caractériser le comportement mécanique des composites. Dans leur forme « usuelle », ces essais sont associés à une métrologie ne pouvant fournir que des observables macroscopiques. La qualité de l'adhésion de la fibre sur la matrice ne peut donc être estimée que de façon indirecte. Il faut alors comprendre comment les caractéristiques de la zone interfaciale influent sur les propriétés mécaniques macroscopiques mesurées. Pour étudier ces propriétés macroscopiques, il existe essentiellement trois grandes familles d'essais normalisés : traction, flexion et cisaillement. Tous ces essais permettent de quantifier deux grandeurs macroscopiques : un module d'élasticité et une propriété ultime du matériau, par exemple la résistance au cisaillement ou à la traction. De nombreuses études ont montré que le module d'élasticité ne dépend pas de la qualité de l'adhésion fibre-matrice [1]–[3]. En revanche, pour certaines configurations d'essais : essais de cisaillement ou essais de traction transverse aux fibres, il a été vérifié que la qualité d'adhésion influe sur les propriétés ultimes du matériau [1], [2].

#### **II.2.1 Essais statiques : traction et flexion**

##### **II.2.1.1 Composites UD : Contrainte uni-axiale le long des fibres (0°)**

La caractérisation des composites unidirectionnels par essai de traction uni-axiale dans le sens des fibres ou par essai de flexion avec les fibres orientés dans le

sens de la longueur d'éprouvette ( $0^\circ$ ) fournit des informations sur les propriétés élastiques et ultimes du matériau (module de Young et résistance à la rupture en traction et en flexion). Les grandeurs obtenues pour ces deux configurations d'essais sont peu sensibles au niveau d'adhésion fibre-matrice et dépendent principalement du facteur fibre [4]. On pourra remarquer que dans le cadre de l'hypothèse d'une déformation uniforme à l'échelle microscopique et d'un état de contrainte locale uniaxial dans la fibre et dans la matrice (§ I.3.4.1), la contrainte appliquée au plan tangent à l'interface fibre-matrice est alors nulle.

### II.2.1.2 Composites UD : Contrainte uni-axiale perpendiculaire aux fibres ( $90^\circ$ )

Contrairement aux essais précédents, l'évaluation des propriétés d'adhésion fibre-matrice est plus facile à mettre en évidence dans le cas de chargements perpendiculaires aux fibres ( $90^\circ$ ). Dans ce cas, une contrainte normale est appliquée à l'interface. Pour un composite UD sollicité en traction transverse ou en flexion transverse, Madhukar et Drzal. ont clairement montré que les propriétés ultimes (résistance et déformation à la rupture) dépendent de la qualité d'adhésion fibre-matrice. Pour une amélioration de 90% du niveau d'adhésion mesurée par IFSS (§ II.3.2.2), ils obtiennent respectivement par traction et flexion, une augmentation de la résistance à la rupture de 125% et 200 % [2]. Cependant, notons qu'en traction, la rupture peut se produire soit à l'interface soit plus prématurément dans la matrice (figure II-1a) [5]. Des études ont montré que si une rupture à lieu à l'interface fibre-matrice, on observe une non linéarité sur le comportement de la courbe charge-déplacement [6]. Par contre, si la rupture se produit dans la matrice, les résultats pour évaluer la cohésion interfaciale sont à prendre avec précaution.

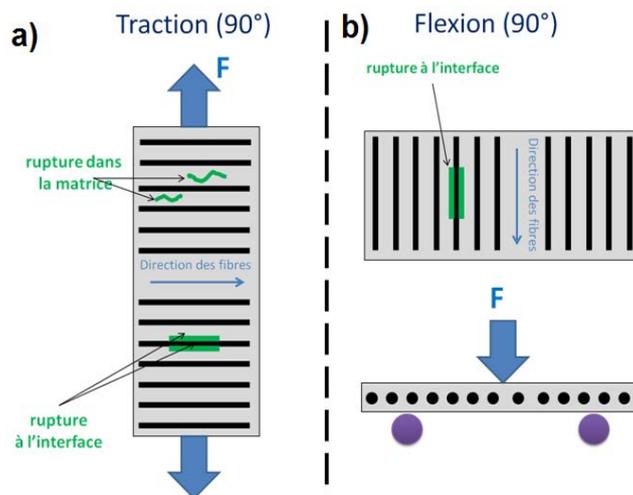


Figure II-1 : a) Essai de traction transverse sur composite Unidirectionnel NF ISO 527. b) Essai de flexion à  $90^\circ$  avec les fibres orientées à  $90^\circ$  par rapport à la longueur de l'éprouvette.

### II.2.1.3 Composites tissés : Contrainte uni-axiale le long des fibres de chaîne et perpendiculaire aux fibres de trame

Pour des matériaux UD sollicités en traction uni-axiale, les résultats présentés précédemment indiquent que les propriétés de la jonction fibre matrice sont nettement plus faciles à mettre en évidence pour un chargement transverse ( $90^\circ$ ) que pour un chargement longitudinal ( $0^\circ$ ). Pour un composite multidirectionnel (par exemple : tissus taffetas) sollicité en traction selon la chaîne, cela suggère que les modifications de la zone inter-faciale pourront engendrer un endommagement transversal induisant potentiellement une non linéarité des courbes charges-déplacement [4], [6].

### II.2.1.4 Essai de cisaillement plan par traction $\pm 45^\circ$ , (ASTM D3518 ou NF ISO 14129)

L'essai de traction par cisaillement plan est couramment utilisé pour caractériser la qualité d'adhésion fibre-matrice de composites à plis UD ou à renforts tissés [2], [7]–[9]. Conformément à la norme ASTM D3518, ce test est réalisé sur des éprouvettes rectangulaires renforcées par des fibres orientées à  $\pm 45^\circ$  par rapport à l'axe de traction (figure II-2a). Les grandeurs mesurées sont le module de cisaillement  $G_{12}$  et surtout la résistance au cisaillement  $\sigma_{12}^R$  qui est le paramètre qui peut éventuellement être sensible aux phénomènes d'adhésion inter-faciale. Les plans de cisaillement maximaux sont parallèles aux fibres (figure II-2b). Pour des stratifiés polypropylène-verre à plis UD croisés, il a été montré que la nature du traitement de surface entraîne une modification de l'ordre de 20% de la résistance au cisaillement [8].

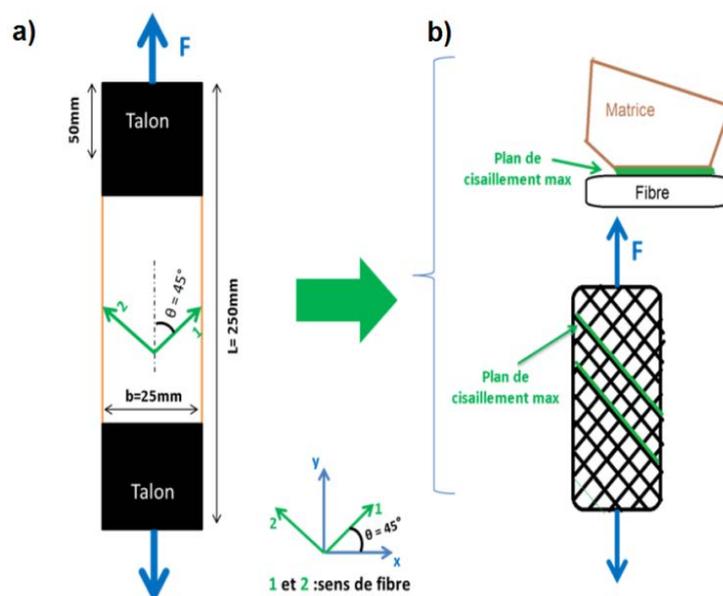


Figure II-2 : Schéma d'un essai de cisaillement plan par cisaillement plan ASTM D3518.

### **II.2.1.5 Essai de flexion sur poutre courte: NF EN 6585**

L'essai de flexion sur poutre courte (en anglais, Short Beam Shear : SBS) est certainement l'essai macroscopique le plus utilisé pour caractériser la qualité de l'adhésion fibre-matrice pour les composites unidirectionnels [10]–[13]. Il s'agit d'un essai de flexion 3 points réalisé entre deux appuis inférieurs rapprochés (figure II-3). Conformément à la norme NF EN 6585, la distance entre ces deux appuis doit être égale à 5 fois l'épaisseur de l'éprouvette et les fibres doivent être orientées selon la longueur de l'éprouvette. La composante du tenseur des contraintes  $\sigma_{13}$  qui correspond au cisaillement interlaminaire (figure II-4) domine dans les deux régions situées entre l'appui supérieur et les deux appuis inférieurs (figure II-3). A partir de la valeur maximale de la force, on mesure un paramètre appelé ILSS (InterLaminar Shear Strength). L'ILSS est le principal résultat quantitatif fourni par l'essai et correspond à la valeur de la contrainte de cisaillement interlaminaire dans la région la plus sollicitée de l'éprouvette. Pour que l'essai soit valable, il faut que le mode d'endommagement associé à la valeur maximum de la force corresponde à un délaminage intervenant entre les couches du composite. Ce mode d'endommagement est en effet induit par la contrainte de cisaillement inter-laminaire.

Pour obtenir des valeurs d'ILSS fiables, il est recommandé de travailler sur des composites UD épais comportant plusieurs plis [14]. Dans la littérature on trouve de nombreuses études destinées à évaluer le niveau d'adhésion fibre-matrice à partir d'essais de flexion sur poutre courte : A titre d'exemple, pour des systèmes UD carbone/époxy, Upadhyaya et al. ont observé que l'ILSS est amélioré de 10% pour un matériau correspondant à des fibres qui ont bénéficié d'un traitement de surface par rapport au cas où les fibres n'ont pas été traitées [15]. De manière similaire, les études de Han et al., réalisées sur des composites UD carbone/polypropylène, ont montré qu'un ensimage adapté pouvait apporter une amélioration de 100% de la valeur de l'ILSS [10].

Bien que l'essai de flexion sur poutre courte s'applique principalement aux composites UD, des investigations sur composites tissés peuvent également être réalisées [16]–[18]. Compte tenu de la difficulté à obtenir alors une rupture en cisaillement interlaminaire pur, ces études sont utilisées essentiellement à titre qualitatif, notamment pour comparer des matériaux correspondant à des ensimages différents. A titre d'exemple, Mohd Ishak et al. ont pu mesurer une différence d'ILSS de 20 % pour des systèmes taffetas Verre /Polybutylène téréphtalate [18].

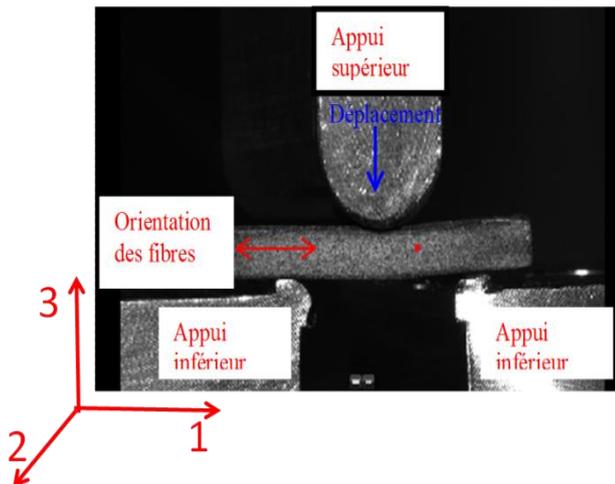


Figure II-3 : Essai Short Beam Shear en flexion 3 points NF EN 6585.

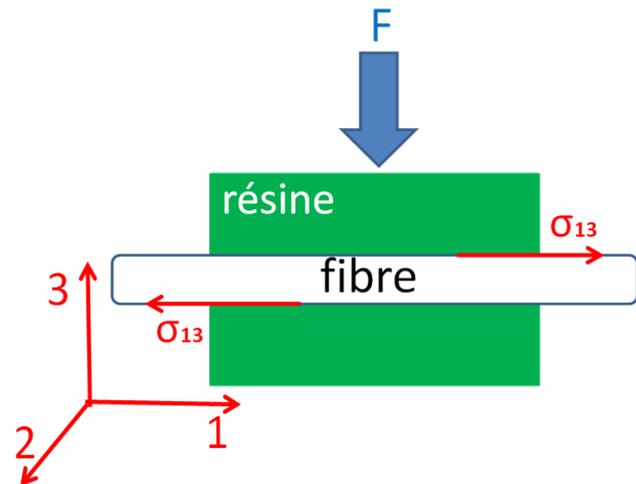


Figure II-4 : Représentation de la contrainte  $\sigma_{13}$  générant le cisaillement inter-laminaire.

### II.2.1.6 Essai Iosipescu: ASTM D5379

Cet essai macroscopique permet de générer une sollicitation en cisaillement pur, état de contrainte qui permet de caractériser l'adhésion fibre-matrice. Dédié principalement aux composites UD, il est réalisé sur des éprouvettes parallélépipédiques entaillées en V à 90° (norme ASTM D5379) où chaque extrémité est fixée aux mors du montage (figure II-5a). Sous l'effet d'une charge de compression, un glissement entre les plans de stratifications se produit au niveau de la zone centrale de l'éprouvette. Suivant l'orientation des fibres, l'essai conduit à l'obtention d'un des trois modules de cisaillement  $G_{12}$ ,  $G_{13}$  et  $G_{23}$ , et à une des trois valeurs de la résistance au cisaillement  $\sigma_{12}^R$ ,  $\sigma_{13}^R$  et  $\sigma_{23}^R$ . Cette dernière grandeur est le paramètre qui est sensible à la qualité d'adhésion fibre-matrice (figure II-5b).

Cet essai permet de réaliser des études comparatives. A titre d'exemple Madhukar et al. ont mis en évidence sur des systèmes UD-carbone/époxy une différence de 72% de la composante de résistance au cisaillement pour un matériau à fibres traitées par rapport au cas où les fibres sont non traitées [1]. Pour obtenir des résultats fiables les éprouvettes d'essai doivent être parfaitement usinés. Les travaux de Hawong et al. ont mis en évidence que l'angle d'entaille influe sur la répartition du champ de déformation au niveau de la partie centrale [19]. Par conséquent un défaut de maîtrise des paramètres géométriques de l'éprouvette peut engendrer des champs de déformations inhomogènes dans la partie centrale, entraînant des problèmes de dispersion des résultats.

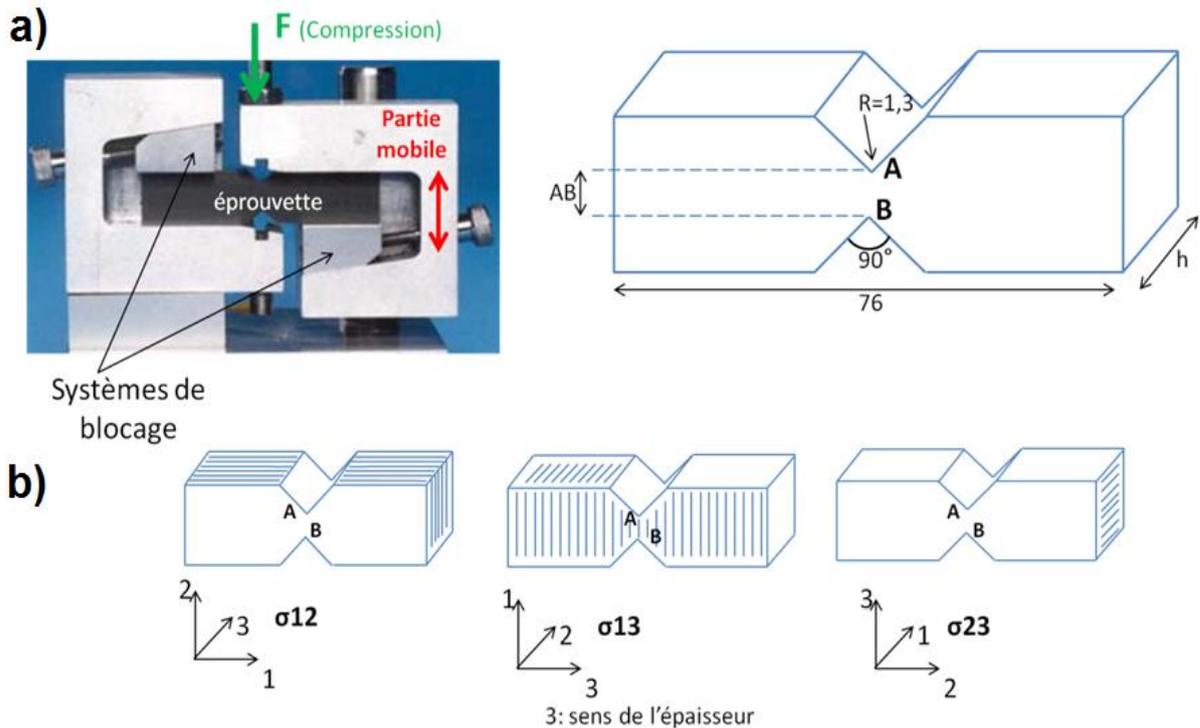


Figure II-5 : a) Essai Iosipescu ASTM D5379 et géométrie standard de l'éprouvette. b) Différentes configurations de l'éprouvette doublement entaillée selon les propriétés en cisaillement désirées d'un composite UD [21].

### II.2.1.7 Essai de cisaillement par recouvrement: Double Notch Shear (DNS) ASTM D3846

L'essai de cisaillement par recouvrement est utilisé pour déterminer la résistance au cisaillement interfacial pour des composites renforcés par des fibres aléatoirement dispersées et des composites unidirectionnels. Conformément à la norme ASTM D3848, le test est réalisé sur des éprouvettes parallélépipédiques doublement entaillées (figure II-6). Les grandeurs obtenues sont le module de cisaillement et la résistance au cisaillement. Sous l'action d'une charge en traction, une rupture par cisaillement se produit dans la région située entre les deux entailles. Dans cette zone un délaminage des différents plans de stratifications conduit à l'arrachement des fibres de la matrice permettant d'évaluer le niveau d'adhésion par le biais de la résistance interfaciale. De par sa simplicité, cet essai semble intéressant pour fournir des études comparatives. Toutefois, des limitations existent quant à la fiabilité des résultats. Dans leurs travaux, Chiao et al. ont montré que cette méthode sous-estime la contrainte de cisaillement du matériau [20]. En réalité du fait de la dissymétrie des éprouvettes, des contraintes parasites en flexion peuvent être induites faussant la mesure de résistance interfaciale [21]. De plus, les difficultés d'usinage des encoches peuvent générer des contraintes non uniformément réparties au sein de la zone centrale rendant difficile la fiabilité et la reproductibilité des essais.

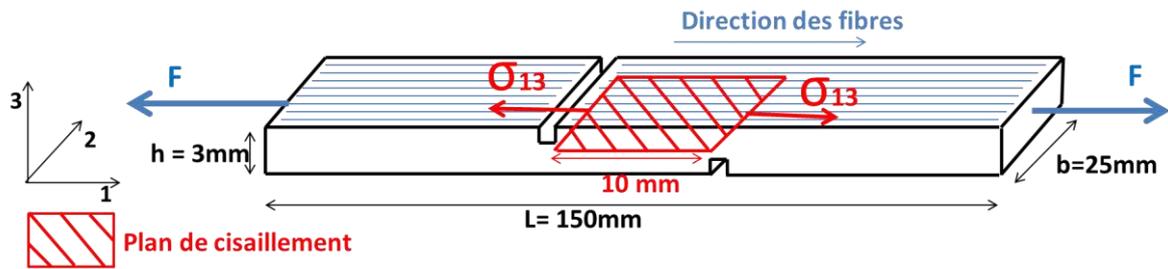


Figure II-6 : Représentation schématique d'un essai de cisaillement par recouvrement (Double Notch Shear) sur éprouvette UD. Conformément à la norme ASTM D3848 [21].

### II.2.1.8 Bilan des essais statiques

Nous avons vu qu'il est possible de caractériser la qualité de l'adhésion fibre-matrice en utilisant des essais mécaniques macroscopiques. Cependant, certaines précautions doivent être prises en compte pour analyser les résultats :

- Quel que soit l'essai utilisé, les modules d'élasticité mesurés ne dépendent pas (ou peu) de la qualité du lien fibre-matrice.
- Pour un UD soumis à une sollicitation uni-axiale dirigée le long des fibres, les propriétés du matériau sont majoritairement gouvernées par le facteur fibre et sont donc très peu sensibles à l'adhésion fibre-matrice.

Pour mettre en évidence la qualité de la résistance fibre-matrice, il faut que la contrainte macroscopique appliquée soit susceptible d'engendrer des contraintes locales importantes sur les plans qui sont tangents à l'interface. Du fait de l'apparition et du développement de certaines formes d'endommagement dans la région interfaciale, le matériau pourra alors présenter une réponse non-linéaire qui sera éventuellement détectable sur les courbes charges-déplacement ou contrainte-déformation. Les propriétés ultimes du matériau, comme la résistance à la rupture, pourront être aussi affectées.

Pour analyser expérimentalement les composites taffetas qui correspondent à notre étude, nous avons utilisé les essais suivants:

- L'essai de cisaillement plan : contrainte de cisaillement intralaminaire.
- L'essai de flexion sur poutre courte : contrainte de cisaillement interlaminaire.
- L'essai de traction 0/90°: essentiellement contrainte normale à l'interface fibre/matrice pour les fibres orientées à 90°.

Une description détaillée de ces trois essais, est fournie dans le chapitre IV.

## II.2.2 Essais dynamiques

### II.2.2.1 Essai cyclique par spectrométrie mécanique (DMA)

Une bonne liaison fibre-matrice (fortes liaisons interfaciales) correspond à une interphase rigide et élastique (figure II-7). On observera alors une diminution de l'amortissement global du matériau par rapport au cas d'une faible liaison fibre-matrice. En mesurant par spectrométrie mécanique (DMA) l'angle de perte  $\tan(\delta)$ , grandeur caractérisant l'amortissement, on peut donc évaluer le niveau d'adhésion [22]–[26]. Généralement ce n'est qu'au voisinage de la température de la transition vitreuse que l'influence de la qualité de l'interphase est susceptible de modifier significativement la valeur de  $\tan(\delta)$  [22]. A titre d'exemple les travaux réalisés par Afaghi-Khjatibi et al. ont mis en évidence, pour des systèmes carbone/époxy sollicités en traction cyclique, une diminution significative de la valeur de  $\tan(\delta)$  dans le cas d'un matériau correspondant à des fibres ensimés par rapport à un composite pour lequel aucun traitement n'avait été appliqué aux fibres [22].

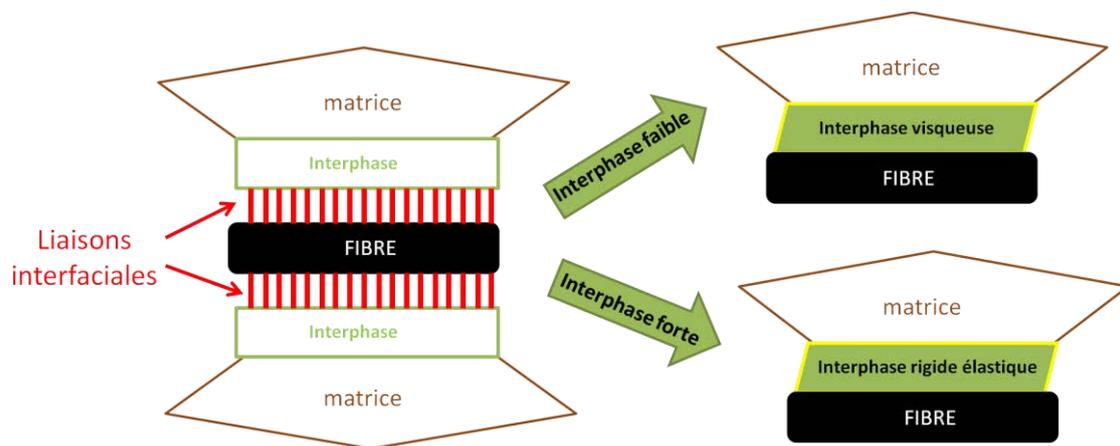


Figure II-7 : Représentation schématique de l'interphase élastique rigide au niveau de la jonction fibre-matrice.

### II.2.2.2 Essais en fatigue

De nombreuses études ont permis de mettre en évidence l'influence de la qualité du lien fibre-matrice sur les performances en fatigue des matériaux composites [22], [27]–[29]. En général, le comportement en fatigue d'un matériau est analysé expérimentalement en traçant les courbes de Wöhler, également appelées diagrammes S-N (figure II-8). Chaque point expérimental nécessite la consommation d'une éprouvette. Pour déterminer la résistance en fatigue, il faut par exemple trouver le niveau de chargement maximal pour lequel un matériau pourra endurer 1 million de cycles (dernier point de la courbe en figure II-8). Cela correspond alors à 11 jours d'essai pour une fréquence de sollicitation de 1 Hz. La construction de ces courbes est donc très longue à obtenir. Le développement des techniques de thermographie

infrarouge a permis de trouver des méthodes alternatives plus rapides. Par exemple, pour un composite résine polyamide-fibres de verre courtes, Jegou et al. ont développé une procédure basée sur des mesures d'auto-échauffement en fatigue qui permet de prédire la forme des courbes de Wöhler en réalisant seulement deux essais [30], [31].

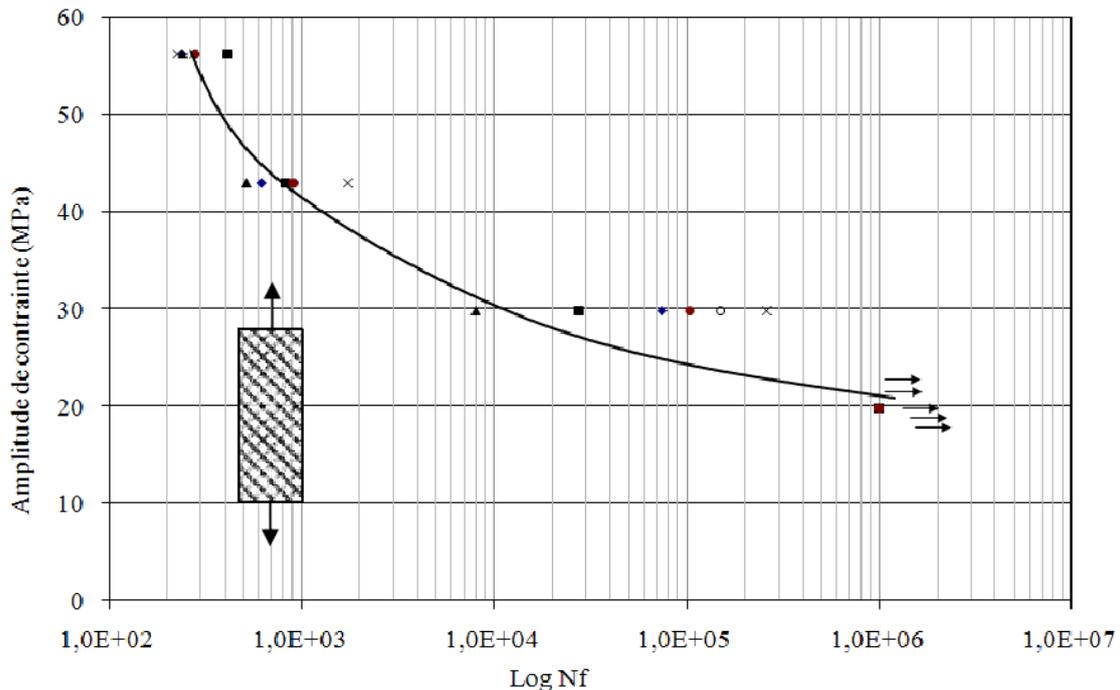


Figure 11-8 : Courbe de Wöhler pour un composite tissus sollicité à  $\pm 45^\circ$  [32].

### II.3 Caractérisation des composites aux échelles locales

Par définition, les essais macroscopiques ne fournissent aucun renseignement sur les mécanismes de déformation et d'endommagement aux échelles locales. Pour obtenir ces informations, il est nécessaire d'avoir recours à des techniques fines d'analyse qui peuvent être éventuellement couplées à des essais macroscopiques. Dans cette partie nous présentons les principales techniques qui sont utilisées pour caractériser le comportement mécanique local des composites. Un paramètre simple permettant de classer grossièrement ces méthodes est la résolution spatiale de la mesure :

- Avec une résolution spatiale comprise entre quelques  $\mu m$  et  $1 mm$ , on pourra étudier l'échelle mésoscopique, soit l'échelle du pli ou du tissu.
- Pour une résolution spatiale comprise entre quelques centaines de  $nm$  et quelques  $\mu m$ , on obtiendra des résultats à l'échelle microscopique, soit l'échelle de la fibre.

- Pour une résolution spatiale inférieure à  $1\mu\text{m}$ , on sondera l'échelle sub-micrométrique, soit l'échelle du voisinage proche de la fibre ou de l'interphase.

### **II.3.1 Echelle mésoscopique**

#### **II.3.1.1 Mesures de champs cinématiques**

Les méthodes de mesure de champ de déplacement ou de déformation sont très souvent utilisées pour caractériser les composites [33]. Dans leur version courante, la résolution spatiale associée à ces techniques est de l'ordre de quelques dixièmes de mm. Cela permet d'obtenir des informations à l'échelle de la mésostructure. Par exemple, en utilisant la corrélation d'images 3D, Gliesche et al. ont étudié l'influence de la présence du tissu sur le champ de déformation pour un textile carbone-époxy [9]. En utilisant l'interférométrie de speckle, il a été possible de mesurer l'ouverture des fissures transverses dans les plis à  $90^\circ$  d'un carbone époxy à plis UD croisés [34]. Dans le chapitre IV, nous présentons de nombreuses mesures obtenues par corrélation d'images 3D. Le principe de cette technique sera alors détaillé.

#### **II.3.1.2 Tomographie X**

La tomographie X est une technique d'analyse non destructive qui permet de cartographier en 3D la structure interne d'un matériau [35]. L'échantillon est soumis à un faisceau de rayons X et tourne autour d'un axe de rotation afin d'acquérir un grand nombre d'images radiographiques 2D. La structure interne est alors reconstruite numériquement par tranches à partir de ces images radiographiques. L'absorption des rayons X dépend de la densité locale du matériau. En mode « contraste d'absorption », le contraste des images provient des variations de densité locale au sein du matériau. Sur synchrotron, il est également possible d'utiliser le mode « contraste de phase ». Cette technique est employée dans le cas où le milieu est exclusivement constitué d'éléments peu absorbants, éléments de faible numéro atomique. Le contraste est alors engendré par les interfaces entre les régions qui ont des densités différentes. Pour un composite constitué de fibres de verre, le contraste en mode absorption provient des différences de densité entre la matrice polymère, le renfort et éventuellement des vides (figure II-9). La résolution spatiale de la mesure est caractérisée par la dimension que représente un voxel dans l'espace réel. Pour un capteur donné, elle dépend donc de la taille de la zone analysée. On arrive actuellement couramment à des tailles de voxel comprises entre  $0.5\mu\text{m}$  et  $50\mu\text{m}$  [36]. La résolution spatiale correspond environ à 3 tailles de voxels. Les meilleures résolutions spatiales sont obtenues sur synchrotron. Dans le cadre de l'étude des composites, la tomographie X est essentiellement utilisée pour caractériser l'endommagement correspondant à des « zones de fracture » apparaissant au sein du matériau à l'échelle mésoscopique. Par exemple, Shilling et al ont observé les porosités, les fissures et les zones de décohésion qui se sont développées dans un

composite unidirectionnel verre/époxy préalablement sollicité en fatigue [37]. Il s'agit de plusieurs expériences distinctes obtenues post mortem avec un tomographe de laboratoire (mode absorption) pour des tailles de voxels comprises entre  $6,1 \mu\text{m}$  et  $19 \mu\text{m}$ . Wright et al. ainsi que Moffat et al. ont pu obtenir la mesure de l'ouverture de fissures transverses pour un composite carbone/époxy à plis croisés sollicité en traction [38]. Il s'agit d'une mesure obtenue in situ en mode contraste de phase pour une taille de voxel valant  $1.4 \mu\text{m}$ .

A notre connaissance, la région de l'interphase n'a jamais été observée par tomographie X. Cela est sans doute lié à son épaisseur trop faible ainsi qu'au manque de contraste entre l'interphase et la matrice brute.

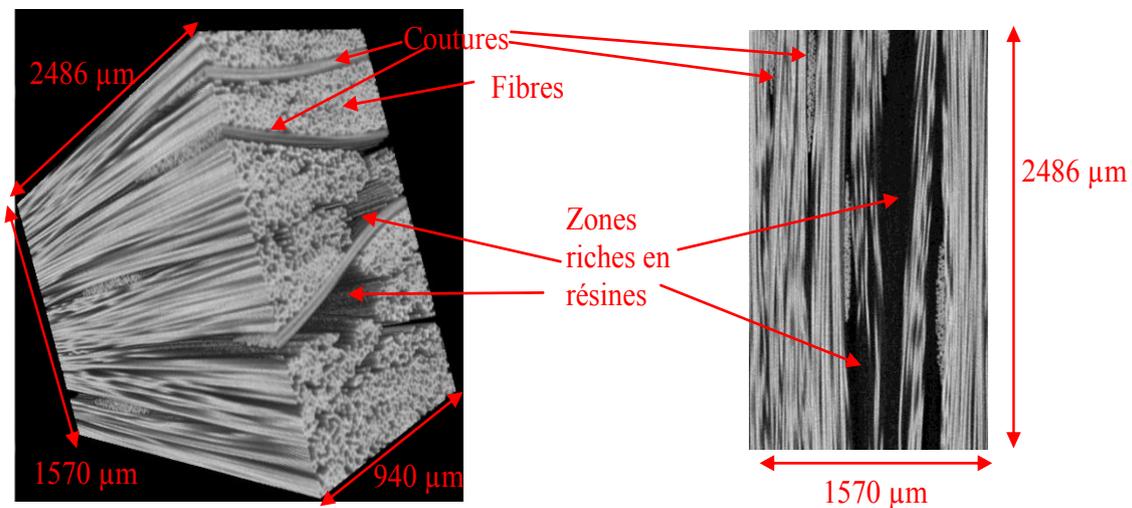


Figure 11-9 : Structure interne d'un composite UD verre/époxy révélée par tomographie X et obtenue dans le cadre de la thèse et vue en coupe de la structure.

### II.3.2 Echelle microscopique:

L'échelle microscopique est celle de la fibre. Une observation à cette échelle permettra par exemple d'observer certains détails présents à la surface des fibres dans des zones de fracture. Ce type d'analyse est généralement réalisé en observant des faciès de rupture par Microscopie Electronique à Balayage (MEB). L'analyse de ces faciès de rupture peut permettre d'évaluer la qualité du lien fibre-matrice ainsi que les mécanismes de décohésion associés. La première partie de ce sous paragraphe est donc consacrée à l'utilisation de la fractographie MEB pour analyser la qualité du lien fibre-matrice. Dans la seconde partie du sous-paragraphe, nous présentons les principaux essais micromécaniques. Ces essais permettent d'analyser le lien fibre-matrice en appliquant une sollicitation mécanique à l'échelle d'une fibre unique.

### II.3.2.1 Microscopie électronique à balayage (MEB)

Le MEB est un outil d'imagerie de surface permettant d'observer la microstructure des composites à des échelles microscopiques (échelle de la fibre). La technique utilise un faisceau d'électron qui balaye la surface de l'échantillon. Plusieurs détecteurs permettent d'analyser les particules qui sont réémises par le matériau. Il est alors possible d'imager la surface et d'obtenir des analyses chimiques locales. Les différents modes d'analyses correspondent aux différentes particules qui peuvent être réémises par la surface (tableau II-1). Pour étudier les composites, c'est généralement le mode « électrons secondaires » qui est utilisé pour imager le matériau.

Electrons secondaires	Electrons rétrodiffusés	Photon X et électron Auger	Photon UV visible
<ul style="list-style-type: none"> <li>• Imagerie, grandissement d'image de surface x20000 à x50000 en conventionnel</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Détection de contraste relatif à Z</li> <li>• Résolution latérale 0.1µm</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Détection quantitative et qualitative d'éléments chimique</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Analyse chimique élémentaire</li> </ul>

Tableau II-1 : Nature des informations obtenues par MEB en fonction des natures d'émissions.

Pour atteindre des grossissements importants, il faut que l'échantillon soit très conducteur afin d'évacuer les électrons incidents. Pour les matériaux qui possèdent une forte résistivité moyenne, comme les composites à matrice polymère et à fibres de verre, une métallisation est donc nécessaire. Néanmoins malgré cette étape de préparation, il reste difficile d'atteindre les plus hautes résolutions possibles (tableau II-1). Dans le cadre de nos essais nous n'avons pas réussi à obtenir des grossissements supérieurs à x10000.

#### Caractérisation de l'adhésion fibre-matrice

L'observation MEB des faciès de rupture est couramment utilisée pour évaluer les propriétés d'adhésion de la matrice sur les fibres, notamment pour comparer différents ensimages [39]–[42]. Ces études sont généralement couplées avec des essais mécaniques macroscopiques destinés à créer des zones de fracturation au sein du matériau. Par exemple, Soo-jin Park et Joong-Seong ont observé par MEB des faciès de rupture correspondant à des composites UD-verre/polyester préalablement sollicités en flexion sur poutres courtes. Ils ont pu mettre en évidence une corrélation claire entre la concentration de l'ensimage et la quantité relative de débris de matrice restant accrochés aux fibres (figure II-10)[42]. La présence de débris de matrice sur les fibres est naturellement le signe d'une bonne adhésion fibre-matrice.

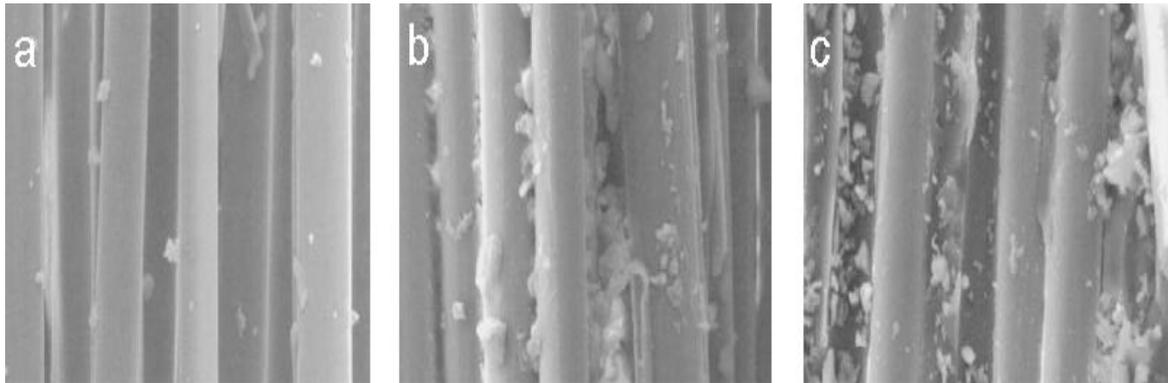


Figure II-10 : Clichés fractographiques MEB sur composite verre/polyester pour différentes concentrations d'ensimage (a : 0%, b : 0.1% et c : 0.2% en masse).

### Mécanismes de décohésion entre la fibre et la matrice

L'observation MEB des faciès de rupture n'est pas seulement utilisée pour évaluer qualitativement la qualité de l'adhésion fibre-matrice. Ce type d'analyse permet également de comprendre les modes d'endommagements qui affectent les composites à l'échelle de la fibre. L'analyse des faciès de rupture permet en effet de déterminer la nature des sollicitations mécaniques qui ont entraîné l'arrachement de la matrice. Ces questions sont traitées en détail dans un ouvrage collectif écrit par Greenhalgh et al. [43]. Pour une rupture en mode I, on observe par exemple une surface de résine présentant une micro-texture rugueuse avec des escarpements ou encore des empreintes de fibres (figure II-11)

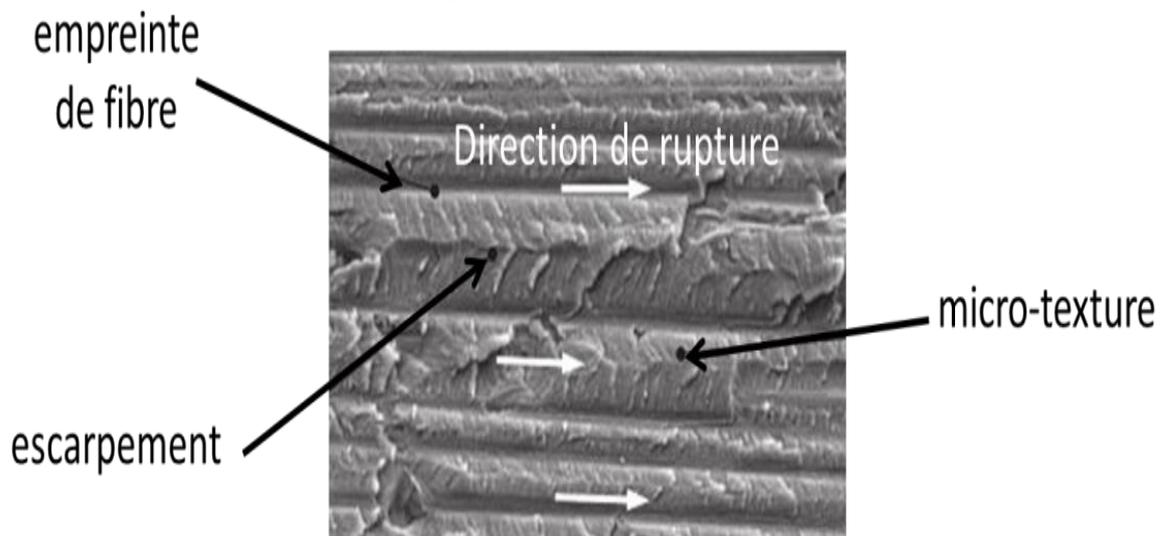


Figure II-11 : Cliché fractographique au MEB montrant une rupture typique en mode I pour un système UD-carbone/époxy [42 -page 180].

En mode II on observe généralement des morceaux de matrice qui restent accrochés aux fibres. Ces morceaux de matrice sont appelés cusps et ont une forme caractéristique en S. La présence de cusps est la signature d'un endommagement par

cisaillement inter-laminaire (figure II-12) [43]. Dans le cadre de cette thèse, nous avons utilisé ce type d'observation pour vérifier qu'un endommagement par cisaillement inter-laminaire intervenait bien au cours de nos essais par flexion sur poutre courte (chapitre IV).

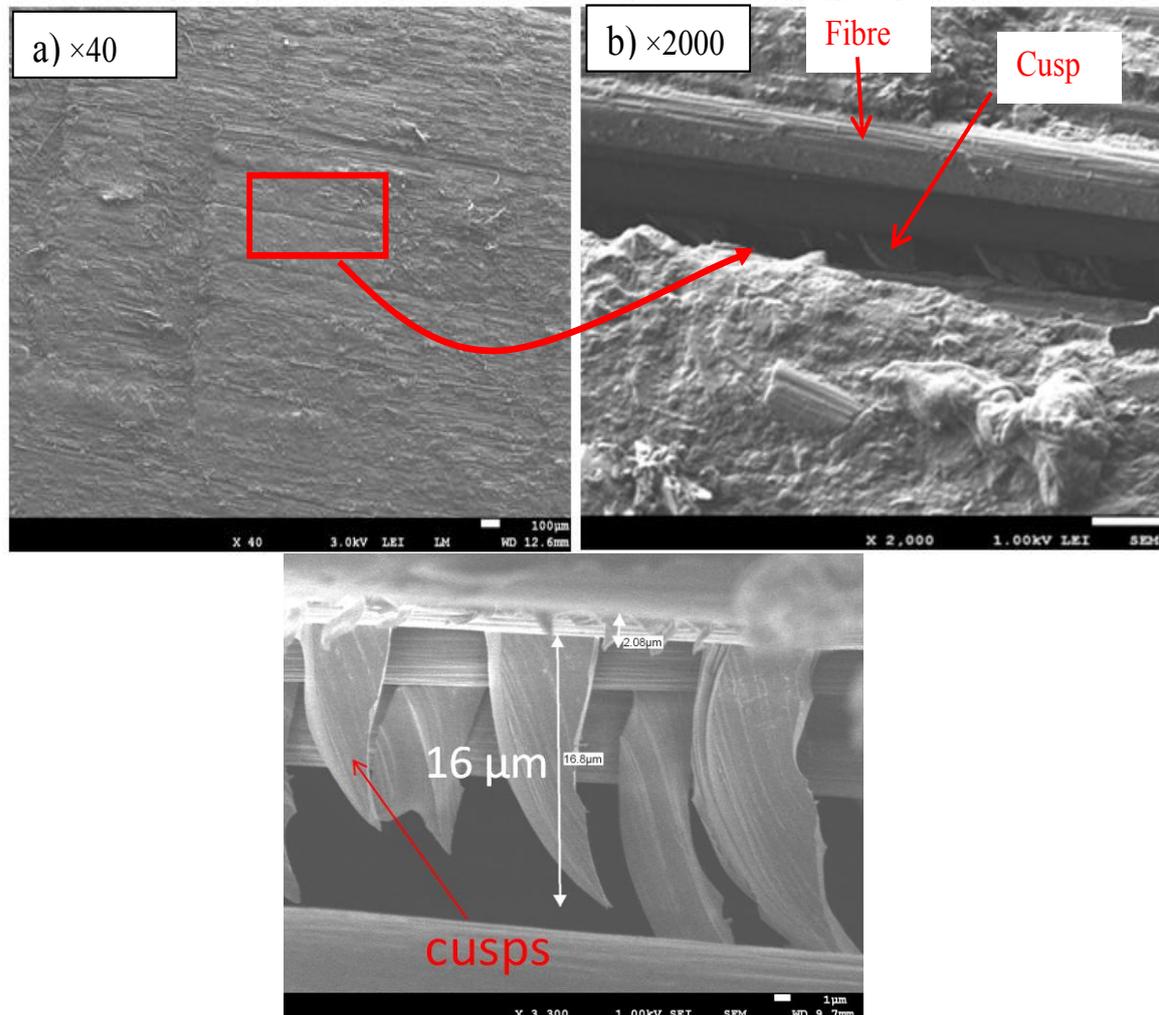


Figure II-12 : clichés fractographiques au MEB pour une éprouvette UD carbone/époxy sollicitée en flexion sur poutre courte présentant une rupture en mode II (résultats obtenus dans le cadre du projet « résine idéale »).

### II.3.2.2 Essais micromécaniques

Pour les essais dits « micromécaniques », la caractérisation de la jonction fibre-matrice est effectuée en appliquant des chargements à l'échelle de la fibre. La qualité d'adhésion est quantifiée en mesurant la résistance au cisaillement interfacial qui est appelée « IFSS ». Cette grandeur peut être évaluée par différentes méthodes [44], [45]: on peut travailler avec des systèmes mono-filamentaires : test de fragmentation et test de la micro goutte, ou sur des composites réels : test push out.

### Test de fragmentation

Conformément à la méthode développée par Kelly et Tyson [46], l'essai est réalisé sur une éprouvette en forme haltère dans laquelle est encapsulée une fibre unique. Pour évaluer la résistance interfaciale « IFSS », on applique à l'échantillon un chargement de traction uniforme. La fibre subit une succession de ruptures à chaque fois que sa résistance en traction est atteinte. Le processus se poursuit jusqu'à ce que les fragments de fibres atteignent une longueur critique  $l_c$  (figure II-13a). Cette saturation intervient lorsque la sollicitation en traction ne peut plus générer un transfert de chargement en cisaillement suffisant pour rompre la fibre et la déchausser de la matrice (figure II-13b) [4]. L'évaluation de la résistance interfaciale « IFSS » est obtenue à partir des mesures la contrainte maximale et de  $l_c$ . De par sa simplicité, cet essai semble attractif. Néanmoins il existe plusieurs études discutant la fiabilité des résultats. Feillard et al. ont constaté pour des composites à résine époxy une apparition de fissures parasites au niveau de la matrice limitant la décohésion interfaciale [47]. La mesure de résistance interfaciale peut alors être faussée. De plus, cet essai est plus adapté pour les composites à matrice fortement déformable, excluant ainsi une grande majorité des systèmes à résine thermodure

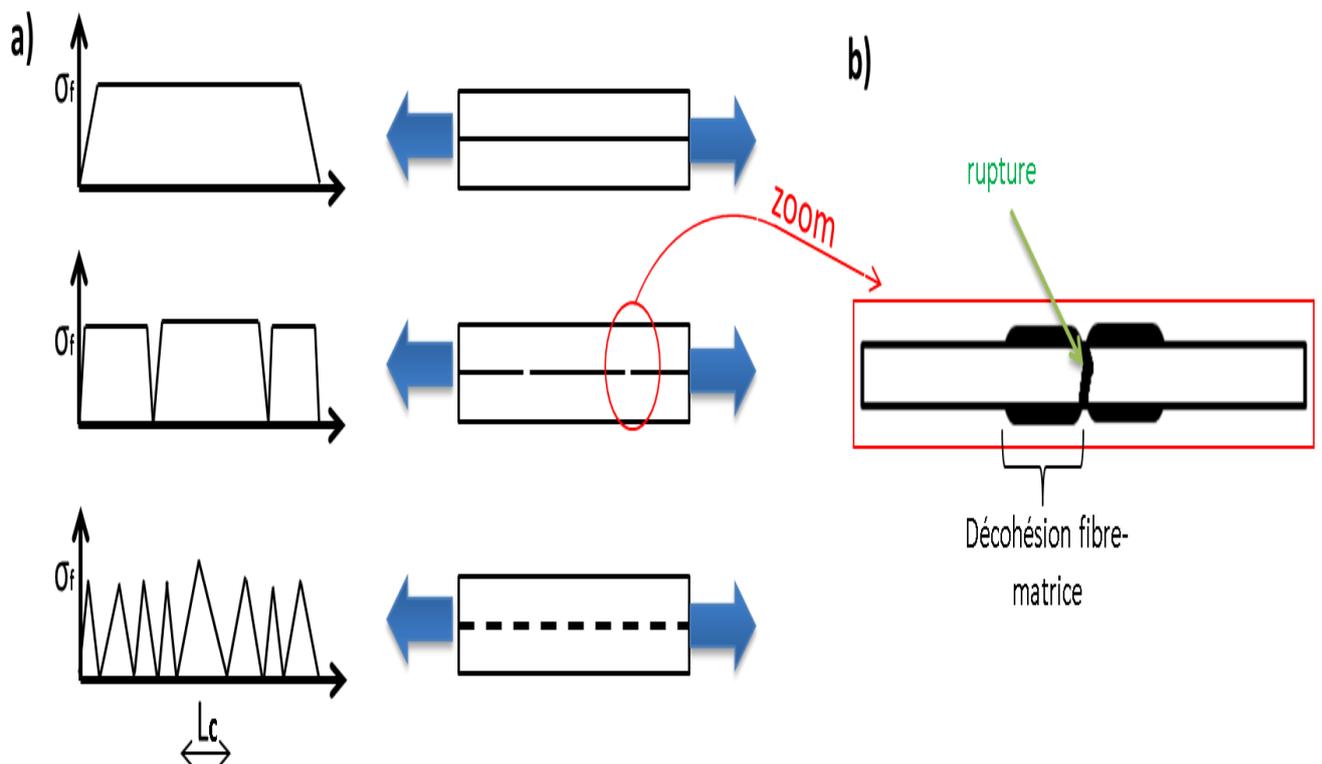


Figure II-13: a) Processus schématisé du test de fragmentation. b) Rupture par décohésion interfaciale induite par fragmentation.

### Test de la microgoutte

Le test de la microgoutte ou sa variante le pull out- consiste à extraire un volume de résine (gouttelette) préalablement déposé sur une fibre isolée (figure II-14). Expérimentalement la matrice est retenue par deux couteaux fixes. Pour évaluer la résistance interfaciale « IFSS » on applique un chargement de traction à la fibre, provoquant le glissement de la résine par cisaillement à l'interface. L'évaluation de la résistance inter-facial « IFSS » est obtenu à partir de la contrainte maximale appliquée. Pour obtenir une mesure fiable d'IFSS, la contrainte doit être uniforme le long de l'interface. En réalité ce n'est pas le cas pour des résines quasi-élastique comme les thermodurcissables [4]. Dans ce cas les valeurs d'IFSS sont à prendre avec précaution.

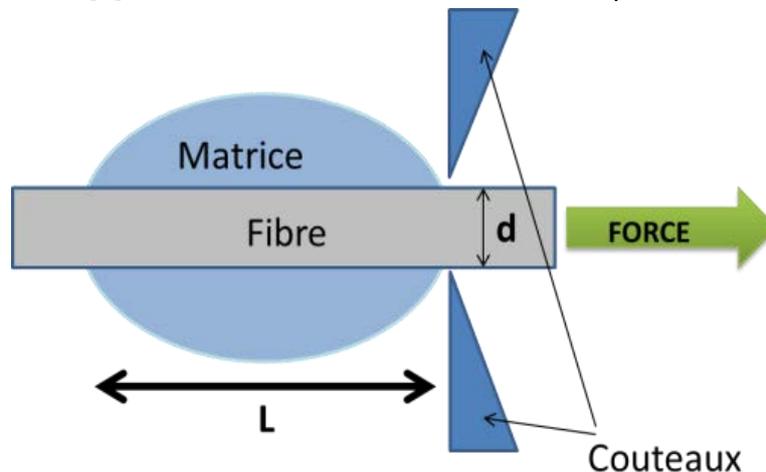


Figure II-14 : Représentation schématique du principe de déchaussement de la microgoutte.

### Test de push out

Le push out est un test d'indentation permettant d'obtenir les propriétés interfaciales d'un échantillon comportant plusieurs fibres. Expérimentalement il s'agit d'appliquer à l'aide d'une pointe (sphérique, plate, cubique etc..) un chargement à l'extrémité de la fibre jusqu'à sa décohésion de la matrice (figure II-15a). Pour des échantillons suffisamment minces la fibre peut être délogée entièrement de la résine. Les résultats s'expriment sous forme d'une courbe force-déplacement comportant deux régimes principaux (figure II-15b). Le premier est linéaire jusqu'à atteindre le maximum de charge permettant d'accéder à la résistance au cisaillement interfaciale et donc à l'IFSS [48]. Le deuxième contient une chute de la force qui correspond à la décohésion de la fibre mettant en jeu des phénomènes de frottement avec la matrice. Un des problèmes les plus fréquents dans la réalisation de cet essai est la rupture de la fibre lors du chargement. L'utilisation d'un indenteur plat présente alors un double intérêt : répartir la charge à la surface de la fibre évitant ainsi sa déformation et générer un cisaillement le plus uniforme possible le long de l'interface. Cependant, la

plupart du temps, le mécanisme de décohésion est initié au niveau de la surface puis se propage ensuite le long de la fibre [49]. Par conséquent il faut considérer la mesure de résistance comme un phénomène global de décohésion et non pas comme une valeur absolue d'adhésion interfaciale.

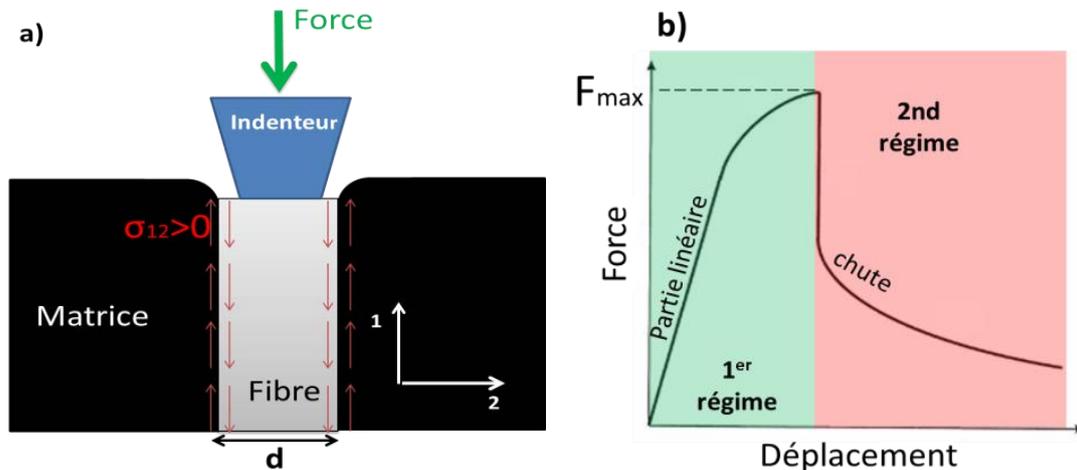


Figure II-15 : a) Principe d'indentation (push out). b) Courbe schématique de push out.

### Bilan des essais micromécaniques

Si ces techniques permettent d'évaluer l'adhésion fibre-matrice, des travaux ont montré qu'elles ne produisent pas toutes des valeurs d'IFSS comparables [48]. A titre d'exemple, Zhou et al. ont comparé pour un système verre/époxy, les résultats en termes d'IFSS obtenus par fragmentation et par push out. Ils ont obtenu des valeurs environ deux fois plus élevées dans le cas du test de fragmentation [50]. Cette différence provient en grande partie des phénomènes de cisaillement générés à l'interface. De plus, on peut considérer que les tests sur éprouvettes monofilamentaires ne sont pas représentatifs du comportement réel des composites. Une étude limitée à une fibre isolée dans un bloc de polymère néglige l'influence des fibres environnantes. Par conséquent il faut surtout considérer ces tests dans une perspective qualitative, pour des études comparatives plutôt que pour mesurer des propriétés intrinsèques.

### II.3.3 Caractérisation sub-microscopique

L'échelle sub-micrométrique correspond au voisinage proche des fibres et donc à l'interphase. Selon la nature du couple renfort-matrice nous avons vu que cette zone varie de quelques nm à quelques  $\mu\text{m}$  (chapitre I). Pour étudier spécifiquement cette région, il faut donc trouver des techniques qui ont des résolutions spatiales suffisamment fines pour permettre d'obtenir des observables à cette échelle ( $<1\mu\text{m}$ ). Au cours de notre recherche bibliographique, nous avons trouvé deux techniques qui

ont permis d'obtenir des observations ou des analyses directes de l'interphase : la microscopie à force atomique (AFM) et la nano-indentation.

### II.3.3.1 Microscopie à force atomique (AFM)

Le microscope à force atomique est un outil qui permet de cartographier des grandeurs physiques locales à la surface d'un matériau. Le principe repose sur le balayage d'une surface par une pointe. A partir des interactions pointe-surface, on obtient des images dont le contraste peut être associé aux variations de la topographie ou aux variations des propriétés mécaniques locales [51]. En AFM trois modes d'études sont possibles: le mode contact, le mode tapping et le mode non-contact (figure II-16). Le mode le plus courant pour imager une surface et pour cartographier ses propriétés mécaniques locales est le mode tapping oscillant [52], [53].

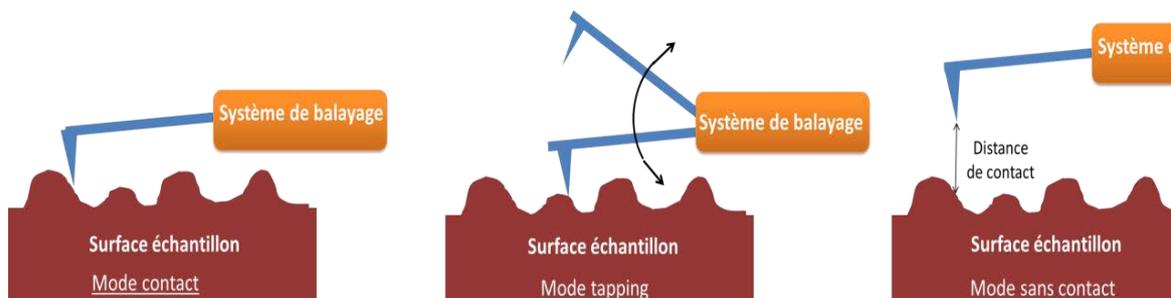


Figure II-16 : Principe des différents modes d'analyse en AFM.

Compte tenu des échelles d'observation accessibles (résolution spatiale nanométrique), l'AFM permet de sonder l'interphase des matériaux composites (figure II-17) [51], [52]. Dans leurs travaux WANG et al. ont observé une interphase de taille nanométrique pour un système carbone/époxy [51]. Dans les travaux réalisés par GAO et al. sur des systèmes verre/époxy correspondant à différents ensimages, il a été possible d'étudier la variation du module de Young au sein de l'interphase [52].

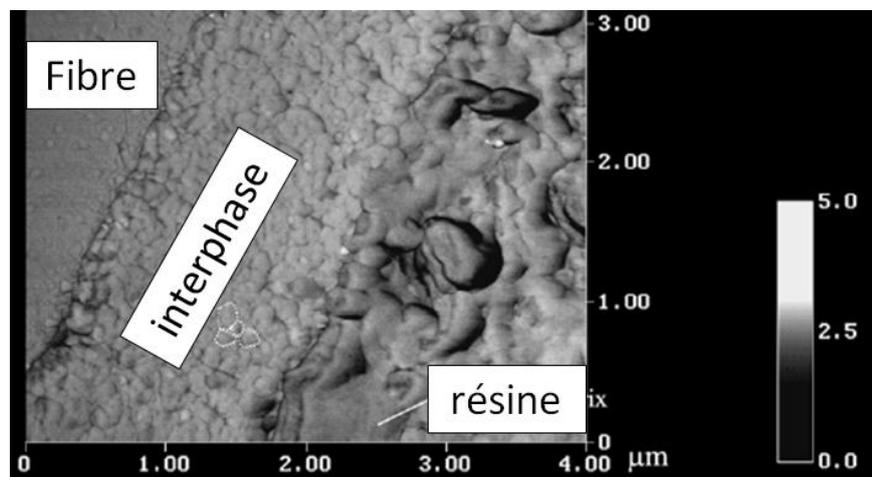


Figure II-17 : Cliché AFM d'interphase d'un composite verre/polypropylène [52].

### II.3.3.2 Nano-indentation

La nano-indentation est une technique qui permet d'accéder à des propriétés mécaniques locales: modules d'élasticité ( $E$ ) et dureté ( $H$ ). Pour les composites, il a été possible de mesurer les valeurs spécifiques de ces grandeurs dans la région d'interphase [53], [54]. Les mesures sont obtenues par pénétration d'un indenteur muni d'une pointe nanométrique au sein du matériau (figure II-18a). L'empreinte laissée à la surface du matériau dépend de la géométrie de l'indenteur qui peut être conique, sphérique, pyramidale ou plate. La forme la plus utilisée est la pointe pyramidale Berkovitch (figure II-18b). Les résultats de nano-indentation s'expriment sous forme d'une courbe de charge-décharge : force en fonction du déplacement correspondant à la pénétration (figure II-18b). La détermination du module d'élasticité est obtenue à partir du début de la courbe de décharge en utilisant le modèle d'Oliver et Pharr [55].

Hodzic et al. ont pu mesurer pour un composite verre/époxy le module d'élasticité de l'interphase ( $E \approx 50$  Gpa) [53]. Néanmoins pour les matériaux viscoélastiques (ex : systèmes à résine thermoplastique), le début de la courbe de décharge présente une courbure en forme de « nez » induisant une surestimation du module [56], [57]. De plus, à proximité des fibres, les mesures dans le polymère sont biaisées [58]. Il faut tenir compte de cet effet pour interpréter les mesures obtenues dans l'interphase. Dans cette thèse, nous avons réalisé des mesures par nanoindentation en développant un protocole expérimental original pour pallier ce problème. Nous présenterons donc plus en détail cette technique dans le chapitre VI : « analyses des propriétés de la matrice ».

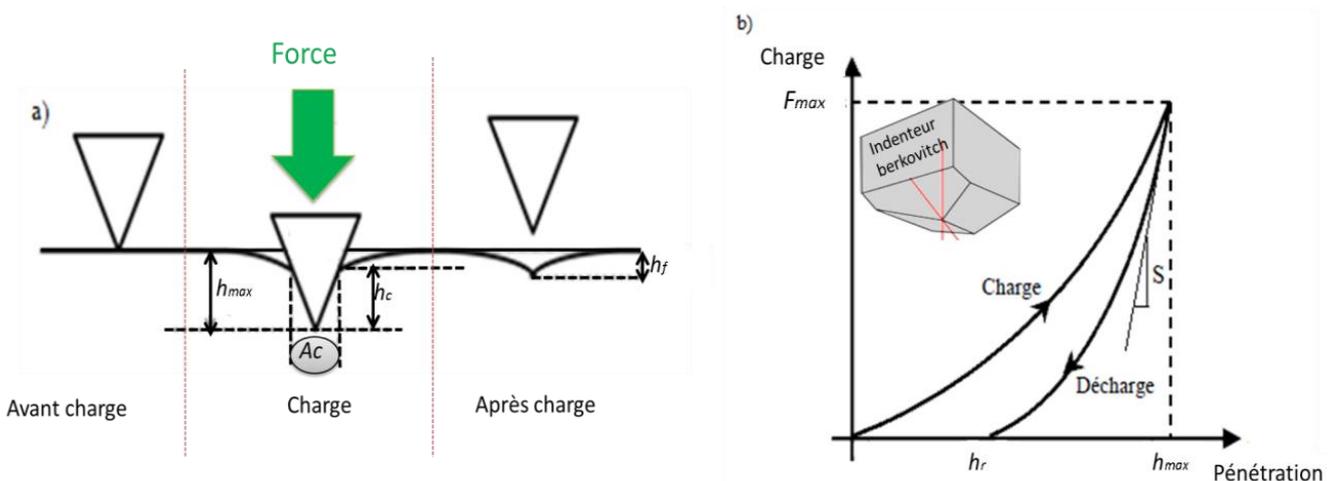


Figure II-18: a) Processus schématique d'indentation. b) courbe de charge décharge de nano-indentation.

### **II.3.4 Conclusion**

Ce travail bibliographique nous a permis d'avoir un aperçu global des principales techniques permettant d'étudier le comportement mécanique des composites aux différentes échelles. Nous avons accordé une attention particulière à la caractérisation de la zone interfaciale et à l'influence de la résistance fibre-matrice sur les propriétés macroscopiques des composites. Ce travail nous a essentiellement permis de sélectionner les techniques expérimentales que nous avons utilisées pour étudier nos matériaux.

## Bibliographie

- [1] M. S. Madhukar and L. T. Drzal, "Fiber-matrix adhesion and its effect on composite mechanical properties: I. Inplane and interlaminar shear behavior of graphite/epoxy composites," *J. Compos. Mater.*, vol. 25, no. 8, pp. 932–957, 1991.
- [2] M. S. Madhukar and L. T. Drzal, "Fiber-matrix adhesion and its effect on composite mechanical properties: II. Longitudinal (0) and transverse (90) tensile and flexure behavior of graphite/epoxy composites," *J. Compos. Mater.*, vol. 25, no. 8, pp. 958–991, 1991.
- [3] M. S. Madhukar and L. T. Drzal, "Fiber-matrix adhesion and its effect on composite mechanical properties. III. Longitudinal (0) compressive properties of graphite/epoxy composites," *J. Compos. Mater.*, vol. 26, no. 3, pp. 310–333, 1992.
- [4] A. Bergeret and P. Krawczak, "Liaison renfort/matrice : Définition et caractérisation, Plastique et Composites," *Tech. L'ingénieur*, no. N° AM5305., 2006.
- [5] J.-M. Berthelot, *Matériaux composites: comportement mécanique et analyse des structures*. Paris; Londres: Editions Tec & Doc, 2005.
- [6] T. Osada, A. Nakai, and H. Hamada, "Initial fracture behavior of satin woven fabric composites," *Compos. Struct.*, vol. 61, no. 4, pp. 333–339, Sep. 2003.
- [7] B. L. Lee and M. W. Holl, "Effects of moisture and thermal cycling on in-plane shear properties of graphite fibre-reinforced cyanate ester resin composites," *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 27, no. 11, pp. 1015–1022, Jan. 1996.
- [8] P. Nygård and C.-G. Gustafson, "Interface and impregnation relevant tests for continuous glass fibre-polypropylene composites," *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 34, no. 10, pp. 995–1006, Oct. 2003.
- [9] K. Gliesche, T. Hübner, and H. Orawetz, "Investigations of in-plane shear properties of  $\pm 45^\circ$ -carbon/epoxy composites using tensile testing and optical deformation analysis," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 65, no. 2, pp. 163–171, Feb. 2005.
- [10] S. H. Han, H. J. Oh, and S. S. Kim, "Evaluation of the impregnation characteristics of carbon fiber-reinforced composites using dissolved polypropylene," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 91, pp. 55–62, Jan. 2014.

- [11] S. H. Han, H. J. Oh, H. C. Lee, and S. S. Kim, "The effect of post-processing of carbon fibers on the mechanical properties of epoxy-based composites," *Compos. Part B Eng.*, vol. 45, no. 1, pp. 172–177, Feb. 2013.
- [12] C. Marieta, E. Schulz, L. Irusta, N. Gabilondo, A. Tercjak, and I. Mondragon, "Evaluation of fiber surface treatment and toughening of thermoset matrix on the interfacial behaviour of carbon fiber-reinforced cyanate matrix composites," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 65, no. 14, pp. 2189–2197, Nov. 2005.
- [13] A. Vazquez, M. Ambrustolo, S. M. Moschiar, M. M. Reboredo, and J. F. Gérard, "Interphase modification in unidirectional glass-fiber epoxy composites," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 58, no. 3–4, pp. 549–558, Mar. 1998.
- [14] Symposium on Producibility and Quality Assurance of Composite Materials and C. E. Browning, *Composite materials: quality assurance and processing*. Philadelphia, Pa: American Society for Testing and Materials, 2011.
- [15] D. Upadhyaya and P. Tsakiroopoulos, "Evaluation of the effect of sizing levels on transverse flexural and shear strengths of carbon/epoxy composites," *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 54, no. 1–4, pp. 17–20, Oct. 1995.
- [16] A. P. Mouritz, J. Gallagher, and A. A. Goodwin, "Flexural strength and interlaminar shear strength of stitched GRP laminates following repeated impacts," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 57, no. 5, pp. 509–522, 1997.
- [17] T. R. Walter, G. Subhash, B. V. Sankar, and C. F. Yen, "Monotonic and cyclic short beam shear response of 3D woven composites," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 70, no. 15, pp. 2190–2197, Dec. 2010.
- [18] Z. A. Mohd Ishak, Y. W. Leong, M. Steeg, and J. Karger-Kocsis, "Mechanical properties of woven glass fabric reinforced in situ polymerized poly(butylene terephthalate) composites," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 67, no. 3–4, pp. 390–398, Mar. 2007.
- [19] J.-S. Hawong, D.-C. Shin, and U.-C. Baek, "Validation of pure shear test device using finite element method and experimental methods," *Eng. Fract. Mech.*, vol. 71, no. 2, pp. 233–243, Jan. 2004.

- [20] C. C. Chiao, R. L. Moore, and T. T. Chiao, "Measurement of shear properties of fibre composites," *Composites*, vol. 8, no. 3, pp. 161–169, Jul. 1977.
- [21] J. Renard, *Elaboration, microstructure et comportement des matériaux composites à matrice polymère*. Paris: Hermès science publications, 2005.
- [22] A. Afaghi-Khatibi and Y.-W. Mai, "Characterisation of fibre/matrix interfacial degradation under cyclic fatigue loading using dynamic mechanical analysis," *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 33, no. 11, pp. 1585–1592, Nov. 2002.
- [23] P. S. Chua, "Dynamic mechanical analysis studies of the interphase," *Polym. Compos.*, vol. 8, no. 5, pp. 308–313, 1987.
- [24] S. Dong and R. Gauvin, "Application of dynamic mechanical analysis for the study of the interfacial region in carbon fiber/epoxy composite materials," *Polym. Compos.*, vol. 14, no. 5, pp. 414–420, 1993.
- [25] J. R. Sarasua and J. Pouyet, "Dynamic Mechanical Behavior and Interphase Adhesion of Thermoplastic (PEEK, PES) Short Fiber Composites," *J. Thermoplast. Compos. Mater.*, vol. 11, no. 1, pp. 2–21, Jan. 1998.
- [26] S. Keusch and R. Haessler, "Influence of surface treatment of glass fibres on the dynamic mechanical properties of epoxy resin composites," *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 30, no. 8, pp. 997–1002, 1999.
- [27] G. Shih and L. Ebert, "The effect of the fiber/matrix interface on the flexural fatigue performance of unidirectional fiberglass composites," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 28, no. 2, pp. 137–161, 1987.
- [28] A. Makeev, "Interlaminar shear fatigue behavior of glass/epoxy and carbon/epoxy composites," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 80, pp. 93–100, May 2013.
- [29] M. Quaresimin and P. A. Carraro, "On the investigation of the biaxial fatigue behaviour of unidirectional composites," *Compos. Part B Eng.*, vol. 54, pp. 200–208, Nov. 2013.
- [30] L. Jegou, Y. Marco, V. Le Saux, and S. Calloch, "Fast prediction of the Wöhler curve from heat build-up measurements on Short Fiber Reinforced Plastic," *Int. J. Fatigue*, vol. 47, pp. 259–267, Feb. 2013.

- [31] L. S. Abello, Y. Marco, V. Le Saux, G. Robert, and P. Charrier, "Fast Prediction of the Fatigue Behavior of Short Fiber Reinforced Thermoplastics from Heat Build-up Measurements," *Procedia Eng.*, vol. 66, pp. 737–745, 2013.
- [32] C. A. H. SAWADOGO, "Comportement en fatigue des composites monolithiques et sandwichs: detection et suivi de l'endommagement par techniques non destructives," UNIVESITE DE LILLE I, 2009.
- [33] M. Grédiac, "The use of full-field measurement methods in composite material characterization: interest and limitations," *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 35, no. 7–8, pp. 751–761, Jul. 2004.
- [34] L. Farge, J. Varna, and Z. Ayadi, "Damage characterization of a cross-ply carbon fiber/epoxy laminate by an optical measurement of the displacement field," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 70, no. 1, pp. 94–101, Jan. 2010.
- [35] L. Salvo, P. Cloetens, E. Maire, S. Zabler, J. J. Blandin, J. Y. Buffière, W. Ludwig, E. Boller, D. Bellet, and C. Josserond, "X-ray micro-tomography an attractive characterisation technique in materials science," *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. Sect. B Beam Interact. Mater. At.*, vol. 200, pp. 273–286, Jan. 2003.
- [36] rémy Balthazard, "Observation des endommagements interfaciaux de restaurations composites en tomographie 3D à haute résolution." 2010.
- [37] P. J. Schilling, B. R. Karedla, A. K. Tatiparthi, M. A. Verges, and P. D. Herrington, "X-ray computed microtomography of internal damage in fiber reinforced polymer matrix composites," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 65, no. 14, pp. 2071–2078, Nov. 2005.
- [38] A. J. Moffat, P. Wright, J.-Y. Buffière, I. Sinclair, and S. M. Spearing, "Micromechanisms of damage in 0° splits in a [90/0]<sub>s</sub> composite material using synchrotron radiation computed tomography," *Scr. Mater.*, vol. 59, no. 10, pp. 1043–1046, Nov. 2008.
- [39] S. Tiwari, J. Bijwe, and S. Panier, "Optimization of surface treatment to enhance fiber–matrix interface and performance of composites," *Wear*, vol. 274–275, pp. 326–334, Jan. 2012.

- [40] S. Segerström and I. E. Ruyter, "Mechanical and physical properties of carbon-graphite fiber-reinforced polymers intended for implant suprastructures," *Dent. Mater.*, vol. 23, no. 9, pp. 1150–1156, Sep. 2007.
- [41] M. Sharma and J. Bijwe, "Influence of fiber-matrix adhesion and operating parameters on sliding wear performance of carbon fabric polyethersulphone composites," *Wear*, vol. 271, no. 11–12, pp. 2919–2927, Sep. 2011.
- [42] S.-J. Park and J.-S. Jin, "Effect of Silane Coupling Agent on Interphase and Performance of Glass Fibers/Unsaturated Polyester Composites," *J. Colloid Interface Sci.*, vol. 242, no. 1, pp. 174–179, Oct. 2001.
- [43] E. S. Greenhalgh, *Failure analysis and fractography of polymer composites*. Cambridge: Woodhead Pub., 2009.
- [44] N. Graupner, J. Rößler, G. Ziegmann, and J. Müssig, "Fibre/matrix adhesion of cellulose fibres in PLA, PP and MAPP: A critical review of pull-out test, microbond test and single fibre fragmentation test results," *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 63, pp. 133–148, Aug. 2014.
- [45] G. P. Tandon and N. J. Pagano, "Micromechanical analysis of the fiber push-out and re-push test," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 58, no. 11, pp. 1709–1725, 1998.
- [46] A. Kelly and W. Tyson, "Tensile properties of fibre-reinforced metals: copper/tungsten and copper/molybdenum," *J. Mech. Phys. Solids*, vol. 13, no. 6, pp. 329–350, 1965.
- [47] P. Feillard, G. Désarmot, and J. P. Favre, "A critical assessment of the fragmentation test for glass/epoxy systems," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 49, no. 2, pp. 109–119, Jan. 1993.
- [48] P. HERRERA-FRANCO and L. DRZAL, "adhesion in composites."
- [49] B. Luethi, R. Reber, J. Mayer, E. Wintermantel, J. Janczak-Rusch, and L. Rohr, "An energy-based analytical push-out model applied to characterise the interfacial properties of knitted glass fibre reinforced PET," *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 29, no. 12, pp. 1553–1562, Dec. 1998.

- [50] X.-F. Zhou, H. . Wagner, and S. . Nutt, "Interfacial properties of polymer composites measured by push-out and fragmentation tests," *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 32, no. 11, pp. 1543–1551, Nov. 2001.
- [51] Y. Wang and T. H. Hahn, "AFM characterization of the interfacial properties of carbon fiber reinforced polymer composites subjected to hygrothermal treatments," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 67, no. 1, pp. 92–101, Jan. 2007.
- [52] S.-L. Gao and E. Mäder, "Characterisation of interphase nanoscale property variations in glass fibre reinforced polypropylene and epoxy resin composites," *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 33, no. 4, pp. 559–576, 2002.
- [53] A. Hodzic, Z. H. Stachurski, and J. K. Kim, "Nano-indentation of polymer–glass interfaces Part I. Experimental and mechanical analysis," *Polymer*, vol. 41, no. 18, pp. 6895–6905, 2000.
- [54] R. F. Gibson, "A review of recent research on nanoindentation of polymer composites and their constituents," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 105, pp. 51–65, Dec. 2014.
- [55] G. M. Pharr, W. C. Oliver, and F. R. Brotzen, "On the generality of the relationship among contact stiffness, contact area, and elastic modulus during indentation," *J. Mater. Res.*, vol. 7, no. 03, pp. 613–617, 1992.
- [56] M. R. VanLandingham, J. S. Villarrubia, W. F. Guthrie, and G. F. Meyers, "Nanoindentation of polymers: an overview," in *Macromolecular symposia*, 2001, vol. 167, pp. 15–44.
- [57] D. Tranchida, S. Piccarolo, J. Loos, and A. Alexeev, "Accurately evaluating Young's modulus of polymers through nanoindentations: A phenomenological correction factor to the Oliver and Pharr procedure," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 89, no. 17, p. 171905, 2006.
- [58] T. J. Young, L. E. Crocker, W. R. Broughton, S. L. Ogin, and P. A. Smith, "Observations on interphase characterisation in polymer composites by nano-scale indentation using AFM and FEA," *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 50, pp. 39–43, Jul. 2013.

# **PARTIE II : APPROCHE EXPERIMENTALE**



## **PARTIE II : APPROCHE EXPERIMENTALE**

Dans cette partie, nous présentons une synthèse des principaux résultats expérimentaux qui ont été obtenus dans le cadre de la thèse. Il s'agit essentiellement de comparer les propriétés mécaniques de matériaux composites correspondant au même couple de constituants élémentaires : renfort taffetas verre et matrice polymère acrylique. Les différences entre les matériaux composites analysés sont liées à la nature du traitement de surface qui a été appliqué aux fibres avant la mise en œuvre des composites. Nous étudierons notamment l'effet de l'ensimage « spécial acrylate » qui a été spécifiquement développé par la société 3B fibre glass® dans le cadre du projet « résines idéales ».

Cette partie est organisée en 4 chapitres. Dans le premier chapitre, nous décrivons en détail les matériaux étudiés. Dans Le deuxième chapitre, nous présentons et nous analysons les résultats que nous avons obtenus au cours d'essais statiques. Le troisième chapitre est consacré à une étude des propriétés d'endurance de nos matériaux composite. Pour analyser le comportement en fatigue de nos matériaux, nous avons réalisé des essais d'auto-échauffement et nous avons mis au point une démarche expérimentale et un traitement des données original permettant d'obtenir des conclusions claires, sans avoir à tracer les courbes de Wöhler (voir chapitre V). Dans la dernière partie, nous analysons les propriétés spécifiques du polymère au sein du composite. Cette étude a été effectuée à partir de la mesure du module conservatif et du module de stockage de nos composites ainsi qu'avec des essais de nano-indentation.

L'objectif de notre étude n'est pas uniquement de comparer les observables macroscopiques qui peuvent être obtenus à partir d'essais mécaniques « classiques ». Nous avons également essayé d'identifier et d'analyser les mécanismes de déformation et d'endommagement intervenant aux échelles locales. Cela a nécessité l'utilisation de techniques « fines » d'analyses : mesures de champ cinématiques obtenus par DIC et observations obtenues par MEB ou par tomographie X.



## Chapitre III : Matériaux

### III.1 Choix des matériaux

#### III.1.1 Renfort

Le cahier des charges du projet résines idéales stipule que les matériaux composites développés au cours du projet sont destinés à une commercialisation orientée principalement aux secteurs des transports, notamment l'industrie automobile. En conséquence, les partenaires industriels du projet (PPE et Arkema) ont décidé de ne travailler qu'avec le type de renfort qui est le plus utilisé pour les composites du secteur automobile : les renforts tissés.

Dans ce travail de thèse, les études seront donc réalisées uniquement sur des composites à armature tissées. Le renfort sélectionné est un taffetas de verre E produit par l'entreprise Chomarat dont les torons de chaîne et de trame sont identiques. Le tableau III-1 ci-dessous regroupe les informations techniques données par le fabricant du tissu.

	Matériau	Poids (g/m <sup>2</sup> )	Résistance linéique en traction (N/cm)
Chaîne	Verre-E	300	1350
Trame			
Armure taffetas		600	

Tableau III-1 : Données techniques des armatures en taffetas de verre E utilisé pour les composites du projet.

La figure III-1a correspond à une photographie du tissu taffetas avant imprégnation par la résine. La période spatiale du motif est  $T = 7,8$  mm (mesuré sur le composite avec la résine). Le diamètre des fibres varie entre 15 et 20  $\mu\text{m}$  (figure III-1b).

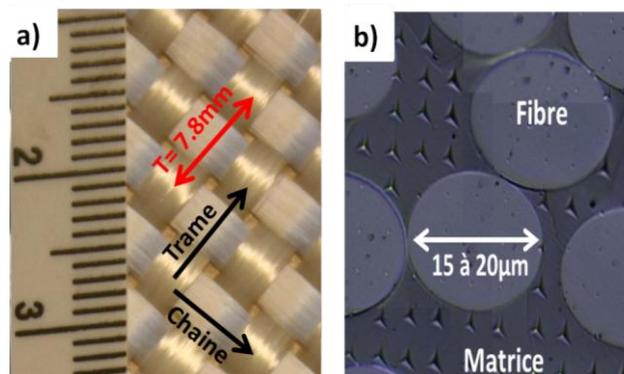


Figure III-1 : a) Photographie du textile taffetas de verre-E. b) Ordre de grandeur du diamètre d'une fibre, cliché obtenu au microscope optique.

### III.1.2 Résine

La résine utilisée pour les composites du projet a été lancée en 2013 par ARKEMA sous la dénomination commerciale Elium®. Elle est essentiellement composée d'un monomère acrylique thermoplastique [1]. Cette résine possède l'avantage principal d'être recyclable. En plus du monomère acrylique, elle contient un catalyseur de type peroxyde pour amorcer la polymérisation et un agent accélérateur destiné à activer ce catalyseur peroxyde. La température de transition vitreuse de la résine est de 105°C.

### III.1.3 Traitements de surface appliqués aux fibres

Les traitements de surface appliqués aux fibres de verre-E des composites que nous avons analysés sont les suivants :

- « MC », ensimage multi-compatible. L'agent couplant silane possède notamment des fonctions époxy. Il s'agit de l'ensimage habituellement utilisé par l'entreprise Chomarat afin de rendre compatible leurs armures textiles (taffetas de verre-E) avec toutes les résines thermodurcissables usuelles ainsi qu'avec certaines résines thermoplastiques.
- « Ac », ensimage Acrylique. L'agent couplant silane comprend un groupe chimique acrylique visant à créer spécifiquement des liens avec la résine Elium® du projet. Du fait de son caractère innovant, ce traitement est protégé par un brevet par la société 3B fibre glass.
- « NS », fibres sans traitement de surface. Initialement le fabricant de fibres fournit un renfort imprégné d'un traitement de surface MC. Dans le cas présent, celui-ci est ôté après chauffage des fibres à 200°C. Dans ce travail, les composites comportant des fibres sans traitement de surface sont utilisés pour mettre en évidence l'apport spécifique des deux ensimages Ac et MC sur les propriétés mécaniques de nos matériaux.

L'ensimage correspondant au matériau Ac a été développé spécialement pour le projet. Il n'existe donc pas de renforts UD correspondant à cet ensimage. C'est la raison principale pour laquelle, nous avons été contraints de conduire toutes nos études destinées à comparer les propriétés d'adhésion fibre-matrice de nos composites avec des tissés.

## III.2 Elaboration des plaques composites

### III.2.1 Procédé de fabrication

Les plaques ont été élaborées par la technique RTM «Resin Transfer Moulding ». La buse d'injection est située au centre la plaque et la polymérisation a lieu dans le moule. Initialement ce procédé est utilisé pour la fabrication de composites à résines thermodures. Toutefois, les travaux de R&D menés par ARKEMA et par le PPE ont permis d'adapter ce procédé à la résine Elium®. A l'heure actuelle et à notre connaissance, c'est la seule résine thermoplastique compatible avec ce procédé de fabrication.

### III.2.2 Influence de l'ensimage sur la fabrication des plaques

Au cours de l'étape de développement du procédé RTM pour la résine Elium®, il a été constaté que la nature de l'ensimage influe sur la polymérisation du polymère. Lorsque celle-ci est injectée dans le moule avec des fibres correspondant à l'ensimage Ac, la polymérisation se produit à température ambiante. En revanche, lorsque la résine est injectée avec des fibres correspondant à l'ensimage MC, le processus de polymérisation ne se produit pas à cette température. Dans ce cas, on peut supposer que les fonctions époxy présentes dans l'ensimage MC réagissent avec l'agent accélérateur qui est alors entièrement consommé lors de cette réaction. Par conséquent, ce dernier ne peut plus activer le catalyseur peroxyde à température ambiante. Naturellement, si le catalyseur n'est pas activé, la polymérisation de la résine ne peut avoir lieu. Ce problème a été surmonté en augmentant la température, ce qui permet d'activer le catalyseur à base de peroxyde sans utiliser d'agent accélérateur. En plus du bénéfice supposé quant à la qualité de l'adhésion fibre-matrice, l'utilisation de l'ensimage Ac à la place de l'ensimage MC rend le processus de polymérisation de la résine Elium® dans le moule beaucoup plus facile.

### III.2.3 Composition des plaques

Les plaques de composites produites par RTM comportent 9 plis d'orientation identique pour une épaisseur totale de 4 mm. L'épaisseur d'un pli vaut donc  $h=0,44$  mm. Le taux volumique de fibre global est  $V_f=0,47$ . Cette valeur moyenne ne permet pas de savoir comment la résine est répartie à l'échelle de la mésostructure. En conséquence, à l'aide d'observations réalisées au microscope optique, nous avons mesuré le taux de fibre dans un toron :  $V_{ft} = 0.7$  (figure III-2). Nous noterons  $V_t$  la fraction volumique de toron dans le composite. De façon évidente :  $V_t * V_{ft} = V_f$ . Ce qui permet d'obtenir :  $V_t = 0.67$ . Le volume des torons représente donc 67% du volume totale des plaques. Ce résultat sera utilisé par la suite dans le (§ III.3) de ce chapitre et dans les études numériques réalisées en partie III et. On a regroupé dans le tableau III-

2 les différentes fractions volumiques qui caractérisent la structure interne du composite.

	Taux volumique de fibre dans le composite	Taux volumique de résine dans le composite	Taux volumique de fibre à l'intérieur d'un toron	Taux volumique de toron dans le composite	Taux volumique correspondant aux régions de résine pure dans le composite
notations	$V_f$	$V_m = 1 - V_f$	$V_{ft}$	$V_t$	$V_{mp} = 1 - V_t$
valeurs	0.47	0.53	0.7	0.67	0.33

Tableau III-2 : Fraction volumiques des phases présentes dans la microstructure d'un VER.

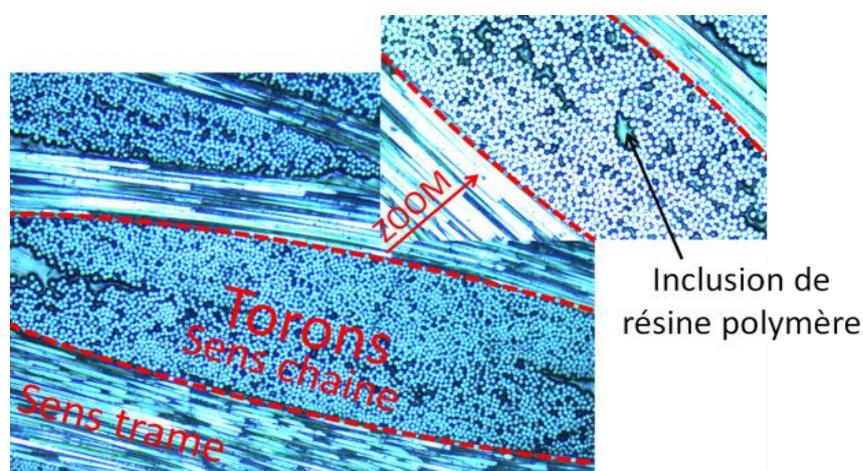


Figure III-2 : Observation au microscope optique de la section d'un toron (Grossissement x10 et dans l'insert x20).

Au final les formulations qui seront étudiées dans ce travail sont référencées dans le tableau III-3 ci-dessous :

Référencement matériau	Formulations
<b>Matériau MC</b>	Taffetas de verre/résine Elium® avec un ensimage classique MC (MultiCompatible) : ensimage « courant », utilisé également pour les thermodurs.
<b>Matériau Ac</b>	Taffetas de verre/résine Elium® avec un ensimage Ac (Acrylique) : ensimage spécifiquement mis au point dans le cadre du projet pour les résines acryliques.
<b>Matériau NS</b>	Taffetas de verre/résine Elium® sans ensimage, matériau obtenu après chauffage des fibres à 200°C pour ôter l'ensimage.

Tableau III-3 : Référencement des composites étudiés.

Une des caractéristiques importantes des renforts textile est l'embuvage (ondulation des fibres) qui peut être caractérisé en première approximation par le rapport entre

l'épaisseur du pli  $h$  et la période spatiale du motif  $T$ . L'embuvage contribue à réduire les propriétés élastiques des composites tissés. Dans le paragraphe suivant, nous avons essayé de quantifier ce phénomène.

### III.3 Prédiction des propriétés élastiques de nos composites

Connaissant la nature et la géométrie des renforts qui ont été insérés dans la matrice, nous avons essayé de prédire les constantes élastiques de nos composites en utilisant certains des modèles micromécaniques qui ont été présentés dans le (§ I.3). Les valeurs des constantes élastiques obtenues seront comparées à l'expérience dans les chapitres IV et VI et aux résultats de simulations numériques dans le chapitre VIII.

Nous reprenons les notations définies dans (§ I.3.1). Le détail mathématique de nos calculs est donné dans l'annexe III. Nous ne présentons ici que le principe général de la démarche et les résultats que nous avons obtenus pour le module d'Young selon la chaîne  $E_x$  ( $E_x=E_y$  : chaîne et trame sont équivalentes pour nos composites) et le module de cisaillement  $G_{xy}$ .

#### III.3.1 Principe général

Nous avons considéré initialement un VER mésoscopique dont la longueur vaut  $a = \frac{T}{2}$  selon la chaîne (figure III-3a). Pour décrire l'effet de l'ondulation des fibres sur les constantes élastiques, nous avons repris en l'adaptant la démarche correspondant au « fiber undulation model » qui a été développée par Ishikawa et Cho [2], [3] et qui permet en principe d'obtenir  $E_x$  et  $G_{xy}$ . L'ondulation des fibres est alors décrite avec une fonction sinusoïdale. Une matrice rigidité moyenne est calculée pour la chaîne sur toute la longueur du VER. Les constantes élastiques dans les torons sont calculées grâce au modèle CCA qui fournit notamment la constante élastique  $G_{23}$ . La connaissance de  $G_{23}$  est en effet nécessaire pour évaluer l'effet de l'ondulation des fibres sur la constante de cisaillement du composite (équation 2 du chapitre I). Pour les constituants élémentaires nous avons pris pour les fibres de verre :  $E_f = 73GPa$  et  $\nu_f = 0.22$ . Les constantes élastiques de la matrice ont été mesurées dans le chapitre VI :  $E_m = 3.6GPa$  et  $\nu_m = 0.37$ . Cette étude ne prend pas en compte l'influence éventuelle de l'interphase sur les constantes élastiques des composites : nous obtenons donc les mêmes résultats pour les matériaux MC et Ac. Nous avons construit notre démarche de façon à analyser séparément l'influence de l'ondulation des fibres caractérisées par le paramètre  $\frac{h}{a}$  et les effets résultant de l'hétérogénéité du taux de fibres à l'échelle de la mésostructure. Cela nous a conduit à travailler avec 3 « idéalizations » différentes pour notre VER :

- Le modèle « à plis UD croisés équivalent » (§ I.3.5.1).

- Les résultats correspondant au VER idéalisé représenté sur la figure III-3b: modèle OTFU (Ondulation Taux de Fibre Uniforme). Le VER idéalisé se réduit à deux couches d'égale épaisseur :  $C_r$  qui correspond à la chaîne avec une rigidité réduite à cause de l'ondulation des fibres et  $T$  qui représente la trame. Les matrices rigidité correspondant à  $C_r$  et  $T$  ont été calculées en prenant le taux de fibre global  $V_f$  au sein du composite.
- Les résultats correspondant au VER idéalisé représenté sur la figure III-3c: modèle OTFNU (Ondulation Taux de Fibre Non Uniforme). Le VER idéalisé se réduit à trois couches :  $C'_r$  qui correspond à la chaîne avec une rigidité réduite à cause de l'ondulation des fibres.  $T'$  correspond à la trame.  $M$  correspond à la matrice pure. Les matrices rigidités correspondant à  $C_r$  et  $T$  ont été calculées en prenant le taux de fibre au sein des torons:  $V_{ft}$ . Les épaisseurs relatives des couches correspondent aux fractions volumiques au sein du composite :  $\frac{1}{2}V_t$ ,  $\frac{1}{2}V_t$  et  $V_{mp}$ .

Connaissant la matrice rigidité et l'épaisseur relative de chaque couche, il est facile de calculer la matrice rigidité équivalente du composite, puis le module de Young  $E_x$  ainsi que le module de cisaillement  $G_{xy}$  (Annexe III)

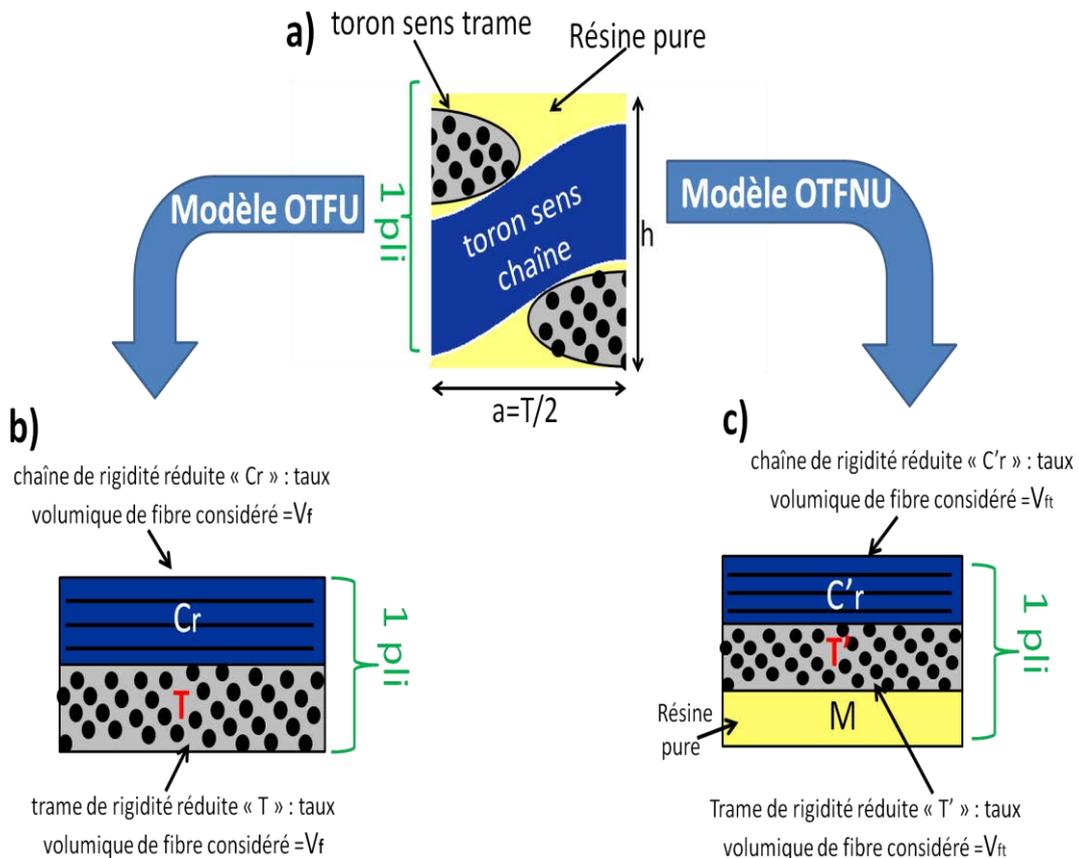


Figure III-3 : a) Représentation des VER idéalisés : b) modèle OTFU, c) modèle OTFNU.

### III.3.2 Résultats

Sur la figure III-4, nous avons représenté l'évolution du module d'Young  $E_x$  en fonction de l'ondulation des fibres que nous avons caractérisée par  $\frac{h}{a}$  avec  $a = \frac{T}{2}$ . Pour les composites que nous étudierons dans le cadre de la thèse :  $\frac{h}{a} = 0.44/3.9 \approx 0.11$ . Lorsque  $\frac{h}{a} \rightarrow 0$ , l'ondulation des fibres devient négligeable et les modèles « plis UD croisés équivalent » et OTFU deviennent équivalent. Dans le tableau III-4, nous avons regroupé les valeurs de  $E_x$  correspondant à  $\frac{h}{a} = 0.11$  pour les trois modèles.

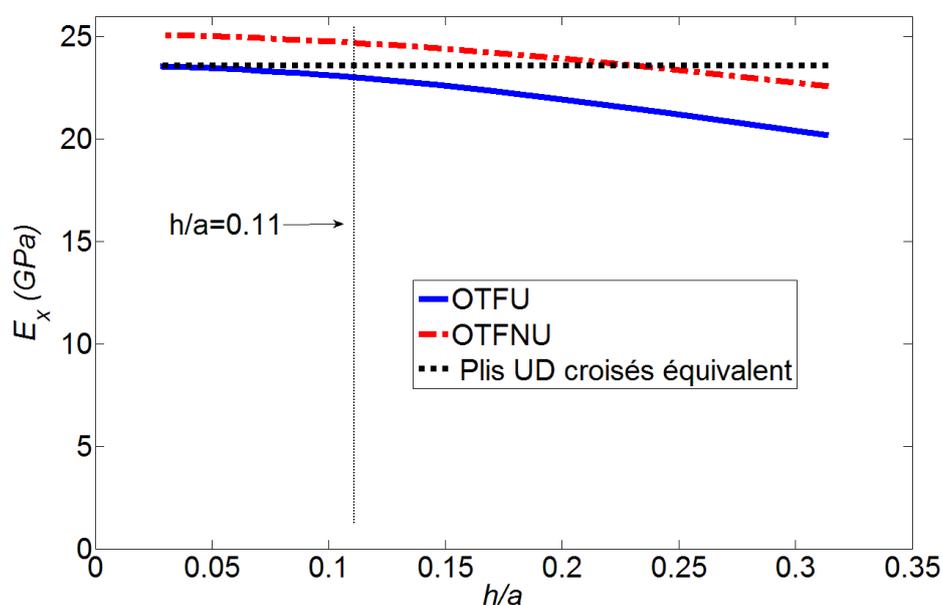


Figure III-4 : Evolution de  $E_x$  en fonction de  $h/a$ .

	$E_x$ pour $\frac{h}{a} = 0.11$
Modèle à plis UD croisés équivalent	23,6 GPa
Modèle OTFU	23.0 GPa
Modèle OTFNU	24.7 GPa

Tableau III-4 : Calcul du module de Young  $E_x$  pour les modèles : à plis UD croisés équivalent, OTFU et OTFNU.

A partir des résultats présentés dans le tableau III-4, il est possible de faire les commentaires suivants pour nos composites:

- Pour nos composites, l'effet de l'ondulation des fibres est très limité : l'écart entre les valeurs obtenues avec les modèles « plis UD croisés équivalent » et OTFU n'est que de 2,5 %.

- Une erreur de l'ordre de 7% est commise lorsqu'on considère que le taux volumique de fibre est uniforme (différence entre les valeurs correspondant aux modèles OTFU et OTFNU). On peut vérifier que cette différence est essentiellement due à la mauvaise estimation du module transverse dans les torons lorsqu'on utilise le modèle OTFU.
- La valeur donnée par le modèle « plis UD croisés équivalent » est acceptable : elle ne diffère que de 4,5 % par rapport à la valeur de référence correspondant au modèle OTFNU.

Sur la figure III-5, nous avons représenté l'évolution du module de cisaillement  $G_{xy}$  en fonction de  $\frac{h}{a}$ . La valeur constante correspondant au modèle « plis UD croisés équivalent » n'a pas été représenté car elle est presque confondue avec celle correspondant au modèle OTFU.

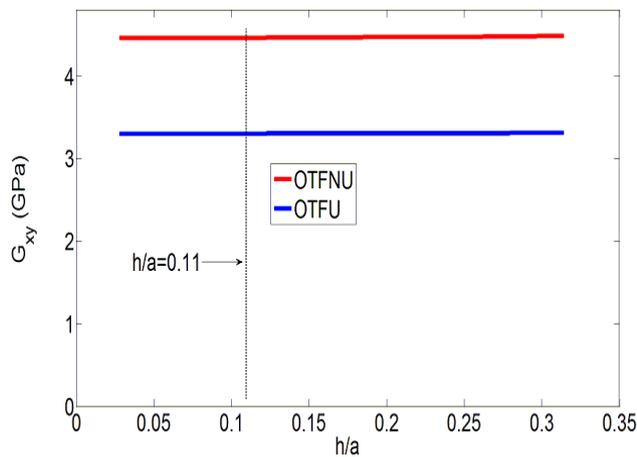


Figure III-5 : Evolution de  $G_{xy}$  en fonction de  $\frac{h}{a}$ .

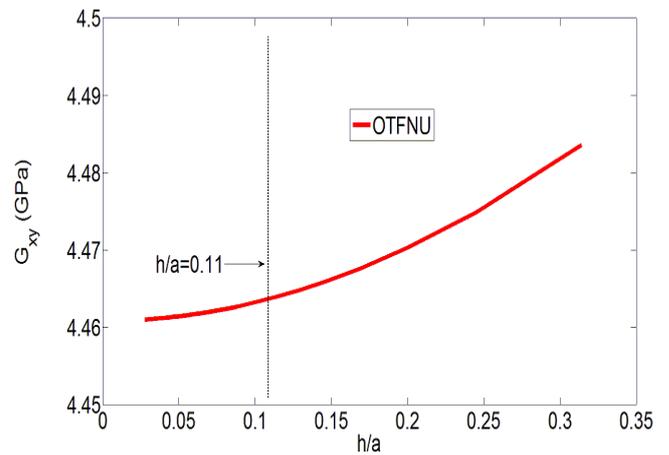


Figure III-6 : Agrandissement de la figure 5 pour le modèle OTFNU.

Les valeurs de  $G_{xy}$  correspondant à  $\frac{h}{a} = 0.11$  sont dans le tableau III-5.

	$G_{xy}$ pour $\frac{h}{a} = 0.11$
Modèle OTFU	3.30 GPa
Modèle OTFNU	4.46 GPa

Tableau III-5 : Calcul du module de cisaillement  $G_{xy}$  pour les modèles : OTFU et OTFNU.

A partir de la figure III-5, on peut faire les observations suivantes :

- Le module de cisaillement ne dépend presque pas de l'ondulation des fibres. En réduisant considérablement l'échelle des ordonnées, on peut voir cependant que la valeur de  $G_{xy}$  augmente avec  $\frac{h}{a}$  (figure III-6).

- Une erreur très significative pour  $G_{xy}$  (35 %) est commise lorsqu'on considère que le taux volumique de fibre est uniforme (différence entre les valeurs correspondant aux modèles OTFU et OTFNU).

Compte-tenu des remarques précédentes, nous pouvons conclure que pour évaluer  $G_{xy}$ , il est possible de négliger l'ondulation des fibres mais qu'il faut calculer de façon séparée le module de cisaillement dans la fibre et dans la matrice. Cela revient à reprendre le VER idéalisé de la figure III-3c en négligeant l'ondulation des fibres. Le module de cisaillement s'écrit alors :

$$G_{xy} = V_t * G_{12}(V_{ft}) + (1 - V_t) * G_m = 4.458 \text{ GPa} \quad (1)$$

où,  $G_{12}(V_{ft})$  est le module de cisaillement d'un composite UD dont le taux de fibre correspond à celui du toron. La différence entre la valeur donnée par l'équation 1 et celle correspondant au modèle de référence OTFU est parfaitement négligeable (très inférieure à 1%).

### III.3.3 Comparaison avec les résultats obtenus par Naik et Ganesh [4]

Nous avons recherché dans la littérature des études qui pourraient nous permettre de vérifier la validité des conclusions que nous avons obtenues dans le sous-paragraphe précédent. Nous avons trouvé une publication où des résultats sont donnés pour un composite taffetas de verre ayant des caractéristiques très proche de celles des composites qui ont été étudiés dans le cadre de cette thèse [4]:

- Taux de fibre global :  $V_f = 0.45$
- Taux de fibre dans les torons :  $V_{ft} = 0.71$
- Module de Young de la matrice :  $E_m = 3.5 \text{ Gpa}$
- Coefficient de Poisson :  $\nu_f = 0.35$ .

Le VER utilisé pour cette étude représente de façon très détaillée la mésostructure du composite. Il est représenté sur la figure I-18. Il s'agit d'une approche 2D, ce qui paraît plus réaliste pour évaluer  $G_{xy}$ . Deux fonctions de forme ont été utilisées pour décrire l'ondulation des torons : une fonction circulaire et une fonction sinusoïdale.

Les figures III-7 et 8 correspondent à une reproduction partielle des figures III-6 et 7 des travaux de Naik et Ganesh [4]. Ces figures représentent l'évolution de  $E_x$  et de  $G_{xy}$  pour la même plage de valeurs de  $\frac{h}{a}$  que pour les figures III-5 et 6 (noter que l'abscisse vaut  $\frac{h}{2a}$  pour les figures 7 et 8).

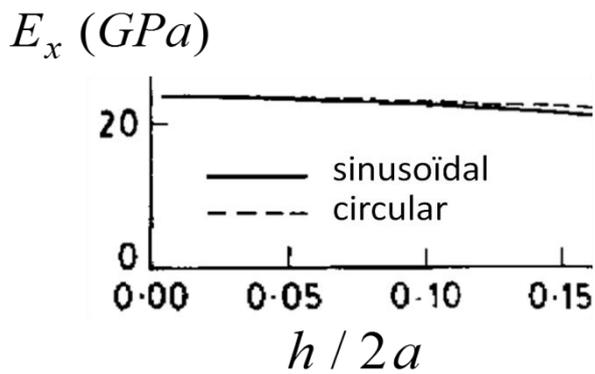


Figure III-7 : Evolution de  $E_x$  extrait de la figure 6 de [4].

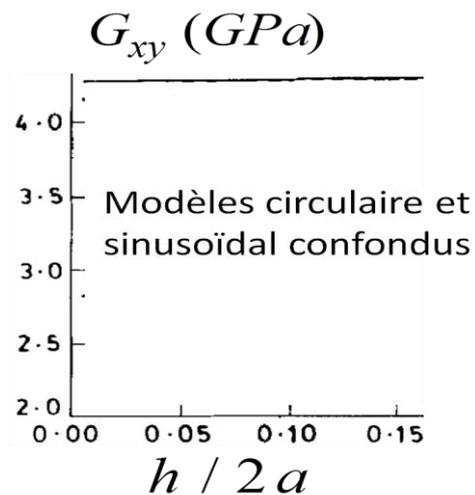


Figure III-8 : Evolution de  $G_{xy}$  extrait de la figure 7 de [4].

En analysant les courbes représentées sur les figures III-7 et 8, nous arrivons donc aux mêmes conclusions que celles qui ont été obtenues dans le sous paragraphe précédent. L'effet de l'ondulation des fibres est très faible pour  $E_x$  et parfaitement négligeable pour  $G_{xy}$ . En se reportant aux figures III-6 et 7 des travaux de Naik et Ganesh [4], on peut voir que cette conclusion est fautive pour  $E_x$  dans le cas de fibres de graphite ou de carbone. Cela est dû à l'anisotropie très forte des torons qui contiennent ces fibres. Avec les données indiquées dans [4], nous avons vérifié que la valeur de  $E_x$  pour  $\frac{h}{a} = 0.11$  est proche de celle donnée par le modèle « plis UD croisés équivalent ». Pour  $G_{xy}$  on retrouve quasi-parfaitement la valeur donnée par l'équation 1.

### III.3.4 Bilan

En utilisant les approches micromécaniques, présentées dans le chapitre I, nous avons montré qu'il était a priori possible d'obtenir simplement des valeurs acceptables pour  $E_x$  et  $G_{xy}$  pour nos composites en :

- Utilisant le modèle « plis UD croisés équivalent » pour  $E_x$ .
- L'équation 1 pour  $G_{xy}$ .

Ces résultats seront confirmés expérimentalement dans le chapitre VI et par simulation numérique dans le chapitre VIII.

## III.4 Conclusion

Les composites qui sont étudiés dans ce travail sont constitués de résines acryliques renforcées par du taffetas verre-E. L'utilisation de ce type de résine est innovante pour l'industrie composite. Afin de conférer une bonne adhésion entre le

renfort et la résine Elium<sup>®</sup>, un ensimage a été spécialement développé visant à établir des liaisons fortes entre la fibre et la matrice. Dans l'optique de produire ces composites innovants à des échelles industrielles, une phase préalable de R&D a été menée par les partenaires industriels du projet (PPE et ARKEMA) afin de rendre compatible les résines acryliques au procédé RTM. Par ailleurs les clients potentiels de nos composites souhaitent des produits à renfort textile. Par conséquent, dans ce travail de recherche, nous étudieront uniquement les propriétés de plaques à renfort textile. L'objectif principal est de mettre en évidence l'influence de l'ensimage sur les propriétés mécaniques.

## Bibliographie

- [1] Résines thermoplastiques Elium® pour composites.” [Online]. Available: <http://www.arkema.fr/fr/produits/product-finder/range/Resines-Elium/>. [Accessed: 29-Apr-2015].
  
- [2] T. Ishikawa and T.-W. Chou, “Stiffness and strength behaviour of woven fabric composites,” *J. Mater. Sci.*, vol. 17, no. 11, pp. 3211–3220, Nov. 1982.
  
- [3] T.-W. Chou and T. Ishikawa, “One-dimensional micromechanical analysis of woven fabric composites,” *AIAA J.*, vol. 21, no. 12, pp. 1714–1721, Dec. 1983.
  
- [4] N. K. Naik and V. K. Ganesh, “An analytical method for plain weave fabric composites,” *Composites*, vol. 26, no. 4, pp. 281–289, Apr. 1995.

## Chapitre IV : Essais statiques

### IV.1 Introduction

Dans ce chapitre, nous étudions l'effet de l'ensimage sur les propriétés mécaniques de nos composites taffetas verre/Elium® pour des sollicitations statiques. Comme cela a été évoqué à la fin du chapitre précédent, c'est en travaillant avec des composites UD qu'il est le plus facile d'évaluer la qualité de l'adhésion entre les fibres et la matrice. Toutefois, les renforts textiles sont très utilisés en pratique, notamment pour les applications correspondant au secteur automobile. Il est donc intéressant d'étudier l'influence spécifique du lien fibre-matrice sur le comportement mécanique global de matériaux composites ayant cette géométrie de renfort.

Dans le cas des tissés, les essais mécaniques macroscopiques susceptibles de produire des informations dépendant de la qualité de l'adhésion de la fibre sur la matrice sont décrits dans le chapitre II. Dans la suite de ce chapitre, nous présentons nos résultats pour des essais de traction, des essais de cisaillement plan et des essais de flexion sur poutre courte. Aux échelles locales, nous avons obtenu des observations par MEB, par corrélation d'images 3D et par tomographie X.

### IV.2 Traction 0°/90°

#### IV.2.1 Description de l'essai

##### IV.2.1.1 Conditions expérimentales

Les éprouvettes ont une forme haltère (figure IV-1). L'axe de traction ( $x$ ) est parallèle à la chaîne<sup>1</sup>. La largeur de la partie utile de l'éprouvette vaut :  $l=12mm$  son épaisseur  $e=4mm$  La mesure de la force  $F$  a été obtenue avec un capteur de 50 kN. La contrainte de traction macroscopique  $\sigma_x^{ma}$  est calculée de la façon suivante :  $\sigma_x^{ma} = F/(e * l)$ . La déformation longitudinale macroscopique  $\varepsilon_x^{ma}$  a été obtenue par corrélation d'images 3D (DIC-3D) en mesurant la différence de déplacement entre deux sections horizontales (Section 1 et Section 2 sur la figure IV-2). La distance initiale entre ces deux sections ( $\approx 20mm$ ) a également été évaluée de façon précise par DIC-3D. La corrélation d'images sert ici de simple alternative à l'utilisation d'un extensomètre « classique ».

---

<sup>1</sup> Pour nos composites, la chaîne et la trame sont équivalentes. C'est une pure convention que d'appliquer la traction selon chaîne .

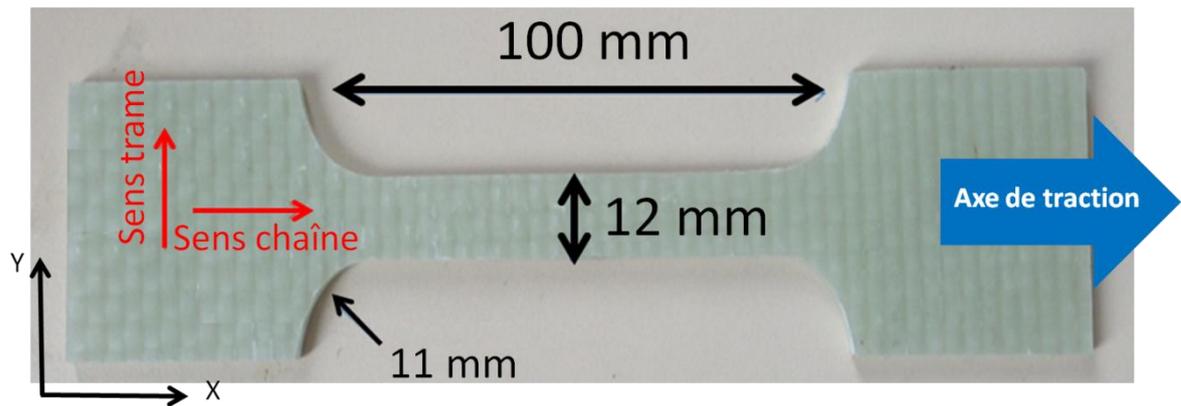


Figure IV-1 : Eprouvette de traction de forme haltère (taffetas verre/Elium<sup>®</sup>).

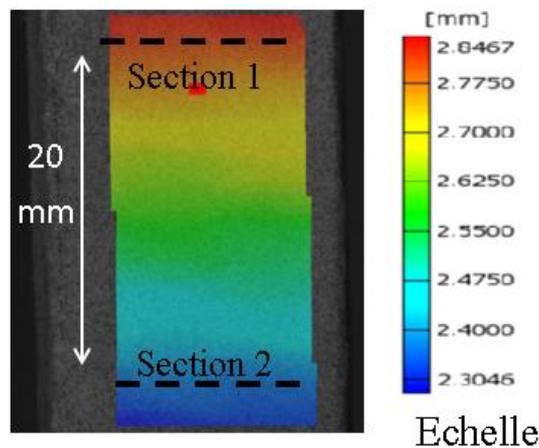


Figure IV-2: Eprouvette de traction de forme haltère (taffetas verre/Elium<sup>®</sup>).

#### IV.2.1.2 Résultats

Les courbes de traction  $\sigma_x^{ma}(\varepsilon_x^{ma})$  sont représentées sur la figure IV-3 pour les composites Ac et MC.

#### Evaluation du module d'élasticité

Au début du test, les courbes correspondant aux deux composites sont presque confondues. Les modules d'élasticité longitudinaux  $E_x$  ont été calculés en ajustant les courbes avec un modèle linéaire sur une plage de déformation comprise entre  $\varepsilon_x^{ma} = 0.1\%$  et  $\varepsilon_x^{ma} = 0.6\%$  (figure IV-4). On obtient les valeurs suivantes pour le module de Young longitudinal des deux composites :

- Matériau Ac :  $E_x = 22.3 \text{ GPa}$
- Matériau MC :  $E_x = 22.6 \text{ GPa}$

On peut faire immédiatement deux commentaires :

- Ces deux valeurs sont très proches, cela confirme que les modules d'élasticité dépendent très peu de la qualité du lien fibre-matrice (voir chapitre II).

- Ces valeurs sont en bon accord, quoique légèrement sous-estimée, avec celles qui peuvent être calculées à l'aide des modèles micromécaniques présentés au tableau III-4.

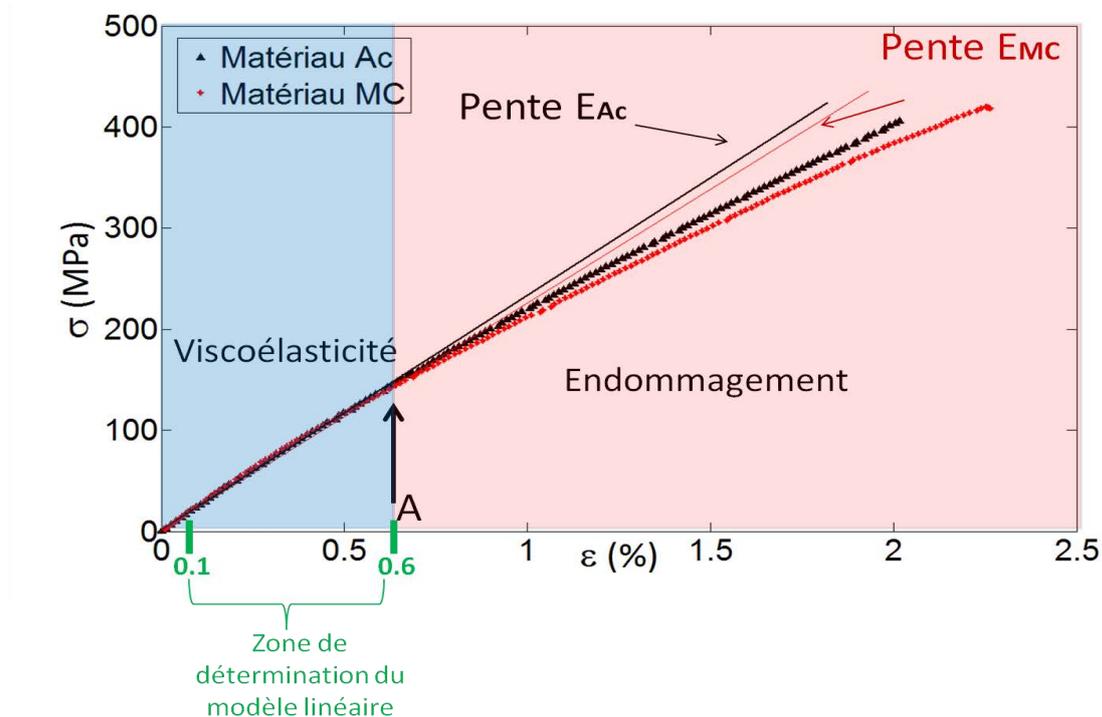


Figure IV-3 : Courbe de traction à 0°/90° sur composites taffetas verre/Elium® avec des ensimages MC et Ac.

#### Apparition de l'endommagement

Pour les faibles niveaux de déformations, les courbes de tractions correspondant aux matériaux Ac et MC sont légèrement non-linéaires (figure IV-3). Du fait de leur matrice polymère, ces deux matériaux composites possèdent donc un caractère légèrement viscoélastique. Cela peut expliquer la sous-estimation du module de Young mesuré avec un modèle linéaire par rapport à celui correspondant aux modèles micromécaniques. Après une phase viscoélastique linéaire pour les composites tissés, on considère que l'apparition de l'endommagement engendre une inflexion additionnelle de la courbe de traction [1], [2]. Selon les travaux de synthèse de Bergeret et Krawczak : certaines formes d'endommagements sont notamment susceptibles d'apparaître à la frontière fibre-matrice pour les fibres qui sont présentes dans la trame et qui sont donc perpendiculaires à l'axe de traction [3]. Pour des niveaux de contrainte de l'ordre de 200 MPa, la courbe de traction correspondant au composite MC passe clairement en dessous de celle correspondant au composite Ac (figure IV-5). Cela indique donc que l'endommagement intervient pour des niveaux de contraintes plus faibles pour le composite à ensimage multicompatible que pour le composite à ensimage acrylate.

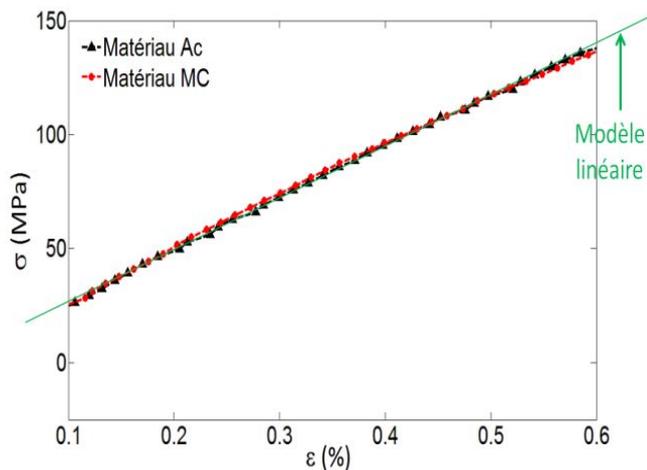


Figure IV-4 : Modèle linéaire ajusté sur la plage  $E_x^{ma} \in [0.1, 0.6]$  des courbes de traction  $0^\circ/90^\circ$ .

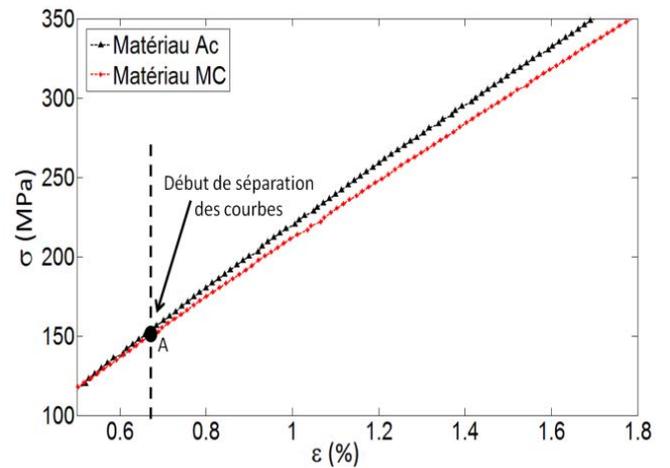


Figure IV-5: Séparation des courbes de traction  $0^\circ/90^\circ$  pour les composites taffetas verre/Elium<sup>®</sup> avec des ensimages Ac et MC.

### Ruine finale

Sur la figure IV-6 nous montrons une photographie de l'éprouvette après sa rupture à l'issue de l'essai de traction. Les valeurs des contraintes et des déformations à la rupture,  $\sigma^R$  et  $\varepsilon^R$ , valent :

- Composite MC :  $\sigma^R = 418 \text{ MPa}$  et  $\varepsilon^R = 2.27\%$
- Composite AC :  $\sigma^R = 406 \text{ MPa}$  et  $\varepsilon^R = 2.02\%$

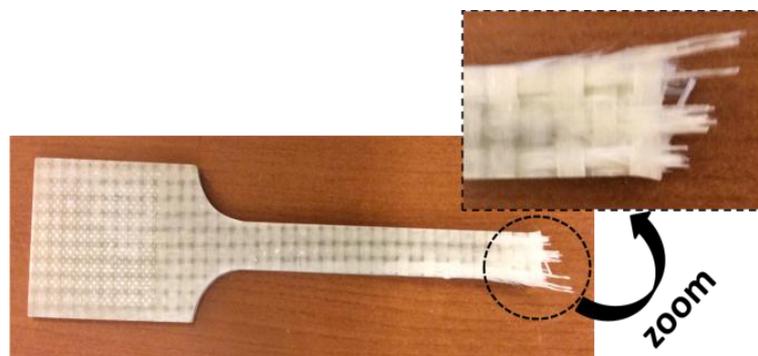


Figure IV-6 : rupture d'une éprouvette taffetas de verre/Elium<sup>®</sup> sollicitée en traction transverse.

### Conclusion

L'essai de traction ne permet pas de mettre en évidence de façon très significative l'influence de l'ensimage sur les propriétés mécaniques de nos composites. Comme cela a déjà été mentionné, les formes d'endommagements qui dépendent de la qualité de la résistance fibre-matrice se manifestent prioritairement au niveau des fibres de la trame au cours d'un essai de traction selon la chaîne. Pour mettre en évidence d'éventuelles différences de qualité d'adhésion fibre-matrice entre les composites Ac

et MC, nous avons donc effectué des observations MEB de faciès de rupture en nous intéressant particulièrement aux zones correspondant à la trame.

### IV.2.2 Observations MEB

Dans ce paragraphe, nous proposons une analyse et une comparaison des faciès de rupture qui ont été obtenus par MEB pour nos deux composites. La figure IV-7 est destinée à faciliter l'interprétation des clichés MEB en illustrant l'influence de la résistance fibre-matrice sur les mécanismes de fracturations. Cette figure a été réalisée à partir d'une illustration de Sjögren [4]. Lorsque la qualité de l'adhésion fibre-matrice est faible, on observe une décohésion à l'interface entre la fibre et la matrice (figure IV-7 a). En revanche, pour une bonne résistance fibre-matrice, la zone de décohésion est toujours située dans la matrice et se propage de fibre en fibre (figure IV-7b).

Sur la figure IV-8 nous montrons des exemples de faciès de ruptures obtenus pour les composites Ac et MC après une sollicitation en traction selon la direction de la chaîne. Ces faciès de rupture présentent des différences remarquables qui ont été observées de façon identique sur de nombreux clichés: Pour le composite MC, on distingue des empreintes nettes dans la matrice laissées par les fibres qui étaient initialement présentes dans la trame (figures IV-8a et 8b). Ces empreintes apparaissent très distinctement sur le zoom situé en haut à droite de la figure IV-8b. L'adhésion fibre-matrice est donc faible puisque, comme sur le schéma (figure IV-7a), la rupture a eu lieu à l'interface. Pour le matériau Ac, on ne distingue pas d'empreintes nettes de fibres arrachées dans la matrice (figures IV-8c et 8d) : la décohésion est située dans la résine comme sur l'illustration schématique de la figure IV-7b. En conclusion, nos observations MEB prouvent que la résistance fibre-matrice est bien meilleure pour les composites pour lesquels un ensimage « spécial acrylate » a été utilisé.

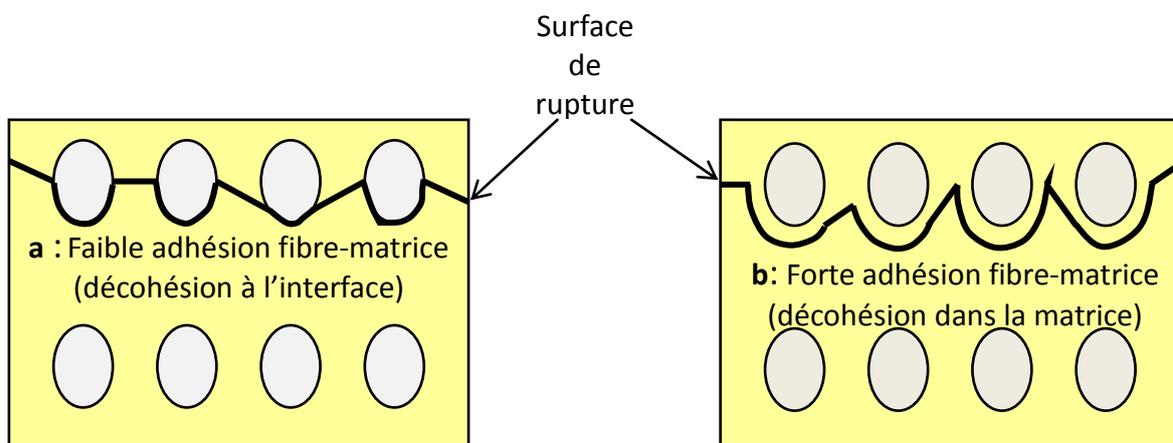


Figure IV-7 : Illustrations des mécanismes de décohésion fibre-matrice pour des stratifiés composites.

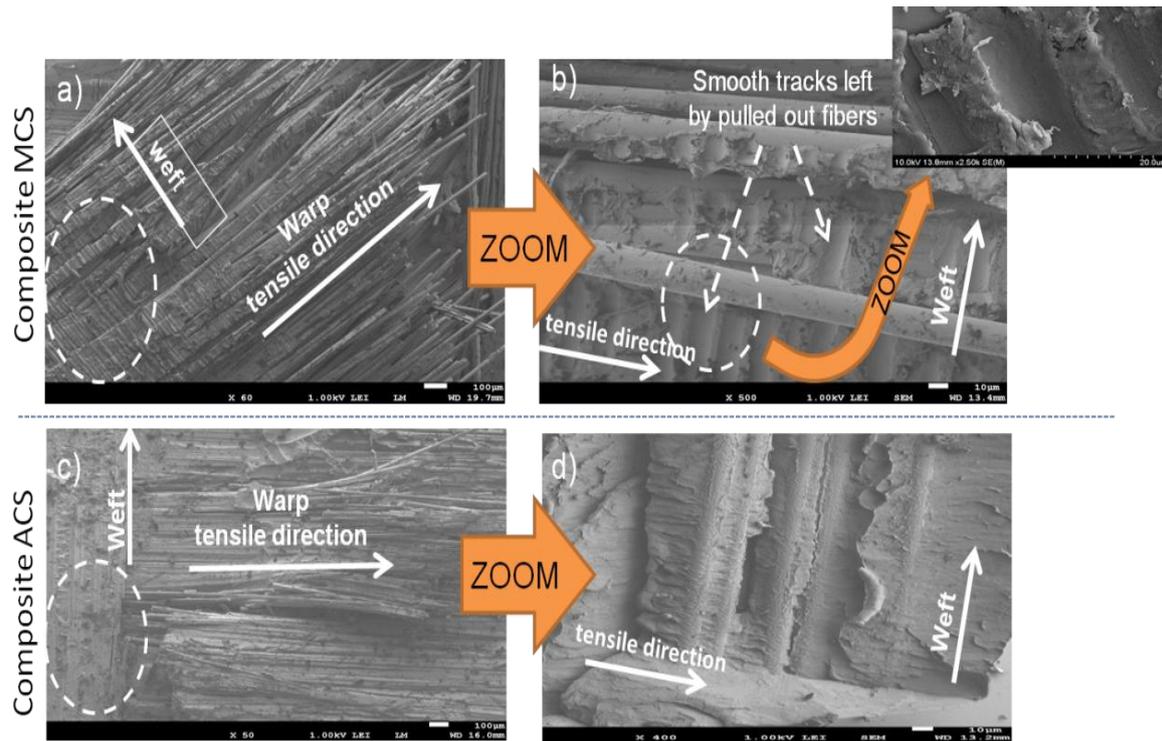


Figure IV-8 : Fractographies obtenues par microscope électronique à balayage (MEB) après des essais de traction dans le sens des fibres chaînes pour des composites Taffetas verre/résine acrylate pour des ensimages MC et Ac.

#### IV.2.3 Bilan de l'essai de traction 0°/90° pour la comparaison des ensimages

- Les faciès de rupture observés par MEB montrent très clairement une meilleure adhésion de la matrice sur les fibres dans le cas où un ensimage « spécial acrylate » est utilisé.
- Compte tenu de la remarque précédente, on peut estimer que la qualité de l'adhésion fibre-matrice n'a pas (ou très peu) d'influence sur les modules d'élasticité ainsi que sur les valeurs de contrainte et de déformation à la rupture de nos composites mesurées au cours d'un essai de traction selon la chaîne.
- La contrainte seuil d'endommagement dépend de la résistance fibre-matrice. Elle a une valeur plus élevée pour le composite réalisé avec un ensimage « spécial acrylate » (composite Ac) que pour le composite correspondant à un ensimage « multi-compatible » (composite MC).

#### IV.2.4 Caractérisation en cisaillement plan (traction $\pm 45^\circ$ )

Dans ce paragraphe nous analysons les propriétés mécaniques de nos deux composites pour des essais de cisaillement plan (§ II.2.1.4). Nous avons également

étudié à l'échelle mésoscopique l'endommagement qui apparaît dans nos matériaux au cours de ces essais.

#### IV.2.4.1 Spécifications particulières de l'essai

Les essais de traction sont réalisés sur des éprouvettes (verre/Elium®) rectangulaires de longueur  $L = 250 \text{ mm}$  et de section  $S=12.5*4\text{mm}$  **avec un renfort en taffetas dont les fibres sont orientées à  $\pm 45^\circ$  par rapport à l'axe de traction**. Cette procédure est également celle utilisée par la société ARKEMA pour évaluer l'adhésion fibre-matrice des composites tissés à renfort thermoplastique. La géométrie de l'essai permet d'avoir un cisaillement plan maximal le long des fibres : cette contrainte de cisaillement a pour effet « d'arracher » la fibre de la matrice. Dans cette partie, on note  $x$  la direction de la longueur de l'éprouvette (axe de la traction),  $y$  la direction selon la largeur et  $z$  celle selon l'épaisseur. Les directions des fibres ( $\pm 45^\circ$ ) sont respectivement notées 1 et 2. Sous l'effet d'un chargement  $F$  l'état de contrainte généré s'exprime par le tenseur suivant:

$$\boldsymbol{\sigma} = \begin{pmatrix} \frac{\sigma}{2} & \frac{\sigma}{2} \\ \frac{\sigma}{2} & \frac{\sigma}{2} \end{pmatrix} \quad (1)$$

$$\text{Avec : } \sigma_{11} = \sigma_{22} = \sigma_{12} = \frac{F}{2ab}$$

Le résultat brut de l'essai est une courbe correspondant à la contrainte de cisaillement  $\sigma_{12}$  le long des fibres en fonction de la distorsion angulaire  $\gamma_{12}$ . A partir des valeurs de  $F$ ,  $\varepsilon_x$  et  $\varepsilon_y$ , les valeurs de  $\sigma_{12}$ ,  $\gamma_{12}$ ,  $G_{12}$  sont calculées en passant du repère  $O_{xy}$  à  $O_{12}$  selon les relations (2).

$$\sigma_{12} = \frac{F}{2 * a * b} \quad \gamma_{12} = \varepsilon_x - \varepsilon_y \quad G_{12} = \frac{\sigma_{12}^{0.001} - \sigma_{12}^{0.005}}{\gamma_{12}^{0.001} - \gamma_{12}^{0.005}} \quad (2)$$

Avec :

- $F$  : chargement appliqué
- $a$  : épaisseur de l'éprouvette
- $b$  : largeur de l'éprouvette
- $\varepsilon_x$  : déformation longitudinale
- $\varepsilon_y$  : déformation transversale
- $\sigma_{12}$  : contrainte en cisaillement
- $\gamma_{12}$  : déformation angulaire
- $G_{12}$  : module de cisaillement
- $\sigma_{12}^{0.001}$  : contrainte de cisaillement pour une déformation  $\gamma_{12}^{0.001} = 0.001$
- $\sigma_{12}^{0.005}$  : contrainte de cisaillement pour une déformation  $\gamma_{12}^{0.005} = 0.005$

Tous les essais ont été réalisés sur une machine de traction MTS qui est pilotée en déplacement avec une vitesse de traverse de 1mm/min. La force  $F$  est mesurée avec

une cellule de chargement de  $\pm 100 \text{ kN}$ . Les déformations ont été mesurées par le dispositif de corrélation d'image (DIC) utilisé ici comme un extensomètre.

#### IV.2.4.2 Mesure de déformation

Pour nos essais de cisaillement plan, les mesures obtenues par corrélation d'images n'ont pas seulement été utilisées pour calculer des valeurs macroscopiques de déformation. Nous avons également analysé la déformation et l'endommagement à l'échelle mésoscopique à l'aide de nos mesures plein champ. Dans ce paragraphe nous présentons donc certaines caractéristiques de la mesure de déformation par corrélation d'images 3D dont la connaissance nous a été utile pour notre étude.

##### Principe général de la corrélation d'images 3D

La corrélation d'images 3D est une technique qui permet d'obtenir des mesures de champ de déplacement et de déformation sur des surfaces planes ou non planes [5]. Un motif aléatoire (mouchetis) est appliqué sur la surface étudiée. Cette surface est divisée en petits rectangles que nous appellerons facettes dans la suite (figure IV-9). Du fait de la texturation aléatoire de la surface, on trouvera une distribution caractéristique de niveaux de gris à l'intérieur de chaque facette, ce qui la rend donc identifiable. Le principe général de la corrélation d'images 3D est celui de la stéréocorrélation: La position du centre de chaque facette est déterminée dans le plan image de deux caméras distinctes. Par de simples considérations géométriques, il est alors possible de retrouver la position des centres des facettes dans l'espace en 3D. Les trois composantes du champ de déplacement discrétisé sont alors obtenues par simple soustraction des positions des centres des facettes entre deux instants successifs. Les champs scalaires correspondant à certaines composantes du tenseur de déformation peuvent alors être calculés en dérivant le déplacement.

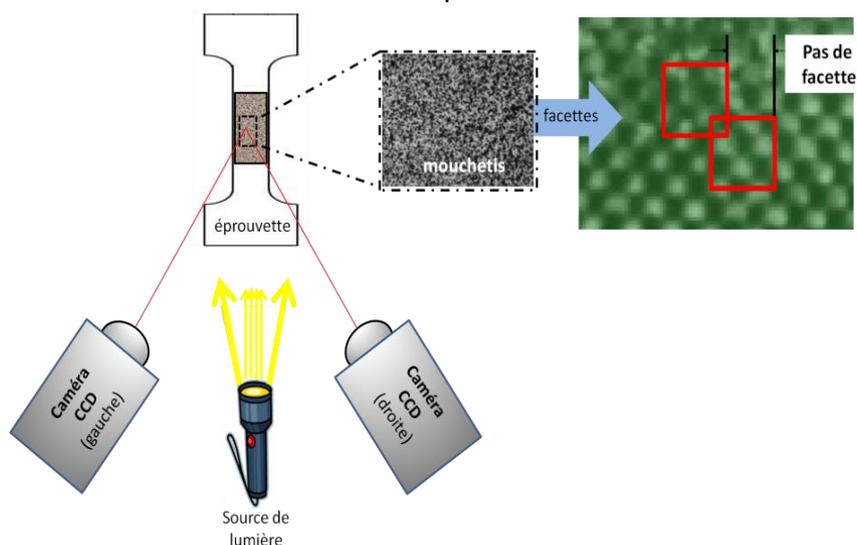


Figure IV-9 : Principe de la corrélation d'image 3D (3D-DIC).

### Conditions expérimentales spécifiques de notre mesure

Nous avons utilisé le dispositif ARAMIS® commercialisé par GOM. Le mouchetis a été appliqué à l'aide d'un aérographe. Les capteurs des caméras possèdent 2048x2048 pixels<sup>2</sup>. Un pixel représente 16 μm sur la surface étudiée. Nous avons travaillé avec des facettes carrées de taille  $n \times n$  avec  $n=30$  pixels. La distance entre les centres de deux facettes adjacentes vaut  $p=7$  pixels. La déformation affectée au centre d'une facette est obtenue en calculant les composantes du gradient de la transformation à partir des mesures de déplacement qui sont associées aux 8 facettes adjacentes (figure IV-10) [6].

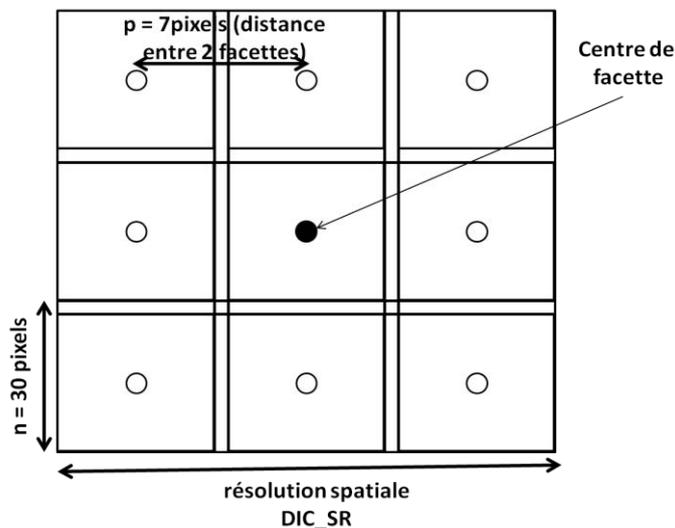


Figure IV-10: Mesure de déformation par DIC-3D sur une surface locale comportant 3\*3 facettes.

### Résolution spatiale

Pour les mesures plein champ, la résolution spatiale est définie comme la plus petite distance entre deux points pour lesquels les mesures sont indépendantes [7]. Il est facile de vérifier que pour notre mesure (figure IV-10), la résolution spatiale pour la déformation correspond à  $n+2p=44$  pixels [8]. Exprimée en distance sur la surface de l'éprouvette, la résolution spatiale « DIC\_SR » vaut :  $\text{DIC\_SR} = 44 \text{ pixels} * 16 \mu\text{m} = 0.7 \text{ mm}$ . La résolution spatiale pour le déplacement correspond à :  $n * 16 \mu\text{m} = 0.5 \text{ mm}$ .

### Résolution de la mesure ponctuelle de déformation

La résolution ponctuelle de la mesure correspond à la plus petite variation de la grandeur mesurée qui peut être détectée en un point. Cette valeur dépend donc du bruit qui affecte l'expérience. Nous avons analysé le bruit en faisant une mesure de champ de déformation pour des images prises entre deux instants entre lesquels aucune sollicitation n'est appliquée à l'éprouvette. Le test du  $\chi^2$  a permis de vérifier que ce bruit est gaussien. L'écart-type associé au bruit de la mesure ponctuelle de déformation vaut  $S_\varepsilon = 5 \cdot 10^{-4}$ . Pour les mesures de déformation macroscopique que

nous avons obtenues par corrélation d'images, le bruit est beaucoup plus faible puisqu'il s'agit d'une valeur moyenne obtenue sur toute l'image.

### Composantes des déformations accessibles par corrélation d'images 3D

La corrélation d'images 3D permet de mesurer les trois composantes du déplacement sur la surface étudiée. Cependant, les variations de ces composantes selon la direction perpendiculaire à la surface restent inconnues. Les dérivées spatiales du déplacement selon cette direction ne peuvent donc pas être calculées. En conséquence, certaines composantes du tenseur des déformations ne peuvent pas être obtenues. Dans notre cas, on vérifie facilement qu'on ne peut mesurer que :

- Sur la face principale de l'éprouvette: les cartes de déformation  $\varepsilon_x$ ,  $\varepsilon_y$  et  $\gamma_{xy}$ . Avec une rotation de  $45^\circ$  du système de coordonnées, on peut aussi avoir  $\varepsilon_{11}$ ,  $\varepsilon_{22}$  et  $\gamma_{12}$ .
- Sur la face latérale (ou tranche) de l'éprouvette: les cartes de déformation  $\varepsilon_x$ ,  $\varepsilon_z$  et  $\gamma_{xz}$ .

#### IV.2.4.3 Résultats des essais de cisaillement plan

Sur la figure IV-11, on a représenté les courbes macroscopiques  $\sigma_{12}^{ma}(\varepsilon_{12}^{ma})$  correspondant aux deux matériaux Ac et MC.

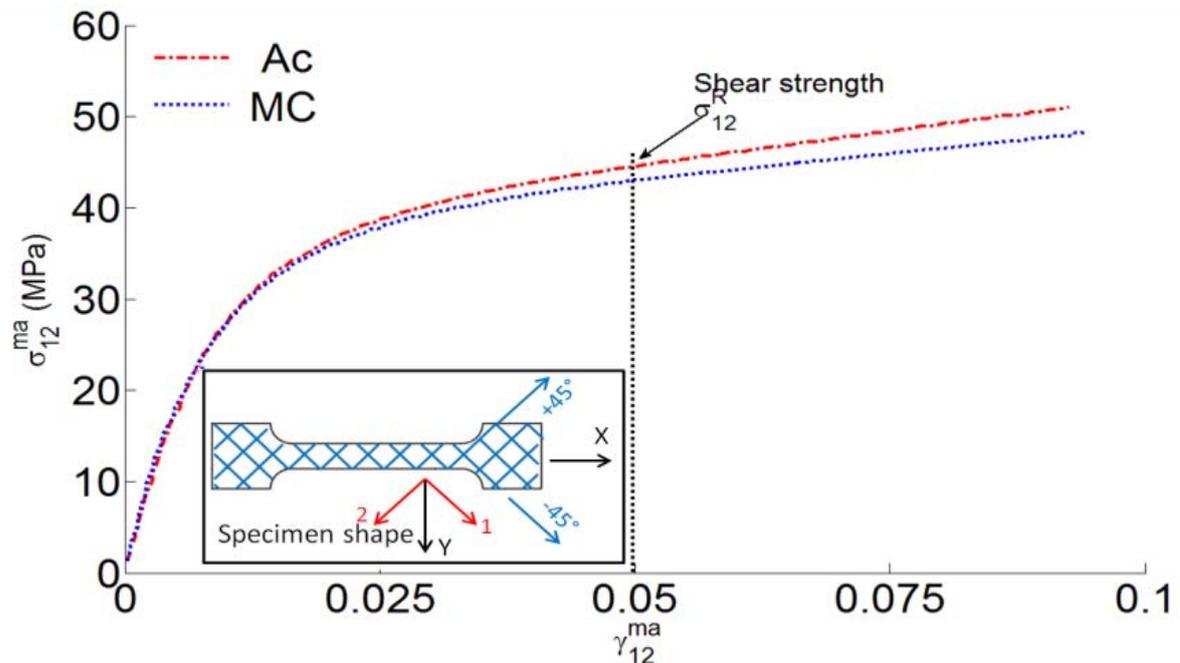


Figure IV-11 : Forme de l'éprouvette et courbes de tractions correspondant à un cisaillement plan  $\pm 45^\circ$  pour des composites taffetas verre/Elium<sup>®</sup> avec des ensimages Ac et MC.

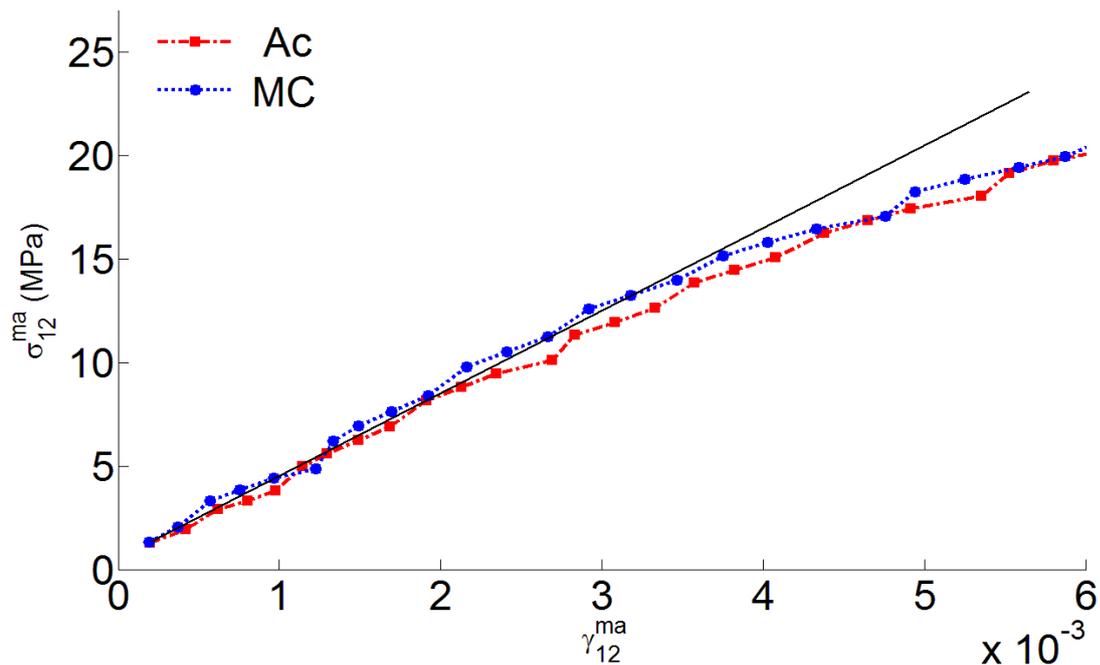


Figure IV-12 : Détermination du module cisaillement  $G_{12}$  pour les composites taffetas verre/Elium avec des ensimages Ac et MC sollicités en cisaillement plan  $\pm 45^\circ$ .

### Module d'élasticité

Pour les faibles niveaux de contrainte, aucune différence significative n'est décelable entre les courbes associées aux deux composites. Les modules de cisaillement estimés sur l'intervalle  $\gamma_{12}^{ma} \in [0.001 \text{ } 0.005]$  sont presque identiques (figure IV-12):  $G_{12} = 3.41 \text{ GPa}$  (matériau Ac) et  $G_{12} = 3.46 \text{ GPa}$  (matériau Mc). Cela confirme que la résistance de l'interface fibre-matrice a très peu d'influence sur les valeurs des constantes d'élasticité (voir chapitre II). Comme pour l'essai de traction à  $0^\circ/90^\circ$  selon la chaîne (§ IV.2), nous observons que pour  $\gamma_{12}^{ma} < 0.006$ , l'allure des courbes est non linéaire (figure IV-12). Cela est dû aux propriétés viscoélastiques de la résine Elium®. Logiquement la non linéarité est plus marquée que pour l'essai à  $0^\circ/90^\circ$  du fait que la résine est significativement plus sollicitée lorsque les fibres sont orientées à  $\pm 45^\circ$ .

On notera que les valeurs mesurées pour le module de Young sont en bon accord avec celles prédites par le modèle OTFU. En revanche, elles sont 30% plus faibles que celles prédites par le modèle, a priori plus réaliste, OTFNU (tableau III-5). Les modèles micromécaniques utilisés dans le (§ VI.3.2.2), ainsi que les simulations numériques décrites dans le chapitre VIII, ont permis de vérifier que le modèle OTFNU donne une valeur acceptable pour le module de cisaillement. On peut donc supposer, qu'à cause des propriétés viscoélastiques du matériau, l'utilisation d'un modèle linéaire pour déterminer le module de cisaillement engendre une erreur très importante. Cela apparaît clairement sur la courbe correspondante (figure IV-12).

### Apparition de l'endommagement

Pour une valeur de contrainte macroscopique  $\sigma_{12}^{ma}$  comprise entre 20 MPa et 30 MPa, la pente des courbes diminue fortement (figure IV-11). On considère que cette inflexion de la courbe peut être associée à l'apparition et au développement de l'endommagement [9]–[11]. L'analyse des champs de déformation obtenus en cours d'essai par corrélation d'images permet de confirmer cette hypothèse (§ IV.2.5). D'un point de vue qualitatif on observe que lorsque  $\sigma_{12}^{ma} > 31$  MPa, la courbe correspondant au composite taffetas verre/Elium®/AC passe au-dessus de celle correspondant au composite taffetas verre/Elium®/MC (figure IV-13). Comme pour l'essai de traction présenté précédemment le matériau MC subi donc un endommagement plus précoce que le matériau Ac. Il est cependant difficile de déterminer la différence entre les valeurs des deux contraintes seuils d'endommagements puisque l'effet viscoélastique lié à la matrice affecte également la linéarité des courbes.

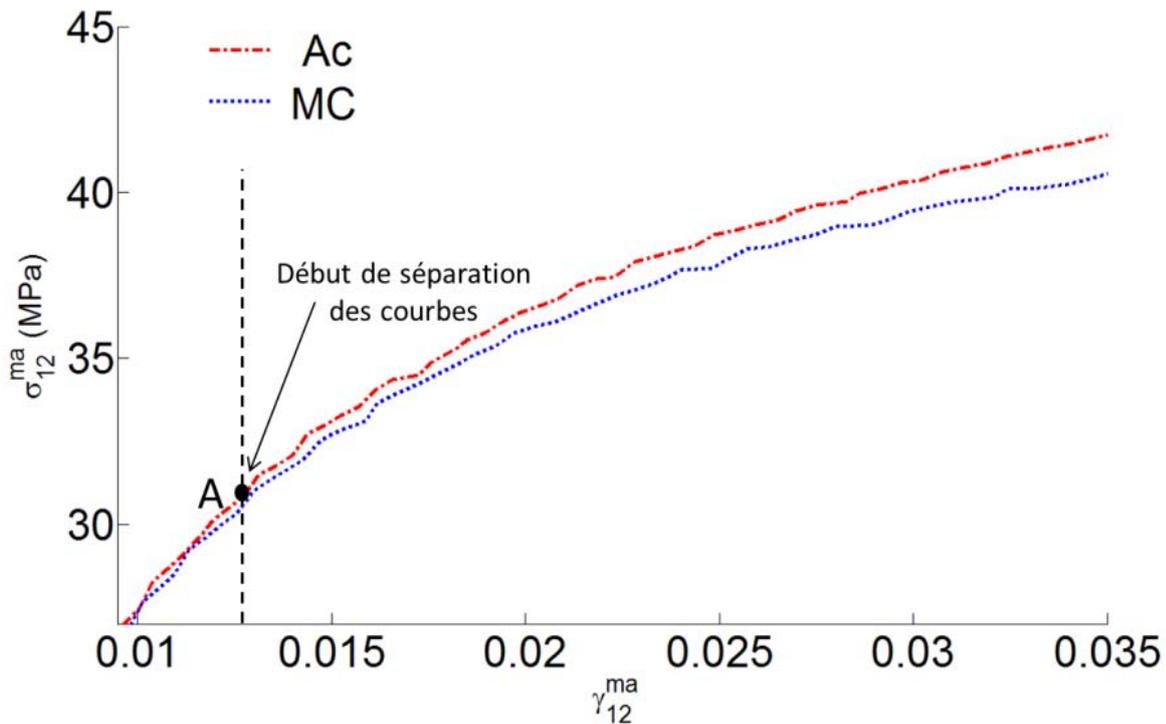


Figure IV-13 : Séparation des courbes de cisaillement plan pour les composites Taffetas verre/Elium avec des ensimages Ac et MC.

### Propriétés ultimes

Conformément à la norme ASTM 35 18 la résistance en cisaillement (notée  $\sigma_{12}^R$ ) a été mesurée pour une valeur de la force correspondant à  $\gamma_{12}^{ma} = 0.05$  : On trouve  $\sigma_{12}^R = 43.2$  MPa pour le matériau Ac et  $\sigma_{12}^R = 41.7$  MPa pour le matériau MC. La différence

n'est que de 4%. Cet écart est faible et apparaît donc comme peu discriminant. Nous avons cependant vérifié la reproductibilité de cette mesure sur trois essais. Compte tenu de la définition de  $\sigma_{12}^R$ , on peut considérer que la différence de résistance au cisaillement qui a été mesurée est en fait induite par la différence de seuil d'endommagement. Sur la figure IV-14, nous montrons une photographie d'une éprouvette après sa rupture à l'issue de l'essai de cisaillement plan.

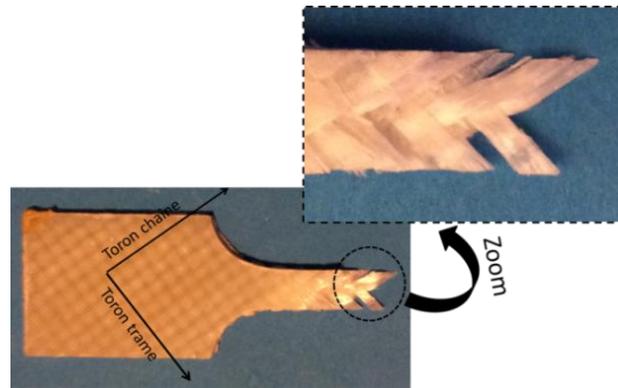


Figure IV-14 : Profil de rupture d'une éprouvette taffetas de verre/Elium® sollicitée en traction par cisaillement plan.

## Conclusion

L'essai de cisaillement plan est globalement peu discriminant pour évaluer l'influence de l'ensimage sur les propriétés mécaniques de nos composites. Cependant, nous avons mesuré une meilleure résistance au cisaillement dans le cas du composite à ensimage acrylate. La contrainte seuil associée à l'apparition de l'endommagement est également plus élevée pour ce matériau. De plus, les courbes  $\sigma_{12}^{ma}(\varepsilon_{12}^{ma})$  correspondant à l'essai de cisaillement plan sont très fortement non-linéaires sur une grande plage de déformation. On peut donc supposer qu'un endommagement important et progressif se développe au cours de l'essai. Dans ce qui suit nous avons étudié cet endommagement à partir de mesures obtenues par corrélations d'images 3D et par tomographie X.

## IV.2.5 Influence du textile sur le champ de déformation et l'endommagement

### IV.2.5.1 Distribution spatiale de la déformation (échelle mésoscopique)

Les mesures qui ont été obtenues par corrélation d'images au cours des essais de cisaillement plan ont permis de mettre en évidence une forte structuration du champ de déformation (figure IV-15b). Nous montrons ici que cette structuration est engendrée par le textile qui est présent dans la couche de surface du composite.

Sur la figure IV-15a, nous avons placé une photographie de l'architecture du textile qui a été incorporé dans chacun des 9 plis du stratifié. Pour faciliter l'analyse de nos mesures de champ de déformation, nous baserons notre étude sur une représentation simplifiée en 2D de ce textile. On distingue alors schématiquement trois régions à l'échelle de la méso-structure :

- Les régions riches en fibre où les torons de chaîne et de trame se superposent (régions 1).
- Les régions où seulement des fibres dans le sens chaîne ou des fibres dans le sens trame sont présentes (régions 2).
- Des poches de résines qui ne contiennent aucune fibre (régions 3).

la distance entre le centre de deux régions identiques consécutives vaut  $\frac{T}{2}$ , avec  $T=7,8$  mm correspondant à la période spatiale du textile (voir chapitre III). Même si la forme en 3 dimensions des régions riches en résine (région 3) est complexe, il est possible d'évaluer la taille de ces régions pour notre représentation 2D. Cette taille vaut environ 0,85mm. La résolution spatiale de la mesure par corrélation d'images 3D (DIC\_SR=0.7mm) est donc significativement inférieure à la période spatiale du textile mais du même ordre de grandeur que la taille des poches de résines. Il est donc possible de mesurer par 3D-DIC les variations des champs de déformation à l'échelle mésoscopique, échelle qui est caractérisée par la période spatiale du textile. Cependant, on ne pourra pas obtenir le détail de la variation spatiale de la déformation à l'intérieur des poches de résines.

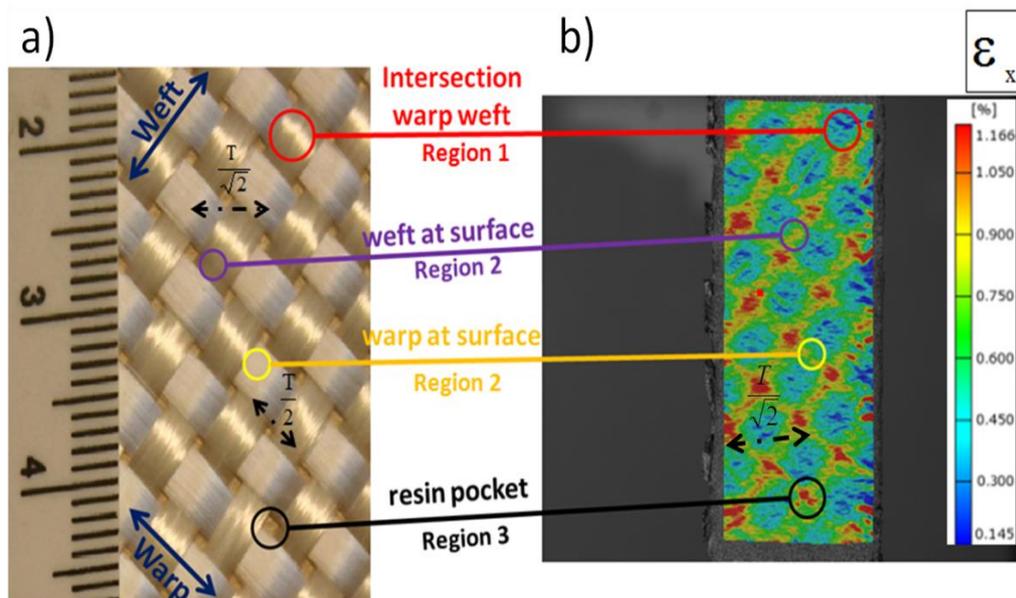


Figure IV-15: Mise en relation du textile (a) et du champ de déformation  $\epsilon_x$  (b) mesuré sur la face principale de l'éprouvette pour le composite .

Sur la figure IV-15 nous avons mis en relation le textile (à gauche) et une mesure du champ de déformation  $\varepsilon_x$  obtenue sur la face principale au cours de l'essai. Une structuration à  $\pm 45^\circ$  apparaît clairement sur le champ de déformation. Nous avons pu identifier les différentes régions du textile sur la carte de déformation :

- Les régions de faibles déformations correspondent aux régions riches en fibres (région 3).
- Les régions de fortes déformations sont associées aux poches de résines (région 1).
- Les régions de déformations intermédiaires correspondent aux zones où seules des fibres dans le sens chaîne ou dans le sens trame sont présentes (région 2).

Sur la figure IV-16 nous montrons deux cartes de déformation mesurées au même instant pour un niveau de déformation macroscopique correspondant à  $\gamma_{12}^{ma} = 0.018$ . Il s'agit de :

- $\varepsilon_{12} = \frac{\gamma_{12}}{2}$  sur la face principale (fig.16b)
- $\varepsilon_x$  sur la tranche de l'éprouvette (fig.16a).

Pour la carte de déformation obtenue sur la face principale, on retrouve la structuration du champ à  $\pm 45^\circ$  correspondant au textile. Nous avons tracé plusieurs profils pris sur les champs de déformation de la figure IV-16. Sur la face principale, le profil 1 traverse alternativement les centres des régions 1 et 2 parallèlement aux fibres dans le sens de la trame. Le profil 2 est également pris sur la face principale parallèlement aux fibres de la trame, mais traverse successivement les centres des régions 2 et 3 (profils 1 et 2 sur la figure IV-16b). La période des courbes correspondant aux profils 1 et 2 vaut 3,9 mm, ce qui correspond bien à une demi-période du textile :  $\frac{T}{2} = 3.9\text{mm}$ , soit la distance entre les centres de deux régions identiques consécutives (région 1, région 2 ou région 3). De plus les minima du profil 1 ont approximativement les mêmes valeurs que les maxima du profil 2 : Dans les deux cas ces valeurs sont prises au centre de la région 2. Pour le profil 3, tracé dans un même pli sur la tranche de l'éprouvette, la période de la courbe vaut, comme attendu :  $T / (2 \cos 45^\circ) = T / \sqrt{2}$  (figures IV-16a et 16c). Tous ces résultats confirment que la structuration périodique du champ de déformation est sans aucun doute inhérente à la périodicité du textile.

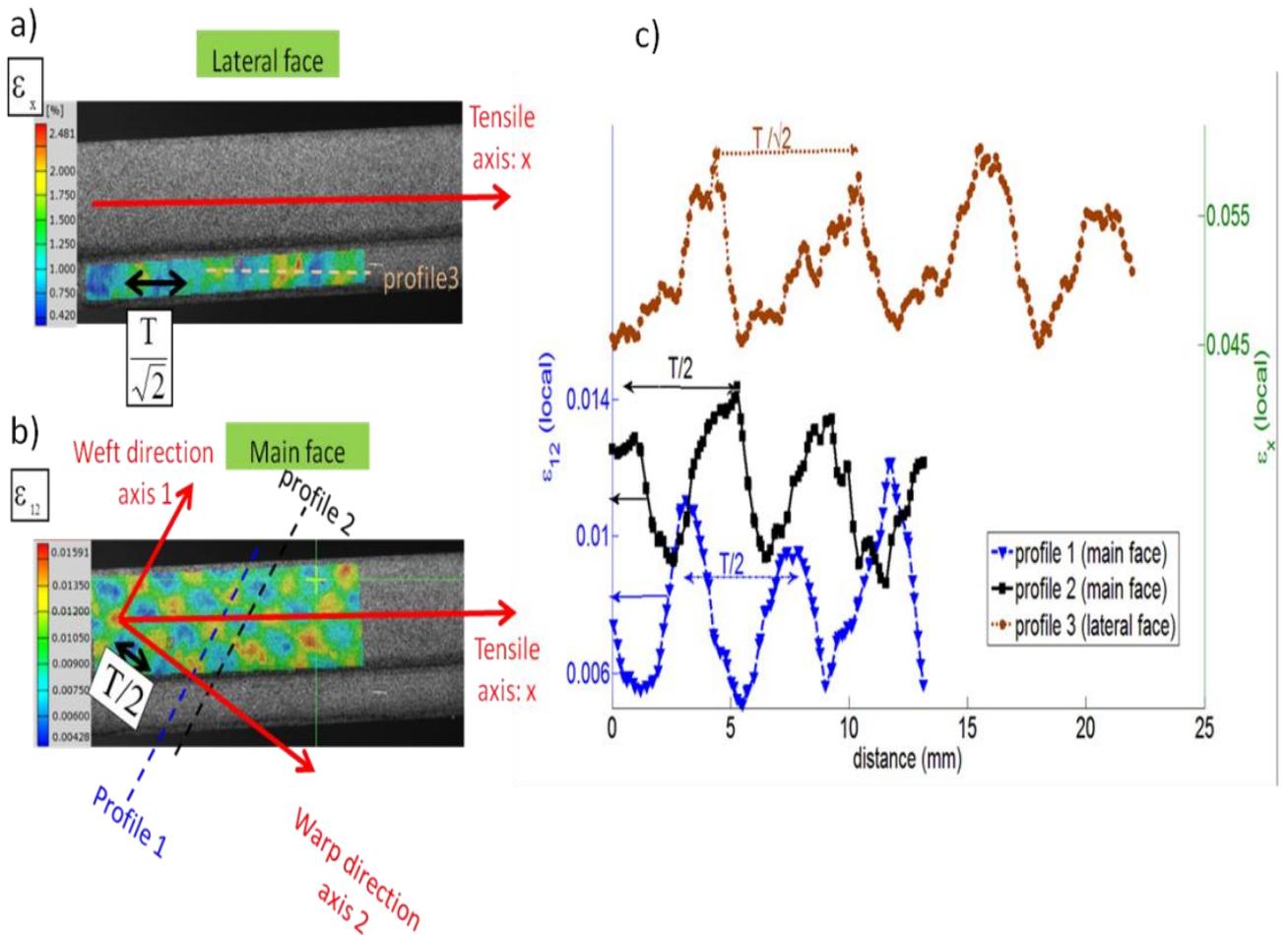


Figure IV-16: Variation de la déformation à l'échelle de la mésostructure.

#### IV.2.5.2 Evolution temporelle de la déformation à l'échelle mésoscopique, analyse de l'endommagement

A partir des mesures de champs de déformation qui ont été obtenus durant la totalité de l'essai de cisaillement plan, nous avons étudié l'apparition de l'endommagement à l'échelle de la mésostructure. Sur la figure IV-17, nous avons représenté l'évolution de la déformation mésoscopique  $\varepsilon_x$  en fonction de la contrainte macroscopique  $\sigma_{12}^{ma}$  pour différents points représentatifs pris dans différentes régions du matériau Ac:

- Points D, E et F pris au centre de trois différentes régions riches en fibres (région 1)
- Points A, B et C pris au centre de trois différentes poches de résines (région 3)

Sur la même figure nous avons également représenté la courbe correspondant à l'évolution de la déformation macroscopique  $\varepsilon_x^{ma} = f(\sigma_{12}^{ma})$ . Logiquement, la courbe

macroscopique correspond grossièrement à la courbe moyenne pouvant être calculée à partir des courbes obtenues à l'échelle mésoscopique.

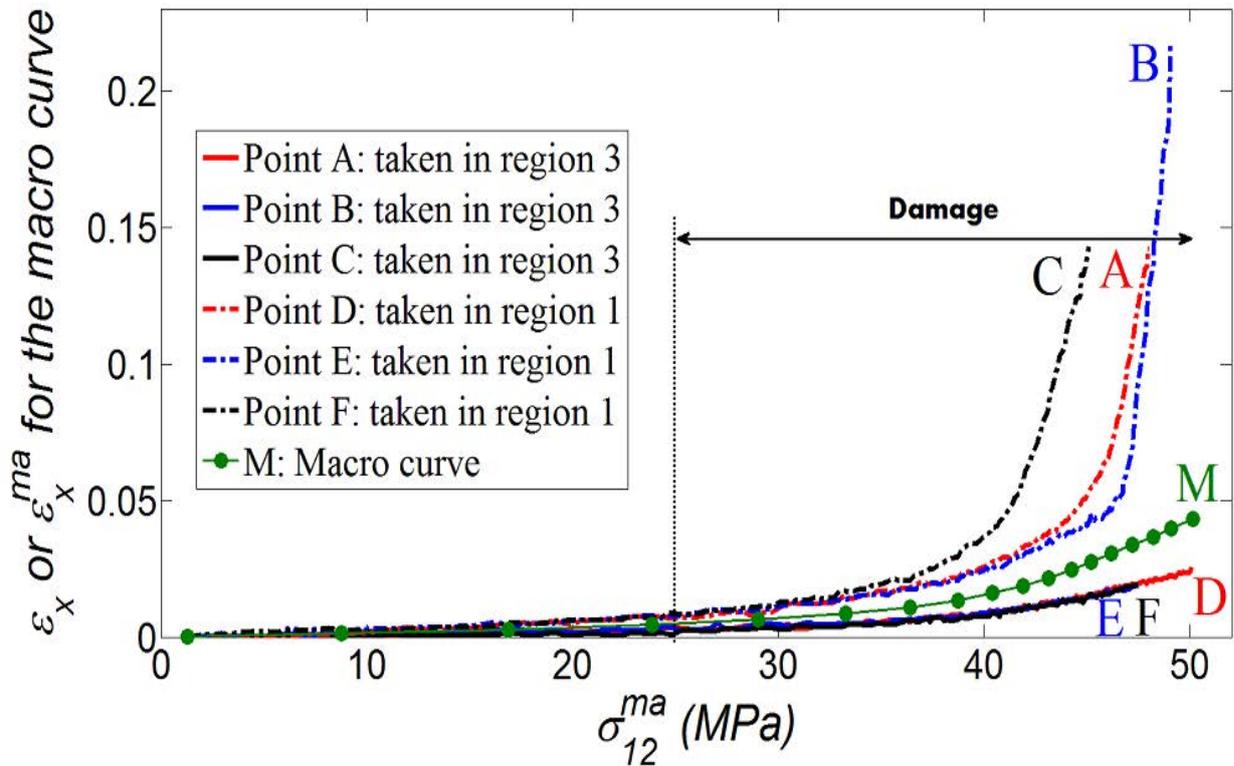


Figure IV-17: Evolution de la déformation  $\varepsilon_x$  (échelle mésoscopique) dans les régions 1 et 3 pour le matériau verre/Elium®/Ac.

#### Première étape du processus de déformation : $\sigma_{12}^{ma} < 25\text{-}30\text{MPa}$

Les courbes obtenues pour les points pris dans la région 1 se superposent presque parfaitement durant la totalité de l'essai. Les trois courbes prises dans la région 3 sont également superposées environ jusqu'à  $\sigma_{12}^{ma} = 25\text{ MPa}$ . (figure IV-18). Toutefois, le niveau de déformation est environ 3 fois plus faible que la déformation mesurée dans la région 1. Ce résultat est certainement lié à la plus faible rigidité des poches de résine par rapport aux zones correspondant aux régions riche en fibres. Dans la partie 3 de la thèse, nous avons retrouvé ce résultat grâce à une simulation numérique. On voit clairement sur la figure IV-18 que, pour  $\sigma_{12}^{ma} < 30\text{MPa}$ , les courbes  $\varepsilon_x(\sigma_{12}^{ma})$  obtenues dans les poches de résines ne sont pas parfaitement linéaires, même pour les faibles niveaux de déformation. Cela est dû aux propriétés viscoélastiques de la résine. Logiquement la présence de ces non-linéarités locales induit dès le début de l'essai une non-linéarité sur la courbe macroscopique  $\sigma_{12}^{ma}(\gamma_{12}^{ma})$ .

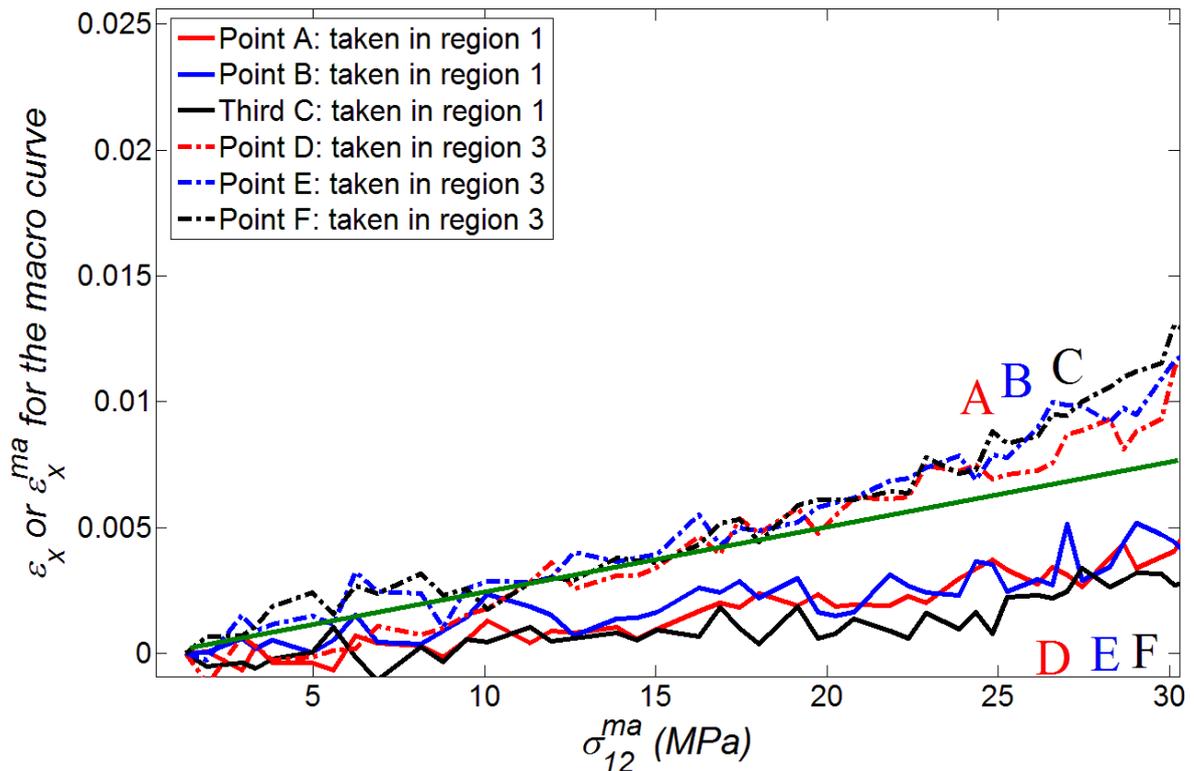


Figure IV-18 : Evolution de la déformation  $\varepsilon_x$  (dans les régions 1 et 3) pour le matériau verre/Elium®/Ac et pour  $\sigma_{12}^{ma} < 30\text{MPa}$ .

### Mise en évidence du développement d'un endommagement sévère et progressif

Pour des niveaux de contrainte élevés, les courbes  $\varepsilon_x(\sigma_{12}^{ma})$  deviennent fortement non-linéaires pour les points pris dans les poches de résine (région 3) (figure IV-17). A la fin du test, les valeurs de déformation mesurées dans ces régions peuvent même valoir jusqu'à 30%. A température ambiante, notre matrice acrylique est un polymère vitreux qui ne peut pas supporter de tels niveaux de déformation. Nous supposons donc qu'il s'agit en fait d'une déformation apparente qui peut être associée au développement de certaines formes d'endommagements : l'apparition et la croissance de petites cavités (fissures ou porosités) engendrent des discontinuités du champ de déplacement. Si la taille de ces cavités n'est pas significativement plus grande que la résolution spatiale de la mesure, les discontinuités de déplacement seront « lissées » et apparaîtront comme de forts gradients de déplacement et conduiront donc à des mesures de déformation apparente élevées. Cependant ces fortes déformations ne sont pas associées à un milieu continu bien défini mais à des régions hétérogènes où matière et porosités sont mélangées à l'échelle de la mesure. C'est pour cette raison que nous avons choisi de réaliser cette analyse avec  $\varepsilon_x$  au lieu de  $\gamma_{12}$  : les fissures ou les porosités s'ouvrent de façon privilégiée le long de l'axe de traction (direction x). Par conséquent, il est plus facile de détecter la manifestation de l'endommagement en étudiant la composante  $\varepsilon_x$ . L'augmentation importante mais non discontinue des courbes qui se produit à la fin de l'essai pour les points pris dans la région 3 peut alors

être attribuée au développement d'un endommagement progressif dans chacune des poches de résine.

Au début de l'essai, les courbes  $\varepsilon_x^A(\sigma_{12}^{ma})$ ,  $\varepsilon_x^B(\sigma_{12}^{ma})$  et  $\varepsilon_x^C(\sigma_{12}^{ma})$  sont confondues. A la fin de l'essai, un décalage entre ces trois courbes est observé (figure IV-17). L'endommagement ne se produit donc pas de façon simultanée dans toutes les poches de résine. Une forte augmentation de la déformation est détectée en premier pour la courbe correspondant au point C (figure IV-17) : l'endommagement se produit donc d'abord dans le proche voisinage de ce point. En effectuant une analyse comparable mais non limitée aux points A, B et C, incluant également les points correspondant aux centres de toutes les poches de résines présentes dans le champ de déformation, on constate que c'est au point C que l'endommagement est détectable en premier. Pour déterminer approximativement un seuil d'endommagement correspondant à ce point, nous avons tracé l'évolution de la différence  $\varepsilon_x^C(\sigma_{12}^{ma}) - \varepsilon_x^B(\sigma_{12}^{ma})$  au cours de l'essai (figure IV-19). On peut voir que cette quantité devient significativement différente de 0 pour un niveau de contrainte macroscopique d'environ  $\sigma_{12}^{ma} = 25 \text{ MPa}$  ou  $\sigma_{12}^{ma} = 30 \text{ MPa}$ . Les barres d'erreurs tracées sur la figure IV-19 correspondent à  $\sqrt{2}S_\varepsilon$ . Cela correspond à l'écart type du bruit de mesure gaussien de la différence  $\varepsilon_x^C(\sigma_{12}^{ma}) - \varepsilon_x^B(\sigma_{12}^{ma})$ . Une analyse similaire basée sur la différence  $\varepsilon_x^C(\sigma_{12}^{ma}) - \varepsilon_x^A(\sigma_{12}^{ma})$  donne les mêmes résultats.

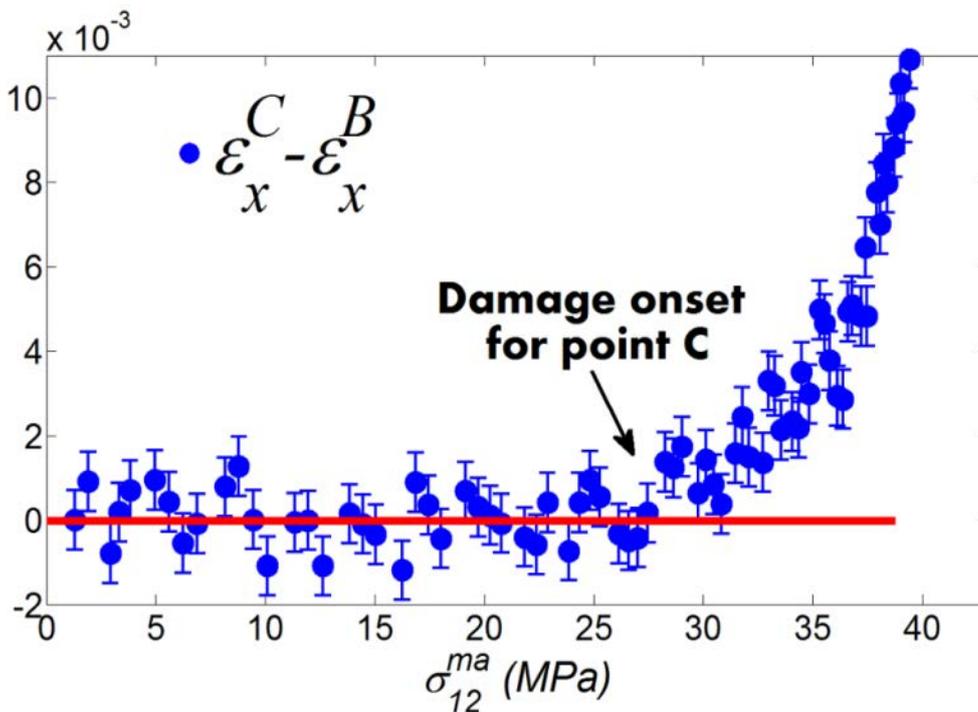


Figure IV-19 : Seuil d'endommagement pour le point C.

A la fin du test, les courbes obtenues pour les points pris dans la région 1 deviennent également non linéaires. On peut associer ce comportement à certaines formes d'endommagement apparaissant dans les régions riches en fibres ou encore à la redistribution complexe des contraintes à l'échelle mésoscopique résultant de l'effondrement progressif de la rigidité dans les poches de résines.

Pour le matériau MC, nous avons également étudié les courbes de déformation à l'échelle mésoscopique. Cependant à cause de la dispersion des courbes  $\varepsilon_x(\sigma_{12}^{ma})$  obtenues en région 3, il n'est pas facile de déterminer avec précision les valeurs seuils d'endommagements avec cette analyse à la méso-échelle. L'incertitude est approximativement de 5 MPa (figure IV-17). Durant l'essai de fatigue les dégâts sont susceptibles de s'accumuler dès que le seuil de dommage est atteint. Comme nous le verrons au chapitre V, cela permet de déterminer facilement les valeurs seuils de contraintes d'endommagements.

#### **IV.2.5.3 Bilan**

A l'échelle mésoscopique, nous avons établi que certaines formes d'endommagement sont observables dans les poches de résines. Malheureusement, la résolution spatiale de la mesure de déformation ne permet pas de réaliser une analyse du détail de cet endommagement à l'intérieur des poches de résine. Des observations à des échelles submillimétriques sont nécessaires. Dans ce but, nous avons utilisé la tomographie X.

### **IV.2.6 Analyse des mécanismes d'endommagement**

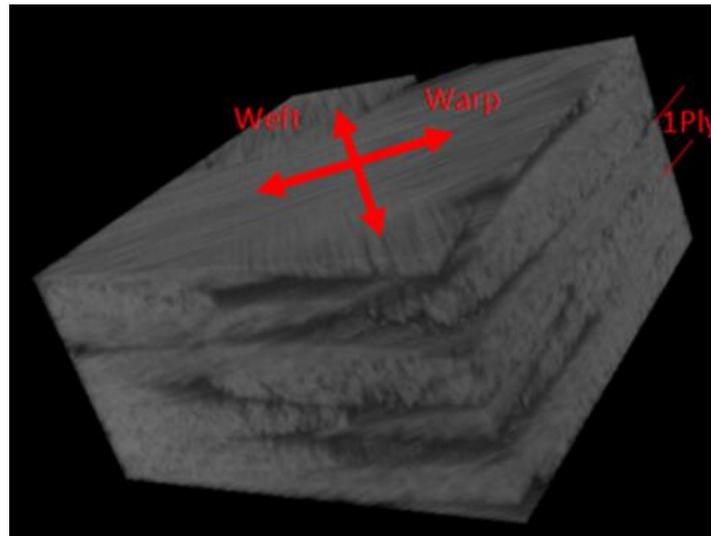
Nous avons donc réalisé des expériences de tomographie X pour analyser les phénomènes qui entraînent une augmentation très importante de la déformation apparente qui a été mesurée dans les poches de résine.

#### **IV.2.6.1 Tomographie X : caractéristiques techniques de la mesure**

Notre expérience de tomographie X a été réalisée avec une taille de voxel correspondant à  $6.5\mu\text{m}$  dans l'espace réel. La résolution spatiale de la mesure correspond approximativement à la taille représentée par 3 voxels, soit  $20\mu\text{m}$  environ dans notre cas. La résolution spatiale est donc 35 fois meilleure que celle associée à la mesure de déformation par corrélation d'images. L'expérience de tomographie X a été obtenue pour le matériau Ac qui a été préalablement sollicité en cisaillement plan pour un niveau de déformation et de contrainte macroscopiques d'environ  $\gamma_{12}^{ma} = 0.05$  et  $\sigma_{12}^{ma} = 43\text{MPa}$ . Ce niveau de sollicitation se situe bien après que l'apparition de l'endommagement qui a été détectée par corrélation d'images.

#### IV.2.6.2 Résultats

Sur la figure IV-20, nous montrons la structure interne 3D obtenue par tomographie X pour un matériau taffetas de verre/Elium®/Ac (matériau Ac). On peut distinguer sur cette reconstruction 3D les différents plis ainsi que les torons orientés dans les sens chaîne et trame. La taille des fibres ( $15\mu\text{m}$ - $20\mu\text{m}$ ) est du même ordre de grandeur que la résolution spatiale de la mesure. Par conséquent il est difficile de distinguer chaque fibre séparément sur la vue 3D.



*Figure IV-20: Structure interne d'un composite taffetas de verre/Elium®/Ac endommagé obtenue avec 500 coupes de micro-tomographie X (résolution  $6.5\ \mu\text{m}/\text{pixel}$ ).*

Sur la figure IV-21, on a représenté une coupe tomographique « typique » prise parallèlement à la surface de l'échantillon. Avec un examen minutieux de cette figure, on remarque que des porosités apparaissent de façon privilégiée dans les coins des poches de résines où la chaîne et la trame se croisent. Cela apparaît clairement pour les deux plus petites cavités qui sont visibles sur la figure IV-21. Nous n'avons jamais observé de cavités qui ne soient pas contiguës avec des régions riches en fibres. Cela suggère que les endommagements observés durant l'essai de cisaillement plan sont bien directement liés à la qualité de la résistance de l'interface fibre-matrice. De plus la résolution spatiale de la corrélation d'images n'avait pas permis de déterminer les zones spécifiques des poches de résine où l'endommagement apparaît. Dans la partie III (modélisation), nous avons obtenu par simulation numérique les champs de contrainte à l'échelle de la mésostructure avec une résolution spatiale bien meilleure que celle correspondant à la corrélation d'images. Les résultats obtenus par simulation viendront conforter les observations réalisées par tomographie X.

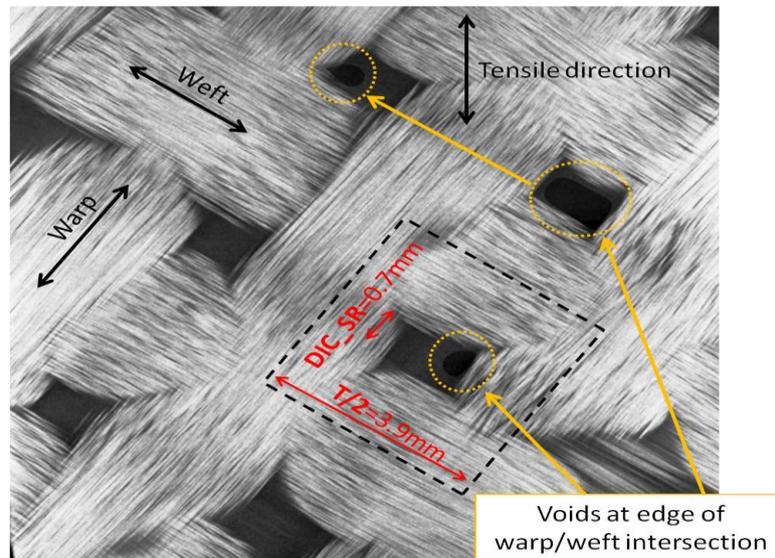


Figure IV-21: Coupe tomographique d'un composite taffetas de verre/Elium/AC sollicité en traction par cisaillement plan.

#### IV.2.6.3 Conclusion pour l'essai de cisaillement plan

Après avoir soumis nos deux composites à des essais de cisaillement plan, nous avons obtenu les conclusions suivantes :

- La valeur du module de cisaillement ne dépend pas (ou très peu) du lien fibre-matrice.
- La contrainte seuil d'endommagement est plus élevée pour le composite AC que pour le composite MC.
- La résistance au cisaillement est légèrement plus élevée pour le composite AC que pour le composite MC.
- Le textile induit une forte structuration du champ de déformation à l'échelle mésoscopique.
- Un endommagement significatif apparaît au cours de l'essai dans les poches de résine : cet endommagement correspond à des zones de décohésion entre les zones riches en fibres (torons) et la résine.

### IV.3 Caractérisation en flexion par appuis rapprochés : résultats et analyses

#### IV.3.1 Essai de flexion sur poutre courte (Short Beam Shear)

##### IV.3.1.1 Mise en situation

Dans ce paragraphe, nous comparons la réponse de nos deux composites taffetas de verre/Elium® par des essais de flexion sur poutre courte. Pour avoir un élément de

comparaison, nous avons également réalisé cet essai pour un taffetas verre/époxy. Pour les systèmes à renfort tissés, nous avons vu dans le chapitre II que les essais de flexion sur poutre courte sont discutables pour déterminer une valeur exacte d'ILSS [12]. Néanmoins ils restent relativement fiables pour évaluer à titre comparatif les différences de performances entre composites correspondant à des traitements de surface différents [13]. Nous avons donc conscience que les résultats doivent être considéré uniquement pour observer un apport éventuel de l'ensimage acrylique (Ac) par rapport à l'ensimage multi-compatible (MC) et non pas pour quantifier une valeur intrinsèque d'ILSS. Dans ce qui suit, on présentera d'abord le principe de l'essai en insistant sur les précautions qui doivent être prises lorsqu'il est utilisé pour tester des taffetas à matrice thermoplastique.

#### IV.3.1.2 Principe de l'essai

Les essais de flexion sur poutre courte sont réalisés sur des éprouvettes rectangulaires de section  $S=10*4\text{mm}$  reposant sur des appuis inférieurs distant de 20 mm (5 fois l'épaisseur). On note 1 et 2 respectivement les directions des torons dans le sens chaîne et trame et 3 celle selon l'épaisseur (axe de chargement). Sous l'action du chargement l'état de contrainte généré s'exprime par le tenseur suivant :

$$\sigma = \begin{pmatrix} 0 & 0 & \sigma_{13} \\ 0 & 0 & 0 \\ \sigma_{13} & 0 & 0 \end{pmatrix} \quad (3)$$

La composante de cisaillement  $\sigma_{13}$  du tenseur des contraintes domine dans les deux régions situées entre l'appui supérieur et les deux appuis inférieurs (figure IV-22).

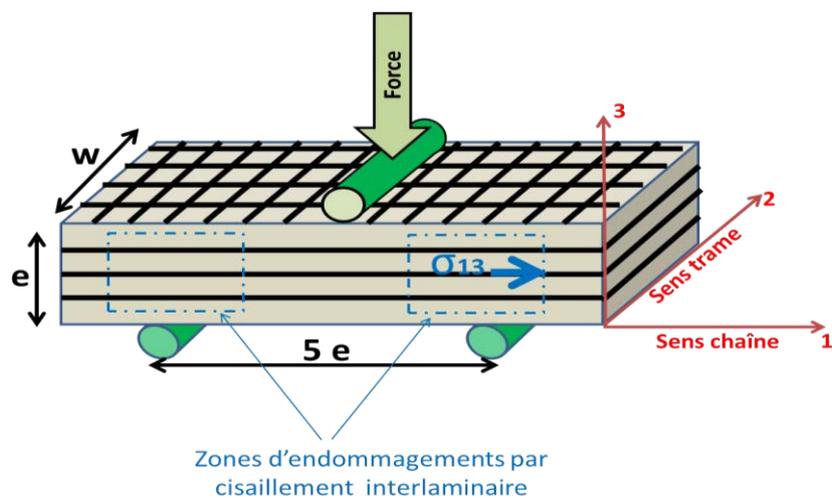


Figure IV-22: Principe de l'essai de flexion sur poutre courte: représentation schématique des zones d'endommagements par cisaillement interlaminaire.

Les résultats sont exprimés sous la forme d'une courbe correspondant à la force en fonction de l'allongement. Lorsque la force maximale ( $F_{\max}$ ) est atteinte, un délaminage à lieu entre les couches impliquant un « arrachement » par cisaillement de la matrice sur les fibres permettant de calculer la résistance au cisaillement interlaminaire « ILSS » suivant la formule:

$$ILSS = \frac{3}{4} * \frac{F_{\max}}{w * e} \quad (4)$$

avec :

- ILSS: cisaillement inter-laminaire (MPa)
- $F_{\max}$ : Force maximale (N)
- w: largeur de l'échantillon (mm)
- e: épaisseur de l'échantillon (mm)

Sur la figure IV-23 prise sur la tranche de l'éprouvette, on montre le profil d'endommagement typique obtenu pour un essai de flexion sur poutre courte. Un essai réalisé dans de bonnes conditions pour lequel l'endommagement est associé à la résistance fibre-matrice doit vérifier les conditions suivantes :

- Des fissures qui apparaissent lorsque la force maximale est atteinte et qui sont orientées dans le sens de la longueur dans les zones de cisaillement inter-laminaires maximales.
- La présence de cusps qui est synonyme d'une rupture par cisaillement en mode II à l'intérieur des fissures (§ II.3.2.1)
- Une absence de contrainte de compression parasite au niveau des couteaux inférieurs notamment pour les composites à résines thermoplastiques.

Afin de vérifier la fiabilité de nos essais, nous associerons à l'expérience un contrôle par MEB et par DIC pour détecter la présence de cusps et détecter l'instant d'apparition des premières fissures (§ IV.3.2)

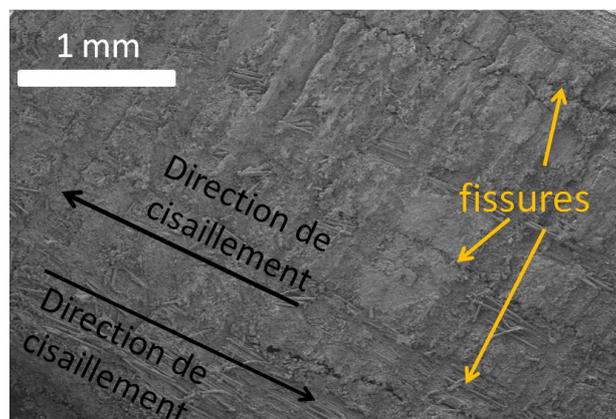


Figure IV-23 : Cliché MEB sur éprouvette composite verre/Elium®/Ac sollicité par flexion sur poutre courte.

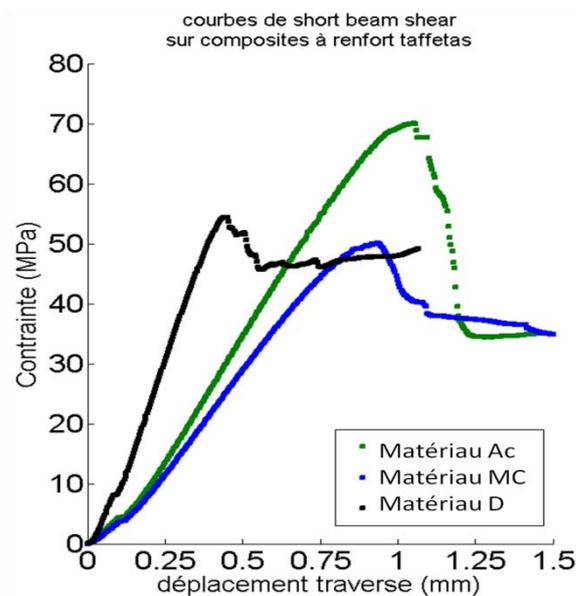
### IV.3.1.3 Résultats

La figure 24 montre les réponses obtenues pour nos deux matériaux composites au cours d'une sollicitation en flexion sur poutre courte. Contrairement aux essais de traction et de cisaillement plan, nous observons une très nette séparation des courbes pour les matériaux Ac et MC. L'ILSS du composite correspondant à l'ensimage spécial acrylique (matériau Ac) présente une valeur qui est 40% supérieure à celle correspondant à l'ensimage multicompatible (matériau MC) :

- Matériau Ac: ILSS=70.0 MPa
- Matériau MC : ILSS=50.4 MPa

Pour obtenir un élément de comparaison avec des composites « couramment » employés, nous avons aussi mesuré l'ILSS d'un taffetas verre/époxy (figure IV-24 matériau D). Pour ce composite, on trouve un ILSS=54.7 MPa. Cette valeur est très comparable avec celle obtenue pour le matériau MC et très inférieure à celle correspondant au matériau Ac . Ce résultat confirme les études réalisées par ARKEMA qui ont mis en évidence le fort potentiel de la résine Elium® pour les composites de structures.

L'essai short beam shear est donc très discriminant pour caractériser l'adhésion fibre-matrice de nos formulations de composites taffetas verre/Elium®. Cela suffit pour justifier l'utilisation de cet essai. Toutefois, compte tenu des problèmes mentionnés dans le sous paragraphe précédent, nous avons voulu vérifier qu'un endommagement dépendant de la qualité de l'adhésion fibre-matrice est obtenu dans de bonnes conditions d'essais (présence de cusps, absence de zones de compression...).



b

Figure IV-24: Courbes d'essai de flexion sur poutre courte réalisées sur composites à renfort taffetas.

### IV.3.2 Contrôle des essais

Comme nous l'avons déjà évoqué, l'essai de flexion sur poutre courte peut engendrer des modes d'endommagement qui ne sont pas associés à un cisaillement inter-laminaire et donc ne dépendent pas de la résistance fibre-matrice (§ II.2.1.5). Pour les systèmes à résine thermoplastique, cela peut notamment intervenir dans les zones sollicitées en compression qui sont situées à proximité des appuis. Dans ce cas, la force maximale de la courbe ne correspond pas à une rupture par cisaillement inter-laminaire. Pour vérifier que nous n'étions pas dans cette situation, nous avons contrôlé nos essais à l'aide de deux techniques:

- un suivi in-situ par corrélation d'images
- un contrôle post-mortem par MEB (Microscopie Electronique à Balayage)

#### IV.3.2.1 Contrôle 3D-DIC

Pour analyser notre essai SBS, nous avons mesuré le champ de déformation sur la tranche de l'éprouvette au cours de l'essai. Peu après le passage de la valeur maximale de force sur la courbe Force-déplacement (figure IV-25a), nous avons pu mettre en évidence des zones de concentration de déformation qui sont allongées le long des plis (régions de couleur jaune sur la figure IV-25a). Ces zones apparaissent aux endroits exacts où des fissures horizontales correspondant au délaminage entre les plis peuvent être observées (§ IV.3.1.2). Ces fissures horizontales sont engendrées par la contrainte de cisaillement interlaminaire.

Comme nous l'avons déjà évoqué, les zones où de fortes augmentations de la déformation « apparente » correspondent aux régions où apparaît un endommagement localisé. Les mesures obtenues par corrélation d'images montrent donc qu'un endommagement correspondant au cisaillement interlaminaire est détectable peu après le passage par la force maximale. Par ailleurs, aucune concentration de déformation n'a été observée au voisinage des couteaux inférieurs lors du passage de la courbe par la force maximale, ce qui exclut a priori un endommagement attribuable à la compression.

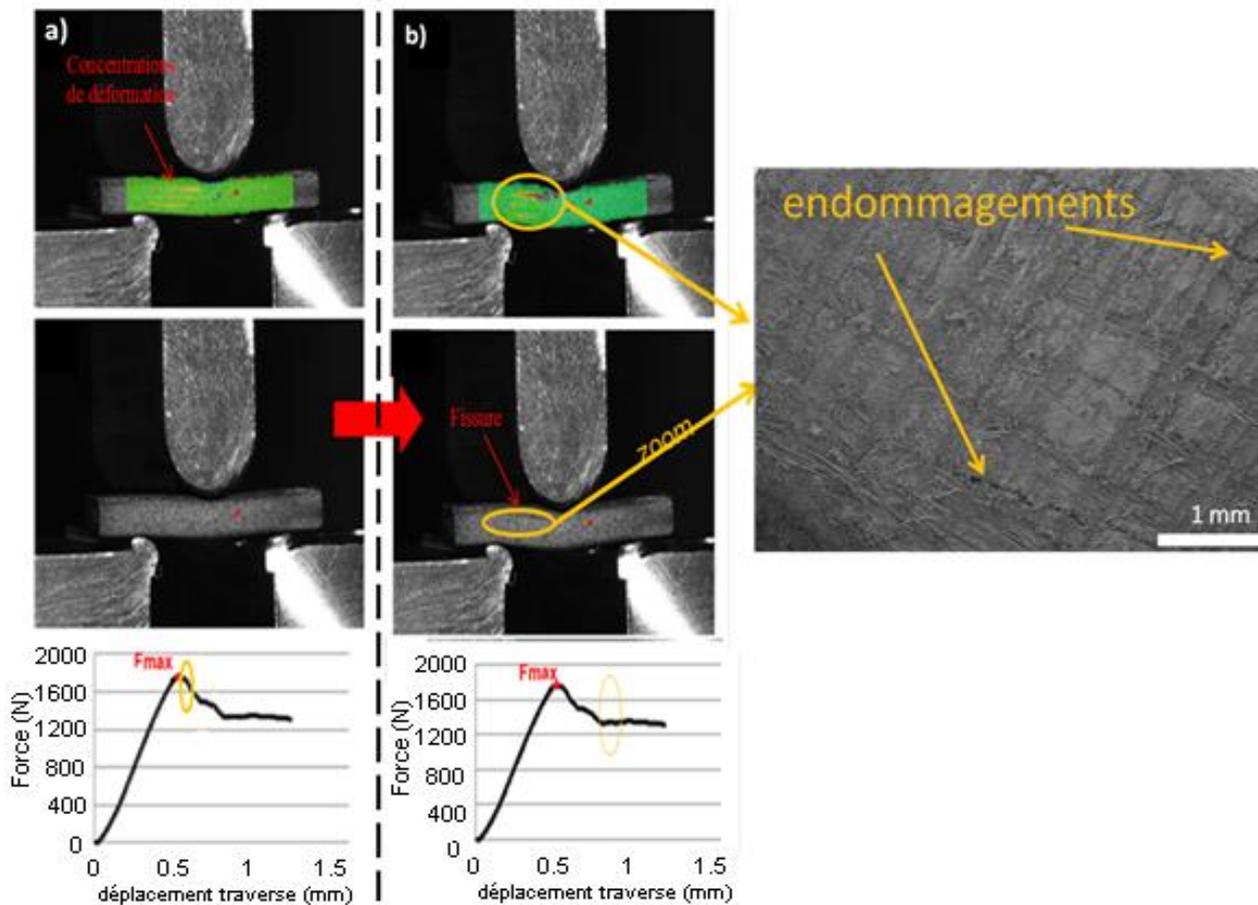


Figure IV-25 : Observation au DIC d'une éprouvette taffetas/Elium sollicitée en flexion sur poutre courte : a) peu après le passage à  $F_{max}$ . b) longtemps après le passage par  $F_{max}$  (fin de l'essai). c) zoom obtenu par MEB des zones endommagées.

#### IV.3.2.2 Contrôle MEB

Après un essai interrompu peu après le passage par la force maximale nous avons réalisé l'inspection au MEB de la tranche de nos composites. Nous avons pu mettre en évidence des fissures (figure IV-23) dans la chaîne, orientées le long des fibres (fibre parallèle à la longueur de l'éprouvette) dans les régions où la contrainte de cisaillement interlaminaire est maximale. De plus, la résolution spatiale du MEB permet de "rentre" dans la fissure pour observer finement le faciès de rupture. Sur la figure IV-26a, nous pouvons voir des débris de matrice sur les fibres en faible quantité à l'intérieur des fissures. Ces morceaux de résine ont une forme caractéristique en S qui correspond à des "cusps" (§ II.3.2.1). Leur présence prouve que la matrice a été arrachée des fibres situées dans la chaîne par cisaillement inter-laminaire et donc en mode II [14]. Par ailleurs une seconde observation révèle des décohésions nettes entre les fibres et la matrice (figure IV-26b) pour les fibres dans la trame. L'ensemble de ces résultats suggère fortement qu'un endommagement associé à la qualité de l'adhésion

fibres-matrice apparaît bien peu après le passage par la force maximale pour nos composites lors d'une sollicitation en short beam shear.

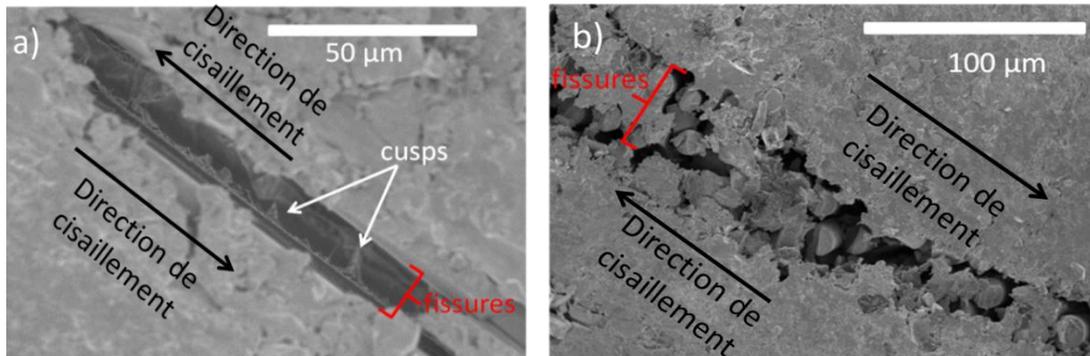


Figure IV-26 : Clichés de facies de rupture réalisés par MEB pour une éprouvette taffetas verre-Elium/AC sollicitée en flexion sur poutre courte jusqu'à rupture.

Nos composites ont donc des réponses très significativement différentes lorsqu'ils sont soumis à un essai en flexion sur poutre courte. Comme nos matériaux ne diffèrent que du fait de l'ensimage qui a été appliqué aux fibres, cela montre que cet essai est discriminant pour évaluer la résistance fibre-matrice pour nos composites. Nos observations obtenues par MEB et par DIC confirment que l'endommagement initial qui apparaît au cours de cet essai dépend bien de la qualité de l'adhésion de la matrice sur la fibre.

#### IV.4 Conclusion

Nous avons comparé les composites Ac (ensimage acrylate) et MC (ensimage multi-compatible) à l'aide de plusieurs essais macroscopiques couplés à des observations locales. Nous avons montré que l'ensimage acrylate améliore la résistance fibre-matrice. Parmi toutes les techniques que nous avons employées, les conclusions les plus claires ont pu être obtenues grâce :

- Aux essais de flexion sur poutre courte.
- A l'observation MEB des faciès de rupture obtenus après des essais de traction selon la chaîne.

Avec l'essai de cisaillement plan, nous avons montré que :

- La contrainte seuil d'endommagement du matériau Ac est supérieure à celle du matériau MC. A cause de la viscoélasticité de nos composites, les valeurs précises de la différence de ces contraintes seuils d'endommagement est difficile à déterminer.
- Des zones de décohésion ont été observées par tomographie X à la frontière toron/poche de résine. Cette forme d'endommagement dépend a priori de la qualité de la résistance fibre-matrice.

Au cours d'une sollicitation en fatigue, si la valeur maximale de l'effort cyclique est supérieure à une valeur seuil de contrainte, l'endommagement s'accumulera à chaque cycle. Cela conduira à une ruine rapide du composite. Compte tenu des remarques précédentes, nous pensons donc que la réponse de nos deux composites présentera des différences significatives pour des sollicitations en fatigue correspondant à un effort en cisaillement plan.

## Bibliographie

- [1] T. Osada, A. Nakai, and H. Hamada, "Initial fracture behavior of satin woven fabric composites," *Compos. Struct.*, vol. 61, no. 4, pp. 333–339, Sep. 2003.
  
- [2] C. Rakotoarisoa, "Prévision de la durée de vie en fatigue des composites à matrice organique tissés interlock," Université de Poitiers, 2014.
  
- [3] A. Bergeret and P. Krawczak, "Liaison renfort/matrice : Définition et caractérisation, *Plastique et Composites*," *Tech. L'ingénieur*, no. N° AM5305., 2006.
  
- [4] A. Sjögren, "Matrix and interface effects on microcracking in polymer composites," Luleå : Luleå tekniska universite, 1997.
  
- [5] H. Schreier, J.-J. Orteu, and M. A. Sutton, *Image Correlation for Shape, Motion and Deformation Measurements*. Boston, MA: Springer US, 2009.
  
- [6] R. Eriksen, C. Berggreen, S. W. Boyd, and J. M. Dulieu-Barton, "Towards high velocity deformation characterisation of metals and composites using Digital Image Correlation," *EPJ Web Conf.*, vol. 6, p. 31013, 2010.
  
- [7] Y. Surrel, "Some metrological issues in optical full-field techniques," in *International Symposium on Optical Science and Technology*, 2002, pp. 220–231.
  
- [8] S. V. Lomov, P. Boisse, E. Deluycker, F. Morestin, K. Vanclooster, D. Vandepitte, I. Verpoest, and A. Willems, "Full-field strain measurements in textile deformability studies," *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 39, no. 8, pp. 1232–1244, Aug. 2008.
  
- [9] J. Payan and C. Hochard, "Damage modelling of laminated carbon/epoxy composites under static and fatigue loadings," *Int. J. Fatigue*, vol. 24, no. 2, pp. 299–306, 2002.
  
- [10] C. Hochard, J. Payan, and C. Bordreuil, "A progressive first ply failure model for woven ply CFRP laminates under static and fatigue loads," *Int. J. Fatigue*, vol. 28, no. 10, pp. 1270–1276, Oct. 2006.

- [11] I. De Baere, W. Van Paepegem, and J. Degrieck, “Modelling the nonlinear shear stress-strain behavior of a carbon fabric reinforced polyphenylene sulphide from rail shear and  $[(45^\circ, -45^\circ)]_{4s}$  tensile test,” *Polym. Compos.*, vol. 30, no. 7, pp. 1016–1026, Jul. 2009.
- [12] J. Renard, *Elaboration, microstructure et comportement des matériaux composites à matrice polymère*. Paris: Hermès science publications, 2005.
- [13] T. R. Walter, G. Subhash, B. V. Sankar, and C. F. Yen, “Monotonic and cyclic short beam shear response of 3D woven composites,” *Compos. Sci. Technol.*, vol. 70, no. 15, pp. 2190–2197, Dec. 2010.
- [14] E. S. Greenhalgh, *Failure analysis and fractography of polymer composites*. Cambridge: Woodhead Pub., 2009.



## Chapitre V : Essais dynamiques en fatigue

### V.1 Introduction

Ce chapitre est consacré à l'étude expérimentale des propriétés en fatigue des deux composites taffetas verre/Elium®. En pratique, les structures composites sont souvent soumises à des chargements de nature cyclique. Leur ruine dépend alors des mécanismes gouvernant le développement et l'accumulation de l'endommagement. Cet endommagement peut être initié dans différentes régions de la microstructure du composite, notamment à l'interface fibre-matrice [1], [2]. Les propriétés en fatigue dépendront alors considérablement de la qualité de l'adhésion des fibres sur la matrice et donc de l'ensimage [3]–[6].

Classiquement, les propriétés en fatigue des matériaux de structures sont étudiées en traçant les courbes de Wöhler. Toutefois, l'obtention de ces courbes nécessite la réalisation d'essais très longs à mettre en œuvre et très consommateurs d'éprouvettes. Dans le cadre de cette thèse, notre objectif est de vérifier s'il est possible de mettre en évidence et de quantifier l'influence du traitement de surface des fibres sur les propriétés en fatigue de nos composites. Il ne s'agit donc pas de déterminer des valeurs exactes de limites d'endurance. Nous avons donc mis au point une procédure expérimentale qui nous a permis d'obtenir très rapidement des résultats et qui ne nécessite qu'une seule éprouvette par type de matériau. Notre démarche peut être décomposée en deux étapes :

- Mesures d'auto-échauffement en fatigue pour des cycles de chargements successifs d'amplitudes croissantes. Les mesures d'auto-échauffement de ce type sont couramment utilisées pour étudier l'évolution de l'endommagement apparaissant dans les matériaux composites soumis à des chargements cycliques [7]–[12].
- Traitement des données basé sur un modèle OD (aucune dépendance spatiale) de transfert thermique : nous déterminons la contrainte seuil correspondant à la transition entre deux régimes thermomécaniques que nous associerons d'abord à un comportement viscoélastique linéaire et ensuite à l'apparition d'un endommagement des matériaux.

L'organisation du chapitre est la suivante : Tout d'abord, nous présentons notre protocole expérimental et les courbes brutes d'auto-échauffement qui ont été obtenues. Ensuite, nous détaillons la démarche qui nous a permis d'imaginer une procédure originale pour traiter ces courbes d'auto-échauffement. Enfin, nous

montrons que les composites étudiés ont des comportements en fatigue significativement différents.

## **V.2 Essais de chargement cyclique : tests d’auto échauffement en fatigue**

### **V.2.1 Caractéristiques de l’essai**

#### **V.2.1.1 Caractéristiques mécaniques**

Les essais d’auto-échauffement sous sollicitation cyclique ont été réalisés avec une machine de fatigue Bose® 3000. Les éprouvettes ont une forme haltère et sont sollicitées en traction. Pour la majorité de nos expériences, les fibres sont orientées à ( $\pm 45^\circ$ ) par rapport à la direction du chargement. Il s’agit donc de la même configuration que celle correspondant à l’essai de cisaillement plan détaillé au chapitre IV. La mesure de force est obtenue à l’aide d’un capteur de capacité 3000N (Résolution < 1 Newton).

#### **V.2.1.2 Mesures thermiques**

Les champs de température sont mesurés avec une caméra thermique infrarouge FLIR® SC7000 équipée d’un détecteur 320x256 capteurs In-Sb et dotée d’un objectif de 50 mm. Dans les conditions d’observations, la résolution spatiale de la mesure en surface d’échantillon est de 600  $\mu\text{m}/\text{pixel}$ . La résolution de la mesure, c’est à dire la plus faible variation de température détectable est selon les données constructeurs, de 20mK (NEDT). Il s’agit en fait d’un niveau de bruit de mesure. Pour évaluer la température de surface de l’échantillon, le champ de température est moyenné spatialement sur un rectangle de 8x50 pixels<sup>2</sup> pris dans la partie centrale de l’éprouvette (figure V-1) où le champ de température est supposé uniforme. Le champ de mesure contient donc 400 pixels. L’analyse statistique du bruit ayant permis de vérifier qu’il est gaussien, on peut estimer que la résolution de mesure pour la température moyenne vaut ainsi  $20 \text{ mK}/\sqrt{400} \approx 1\text{mK}$ . Cette incertitude de mesure, due uniquement aux performances de la caméra, est très faible. Au regard des faibles élévations de températures qui seront mesurées pour notre étude, c’est plus à un problème de biais métrologique que l’on peut rencontrer qui, en pratique, est induit par les variations de température d’environnement de l’essai. Pour pallier ce problème, une éprouvette de référence soumise au même environnement thermique est également présente dans le champ de mesure (figure V-1). L’augmentation de la température de l’échantillon est calculée en soustrayant la température moyenne mesurée sur l’échantillon étudié, de celle obtenue sur l’éprouvette de référence. Cette procédure permet donc de s’affranchir du principal biais de mesure auquel on peut être confronté.

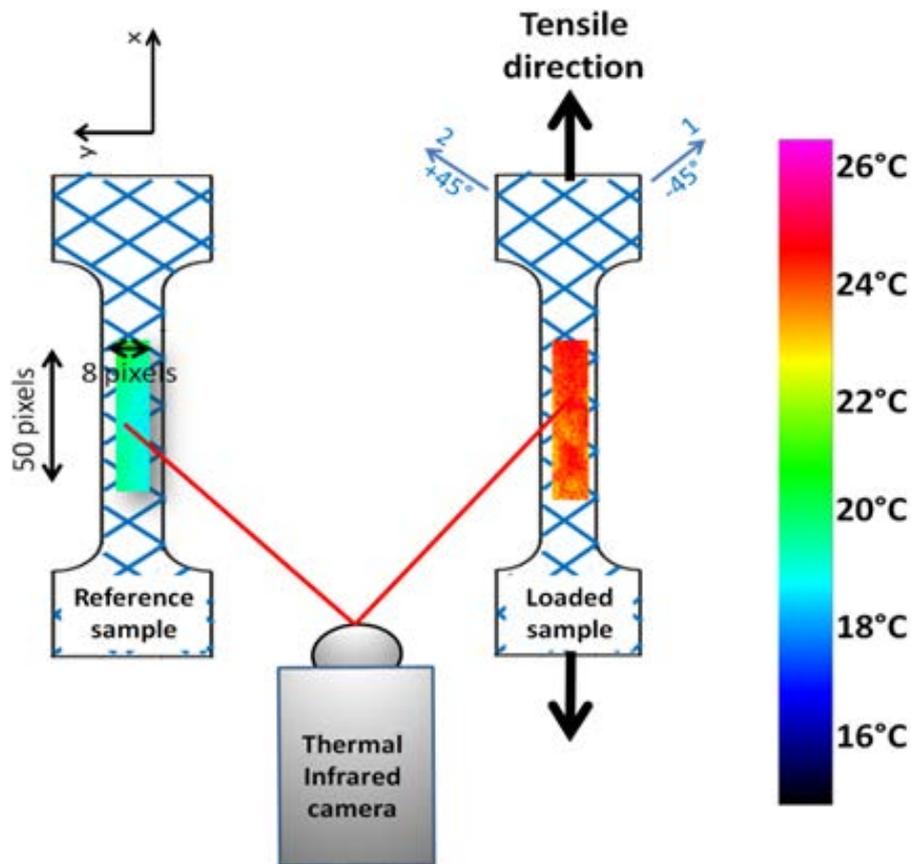


Figure V-1 : Protocole d'auto-échauffement sous fatigue.

## V.2.2 Protocole expérimental

Les éprouvettes sont soumises à une succession de « blocs » de chargement. Un bloc de chargement se décompose de la façon suivante :

- 1) une première étape de 2000s pendant laquelle une force cyclique (et donc une contrainte macroscopique cyclique) est appliquée :

$$\begin{cases} F = F^{MAX} \left( \frac{1}{2} - \frac{1}{2} \cos(2\pi ft) \right) \\ \sigma_{12}^{ma} = \sigma_{12}^{ma,MAX} \left( \frac{1}{2} - \frac{1}{2} \cos(2\pi ft) \right) \\ \sigma_{xx}^{ma} = \sigma_{xx}^{ma,MAX} \left( \frac{1}{2} - \frac{1}{2} \cos(2\pi ft) \right) \end{cases} \quad (1)$$

avec :

- $f = 1\text{hz}$  : fréquence d'excitation
- $F^{MAX}$  : valeur maximale de la force

- $\sigma_{12}^{ma,MAX} = \frac{F^{MAX}}{2S}$  : contrainte macroscopique maximale de cisaillement. C'est le paramètre macroscopique que nous utiliserons pour caractériser l'effort appliqué lorsque les fibres sont orientées à ( $\pm 45^\circ$ ) (comme dans l'essai de cisaillement plan, du (§ IV.2.4).
  - $\sigma_{xx}^{ma,MAX} = \frac{F^{MAX}}{S}$  : contrainte macroscopique maximale de traction. C'est le paramètre macroscopique utilisé pour caractériser l'effort appliqué lorsque les fibres sont orientées à  $0^\circ/90^\circ$ .
- 2) Une seconde étape de 600s correspondant à une « phase de repos » pendant laquelle la force est nulle ( $F = 0$ ).

Entre deux blocs de chargement, l'amplitude de l'effort  $F^{MAX}$  est augmentée (et donc également celle de  $\sigma_{12}^{ma,MAX}$  et de  $\sigma_{xx}^{ma,MAX}$ ). Sur la figure V-2 (partie inférieure), nous avons représenté schématiquement la succession de deux blocs de chargement qui ont été appliqués à un taffetas verre/Elium<sup>®</sup>/MC (ensimage multicompatible). Dans un souci de lisibilité, les sinusoïdes représentées sur cette figure ne représentent évidemment pas les signaux à leur fréquence réelle de 1Hz. Durant l'intégralité de l'essai, les champs de température sur l'éprouvette sollicitée et sur l'éprouvette de référence sont mesurés par thermographie infrarouge. Les températures moyennes correspondantes sont respectivement notées :  $T^{spe}$  et  $T^{ref}$ .  $\Delta T$  est la différence entre ces deux températures :  $\Delta T = T^{spe} - T^{ref}$ . La mesure de température est moyennée temporellement sur une période de 15s afin d'éliminer les variations cycliques rapides (fréquence  $f = 1\text{hz}$ ) de température qui sont induites par la thermoélasticité. La succession des blocs de chargement se poursuit jusqu'à rupture de l'éprouvette.

Sur la partie supérieure de la figure V-2 nous donnons à titre indicatif une évolution possible de  $\Delta T$  associée aux deux blocs de chargements représentés en partie inférieure. Durant le premier bloc de chargement,  $\Delta T$  augmente et se stabilise à une valeur limite  $\Delta T^s$  qui est atteinte après environ 8 ou 9 minutes d'essai (figure V-2) et correspond à l'état stationnaire du problème de transfert thermique. La valeur de  $\Delta T^s$  augmente pour chaque bloc de chargement puisque l'effort appliqué est croissant. L'essai d'auto-échauffement complet permet alors d'obtenir la courbe  $\Delta T^s = f(\text{effort appliqué})$  où l'effort appliqué considéré sera  $\sigma_x^{ma,MAX}$  lorsque les fibres seront orientées à  $0^\circ/90^\circ$  par rapport à l'axe de traction et  $\sigma_{12}^{ma,MAX}$  lorsque les fibres seront orientées à  $\pm 45^\circ$  par rapport à l'axe de traction.

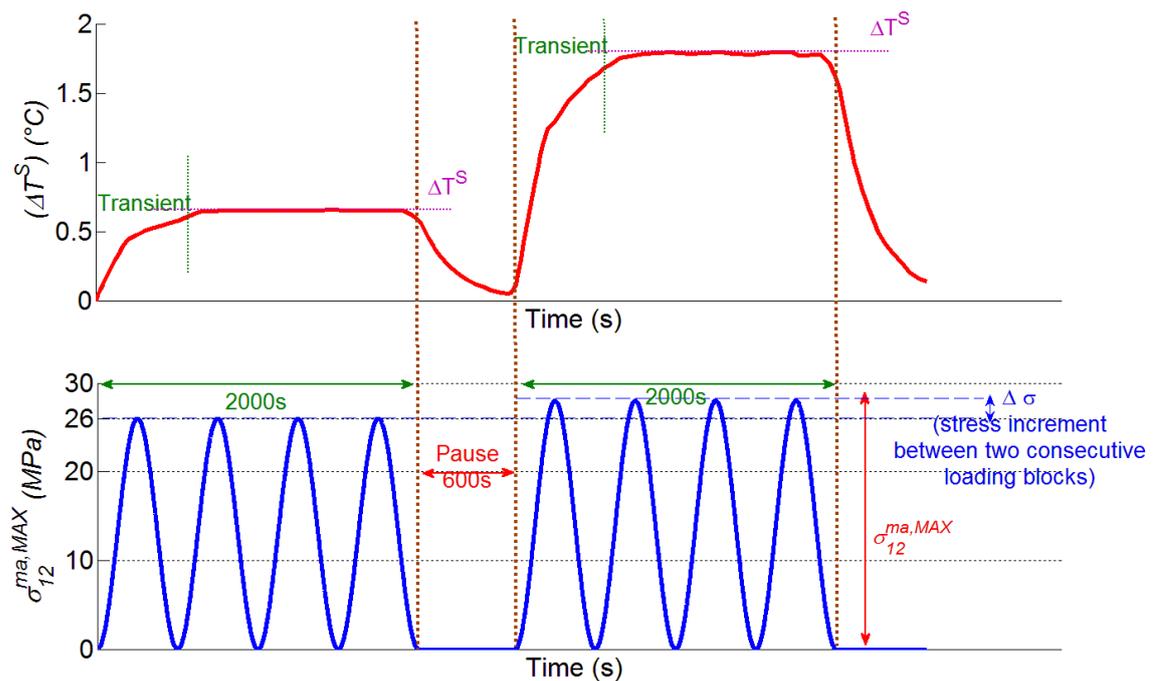


Figure V-2 : Evolution de  $\Delta T^S$  au cours de deux blocs de chargement correspondant à  $\sigma_{12}^{ma,MAX} \approx 26 \text{ MPa}$  puis  $\sigma_{12}^{ma,MAX} \approx 28 \text{ MPa}$ .

### V.2.3 Analyse des courbes d'auto-échauffement.

#### Influence de l'orientation des fibres

Bien que nous présentions essentiellement des résultats pour des éprouvettes en configuration  $\pm 45^\circ$ , nous avons initialement réalisé ces expériences d'auto-échauffement pour des configurations  $0^\circ/90^\circ$ . Sur la figure V-3 nous avons donc tracé les courbes représentant  $\Delta T^S$  en fonction de la contrainte appliquée pour ces deux configurations soit respectivement  $\Delta T^S = f(\sigma_{12}^{ma,MAX})$  et  $\Delta T^S = f(\sigma_{xx}^{ma,MAX})$ . Les courbes de la figure V-3 ont été obtenues pour le matériau MC et pour une même fréquence d'excitation de 1Hz. En configuration  $0^\circ/90^\circ$ , l'augmentation de température est toujours très faible : environ  $0,5^\circ\text{C}$  à la fin de l'essai. Les résultats sont difficilement exploitables pour extraire une information en termes de transition de régime thermomécanique, sauf à multiplier les expériences et à appliquer un traitement statistique. Nous avons eu l'idée de refaire ces essais en configuration  $\pm 45^\circ$  après avoir réalisé nos essais monotones en cisaillement plan au cours desquels nous avons pu mettre en évidence l'apparition et le développement d'un endommagement sévère dans certaines régions de la mésostructure du composite. A cet endommagement étaient associées des mesures locales de déformation apparente très élevées (§ IV.2.5.2). Dans le cas de la configuration  $0^\circ/90^\circ$  au contraire, les champs de déformation obtenus par corrélation d'images n'avaient révélé aucune région spécifique correspondant à des augmentations importantes de la déformation.

L'orientation des fibres par rapport à la direction de chargement a clairement une influence très importante sur les processus d'endommagement des composites taffetas:

- Pour l'essai de traction avec des orientations à  $0^\circ/90^\circ$  pour les fibres, le niveau d'endommagement reste modéré avant la ruine finale de l'éprouvette par rupture des fibres à  $0^\circ$  autour d'une contrainte globale d'environ 140 MPa (figure V-3)
- Pour l'essai de traction avec des orientations à  $\pm 45^\circ$  pour les fibres (cisaillement plan), un endommagement sévère et progressif commence à se développer bien avant la ruine finale de l'éprouvette (chapitre IV).

Les essais d'auto-échauffement pour la configuration  $\pm 45^\circ$  conduisent cette fois à des augmentations de température plus significatives (de l'ordre de  $4^\circ\text{C}$  à la fin de l'essai). Cette valeur est 10 fois plus importante que celle obtenue pour des orientations de fibres à  $0^\circ/90^\circ$  et permet de repérer clairement un changement de régime sur la courbe d'auto-échauffement. Notons qu'une petite partie de l'auto-échauffement globale provient des propriétés viscoélastiques de nos composites qui sont plus importantes lorsque les fibres sont orientées à  $\pm 45^\circ$ . Cet effet pourra être quantifié grâce à l'analyse présentée dans le paragraphe suivant.

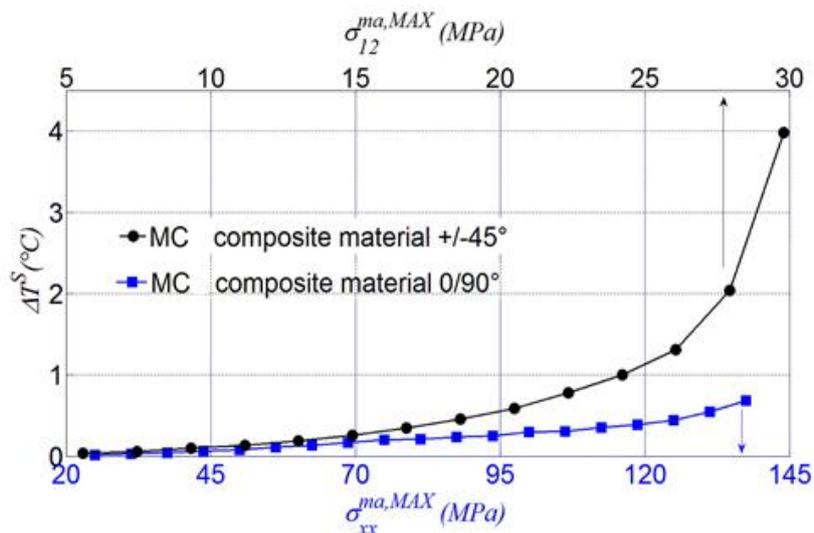


Figure V-3 : Courbes  $\Delta T^s = f(\sigma_{12}^{ma,MAX})$  (éprouvette avec fibres orientées à  $\pm 45^\circ$ ) et  $\Delta T^s = f(\sigma_{xx}^{ma,MAX})$  (éprouvette avec fibres orientées à  $0^\circ/90^\circ$ ) pour le matériau MC.

#### Courbes d'auto-échauffement en échelle logarithmique

Sur la figure V-4, nous avons tracé nos courbes d'auto-échauffement en échelle logarithmique ( $\log_{10}(\Delta T^s) = f(\log_{10}(\sigma_{12}^{ma,MAX}))$ ) pour les composites Ac et MC. En représentant nos résultats sous cette forme, nous pouvons clairement mettre en évidence deux régimes distincts :

- 1) Aux faibles niveaux de contrainte, la dépendance de  $\log_{10}(\Delta T^s)$  par rapport à  $\log_{10}(\sigma_{12}^{ma,MAX})$  est linéaire avec une pente proche de 2 (pente=2.08 pour le matériau MC et pente=2.03 pour le matériau Ac).  $\Delta T^s$  est donc approximativement proportionnelle à  $(\sigma_{12}^{ma,MAX})^2$
- 2) Pour les niveaux de contrainte élevés, la dépendance de  $\log_{10}(\Delta T^s)$  devient clairement non linéaire par rapport à  $\log_{10}(\sigma_{12}^{ma,MAX})$ .

La valeur de la contrainte seuil correspondant à la transition entre les deux régimes mis en évidence sur les courbes de la figure V-4 est différente pour les deux matériaux. Ces valeurs valent approximativement :  $\sigma_{12}^{ma,MAX} \approx 21.4 MPa$ , pour le matériau MC et  $\sigma_{12}^{ma,MAX} \approx 26.3 MPa$  pour le matériau Ac.

Dans la suite, nous avons essayé de dégager une interprétation physique permettant d'expliquer les deux régimes observables sur les courbes de la figure V-4. Le cadre d'interprétation repose sur :

- 1) Des travaux montrant dans le cadre d'essais de fluage qu'à faibles niveaux de contrainte, le comportement mécanique de certains composites tissés à matrice thermoplastiques peut être décrit à l'aide d'un modèle viscoélastique linéaire [13],[14].
- 2) Des travaux antérieurs menés au sein de l'équipe sur d'autres matériaux [15] qui par une approche thermodynamique de la viscoélasticité linéaire, permettent de détecter la contrainte seuil marquant la fin de ce régime et l'apparition d'un autre régime où s'activent les mécanismes d'endommagement.

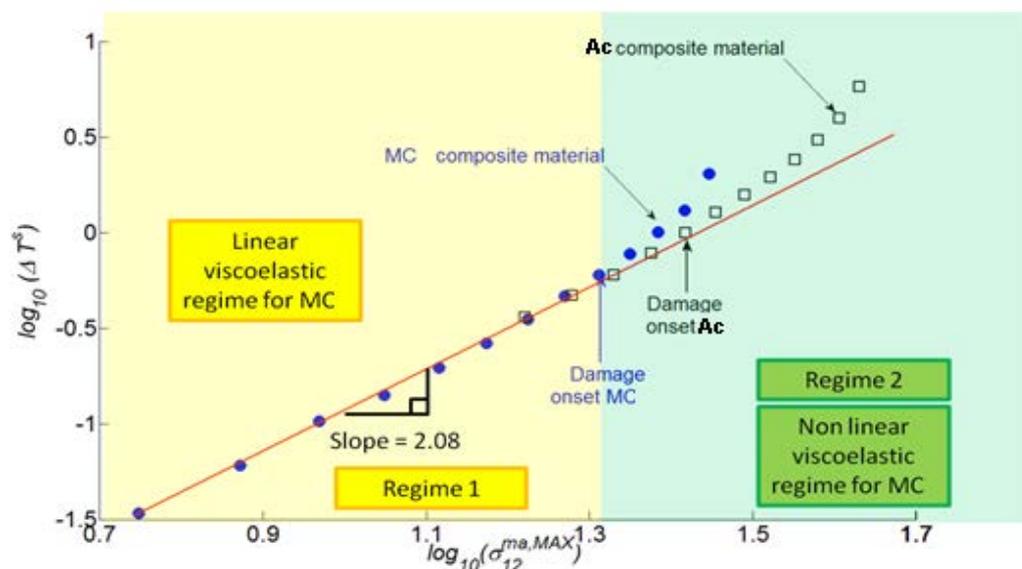


Figure V-4 : Courbe  $\log_{10}(\Delta T^s) = f(\log_{10}(\sigma_{12}^{ma,MAX}))$  pour les matériaux MC et Ac (éprouvettes avec fibres orientées à  $\pm 45^\circ$ ).

### V.2.4 Relation théorique entre $\Delta T^S$ et $\sigma_{12}^{ma,MAX}$ dans le régime viscoélastique linéaire.

Nous avons vu que le premier régime observable sur les courbes d'auto-échauffement correspond à une relation de proportionnalité entre  $\Delta T^S$  et  $(\sigma_{12}^{ma,MAX})^2$ . Il est possible de retrouver ce résultat de façon théorique en supposant que le comportement mécanique de nos composites est viscoélastique linéaire.

#### V.2.4.1 Proportionnalité entre $q$ et $\sigma_{12}^{ma,MAX}$

La puissance moyenne dissipée par unité de volume au cours d'un cycle est donnée :

$$\left\{ \begin{array}{l} q = \frac{1}{T_0} \int_{nT_0}^{(n+1)T_0} \underline{\underline{\sigma^{ma}}} : \underline{\underline{\dot{\varepsilon}^{ma}}} dt \\ \text{ou} \\ q = \frac{1}{T_0} \int_{nT_0}^{(n+1)T_0} \sigma_{xx}^{ma} \dot{\varepsilon}_{xx}^{ma} dt : \text{ en projection sur le repère (x, y) } \end{array} \right. \quad (2)$$

avec :

- $T_0 = \frac{1}{f}$
- $\sigma_{xx}^{ma} = \frac{\sigma_{xx}^{ma,MAX}}{2} (1 - \cos(2\pi ft))$ .

La sollicitation en contrainte correspond donc à la somme d'une partie statique et d'une partie sinusoïdale. Dans le cadre de la viscoélasticité linéaire, il est possible de calculer indépendamment la réponse en déformation à ces deux sollicitations. Chacun des deux termes dépend alors linéairement de  $\sigma_{12}^{ma,MAX}$ . Le régime transitoire affectant la partie sinusoïdale est éliminé après quelques cycles. La déformation totale  $\varepsilon_{xx}^{ma}$  et sa dérivée par rapport au temps  $\frac{d\varepsilon_{xx}^{ma}}{dt}$  peuvent alors s'écrire :

$$\left\{ \begin{array}{l} \varepsilon_{xx}^{ma} = \left( \frac{\sigma_{xx}^{ma,MAX}}{2} \right) \left[ J(t) - \sqrt{J'^2 + J''^2} \cos(2\pi ft - \delta) \right] \\ \frac{d\varepsilon_{xx}^{ma}}{dt} = \left( \frac{\sigma_{xx}^{ma,MAX}}{2} \right) \left[ \frac{dJ}{dt} + 2\pi f \sqrt{J'^2 + J''^2} \sin(2\pi ft - \delta) \right] \end{array} \right. \quad (3)$$

avec :

- $J(t)$  : fonction de relaxation,
- $J''$  : complaisance de perte (dissipative)

- $J'$  : complaisance de stockage
- $\delta$  : angle de perte.

Par ailleurs, lorsque  $t \rightarrow \infty$ ,  $\frac{dJ}{dt}$  devient constant ( $\lim_{t \rightarrow \infty} \frac{dJ}{dt} = S$ ). Dans le cas contraire le matériau subirait un fluage tertiaire, ce qui est impossible dans le cadre de la viscoélasticité linéaire. Le cas  $S=0$  correspond au cas courant où le fluage secondaire est nul. En utilisant la relation  $\sqrt{J'^2 + J''^2} \sin(\delta) = J''$ , il est facile de vérifier que lorsque  $t \rightarrow \infty$ :

$$q = \frac{1}{T_0} \int_{nT_0}^{(n+1)T_0} \sigma_{xx}^{ma} \dot{\varepsilon}_{xx}^{ma} dt = \left( \frac{\sigma_{xx}^{ma,MAX}}{2} \right)^2 \left( S + \frac{J'' \pi}{T_0} \right) \quad (4)$$

Dans le cadre de la viscoélasticité linéaire,  $q$  est donc proportionnelle à  $(\sigma_{xx}^{ma,MAX})^2$ . De plus, comme  $\sigma_{xx}^{ma,MAX} = \frac{F^{max}}{S} = 2\sigma_{12}^{ma,MAX}$ ,  $q$  est également proportionnelle à  $(\sigma_{12}^{ma,MAX})^2$ .

#### V.2.4.2 Proportionnalité entre $q$ et $\Delta T^s$

Cette relation ne peut qu'être issue d'une approche de modélisation du transfert par la thermodynamique des milieux continus. Dans le cadre des hypothèses classiques, c'est un bilan d'entropie pratiqué à l'échelle locale à partir de l'expression de la forme généralisée des lois d'état rhéologiques (relations entre toutes les variables du potentiel thermodynamique choisi: entropie, température, contrainte, déformation, variables internes...) qui permet de formaliser une équation de la chaleur faisant apparaître un terme source avec toutes ses composantes. Le flux d'entropie échangé avec l'extérieur du volume élémentaire représentatif de l'état local est considéré suivre la loi de Fourier qui fait naturellement apparaître le laplacien de la température. Dans le cas d'un système dont on considèrera la température relativement homogène (ce qui est le cas pour une zone macroscopique en surface de l'éprouvette), on tombe dans l'approximation triviale dite du "petit corps". La densité surfacique du flux échangé par diffusion est faible et s'approxime par  $\frac{\Delta T}{\tau}$  en rapportant cet échange sur un volume de capacité calorifique donné. On obtient alors un modèle de transfert thermique qualifié de 0D (aucune dépendance spatiale), et on peut montrer [15] que l'équation de la chaleur, moyennée sur un cycle, peut être réécrite sous la forme purement différentielle :

$$\frac{d[\Delta T]}{dt} + \frac{\Delta T}{\tau} = \frac{q}{\rho c} \quad (5)$$

Avec :

- $\rho$  : masse volumique moyenne du composite
- $c$  : chaleur spécifique moyenne du composite
- $\tau$  est une constante de temps donnée par :  $\tau = \frac{\rho c e l}{2h.(e+l)}$
- $h$  : coefficient d'échange thermique
- $e$  : épaisseur de l'éprouvette
- largeur de l'éprouvette.

Jégou et al. [12] ont détaillé la démarche complète permettant d'aboutir à cette équation. Meshaka et al. [15] ont également établi ce résultat à partir d'un modèle thermodynamique complet, développé dans l'hypothèse d'un transfert de chaleur 1D finalement dégénéré par approximation 0D [15].

En supposant que  $q$  est constant, la solution de l'équation 5 est :

$$\left\{ \begin{array}{l} \Delta T = \Delta T^s \left( 1 - e^{-\frac{t}{\tau}} \right) \\ \text{avec} \\ \Delta T^s = \frac{q\tau}{\rho c} \end{array} \right. \quad (6)$$

On notera que la valeur de  $\tau$  peut être déterminée expérimentalement à partir du régime transitoire observable la courbe  $\Delta T(t)$  dans la phase de refroidissement figure V-2 Par lecture graphique, on obtient  $\tau \approx 180s$  lorsque  $\Delta T(\tau) = (1 - e^{-1})\Delta T^s \approx 0.63\Delta T^s$  (relation 6).

Sous l'hypothèse que le comportement de nos matériaux composites obéit à une loi viscoélastique linéaire, on a donc pu établir la relation de proportionnalité suivante entre  $\Delta T^s$  et  $(\sigma_{12}^{ma,MAX})^2$  :

$$\Delta T^s = \frac{\tau (\sigma_{12}^{ma,MAX})^2}{\rho c} \left( S + \frac{\pi J''}{T_0} \right) \quad (7)$$

Cette analyse confirme donc que la partie linéaire de pente 2 des courbes représentées sur la figure V-4 correspond bien au domaine où le comportement mécanique de nos composites peut être décrit avec une loi viscoélastique linéaire.

### V.2.4.3 Identification numérique des paramètres du modèle

A partir de l'analyse qui vient d'être développée et de nos résultats expérimentaux, il est possible d'évaluer les valeurs numériques de certains paramètres physiques entrant dans la modélisation: ici le coefficient d'échange  $h$  (qui est généralement qualifié de paramètre de nuisance parce qu'il n'est pas recherché mais doit néanmoins être identifié) ainsi que la complaisance de perte  $J''$  du matériau. A propos de ce dernier, l'idée encore une fois est de vérifier qu'à partir d'observables de natures différentes, et dans un cadre explicatif propre, nous sommes capable de retrouver des valeurs cohérentes.

#### Evaluation du coefficient d'échange thermique $h$

En utilisant la règle des mélanges ( $\rho = V_f \rho_f + V_m \rho_m$  et  $\rho c = V_f \rho_f c_f + V_m \rho_m c_m$ ) et des valeurs tabulées pour les masses volumiques des fibres et de la matrice ( $\rho_f = 2600 \text{ kgm}^{-3}$ ,  $\rho_m = 1200 \text{ kgm}^{-3}$ ,  $c_f = 720 \text{ Jkg}^{-1}\text{K}^{-1}$  et  $c_m = 1440 \text{ Jkg}^{-1}\text{K}^{-1}$ ). On peut évaluer la masse volumique moyenne et la capacité calorifique moyenne associées à nos composites. On trouve :  $\rho = 1860 \text{ kg.m}^{-3}$  et  $c = 970 \text{ J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$ . A partir de la valeur mesurée pour la constante de temps,  $\tau = 180 \text{ s}$ , il est alors possible d'estimer la valeur du coefficient d'échange thermique qui est donnée par la relation :  $h = \frac{\rho c e l}{2\tau(e+1)}$ .

Numériquement, on trouve :  $h = 13 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$ . Il s'agit d'une valeur parfaitement acceptable pour un système thermique échangeant par convection naturelle avec de l'air.

#### Evaluation de la complaisance de perte $J''$

Si le fluage secondaire est négligé ( $S = 0$ ), la relation 7 devient

$$\Delta T^s = \frac{\pi \tau J'' (\sigma_{12}^{ma,MAX})^2}{\rho c T_0} \quad (8)$$

En échelle logarithmique, l'ordonnée à l'origine de la partie linéaire des courbes de la Figure V-4 vaut alors :  $\log_{10} \left( \frac{\pi \tau J''}{\rho c T_0} \right)$ . Sur la courbe de la figure V-4, il est facile de vérifier que l'ordonnée à l'origine est très proche de  $-3$  pour le matériau MC. On obtient presque la même valeur pour le matériau Ac. Pour les courbes de la Figure V-4, la contrainte avait été exprimée en  $MPa$ . Avec l'équation 8, on voit que l'unité de  $J''$  est alors le  $pPa$  (*picoPascal*)  $\rho$ ,  $c$ ,  $\tau$  et  $T_0$  étant exprimés en unités internationales. On trouve donc  $J'' = 3,2 \text{ pPa}$  ou encore  $J'' = 3,2 \cdot 10^{-12} \text{ Pa}$ . Dans le chapitre VI, nous montrerons que nous retrouverons approximativement cette valeur en réalisant une

mesure indépendante obtenue à partir d'une expérience d'analyse mécanique dynamique.

### Conclusion

L'analyse de nos mesures auto-échauffement sous fatigue a permis de montrer que  $\Delta T^s$  est proportionnelle au carré de  $(\sigma_{12}^{ma MAX})$  dans le domaine viscoélastique linéaire. Par ailleurs, la limite du domaine viscoélastique linéaire peut être associée à l'apparition de l'endommagement au sein d'un composite à matrice thermoplastique [14], [15]. En nous basant sur ces résultats, nous avons pu mettre au point un traitement spécifique qui nous a permis de mettre en évidence des différences significatives pour le comportement en fatigue de nos composites.

### V.2.5 Principe du traitement des données.

Dans ce paragraphe nous présentons un traitement spécifique simple que nous avons utilisé pour analyser nos courbes d'auto-échauffement. Le but est de mettre en évidence un seuil de contrainte (ou de déformation) macroscopique à partir duquel le comportement du matériau ne peut plus être décrit en utilisant une loi viscoélastique linéaire. Ce seuil correspond à l'apparition de l'endommagement au sein du matériau.

Sur la figure V-4, nous avons représenté la courbe brute  $\Delta T^s = f(\Delta\sigma_{12}^{ma MAX})^2$  correspondant à nos  $n$  points de mesure. Nous voulons déterminer si l'hypothèse d'un comportement viscoélastique linéaire est valide pour la  $i^{ème}$  mesure. Nous utilisons une procédure en deux étapes :

- Premièrement nous modélisons les  $i - 1$  premiers points avec l'équation  $\Delta T^s = A(\Delta\sigma_{12}^{ma MAX})^2$ . La constante  $A$  est déterminée par ajustement.
- Dans la seconde étape, nous évaluons si le  $i^{ème}$  point de mesure appartient ou non au modèle linéaire calculé pour les  $i - 1$  premiers points. Le critère de sélection repose sur l'écart entre le modèle et la  $i^{ème}$  mesure soit :  

$$G(i) = \Delta T^s(i) - A(\Delta\sigma_{12}^{ma MAX}(i))^2.$$

Lorsque la valeur de la variable  $G(i)$  est significativement différente de 0 (lorsqu'elle devient significativement supérieure à la variance sur les résidus d'identification que l'on fera correspondre directement à celle sur le bruit de mesure), nous pourrons considérer que l'hypothèse d'un comportement viscoélastique linéaire n'est plus valide pour le  $i^{ème}$  point de mesure. La procédure est schématiquement résumée sur la figure V-5

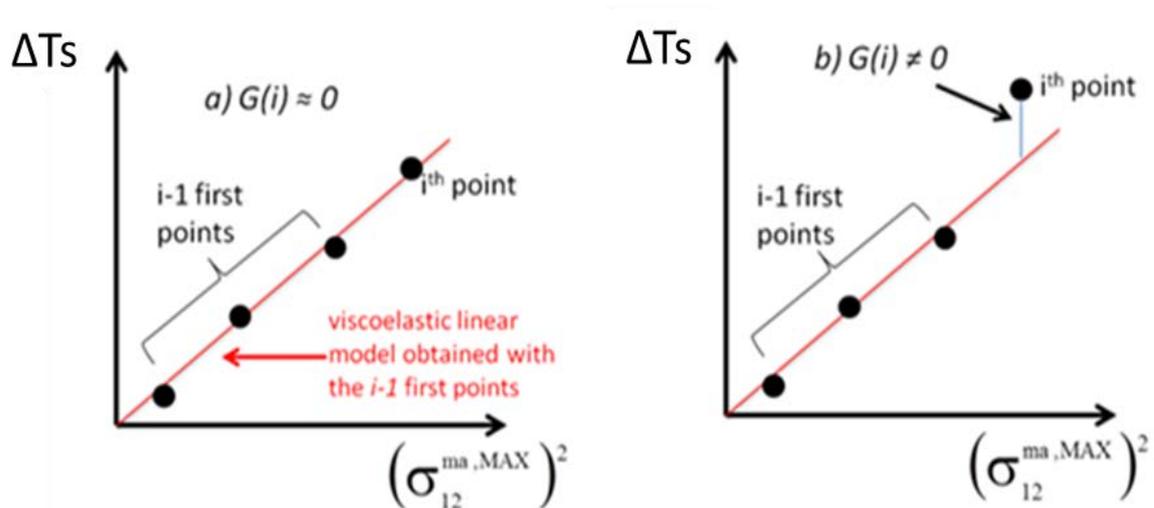


Figure V-5 : Principe schématique du traitement des courbes d'auto-échauffement  
 a) Modèle viscoélastique applicable au  $i^{\text{ème}}$  point de mesure. b) Modèle viscoélastique non applicable au  $i^{\text{ème}}$  point de mesure.

## V.2.6 Résultats et interprétation des courbes expérimentales.

Sur la figure V-6 nous présentons donc les courbes  $G(\Delta\sigma_{12}^{\text{ma MAX}})$  obtenues pour les matériaux composites MC et Ac. Pour enrichir notre analyse, nous avons également étudié des éprouvettes correspondant à un composite pour lequel les fibres avaient été débarrassées de leur apprêt (ensimage) avant la mise en œuvre du matériau (composite NS voir chapitre III).

L'aspect général des courbes est globalement le même pour les trois matériaux composites analysés: les mêmes signatures thermomécaniques sont toujours observées. Cependant, les courbes sont clairement décalées : le niveau de contrainte seuil à partir duquel la variable  $G$  devient significativement différente de 0 dépend clairement de la résistance fibre-matrice. Dans le cas du composite AC, la valeur de  $G$  commence à sortir significativement du niveau de bruit pour des valeurs de la contrainte macroscopique de l'ordre de  $\sigma_{12}^{\text{ma MAX}} = 25 - 30$  MPa. La valeur seuil  $G^S=0,15^\circ$  (voir figure V-6) a été déterminée en prenant la valeur des résidus pour les premiers points qui n'appartiennent clairement plus au modèle linéaire (points indiqués par « damage onset » sur la figure V-4). Le développement de l'endommagement est alors suffisant pour provoquer une augmentation importante de la température. On peut remarquer que ce seuil,  $\sigma_{12}^{\text{ma MAX}} = 25 - 30$  MPa, correspond approximativement au niveau de contrainte pour lequel il avait été également possible de détecter l'apparition de l'endommagement à partir de l'analyse des champs de déformation obtenus au cours de nos essais de traction monotone à  $\pm 45^\circ$  (figure IV-17).

Le décalage entre les courbes correspondant au matériau Mc et au matériau Ac vaut environ 4,2 MPa. En considérant que les propriétés en fatigue de nos composites dépendent essentiellement des valeurs d'apparition de l'endommagement, cela correspond à une amélioration de 17% de la limite d'endurance. L'application sur les fibres d'un agent de couplage spécifiquement développé pour les composites à résine Elium® (ensimage acrylique) apporte donc une amélioration significative des propriétés en fatigue par rapport au cas où un agent de couplage non spécifique aurait été utilisé (matériau composite à ensimage multi-compatible). Rappelons que pour les essais monotones, la différence entre les valeurs de la résistance au cisaillement  $\sigma_{12}^R$  n'était que de 4%.

En comparant les matériaux Ac et NS, nous trouvons une amélioration de 22% des propriétés en fatigue. Enfin, nous pouvons remarquer que le comportement en fatigue du matériau MC est meilleur que celui correspondant au matériau NS (sans ensimage). L'utilisation d'un agent de couplage qui n'est pas spécifique aux résines acryliques permet malgré tout d'améliorer la résistance fibre-matrice.

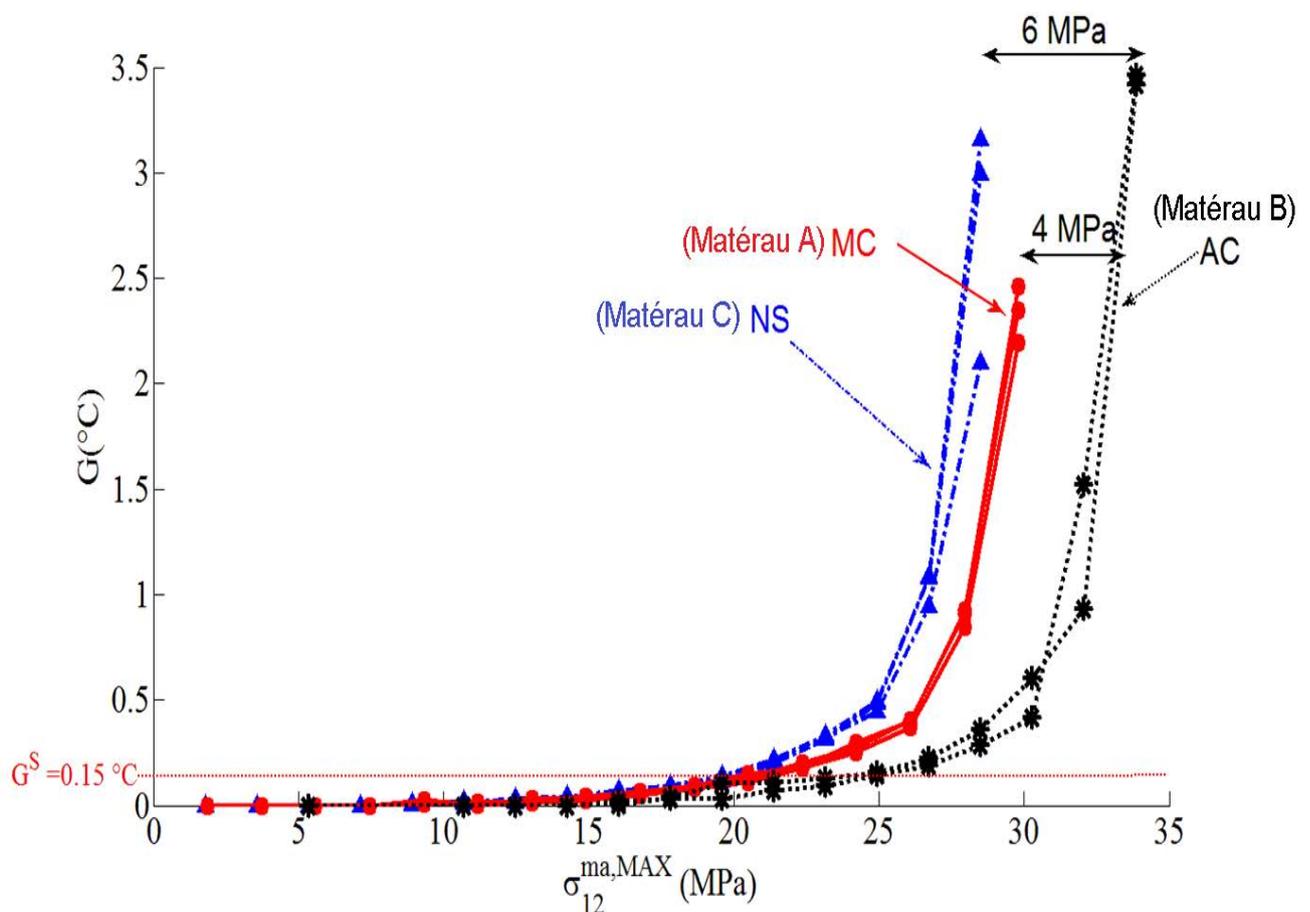


Figure |V-6 : Détection du seuil d'endommagement par auto-échauffement sous fatigue pour les composites MC, Ac et NS.

### V.3 Conclusion

Nous avons analysé expérimentalement l'influence de la qualité de l'adhésion fibre-matrice sur le comportement mécanique de nos composites en réalisant des essais d'auto-échauffement sous sollicitation cyclique. Les essais ont été effectués essentiellement pour des éprouvettes pour lesquelles les fibres étaient orientées à  $\pm 45^\circ$  par rapport à la direction de chargement. En développant une procédure originale pour traiter nos résultats d'auto-échauffement, nous avons pu obtenir les résultats suivants :

- Pour les faibles niveaux de contrainte, le comportement mécanique de nos composites peut être décrit dans le cadre de la viscoélasticité linéaire. Pour les niveaux de contrainte plus élevés un fort auto-échauffement a pu être mesuré que nous avons associé au développement d'un endommagement sévère au sein du matériau.
- La contrainte seuil correspondant à la transition "comportement viscoélastique linéaire - endommagement" dépend fortement de la résistance fibre-matrice.
- L'utilisation de l'ensimage « spécial acrylate » apporte une amélioration des propriétés en fatigue de l'ordre de 17 % comparativement au cas d'un ensimage « multicompatible ». En reprenant nos résultats du chapitre précédent, cela montre que, pour nos composites taffetas verre/Elium® sollicités dans leur plan, l'influence de la qualité de la résistance fibre-matrice sur les propriétés mécaniques est beaucoup plus facile à mettre en évidence pour des sollicitations en fatigue que pour des sollicitations statiques.
- L'auto-échauffement est beaucoup plus important pour des orientations de fibres à  $\pm 45^\circ$  par rapport à l'axe de traction que pour des orientations  $0^\circ/90^\circ$ . Ce résultat est en bon accord avec le développement d'un endommagement sévère que nous avons pu mettre en évidence au cours de nos essais monotones en cisaillement plan au chapitre précédent.

## Bibliographie

- [1] D. S. de Vasconcellos, F. Touchard, and L. Chocinski-Arnault, "Tension–tension fatigue behaviour of woven hemp fibre reinforced epoxy composite: A multi-instrumented damage analysis," *Int. J. Fatigue*, vol. 59, pp. 159–169, Feb. 2014.
- [2] D. Lariviere, P. Krawczak, C. Tiberi, and P. Lucas, "Interfacial properties in commingled yarn thermoplastic composites. Part I: Characterization of the fiber/matrix adhesion," *Polym. Compos.*, vol. 25, no. 6, pp. 577–588, Dec. 2004.
- [3] G. Shih and L. Ebert, "The effect of the fiber/matrix interface on the flexural fatigue performance of unidirectional fiberglass composites," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 28, no. 2, pp. 137–161, 1987.
- [4] J. Gassan and A. K. Bledzki, "The influence of fiber-surface treatment on the mechanical properties of jute-polypropylene composites," *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 28, no. 12, pp. 1001–1005, Jan. 1997.
- [5] N. S. Broyles, K. N. E. Verghese, S. V. Davis, H. Li, R. M. Davis, J. J. Lesko, and J. S. Riffle, "Fatigue performance of carbon fibre/vinyl ester composites: the effect of two dissimilar polymeric sizing agents," *Polymer*, vol. 39, no. 15, pp. 3417–3424, Jul. 1998.
- [6] J. Gassan, "A study of fibre and interface parameters affecting the fatigue behaviour of natural fibre composites," *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 33, no. 3, pp. 369–374, Mar. 2002.
- [7] K. Noda, A. Takahara, and T. Kajiyama, "Fatigue failure mechanisms of short glass-fiber reinforced nylon 66 based on nonlinear dynamic viscoelastic measurement," *Polymer*, vol. 42, no. 13, pp. 5803–5811, Jun. 2001.
- [8] S. D. Pandita, G. Huysmans, M. Wevers, and I. Verpoest, "Tensile fatigue behaviour of glass plain-weave fabric composites in on- and off-axis directions," *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 32, no. 10, pp. 1533–1539, Oct. 2001.
- [9] S. D. Pandita and I. Verpoest, "Tension–tension fatigue behaviour of knitted fabric composites," *Compos. Struct.*, vol. 64, no. 2, pp. 199–209, May 2004.

- [10] J. A. Casado, I. Carrascal, J. A. Polanco, and F. Gutiérrez-Solana, "Fatigue failure of short glass fibre reinforced PA 6.6 structural pieces for railway track fasteners," *Eng. Fail. Anal.*, vol. 13, no. 2, pp. 182–197, Mar. 2006.
- [11] M. Naderi, A. Kahirdeh, and M. M. Khonsari, "Dissipated thermal energy and damage evolution of Glass/Epoxy using infrared thermography and acoustic emission," *Compos. Part B Eng.*, vol. 43, no. 3, pp. 1613–1620, Apr. 2012.
- [12] L. Jegou, Y. Marco, V. Le Saux, and S. Calloch, "Fast prediction of the Wöhler curve from heat build-up measurements on Short Fiber Reinforced Plastic," *Int. J. Fatigue*, vol. 47, pp. 259–267, Feb. 2013.
- [13] S. V. Rangaraj and L. V. Smith, "The nonlinearly viscoelastic response of a wood-thermoplastic composite," *Mech. Time-Depend. Mater.*, vol. 3, no. 2, pp. 125–139, 1999.
- [14] L. V. Smith and Y. J. Weitsman, "The visco-damage mechanical response of swirl-mat composites," *Int. J. Fract.*, vol. 97, no. 1–4, pp. 301–319, 1999.
- [15] Y. Meshaka, A. Galtier, S. André, and C. Cunat, "Thermomechanical coupling and DNLR formalism. Study of steel behavior under mechanical cyclic loadings," *Int. J. Mech. Sci.*, vol. 49, no. 5, pp. 597–607, May 2007.



## Chapitre VI : Analyse des propriétés du polymère dans le composite

### VI.1 Introduction

Dans la première partie de ce chapitre, nous présentons les expériences de spectroscopie mécanique (ou Dynamical Mechanical Analysis, DMA) que nous avons réalisées sur nos composites. Notre objectif initial était d'obtenir une mesure de la complaisance de perte  $J''$  afin de la comparer avec la valeur qui avait pu être calculée indépendamment à partir de nos mesures d'auto-échauffement en fatigue (chapitre V - § V.2.4.3). Par ailleurs, nous avons essayé de retrouver les valeurs des modules complexes mesurés par DMA pour nos composites à partir des propriétés spécifiques des fibres et de la résine ainsi que de certains modèles micromécaniques et du principe de correspondance présentés au chapitre I. Pour des orientations de fibres pour lesquelles les propriétés du composite dépendent fortement de celles du polymère, nous avons trouvé un écart significatif entre les valeurs calculées et celles directement issues de l'expérience. Nous avons alors été conduits à émettre l'hypothèse que les propriétés « moyennes » du polymère au sein du composite pourraient être sensiblement différentes de celles du polymère brut. L'existence d'une interphase de volume non négligeable à la frontière fibre-matrice pourrait être compatible avec cette hypothèse. Aussi, pour sonder les propriétés locales du polymère au sein du composite, nous avons réalisé une campagne de mesure par nano-indentation.

### VI.2 Dispositif expérimental de DMA

#### VI.2.1 Caractéristiques de l'essai

Les modules complexes de nos composites ont été mesurés par DMA à l'aide d'une machine de fatigue Bose 3000. Les éprouvettes ont une forme rectangulaire (150 \* 12 \* 4). La sollicitation mécanique est réalisée en flexion 3 points à la même fréquence que celle utilisée pour nos essais d'auto-échauffement en fatigue (1 Hz). On notera que pour un stratifié pour lequel toutes les couches ont la même orientation, le module de flexion est égal au module de traction selon la direction de la longueur de l'éprouvette [1]. La distance entre les appuis est de 150 mm. L'amplitude de la force sinusoïdale appliquée au centre de l'éprouvette est de 5 N. L'expérience s'est déroulée à température ambiante. Les mesures ont été obtenues pour les trois configurations suivantes (figure VI-1):

- Composites Ac et MC avec fibres orientées à 0° (chaîne) et 90° (trame) par rapport à la longueur de l'échantillon.

- Composites Ac et MC avec fibres orientées à  $\pm 45^\circ$ .
- Eprouvette constituée seulement de résine Elium®.

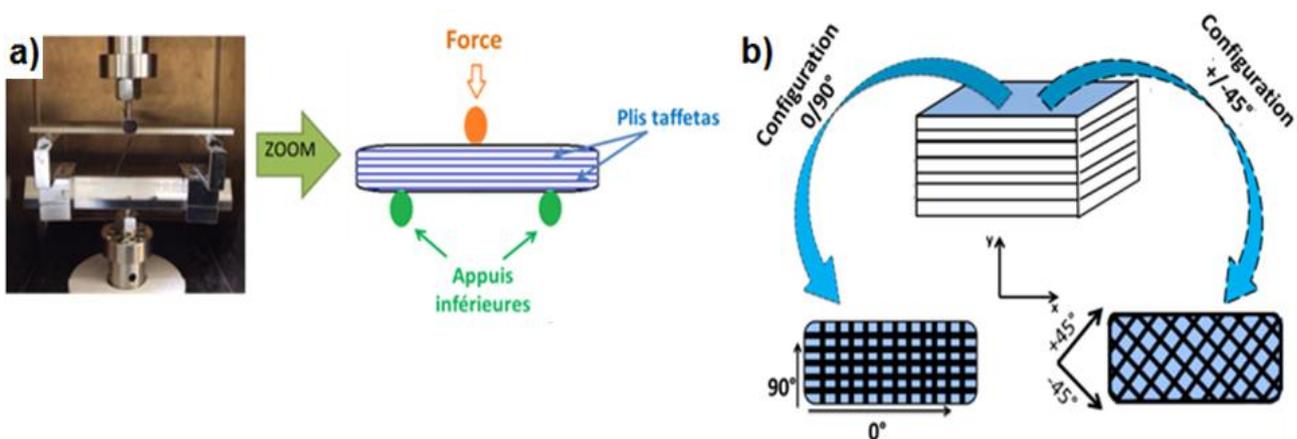


Figure VI-1 : a) Dispositif expérimental de flexion 3 points. b) représentation schématique des configurations à  $0^\circ/90^\circ$  et  $\pm 45^\circ$ .

## VI.2.2 Résultats

Le tableau VI-1 donne les valeurs des mesures de modules complexes  $|E^*|$  et du facteur de perte  $\tan(\delta)$  suivant les différentes configurations d'essais (composite  $0^\circ/90^\circ$ , composite  $\pm 45^\circ$  et matrice Elium® seule). Nous reportons également les valeurs de module de stockage  $E' = |E^*|. \cos(\delta)$  et de module de perte  $E'' = |E^*|. \sin(\delta)$  qui en sont issues.

Par soucis de reproductibilité nous avons multiplié les essais et avons ainsi pu exprimer les écarts types associés à chaque grandeur mesurée (tableau VI-1).

matériau	$E^*$	écart-type	$E'$	écart-type	$E''$	écart-type	$\tan(\delta)$	écart-type
	(Gpa)		(Gpa)		(Gpa)			
Matériau MC	$ E_{0^\circ/90^\circ}^*  = 23.69$	0.27	23.69	0.27	0.43	0.02	0.018	0.001
Matériau MC	$ E_{45^\circ}^*  = 14.03$	0.26	14.01	0.26	0.65	0.02	0.046	0.0012
Matériau Ac	$ E_{0^\circ/90^\circ}^*  = 23.67$	0.27	23.67	0.27	0.43	0.02	0.018	0.001
Matériau Ac	$ E_{45^\circ}^*  = 14.01$	0.25	13.99	0.25	0.65	0.02	0.046	0.0012
Résine Elium®	$ E_{Elium}^*  = 3.59$	0.07	3,58	0.06	0,32	0.01	0,090	0.0032

Tableau VI-1 : Résultats expérimentaux des modules complexes obtenues par mesures DMA (fréquence : 1Hz et température : 25°C). Ecart types réalisés pour 10 mesures.

### VI.2.2.1 Analyse des résultats obtenus pour les modules complexes

A partir des résultats présentés dans le tableau VI-1, nous pouvons formuler les remarques suivantes :

- Les valeurs obtenues pour les modules de stockage des matériaux Ac et MC sont identiques (compte tenu des écarts-type sur la mesure) : comme nous l'avons déjà observé, la qualité de l'adhésion fibre-matrice affecte peu les constantes élastiques de nos composites. Idem pour les modules de perte. Ce n'est qu'au voisinage de la température de la transition vitreuse que l'influence de la qualité de l'interphase est susceptible de modifier significativement la valeur de  $\tan(\delta)$  pour les composites [2].
- L'amortissement est beaucoup plus important lorsque les fibres sont orientés à  $\pm 45^\circ$  que pour une orientation à  $0^\circ/90^\circ$  (facteur de l'ordre de 2,5). Dans le premier cas, l'influence des propriétés de la matrice sur les propriétés mécaniques globales est beaucoup plus importante. Ce résultat confirme celui que nous avons obtenu en réalisant nos essais de traction : non linéarité au début de la courbe beaucoup plus marquée pour l'orientation à  $\pm 45^\circ$  des fibres (figure IV-11) que pour l'orientation à  $0^\circ/90^\circ$  (figure IV-3).
- Les valeurs de modules de stockage et de perte de la résine pure Elium® ( $E_{Elium}^* = 3.59 \text{ GPa}$  et  $\tan(\delta) = 0.090$ ) sont compatibles avec les données disponibles dans la littérature pour les résines acryliques [3], [4].

### VI.2.2.2 Calcul de la complaisance de perte

La complaisance complexe s'écrit :  $J^* = J' - iJ'' = 1/E^*$ . Il est alors facile de vérifier que :  $J'' = E''/(E'^2 + E''^2)$ . A partir des données du tableau VI-1, l'application numérique pour le matériau Mc dans la configuration  $\pm 45^\circ$  donne :  $J'' = 3.3 * 10^{-12} \text{ Pa}$ . Pour la mesure de cette même grandeur que nous avons obtenue de façon indépendante à partir d'essais d'auto-échauffement en fatigue, nous avons trouvé :  $J'' = 3.2 * 10^{-12} \text{ Pa}$ . L'accord entre ces deux valeurs est très bon. Selon nous, ce résultat conforte la démarche présentée au chapitre précédent pour analyser nos résultats d'auto-échauffement en fatigue.

## VI.3 Utilisation de modèles micromécaniques pour prédire le module complexe des composites

Dans ce paragraphe, nous présentons la démarche que nous avons mise en œuvre pour retrouver les valeurs de modules complexes mesurées en DMA en utilisant les modèles micromécaniques.

### VI.3.1 Hypothèses générales

#### Fibres

Les fibres de verre de type E sont supposées être isotropes et avoir un comportement purement élastique ( $E_f = 73\text{Gpa}$  et  $\nu_f = 0.22$ ). Le taux volumique de fibre est  $V_f=0,47$ .

#### Matrice

La matrice est supposée être isotrope viscoélastique. Les valeurs du module de stockage et du module de perte ont été mesurées (tableau VI-1). La partie réelle du coefficient de Poisson vaut  $\nu'_{Elium} = 0.37$ . Pour estimer la valeur de la partie imaginaire  $\nu''_{Elium}$  du coefficient de Poisson, nous avons supposé que la matrice à un caractère viscoélastique en cisaillement mais purement élastique en dilatation. Cette hypothèse est très souvent adoptée pour l'étude des propriétés viscoélastiques des composites [5]–[8]. En exprimant le module de dilatation en fonction du module de Young complexe et du coefficient de poisson complexe, puis en annulant la partie imaginaire du module de dilatation obtenu, on arrive facilement à l'équation 1 :

$$\nu''_{Elium} = \frac{(1 - 2 * \nu'_{Elium}) * E''_{Elium}}{2 * E'_{Elium}} \quad (1)$$

L'application numérique donne :  $\nu''_{Elium} = -0.0116$ . Cette valeur est relativement faible. Nous l'avons prise en compte mais nous avons vérifié que la partie imaginaire du coefficient de Poisson n'a que peu d'incidence sur les résultats qui seront présentés dans la suite. La valeur négative de la partie imaginaire du coefficient de Poisson complexe traduit le fait que le coefficient de Poisson est par nature une complaisance plutôt qu'un module [9].

#### Propriétés effectives des composites

Pour approcher les valeurs du module complexe de nos composites, nous utiliserons les modèles micromécaniques associés au principe de correspondance.

### VI.3.2 Approches élémentaires de modélisation

#### VI.3.2.1 Approche issue de la littérature

Dans un premier temps, nous avons utilisé le modèle équivalent à plis croisés UD équivalent exposé au chapitre I : une couche de taffetas est remplacée par une couche composée de deux plis UD croisés équivalent (figure I-15) ayant un taux de fibre égal au taux de fibre moyen du composite initial. Les constantes élastiques dans les plis sont calculées à l'aide des différents modèles micromécaniques que nous avons eu l'occasion de présenter antérieurement : modèle CCA, modèle de Chamis et modèle de

Hopkins et Chamis. A partir du tableau I-4 du chapitre I, nous avons calculé et reporté dans le Tableau VI-2 ci-dessous, les valeurs numériques des modules de stockage et de perte obtenues pour les différents modèles. Nous y avons inclus pour faciliter l'analyse les écarts relatifs correspondants avec la valeur expérimentale trouvée par DMA.

	CCA	Ecart relatif avec expérimental(%)	Chamis	Ecart relatif avec expérimental (%)	Hopkins et chamis	Ecart relatif avec expérimental (%)
$E'_{0°/90°}$ (GPa)	23.52	<b>0.9</b>	23.5	<b>0.9</b>	22.9	<b>3.5</b>
$E''_{0°/90°}$ (GPa)	0.33	<b>23</b>	0.495	<b>13</b>	0.43	<b>0</b>
$\tan(\delta)_{0°/90°}$	0.014	<b>22</b>	0.021	<b>16</b>	0.019	<b>5.5</b>
$E'_{45}$ (GPa)	10.59	<b>32</b>	11.18	<b>25</b>	9.73	<b>44</b>
$E''_{45}$ (GPa)	0.79	<b>21</b>	0.90	<b>38</b>	0.76	<b>17</b>
$\tan(\delta)_{45}$	0.075	<b>56</b>	0.081	<b>76</b>	0.078	<b>70</b>

Tableau VI-2 : Valeurs des constantes élastiques issues des différents modèles micromécaniques pour des fibres orientées à 0°/90° et ±45° - Comparaison avec la valeur mesurée expérimentalement.

A partir de la lecture du tableau VI-2, on peut faire les commentaires suivants :

- Les valeurs du module de stockage  $E'$  obtenues à partir des différents modèles micromécaniques pour l'orientation 0°/90° des fibres sont en très bon accord avec les données expérimentales. On retrouve le module de Young obtenu expérimentalement pour un essai de traction à 0°/90° ( $E = 22.6$  GPa dans le § IV.2.1.2). Cela confirme que le modèle « plis croisés UD équivalent » permet de mesurer correctement le module d'Young du composite taffetas dans une des directions parallèles aux fibres (§ I.3.5.1). Concernant le module de perte  $E''$  les valeurs sont trop faibles et donc difficiles à comparer.
- L'utilisation du principe de correspondance permet bien de retrouver de façon qualitative l'effet de l'orientation des fibres : l'amortissement est beaucoup plus important pour une orientation de fibres à ±45° que pour une orientation 0°/90° mais,
- On observe un désaccord très important entre les valeurs mesurées et les valeurs issues des modèles pour une orientation des fibres à ±45°, notamment pour le module de stockage  $E'$ . Cette question est analysée ci-après.

### VI.3.2.2 Approche améliorée 1 (modèle OTFNU): prise en compte de la mésostructure spécifique du composite

Nous allons essayer d'améliorer ces approches dans le but d'obtenir une modélisation permettant de prédire nos résultats de mesure pour des orientations de fibres à  $\pm 45^\circ$ . Pour ce faire, nous allons prendre en compte certaines spécificités de la structure interne du composite qui sont induites par la présence du tissu.

Dans le cadre de l'élasticité, en exprimant la matrice de souplesse en membrane d'une couche taffetas dans le repère (1,2) (ici, 1=direction de la chaîne, 2= direction de la trame) puis en faisant un changement de repère correspondant à une rotation de  $45^\circ$ , on obtient assez facilement la relation suivante (2) :

$$\frac{1}{E_{45}} = \frac{1}{4} \left( \left( \frac{2 - 2\nu_{12}}{E_{0^\circ/90^\circ}} \right) + \frac{1}{G_{12}} \right) \quad (2)$$

avec :

- $E_{45}$  : le module d'élasticité mesuré dans la configuration  $\pm 45^\circ$
- $E_{0^\circ/90^\circ}$  : le module d'élasticité mesuré dans le sens de la chaîne pour la configuration  $0^\circ/90^\circ$
- $\nu_{12}$  et  $G_{12}$  sont respectivement le coefficient de Poisson et le module de cisaillement.

La valeur de  $E_{0^\circ/90^\circ}$  est environ 5 à 6 fois plus élevée que celle de  $G_{12}$  (voir chapitre IV). D'après l'équation (2) on voit donc que  $E_{45}$  dépend essentiellement de  $G_{12}$ . De plus, nous venons de voir que la valeur de  $E_{0^\circ/90^\circ}$  obtenue avec le modèle « à plis UD croisés équivalent » donne des résultats parfaitement acceptables.

Dans le chapitre I, nous avons vu que pour évaluer de façon correcte  $G_{12}$  avec les modèles micromécaniques, il faut traiter de façon séparée les torons, ayant un fort taux de fibre, et les régions de résine pure. En revanche, on peut négliger l'ondulation des fibres. Nous avons donc recalculé les valeurs du module de cisaillement complexe en reprenant l'approche présentée dans le §-III.3. et en appliquant le principe de correspondance.

Le tableau 3 synthétise les résultats que nous avons obtenus pour  $E'$  et  $E''$ . Nous indiquons également les valeurs des modules de cisaillement complexe  $G'_{12}$  et  $G''_{12}$  correspondant à une approche « UD croisés équivalent » et celles obtenues une approche dite « améliorée 1 :modèle OTFNU» (§-III.3.1) tenant compte du détail de la mésostructure (séparation des régions torons et des poches de résine).

	approche	CCA	Ecart (%)	Chamis	Ecart (%)	Hopkins et chamis	Ecart (%)
$E'_{45}$	À plis UD croisés équivalent	10.59	<b>32</b>	11.18	<b>25</b>	9.73	<b>44</b>
$E''_{45}$		0.79	<b>21</b>	0.90	<b>38</b>	0.76	<b>17</b>
$E'_{45}$	Améliorée 1 :	13.40	<b>4.5</b>	14.21	<b>1.6</b>	12.7	<b>9.3</b>
$E''_{45}$	modèle OTFNU	0.87	<b>33</b>	0.96	<b>48</b>	0.86	<b>32</b>
$G'_{12}$	À plis UD croisés équivalent	3.28	<b>X</b>	3.79	<b>X</b>	3.01	<b>X</b>
$G''_{12}$		0.293		0.34		0.27	
$G'_{12}$	Améliorée 1 :	4.41		4.81		4.24	
$G''_{12}$	modèle OTFNU	0.36		0.39		0.35	

Tableau VI-3 : Valeurs des constantes élastiques issues des différents modèles micromécaniques (configuration  $\pm 45^\circ$  pour l'approche "à plis UD croisés équivalent" et pour l'approche améliorée 1 : modèle OTFNU). La colonne "Ecart" donne en % l'écart relatif par rapport aux valeurs expérimentales.

Les résultats figurant dans le tableau VI-3 indiquent que les valeurs prédites pour le module de stockage sont à présent globalement satisfaisantes. On peut donc estimer que le désaccord que nous avons observé en utilisant le modèle « à plis UD croisés équivalent » provenait bien d'une mauvaise évaluation du module de cisaillement. En revanche, un écart très important demeure entre les valeurs expérimentales et les résultats des modèles pour les valeurs du module de perte (voir colonne "Ecart"). Globalement, les différents modèles surestiment considérablement l'amortissement du composite. L'amortissement moyen du polymère dans le composite apparaît atténué. Au regard de notre étude bibliographique (§ 1.2.3.3), nous émettons l'hypothèse que cet écart pourrait être associé à la présence autour des fibres d'une région d'interphase purement élastique de volume non négligeable.

### VI.3.2.3 Approche améliorée 2: prise en compte de l'interphase

Pour tenter de mieux approcher les modules complexes réels des composites étudiés, nous avons repris l'approche développée par Hopkins et Chamis qui permet de prendre en compte la présence d'une interphase à la frontière fibre-matrice (figure VI-2a). Les expressions permettant d'obtenir les propriétés effectives du matériau sont indiquées dans le chapitre I. Pour le module de cisaillement nous avons calculé de façon séparée la contribution des torons et des poches de résine. L'interphase est

considérée parfaitement élastique. Elle est caractérisée par deux paramètres inconnus : son module d'Young  $E_i$  et son épaisseur  $D_i$  (figure VI-2b). Nous avons considéré que la valeur du coefficient de Poisson de l'interphase était la même que la partie réelle du coefficient de poisson de la matrice.

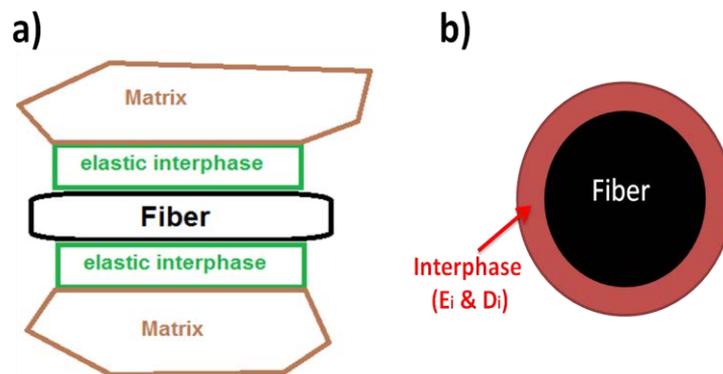


Figure VI-2 : a) schéma de l'interphase élastique au niveau de la jonction fibre-matrice.  
b) schéma d'une interphase circulaire autour d'une fibre.

En utilisant une procédure de minimisation basée sur l'algorithme du simplex, nous avons déterminé les valeurs de  $E_i$  et  $D_i$  qui correspondaient le mieux aux valeurs mesurées des modules de stockage et de perte du composite. Les résultats sont synthétisés dans la figure VI-3. On trouve alors que la région d'interphase doit être sensiblement plus rigide que le polymère ( $E_i = 5.5 \text{ GPa}$ ,  $E_{Elium} = 3.6 \text{ GPa}$ ) et ayant une taille de l'ordre de  $0.7 \mu\text{m}$ . En intégrant l'interphase dans la modélisation, les valeurs obtenus pour le module de stockage et le module de perte sont en accord correct avec les données expérimentales (différence de l'ordre de 6% dans les deux cas). Toutefois, nous sommes très conscients des limites de notre approche : contrairement aux situations précédentes, elle ajoute deux paramètres ajustables qui ont été optimisés pour trouver le meilleur accord possible avec les données expérimentales. Pour obtenir des éléments de réponse, nous avons essayé de détecter la présence de cette interphase micrométrique pour y sonder localement ses propriétés mécaniques par nano-indentation (§ VI.4).

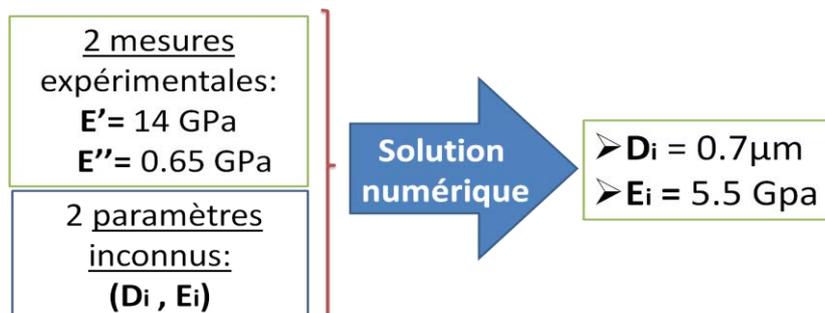


Figure VI-3 : propriétés d'interphase déterminées par optimisation numérique.

### **VI.3.3 Bilan de l'analyse du module complexe des composites :**

Après avoir fait des mesures par DMA pour des orientations de fibres à  $0^\circ/90^\circ$  et  $\pm 45^\circ$  nous avons pu obtenir les résultats suivants :

- Pour la mesure de  $J''$ , la valeur mesurée est en très bon accord avec celle obtenue indépendamment à partir de nos mesures d'auto-échauffement en fatigue (chapitre V).
- En utilisant des modèles micromécaniques et le principe de correspondance, nous arrivons à prédire les valeurs expérimentales du module de stockage mais pas celles du module de perte.
- En incluant une interphase rigide à la frontière fibre-matrice au modèle micromécanique précédent, on arrive à retrouver les résultats expérimentaux moyennant de considérer pour cette interphase une épaisseur d'environ  $1 \mu\text{m}$ .

## **VI.4 Analyse des propriétés de la résine au sein du composite par nano-indentation**

Les résultats qui viennent d'être présentés suggèrent qu'une interphase d'épaisseur valant environ  $1 \mu\text{m}$  pourrait s'être formée à l'interface fibre-matrice. Dans la littérature scientifique, les tailles rapportées pour l'interphase sont extrêmement variables [10]–[12]. A titre d'exemple l'équipe de Munz a mesuré par AFM pour des systèmes carbone/polyphénylène sulfide une interphase de l'ordre de  $80\text{nm}$  [13] alors que pour des systèmes verre/époxy l'équipe de Winter a mesuré une interphase de l'ordre de  $8\mu\text{m}$  [14]. Pour obtenir des éléments qui permettraient de confirmer la présence d'une interphase micrométrique pour nos composites, nous avons donc étudié les propriétés locales du polymère au voisinage des fibres en réalisant des mesures de nano indentation.

### **VI.4.1 Principe**

Nous nous intéressons maintenant aux propriétés d'élasticité locale du polymère au sein du composite qui seront obtenues par nano-indentation. La mesure du module de Young par cette technique se fait à partir de la courbe force-profondeur de pénétration dans la phase de décharge (figure II-19b). Le modèle utilisé pour sa détermination est celui développé par Oliver et Pharr [15]:

$$\left\{ \begin{array}{l} S = \frac{\partial F}{\partial h} = \frac{2}{\sqrt{\pi}} E_r \sqrt{A_c} \\ \\ \text{avec} \\ \\ \frac{1}{E_r} = \frac{1 - \nu_i^2}{E_i} + \frac{1 - \nu^2}{E} \end{array} \right. \quad (3)$$

Dans ces relations, on a :

- F : chargement appliqué
- h : profondeur de pénétration
- $A_c$  : aire de contact
- $E_r$  : module réduit
- $E_i$  : module de l'indenteur
- E : module de l'échantillon
- $\nu$  : coefficient de poisson du matériau

La relation (3) implique de connaître l'aire de contact  $A_c$  entre l'indenteur et l'échantillon.  $A_c$  est fonction de la profondeur de contact  $h_c$  entre la surface et l'indenteur (figure II-19a). Pour relier  $h_c$  et  $A_c$ , Oliver et Pharr proposent d'utiliser une fonction d'aire (relation 4) permettant de tenir compte de l'imperfection géométrique de la pointe.

$$A_c = C_0 * h_c^2 + C_1 * h_c + C_2 * h_c^{\frac{1}{2}} + \dots + C_8 * h_c^{\frac{1}{128}} \quad (4)$$

où  $C_0$  représente la relation géométrique simple entre  $A_c$  et  $h_c$  et  $C_{1...8}$  sont des coefficients permettant de tenir compte de l'imperfection de la pointe. Pour déterminer ces coefficients un essai de nano-indentation est réalisé sur un matériau homogène dont on connaît exactement le module d'élasticité (par exemple le silicium) [16]. Pour nos mesures nous avons utilisé un coefficient de Poisson pour la résine vallant  $\nu_{Elium} = 0.37$ .

#### VI.4.2 Nano-indentation pour les systèmes bi-phasiques

A l'échelle de la mesure les composites étudiés sont des systèmes bi-phasiques. L'analyse des propriétés locales de la matrice par nano-indentation induit deux limitations :

- Lorsque la charge est appliquée, une discontinuité soudaine de la courbe  $F = f(h)$  peut être observée. Dans le cas de nos composites, ce décrochement

appelé « pop-in » est synonyme d'une décohésion entre la fibre et la matrice [17](figure VI-4b).

- Une surestimation du module d'élasticité dans une zone à proximité d'une phase rigide. Dans notre cas cela correspond à une surestimation du module de la résine au voisinage d'une fibre [18]–[20]. Ce phénomène appelé "effet composite" est connu mais n'est pas évident à quantifier ce qui peut conduire à des conclusions erronées. Pour nos matériaux, la difficulté est de dissocier l'effet composite d'une augmentation de la rigidité locale liée à l'interphase.

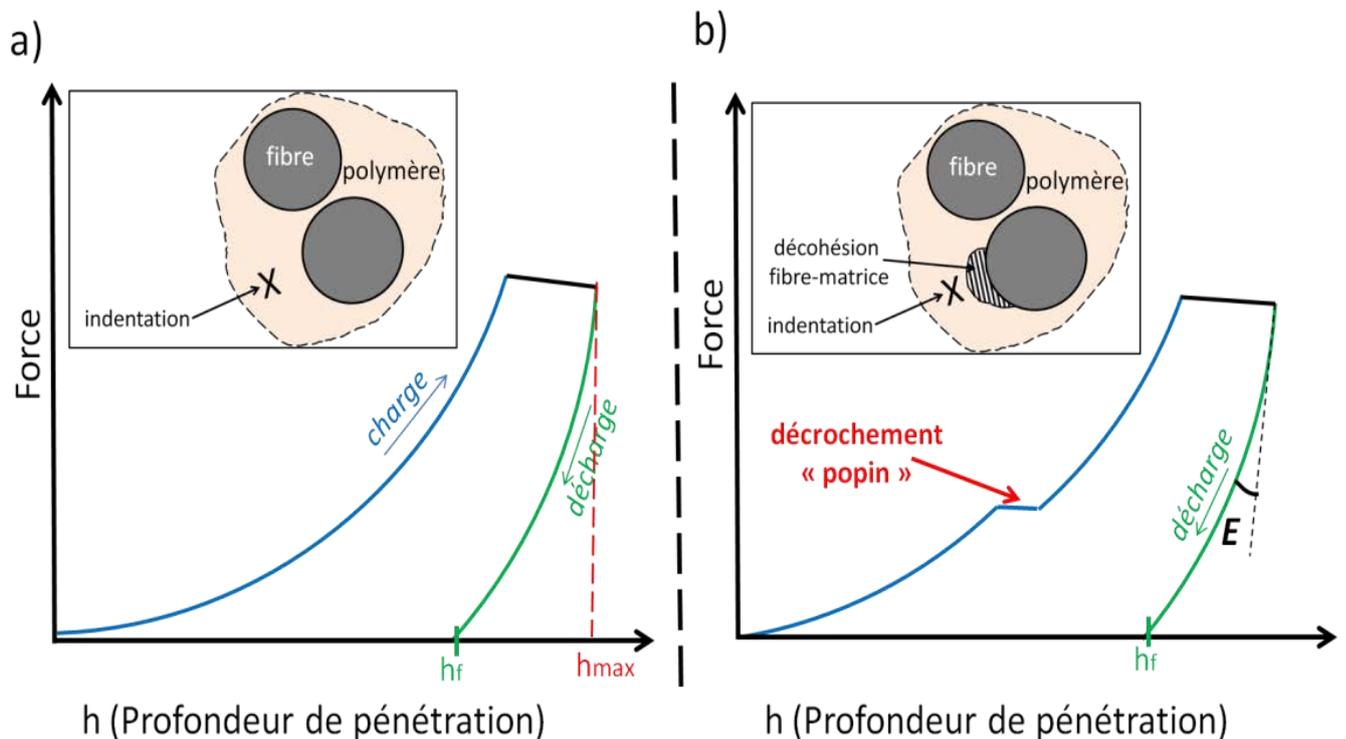


Figure VI-4 : Courbes d'indentation  $force = f(h)$  : a) sans décohésion fibre-matrice. b) avec décohésion fibre-matrice.

### VI.4.3 Dispositif expérimental et caractéristiques des essais

#### VI.4.3.1 Caractéristiques de l'appareil

Les essais de nano-indentation ont été réalisés avec un nano-indenteur de la marque CSM INSTRUMENT. Le système est composé de deux éléments : un nano-indenteur muni d'une pointe Berkovich ( $E=1141$  GPa,  $\nu=0.07$ , rayon= 40 nm) et un microscope optique (grossissement  $\times 50$  à  $\times 1000$ ). Ces deux éléments sont reliés par un système électromécanique permettant de repositionner l'échantillon entre le microscope et l'indenteur avec une précision de  $0.5\mu\text{m}$  dans le plan (X,Y) (figure VI-5). Les résolutions respectives du déplacement vertical de la pointe et du chargement sont de  $0.03\text{nm}$  et  $1\mu\text{N}$ .

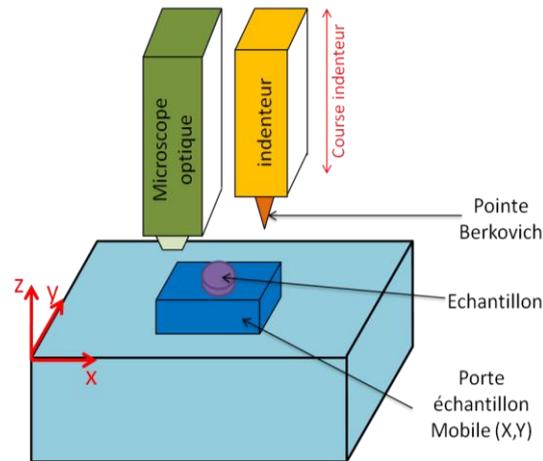


Figure VI-5 : Dispositif expérimental de nano-indentation.

### VI.4.3.2 Procédure expérimentale

Les indentations sont effectuées sur des éprouvettes ayant subi un polissage fin ( $0.05\mu\text{m}$ ) afin que la surface de l'échantillon à sonder présente le moins d'aspérités possible. Toutes les indentations ont été effectuées avec une charge d'indentation maximale de  $1\text{mN}$ . Pour chaque zone indentée, une déformation plastique résiduelle est générée autour de la zone d'indentation. Généralement il est reconnu que la zone impactée autour de l'empreinte subi une déformation plastique [21]. Ainsi pour mesurer sans perturbation les propriétés locales de la matrice, nous avons imaginé un protocole expérimental qui espace suffisamment les indentations pour s'affranchir de cet effet parasite. La figure VI- 6 schématise la procédure utilisée. On réalise une grille d'indentation carrée ( $n * n$ ) avec un espacement de  $5\mu\text{m}$  entre chaque indentation. Pour obtenir un nombre de mesures expérimentales suffisant nous avons réalisé dans cette étude une grille de dimension minimale ( $11*11=121$  indents).

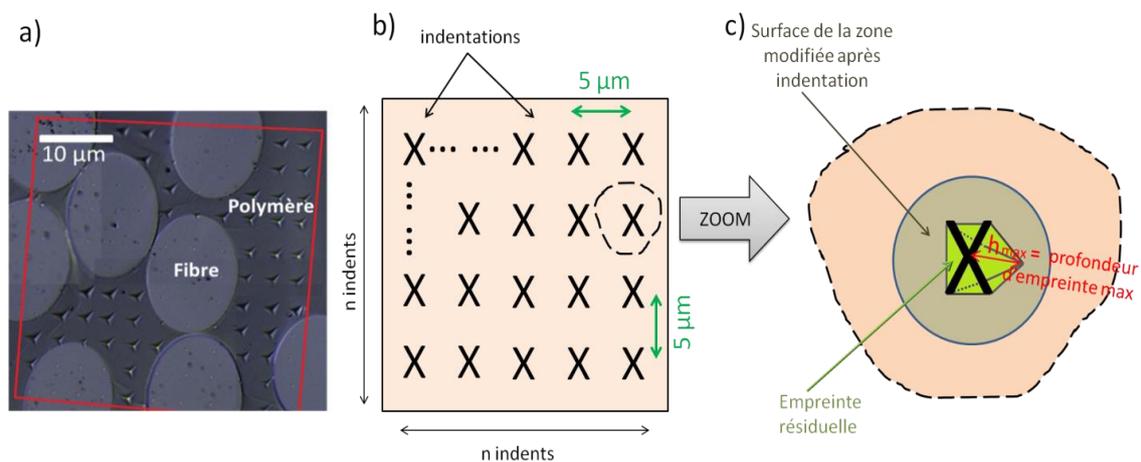


Figure VI-6 : a) Observation au microscope optique d'une grille d'indentation. b) Schéma d'une grille d'indentation. c) Schéma d'une zone impactée par indentation.

### VI.4.3.3 Procédure de traitement des données

Pour exploiter les résultats un traitement individuel a été appliqué à chaque mesure d'indentation afin de vérifier que les courbes ne présentent pas de Pop-pin (figure VI-4a). De plus pour tenir compte de l'influence de l'environnement direct des fibres sur le module de Young local de chaque indent, il faut tenir compte de la distance séparant l'empreinte aux fibres considérées les plus proches voisines (figure VI-7). Cet intervalle est exprimé à travers une distance équivalente déterminée par la variable  $D_{eq} = \frac{1}{\frac{1}{D_1} + \frac{1}{D_2} + \dots + \frac{1}{D_n}}$  qui donne un poids plus important aux fibres les plus proches de l'empreinte.

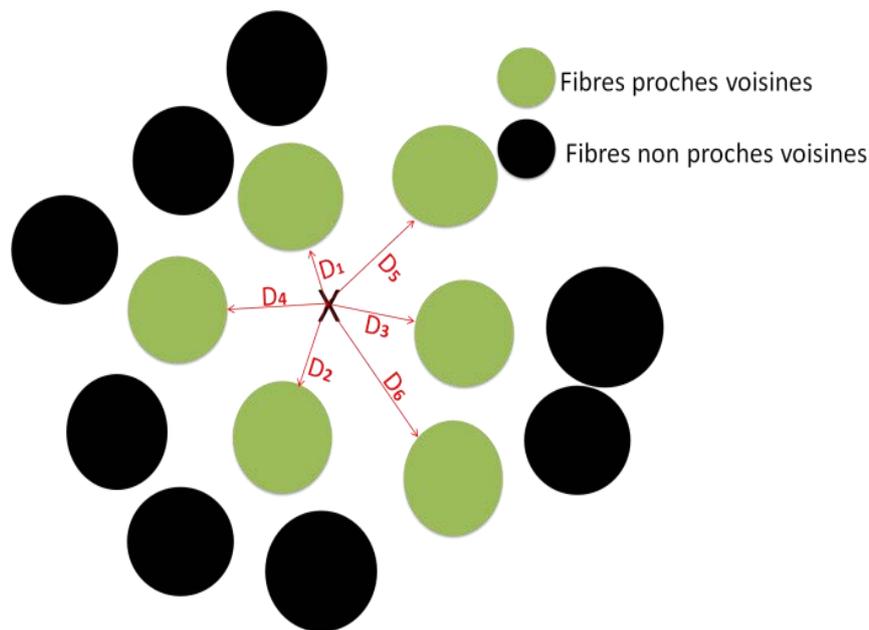


Figure VI-7 : Représentation schématique de l'environnement d'un indent.

Dans ce qui suit nous allons comparer les résultats obtenus pour les matériaux Ac et MC qui présentent un traitement de surface, et donc une interphase, avec un matériau NS (sans traitement de surface) et donc a priori sans interphase. L'idée consiste à montrer par comparaison des matériaux Ac et MC avec le matériau NS une dissociation entre une élévation du module d'élasticité local qui serait liée à la présence d'une interphase et celle qui serait liée à l'effet composite.

### VI.4.4 Résultats

Sur la figure VI-8 on représente pour chaque mesure d'indentation réalisée dans le polymère l'évolution du module d'élasticité en fonction de la distance équivalente  $D_{eq}$ . Afin de ne pas surcharger le graphique, seuls les résultats de mesure du matériau Ac présentent des barres d'erreurs. On constate que :

- Loin des fibres le module d'élasticité est constant pour les trois matériaux ( $E^{nano-indentation} \approx 4.7 \text{ GPa}$ ). Cette valeur obtenue par nano-indentation est supérieure à celle mesurée par DMA ( $E^{nano-indentation} \approx 4.7 \text{ GPa} > E^{AMD} \approx 3.6 \text{ GPa}$ ). En effet, compte tenu des propriétés viscoélastiques de la résine, la courbe de décharge n'est pas assez rapide pour fournir un retour élastique. Il n'est donc pas aberrant d'obtenir une surévaluation du module d'élasticité en nano-indentation par la méthode d'Oliver et Pharr [20], [22]. Cette surestimation du module d'élasticité est la même pour les trois échantillons. Cela ne remet pas en cause notre étude lorsqu'on sera dans le cas proche des fibres puisque celles-ci sont très faiblement, voire pas du tout viscoélastiques et donc cet effet est négligé.
- Pour le matériau NS on constate sur une région  $\approx 2\mu\text{m}$  autour des fibres une élévation en moyenne du module d'élasticité jusqu'à 7 GPa au maximum. Cette valeur sera utilisée comme seuil pour dissocier l'augmentation de rigidité liée à un effet composite de celle éventuellement liée à un effet d'interphase pour les matériaux Ac et MC.
- Pour le matériau MC sur une zone supérieure à  $1\mu\text{m}$  autour des fibres, l'allure de la courbe est globalement la même que celle du matériau NS. En dessous de  $1\mu\text{m}$  on a plusieurs indents très supérieurs à la valeur seuil de 7GPa mesurée sur le matériau NS, supposé sans interphase. Cette observation confirme dans cette zone une rigidification de la résine liée à la présence d'une interphase d'ordre micrométrique.
- Pour le matériau Ac on observe également deux indents sur sept qui ont des valeurs élevées de module d'élasticité dans la zone supposée d'interphase. Cette valeur peut atteindre  $E \approx 10.8 \text{ GPa}$  au point A (figure VI-8). Une interprétation possible pour expliquer cette dispersion, est de considérer la formation probable d'une interphase non homogène autour de la fibre (figure VI-9) lors du procédé de fabrication du composite. En pratique, Il est fréquent que l'ensimage imprégnant le renfort ne soit pas réparti uniformément sur toute sa surface, générant ainsi une interphase irrégulière autour de la fibre [23]

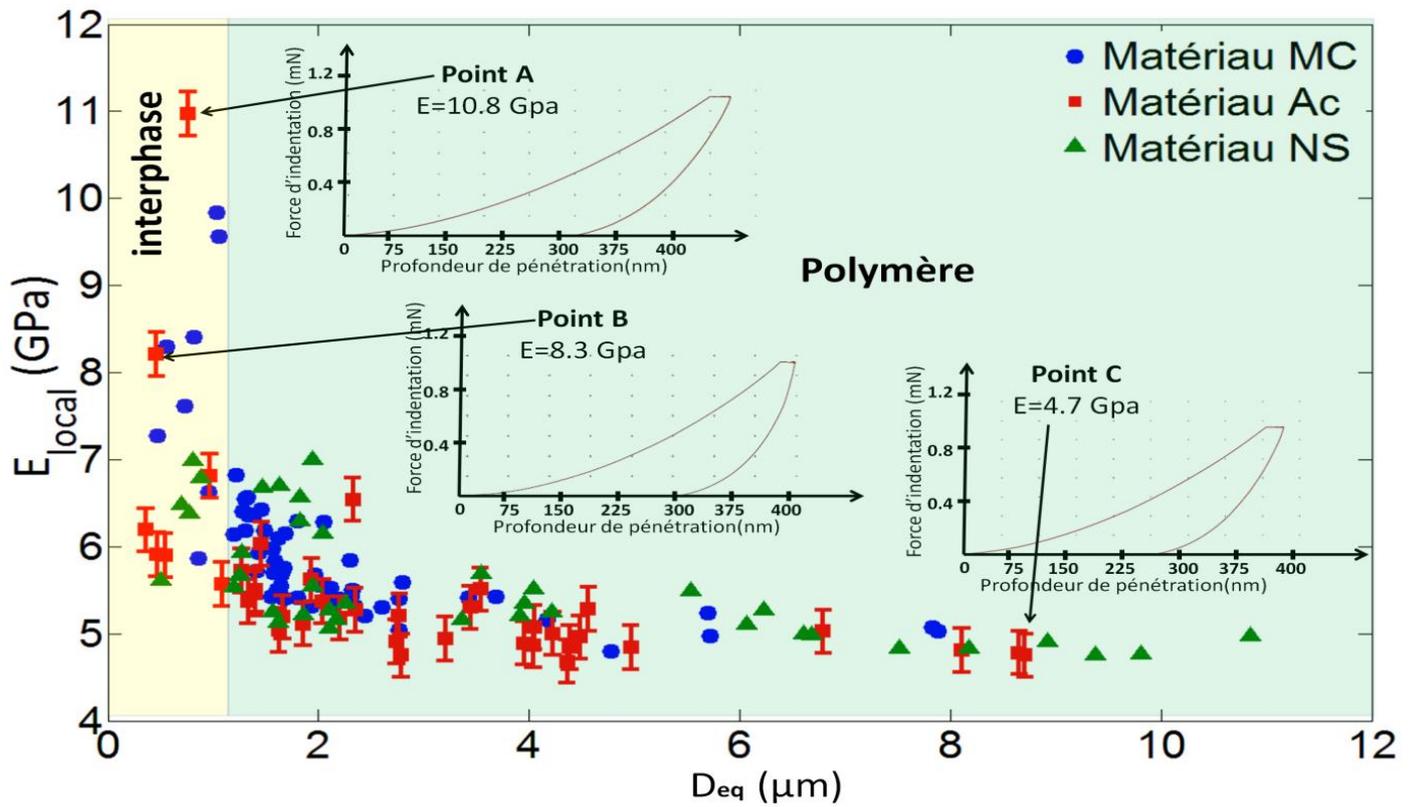


Figure VI-8 : Représentation de l'évolution du module de Young local en fonction de la distance équivalente aux fibres proches (matériaux MC, Ac et NS). En insert : Courbes brutes d'indentation.

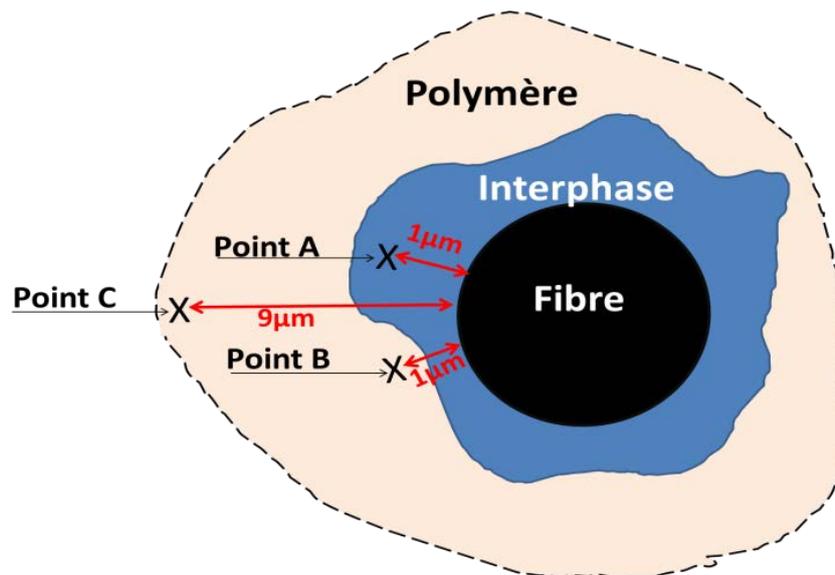


Figure VI-9 : Représentation d'une interphase non homogène autour d'une fibre (mise en situation possible des points A, B et C de la figure VI-8).

#### VI.4.5 Bilan des mesures de nano-indentation

Les mesures de nano-indentation suggèrent pour les matériaux dotés d'un traitement de surface (Ac et MC), la formation d'une interphase non uniforme d'ordre micrométrique  $D_i \approx 1\mu m$ . Cette observation est particulièrement claire par comparaison des matériaux MC et NS. Néanmoins, ces expériences ayant été réalisées en fin de thèse mériteraient d'être reproduites. En effet, nous avons conscience que le nombre de mesures situées dans la région d'interphase n'est pas suffisant et cela notamment pour le matériau Ac.

#### VI.5 Conclusion

Les analyses des propriétés viscoélastiques de nos matériaux composites ont montré une bonne cohérence du résultat de complaisance de perte  $J''$  obtenu par DMA et celui déterminé par auto-échauffement sous fatigue. Nous avons également pu retrouver les valeurs des constantes élastiques du composite grâce à une évaluation du module de cisaillement qui prend en compte particulièrement le détail de la mésostructure (toron et poche de résine). De plus il apparait que les propriétés d'amortissement du polymère dans le composite sont plus visibles (expérimentalement et numériquement) lorsque les fibres sont orientées à  $\pm 45^\circ$ . Dans cette configuration, on constate un écart significatif des valeurs d'amortissement entre les modèles et l'expérience. Une explication raisonnable consiste à supposer la présence d'une zone microstructurale (interphase) entre la fibre et le polymère, plus rigide et moins viscoélastique que la résine pure. La prédiction de la taille de cette région clé par un modèle enrichi par l'interphase, indique que son épaisseur est d'ordre micrométrique. Ce résultat est validé par des études locales réalisées par nano-indentation qui révèlent également la formation d'une interphase non uniforme d'ordre micrométrique ( $\approx 1\mu m$ ) autour d'une fibre. Dans la partie suivante nous modéliserons le comportement mécanique de nos composites à l'échelle de la mésostructure. A partir de l'étude numérique nous recalculerons le module de cisaillement macroscopique qui sera comparé à celui que nous avons utilisé pour modéliser les propriétés élastiques de notre composite.

## Bibliographie

- [1] R. F. Gibson, *Principles of composite material mechanics*, 3rd ed. Boca Raton, Fla: Taylor & Francis, 2012.
- [2] A. Afaghi-Khatibi and Y.-W. Mai, "Characterisation of fibre/matrix interfacial degradation under cyclic fatigue loading using dynamic mechanical analysis," *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 33, no. 11, pp. 1585–1592, 2002.
- [3] M. Dixit, S. Gupta, V. Mathur, K. S. Rathore, K. Sharma, and N. S. Saxena, "Study of glass transition temperature of PMMA and CdS-PMMA composite," *Chalcogenide Lett.*, vol. 6, no. 3, pp. 131–136, 2009.
- [4] "Materials Data Book." Cambridge university Engineering Departement, 2003.
- [5] Z. Hashin, "Complex moduli of viscoelastic composites—I. General theory and application to particulate composites," *Int. J. Solids Struct.*, vol. 6, no. 5, pp. 539–552, May 1970.
- [6] Z. Hashin, "Complex moduli of viscoelastic composites—II. Fiber reinforced materials," *Int. J. Solids Struct.*, vol. 6, no. 6, pp. 797–807, Jun. 1970.
- [7] G. Debotton and L. Tevet-Deree, "The Response of a Fiber-Reinforced Composite with a Viscoelastic Matrix Phase," *J. Compos. Mater.*, vol. 38, no. 14, pp. 1255–1277, Jul. 2004.
- [8] R. F. Gibson and R. Plunkett, "Dynamic Mechanical Behavior of Fiber-Reinforced Composites: Measurement and Analysis," *J. Compos. Mater.*, vol. 10, no. 4, pp. 325–341, Oct. 1976.
- [9] N. W. Tschoegl, W. G. Knauss, and I. Emri, "Poisson's ratio in linear viscoelasticity—a critical review," *Mech. Time-Depend. Mater.*, vol. 6, no. 1, pp. 3–51, 2002.
- [10] J.-K. Kim, M.-L. Sham, and J. Wu, "Nanoscale characterisation of interphase in silane treated glass fibre composites," *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 32, no. 5, pp. 607–618, May 2001.

- [11] J.-K. Kim and A. Hodzic, "Nanoscale characterisation of thickness and properties of interphase in polymer matrix composites," *J. Adhes.*, vol. 79, no. 4, pp. 383–414, Apr. 2003.
- [12] S.-L. Gao and E. Mäder, "Characterisation of interphase nanoscale property variations in glass fibre reinforced polypropylene and epoxy resin composites," *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 33, no. 4, pp. 559–576, 2002.
- [13] M. Munz, H. Sturm, E. Schulz, and G. Hinrichsen, "The scanning force microscope as a tool for the detection of local mechanical properties within the interphase of fibre reinforced polymers," *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 29, no. 9, pp. 1251–1259, 1998.
- [14] R. M. Winter and J. E. Houston, "Interphase Mechanical Properties in Epoxy-Glass Fiber Composites as Measured by Interfacial Force Microscopy," Sandia National Labs., Albuquerque, NM (United States), SAND--98-0994C; CONF-980405-- , Apr. 1998.
- [15] G. M. Pharr, W. C. Oliver, and F. R. Brotzen, "On the generality of the relationship among contact stiffness, contact area, and elastic modulus during indentation," *J. Mater. Res.*, vol. 7, no. 03, pp. 613–617, Mar. 1992.
- [16] G. Guillonéau, "Nouvelles techniques de nano-indentation pour des conditions expérimentales difficiles : très faibles enfoncements, surfaces rugueuses, température," Ecole centrale de Lyon, 2012.
- [17] X. Wu and Y. Hong, "Microstructure and mechanical properties at TiCp/Ni-alloy interfaces in laser-synthesized coatings," 2001.
- [18] M. Hardiman, "Nanoindentation of Fibrous Composite Microstructures: Experimentation and Finite Element Investigation."
- [19] J. Gregory and S. Spearing, "Nanoindentation of neat and polymers in polymer?matrix composites," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 65, no. 3–4, pp. 595–607, Mar. 2005.
- [20] D. Tranchida, S. Piccarolo, J. Loos, and A. Alexeev, "Accurately evaluating Young's modulus of polymers through nanoindentations: A phenomenological correction factor to the Oliver and Pharr procedure," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 89, no. 17, p. 171905, 2006.

- [21] K. Durst, B. Backes, and M. Göken, "Indentation size effect in metallic materials: Correcting for the size of the plastic zone," *Scr. Mater.*, vol. 52, no. 11, pp. 1093–1097, Jun. 2005.
- [22] M. R. VanLandingham, J. S. Villarrubia, W. F. Guthrie, and G. F. Meyers, "Nanoindentation of polymers: an overview," in *Macromolecular symposia*, 2001, vol. 167, pp. 15–44.
- [23] H. F. Wu, D. W. Dwight, and N. T. Huff, "Effects of silane coupling agents on the interphase and performance of glass-fiber-reinforced polymer composites," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 57, no. 8, pp. 975–983, Jan. 1997.



# **PARTIE III: MODELISATION NUMERIQUE**



## PARTIE III: MODELISATION NUMERIQUE

Conformément au cahier des charges du projet « résine idéale », nous abordons dans cette partie un volet modélisation relatif au comportement mécanique des structures composites étudiées spécifiquement dans le cadre du projet. Il s'agit ici de mettre en œuvre un outil numérique spécifique, qui sera mis à profit pour produire une simulation du comportement mécanique à l'échelle mésoscopique, basée essentiellement sur l'analyse des champs de contraintes et de déformations induits par la présence d'un renfort tissé dans un composite sous chargement. Expérimentalement, des valeurs seuils de contraintes ou de déformations ont été mesurées sur des composites à renfort taffetas au cours de nos essais statiques ou cycliques (voir partie précédente). Ces valeurs seuil ont pu être associées à l'apparition d'un endommagement localisé dans certaines régions spécifiques de la mésostructure du composite. Cependant, ces seuils d'endommagement ont été exprimés en termes de contraintes macroscopiques. Il serait très intéressant de connaître les contraintes locales associées. Pour atteindre cet objectif, nous avons porté notre choix sur un outil de simulation très performant et particulièrement adapté: le code CRAFT (Composite Response And Fourier Transforms) développé au laboratoire LMA à Marseille par H. Moulinec, J.C Michel et P. Suquet. Le principe de ce code repose sur l'utilisation d'une méthode spectrale qui permet de résoudre les équations d'équilibre local. L'algorithme de résolution est basé sur l'utilisation de la transformée de Fourier qui est très bien adaptée aux matériaux structurés de façon périodique. Fondamentalement cette étude est réalisée à une échelle mésoscopique, l'échelle du tissage. Grâce à l'excellente résolution spatiale des champs de déformations ou contraintes obtenus par la méthode CRAFT, on ambitionne d'obtenir le détail des niveaux de contraintes ou déformations locales associées aux différentes zones de la méso-structure, en particulier au niveau de la résine. Bien sûr, dans le cadre de cette thèse, nous profiterons pleinement des mesures plein-champ obtenues lors de nos essais mécaniques pour tout à la fois valider nos calculs et comprendre nos observations. A terme, cette piste de réflexion que nous pensons originale, doit pouvoir être mise au service des ingénieurs R&D concepteurs de matériaux composites, pour optimiser ou simplement améliorer leurs propriétés d'usage.

Cette partie se décompose en deux chapitres : Le premier décrit la méthode CRAFT ainsi que la stratégie utilisée pour générer une microstructure idéalisée mais réaliste du composite étudié. Le second présente les résultats de simulation et les confronte aux résultats expérimentaux obtenus par corrélation d'images 3D dans les mêmes séquences de chargement. S'agissant d'un travail mené lors des dernières étapes du projet lui-même et de ma thèse, les résultats présentés ici seront limités en nombre.

L'idée est plutôt de chercher à valider la démarche initiée de manière propre, sur un cas d'étude particulier, que de rentrer dans le détail de simulations très exotiques.

## **Chapitre VII : Simulation à l'échelle d'un VER par le code CRAFT.**

### **VII.1 Introduction**

La prédiction du comportement mécanique des matériaux hétérogènes comme les composites requiert, d'une manière ou d'une autre, la prise en compte de la complexité de leur microstructure. Nombre de simulations numériques réalisées dans ce domaine sont basées sur l'emploi de codes « éléments finis ». Bien souvent ces travaux souffrent de deux limitations essentielles : i) la pénibilité à représenter la géométrie de ces microstructures et ii) la lourdeur des calculs qui est due au nombre élevé de degrés de liberté issu du raffinement du maillage en de multiples zones. Sur les deux dernières décennies, la méthode « CRAFT » a été développée pour contourner ces deux difficultés [1]. Cette méthode numérique repose sur l'utilisation de transformées de Fourier et convient donc particulièrement aux matériaux structurés de façon périodique. Au regard de la méthode CRAFT, les composites à renfort taffetas du projet présentent l'avantage d'avoir une structure périodique simple correspondant au tissage et peuvent donc être modélisés numériquement avec un volume représentatif élémentaire (VER) clairement défini. Le chapitre est structuré de la façon suivante : en premier lieu nous présenterons le code CRAFT ainsi que les principes mécaniques et mathématiques utilisés pour l'algorithme de résolution. Dans un second temps nous modéliserons à l'échelle mésoscopique la géométrie 3D du volume représentatif élémentaire pour les composite à architecture taffetas du projet. Et enfin les propriétés des différentes phases du VER sont déterminées par les modèles micromécaniques.

### **VII.2 Présentation de CRAFT**

Le logiciel CRAFT a été développé au Laboratoire de Mécanique et d'Acoustique (L.M.A./CNRS) par H.Moulinec, J.C. Michel et P.Suquet. Il est basé sur une approche spectrale de la résolution des équations d'équilibres locales en mécanique (base de Fourier). L'idée initiale était double : disposer d'une méthode rapide de résolution numérique de ces équations dans le cas de matériaux composites et pouvoir simuler le comportement de microstructures hétérogènes complexes réelles à partir d'images expérimentales (microscopie, tomographie X). Le calcul fut d'abord développé dans le cadre de l'élasticité puis étendu au cas où les constituants présentent un comportement élasto-plastique avec durcissement isotrope. L'approche spectrale prend tout son sens à partir du moment où l'on ambitionne de résoudre le problème à l'échelle du "bulk", i.e. d'un volume élémentaire représentatif de taille millimétrique,

pour lequel on fera jouer des conditions de périodicité de la microstructure. C'est en cela que ce logiciel nous a intéressés pour cette thèse. Il offrait une alternative qui nous semblait plus prometteuse à l'utilisation d'un code éléments finis type Abaqus pour tout simplement produire un calcul 2D ou 3D sans maillage, mais aussi parce qu'il permet de simuler le comportement de microstructures complexes, multi-échelles qui limitent fortement l'approche EF (complexité de maillage, augmentation des degrés de libertés). Il pouvait également nous permettre, en simulant la réponse mécanique globale de la microstructure existant cette fois à l'échelle du micromètre, de calculer les propriétés effectives du toron composant le VER, c'est-à-dire les propriétés mécaniques équivalentes du volume de matière hétérogène composé du faisceau de fibres avec ses interstices de matrice, voie que nous n'avons pas eu le temps d'explorer dans le temps imparti à cette étude.

### VII.3 Principes mathématiques et mécaniques de la méthode de résolution utilisé par CRAFT

Nous présentons ici succinctement la méthode générale de résolution, afin de préciser au lecteur les ingrédients mathématiques sur lesquels est basé le logiciel CRAFT. Il faudra se reporter aux publications de Moulinec et Suquet pour approfondir la question ou en savoir plus sur les raffinements apportés à ces principes généraux.

#### VII.3.1 Equations à résoudre

Sur un volume élémentaire représentatif  $V$ , on a à résoudre l'équation d'équilibre local définie par :

$$\operatorname{div}(\sigma) = 0 \text{ sur } V, \sigma(x) = c(x) : \varepsilon(u(x)) \text{ sur } V \quad (1)$$

$c(x)$  est le tenseur des rigidités. Il peut être "renseigné" en indiquant les valeurs de propriétés mécaniques associées à chaque pixel d'une image numérique de la microstructure. Comme dans beaucoup de méthodes d'homogénéisation, le tenseur de déformation locale  $\varepsilon(u(x))$  est décomposé en sa valeur  $E$  résultant d'une moyenne sur l'espace, et un terme de fluctuation  $\varepsilon(u^*(x))$  autour de cette moyenne soit :

$$\varepsilon(u(x)) = E + \varepsilon(u^*(x)), \quad \langle \varepsilon(u(x)) \rangle_x = E \quad (2)$$

Les conditions aux limites retenues pour fermer (1) sont des équations de périodicité que nous noterons :

$$u^* \cdot n = 0, \sigma \cdot n = 0 \quad (3)$$

Les symboles # et - # signifient des conditions de champ périodique et anti-périodiques. Le principe adopté pour la résolution est d'abord d'introduire un matériau de référence, homogène, isotrope, linéaire élastique, pour lequel on connaît donc un tenseur de rigidité  $c^0$ . On réécrit alors le problème mécanique complet avec les équations (4) :

$$\begin{cases} \sigma(x) = c^0 : (\varepsilon(u^*(x)) + E) + \tau(x) \\ \text{div}(\sigma) = 0 \text{ sur } V, u^* \#, \sigma \cdot n - \# \end{cases} \quad (4)$$

Avec  $\tau = \delta c : (\varepsilon(u^*) + E)$  à priori inconnu et bien évidemment  $\delta c = c(x) - c^0$ . Dans la pratique, ce tenseur de référence est fixé par l'utilisateur. Il influence fortement le taux de convergence de l'algorithme. Pour un matériau composite à deux phases, on peut retenir qu'il peut être initialisé avec des coefficients de Lamé équivalents correspondant à la moyenne arithmétique des coefficients de Lamé min/max de chacune des phases.

Dans une deuxième étape, on fait intervenir les espaces de résolution réels et de Fourier. Si dans l'espace réel, l'opérateur de Green vérifiant  $\text{div}(\sigma) = 0$  associé à des conditions de périodicité et un tenseur élastique homogène  $c^0$  est noté  $\Gamma^0(x)$ , alors par principe de linéarité de l'opérateur, on aura pour (5) :

$$\varepsilon(u(x)) = -\Gamma^0(x) * \tau(x) + E \quad (5)$$

Qui dans l'espace transformé de Fourier (notation  $\hat{\cdot}$  et variable transformée  $\xi$ ) donne :

$$\hat{\varepsilon}(\xi) = -\hat{\Gamma}^0(\xi) : \hat{\tau}(\xi) \quad \forall \xi \neq 0, \hat{\varepsilon}(0) = E \quad (6)$$

Le calcul de l'opérateur de Green peut être trouvé dans de nombreux ouvrages (dont celui de T.Mura, 1987) [2] directement dans l'espace transformé de Fourier (Appendix A in Moulinec, 1998). La solution au problème (1) a donc été reformulée comme solution du problème (7) dite de Lippman-Schwinger périodique, exprimée ici dans l'espace réel et Fourier complexe :

$$\begin{cases} \varepsilon(u) = E - \Gamma^0(x) * (\delta c : \varepsilon(u)) \\ \hat{\varepsilon}(\xi) = -\hat{\Gamma}^0(\xi) : (\widehat{\delta c : \varepsilon}) \quad \forall \xi \neq 0, \hat{\varepsilon}(0) = E \end{cases} \quad (7)$$

La résolution de (7) passe par un calcul numérique itératif qui exploite des passages Aller-Retour dans l'espace de Fourier codé avec les algorithmes de transformée de Fourier rapide actuellement disponibles.

### VII.3.2 Algorithme (continu) de résolution

L'algorithme pour résoudre (7) est alors le suivant

$$\left\{ \begin{array}{l} \text{Initialisation: } \varepsilon^0(x) = E, \forall x \in V \\ \text{Iteration } i + 1: \varepsilon^i \text{ connu} \\ \text{a) } \sigma^i = c: \varepsilon^i \text{ Test de convergence } \mapsto \text{ sortie ?} \\ \text{b) } \tau^i = \sigma^i - c^0: \varepsilon^i \\ \text{c) } \hat{\tau}^i = \mathcal{F}(\tau^i) \\ \text{d) } \hat{\varepsilon}^{i+1}(\xi) = -\hat{\Gamma}^0: \hat{\tau}^i \quad \forall \xi \neq 0, \hat{\varepsilon}^{i+1}(0) = E \\ \text{e) } \varepsilon^{i+1} = \mathcal{F}^{-1}(\hat{\varepsilon}^{i+1}) \end{array} \right.$$

Le test de convergence est basé sur le critère suivant :

$$e^i = \frac{\left( \langle \|\operatorname{div} \langle \sigma^i \rangle\|^2 \rangle \right)^{\frac{1}{2}}}{\|\langle \sigma^i \rangle\|} = \frac{\left( \langle \|\xi \hat{\sigma}^i(\xi)\|^2 \rangle \right)^{\frac{1}{2}}}{\|\langle \hat{\sigma}^i(0) \rangle\|} \quad (8)$$

C'est une erreur relative définie sur le respect de la condition d'équilibre local en moyenne pour tous les pixels. Pour des calculs suffisamment précis et rapides, une valeur de  $10^{-4}$  pour  $e^i$  peut être retenue.

### VII.3.3 Extension au comportement non linéaire

La méthode a été étendue pour prendre en compte des comportements matériaux non purement linéaire élastique. Pour cela, il faut, comme pour un logiciel EF, passer à une formulation incrémentale classique qui prendra en compte la dépendance temporelle associée à un phénomène d'écoulement plastique par exemple. A l'heure actuelle, CRAFT ne permet que de prendre en compte le cas idéalisé du comportement élasto-plastique avec écrouissage isotrope défini par le jeu de relations suivantes (ultra classiques) [3].

$$\dot{\sigma} = c: (\dot{\varepsilon} - \dot{\varepsilon}^p), \dot{\varepsilon}^p = \dot{p} \frac{3}{2} \frac{s}{\sigma_{eq}}, \sigma_{eq} - \sigma_0(p) \leq 0, \quad \dot{p} \geq 0 \quad (9)$$

Avec :

- $\varepsilon^p$ : tenseur de déformation plastique,
- $p$ : paramètre d'écrouissage, correspondant à la déformation plastique cumulée

$$\left\{ \begin{array}{l} p(t) = \int_0^t \dot{p}(u) du \\ \text{et} \\ \dot{p}(t) = \left( \frac{2}{3} \dot{\varepsilon}_{ij}^p(t) \dot{\varepsilon}_{ij}^p(t) \right)^{1/2} \end{array} \right. \quad (10)$$

- $\sigma_{eq}$ : la contrainte équivalente définie au sens de Von Mises  $\sigma_{eq} = \left( \frac{3}{2} S_{ij} S_{ij} \right)^{1/2}$
- $S$ : la partie déviatorique du tenseur des contraintes

Les équations (9) doivent être discrétisées en temps et les équations (7) résolues dans le cadre d'un problème à Valeurs Initiales. Un schéma implicite à un pas  $[t_n, t_{n+1}]$  a été retenu. L'algorithme présenté ci-dessus est modifié en conséquence avec un schéma itératif en temps et un schéma itératif de convergence (Point Fixe) au sein de chaque pas de temps. L'initialisation du champ de déformation pour un nouveau pas de temps (ligne 1 de l'algorithme) est obtenue en extrapolant les champs de déformation obtenus aux deux pas de temps précédents. On trouvera plus de détail à ce sujet et concernant l'amélioration régulière des algorithmes initiaux dans [1], [4], [5].

## VII.4 Prise en main du logiciel

### VII.4.1 Fonctionnement

Le logiciel CRAFT s'exécute sur plateforme Linux et l'exécutable peut être lancé dans un mode "Calcul parallélisé". Les simulations ont été produites sur un PC (Geniune Intel doté de 16 giga de mémoire vive et de 4 quatre cœur « Intel® Xeon® CPU 5160 @ 3.00Ghz). Il nécessite la préparation des fichiers suivants, permettant de définir le problème à résoudre :

- Image numérique de la microstructure qui en décrit donc sa géométrie. Dans cette image, des entiers numériques codent la phase correspondante (le matériau) sur chaque pixel. Pour les simulations, nous avons généré ces images à partir de Matlab puis les avons converties sous le format requis : VTK « simple legacy ». Dans le cas de simulations 3D, il faut définir un "stack" d'images correspondant à la succession de coupes planes perpendiculaires à une

direction donnée. La génération de nos microstructures "réelles" sera détaillée ci- après.

- Un fichier texte permettant de préciser la « banque » de lois de comportement matériau nécessaire pour le problème (élastique linéaire, elasto-plastique parfait, isotrope/anisotrope...) et de renseigner les valeurs numériques de chacun des paramètres matériau de la matrice de rigidité (Modules, coefficients de Poisson, contrainte seuil...)
- Un fichier permettant d'associer les différentes phases du composite figurant dans l'image avec les matériaux disponibles dans la « banque » (fichier précédent) et éventuellement précisant l'angle d'orientation du matériau au sein de la phase (dans le cas de matériaux anisotropes) par rapport au référentiel image de la microstructure.
- Un fichier décrivant les conditions de chargement : fluage, relaxation, simple traction, chargement constant...
- Un fichier précisant les données souhaitées en sortie de calcul
- Les paramètres de réglage de l'algorithme, au nombre de 2 : Valeur  $c^0$  de référence pour l'ordre de grandeur des modules, Précision requise pour le test de convergence sur la méthode Point Fixe.

Les fichiers de données en sortie (champs de déformation et de contrainte) sont directement exploités sous Matlab ou par des logiciels de visualisation de données comme Paraview.

#### **VII.4.2 Vérifications sur un cas test**

Dans un premier temps, et pour garantir les résultats que nous avons pu obtenir par la suite, nous avons voulu vérifier notre bonne maîtrise du code par la reproduction des simulations publiées dans l'article de Moulinec et Suquet [1]. Il s'agit de la simulation des champs de déformation et contrainte dans un composite 2D formé d'une matrice homogène et d'un renfort constitué de fibres toutes alignées dans une même direction. L'arrangement des fibres est déterminé par une image 2D d'une section droite du composite dans le sens perpendiculaire aux fibres. La simulation que nous présentons ici concerne un arrangement aléatoire de fibres à section circulaire identique (figure VII-1). Le taux volumique de fibre est de 47.5%.

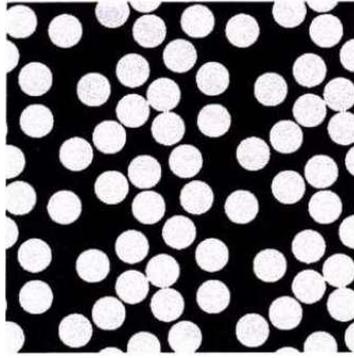


Figure VII-1 : Cas test - Réalisation aléatoire de distribution des fibres.

Nous avons généré les images de microstructure par Matlab en plaçant les centres des fibres aléatoirement dans une cellule unitaire, avec des contraintes d'impénétrabilité et de périodicité. Cela signifie qu'un disque qui recouvrirait des pixels situés sur la frontière de la cellule est coupé en deux, la partie extérieure étant reportée sur la frontière opposée de la cellule. 64 fibres sont ainsi distribuées dans la cellule et les cellules sont de taille  $1024^3$  pixels. Un disque circulaire de fibre est ainsi inscrit dans un carré de  $128 \times 128$  pixels. **Il est important pour la suite de noter que nos champs de déformation sont ainsi résolus de manière extrêmement fine.** La durée d'exécution d'un cas test tel que ceux montrés ci-dessous est de l'ordre de 2000 à 4700 s CPU sur un ordinateur calculant sur uniquement 2 de ces 8 processeurs (Intel® Xeon(R) CPU W3520 @ 2.67GHz × 8 ).

Les fibres sont très rigides. Leur comportement est supposé élastique, isotrope et caractérisé par un module d'Young de  $E^f = 400 \text{ GPa}$  et un coefficient de Poisson de  $\nu^f = 0.23$ .

La matrice est supposée plus complaisante. Nous avons considéré le cas d'un comportement élasto-plastique parfait ou avec durcissement pour vérifier que nous retrouvons également les bons résultats du code lorsque la courbe contrainte-déformation du composite montre une transition non linéaire du domaine élastique vers un comportement asymptotique affine aux plus grandes déformations. Ces lois sont déjà implémentées dans le code sous forme incrémentale. Les propriétés élastiques sont supposées isotropes avec un module d'Young de  $E^m = 68.9 \text{ GPa}$  et un coefficient de Poisson de  $\nu^m = 0.35$ . Le comportement plastique est gouverné par un critère de Von Mises  $\sigma_{eq} \leq \sigma_0 + Hp$  avec  $p$  défini par l'équation (10) et un durcissement supposé linéaire isotrope. Les valeurs prises pour la contrainte de seuil et le coefficient de durcissement sont respectivement de  $\sigma_0 = 68.9 \text{ MPa}$  et  $H = 0 - 1.71 \text{ MPa}$ .

Sur la figure VII-2, nous montrons le champ de déformation plastique obtenu pour 2 configurations aléatoires différentes issues de la publication de H.Moulinec (figure VII-2.a) et de notre propre générateur (figure VII-2b). Il est obtenu pour un essai de traction simple lorsque la déformation moyenne sur le volume a atteint 1%

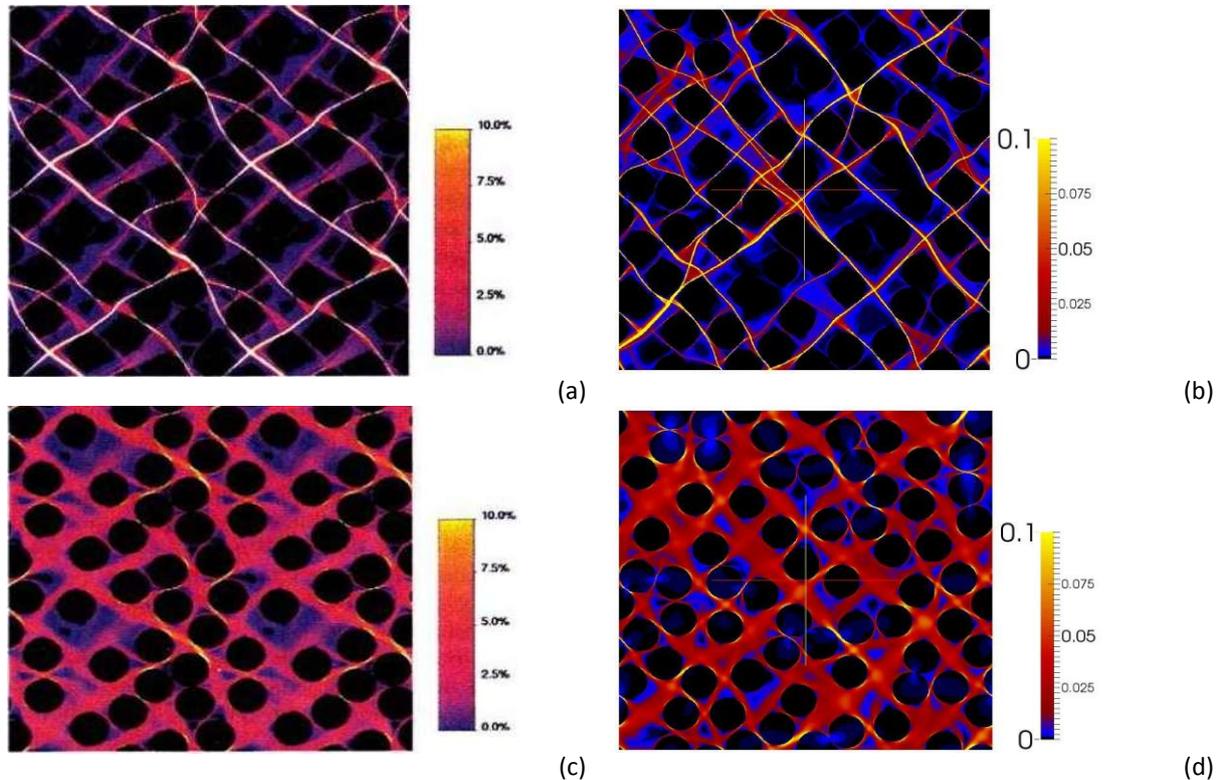


Figure VII-2 : Simulations par CRAFT du champ de déformation sur un composite avec fibres alignées, en disposition aléatoire. a et c) simulations issues de Moulinec et Suquet [1], b-d) nos propres simulations.

On retrouve tout à fait le bon comportement. Pour les figures VII-2a et 2b, le comportement de la matrice est purement élasto-plastique parfait. On constate bien une concentration des plus fortes déformations dans de fines bandes de la matrice. Un très faible volume de matrice est donc mis à contribution dans la dissipation plastique et la contrainte d'écoulement plastique évolue bien selon la tortuosité du système. Pour les figures VII-2c et 2d, il s'agit du cas d'un comportement plastique de la matrice avec durcissement. La déformation plastique a alors gagné toute la matrice qui contribue (de manière non homogène) à la résistance globale du composite.

Les figures VII-3a et 3b ci-dessous montrent le résultat des calculs que nous avons effectués sur une seule réalisation aléatoire de distribution de fibres. Il s'agit des courbes contrainte-déformation. Nos résultats sont reportés en traits continus rouge sur les figures issues de l'article précité. Pour la configuration aléatoire, ces figures donnent un faisceau de courbes, chacune étant obtenue pour une réalisation particulière de distribution de fibres, et la ligne en trait fort étant le résultat moyen

obtenu (sur 23 configurations différentes). Notre simulation ne peut donc que s'inscrire dans ce faisceau de courbes.

Sur ces mêmes figures nous avons également reportés (points carrés) les résultats issus de simulations identiques (mêmes images initiales de départ, mêmes propriétés matériaux) mais obtenus cette fois-ci par un code alternatif (« DAMASK »), basé sur les mêmes ingrédients (Solveur Spectral). Ce code est issu des travaux de recherche d'un groupe allemand dont l'un des membres R.A. Lebensohn, a collaboré avec Suquet et a re-développé sa propre version [6]. Les résultats se superposent parfaitement et valident définitivement notre bonne maîtrise du code CRAFT. Nous allons donc mettre ceci à profit pour développer des simulations originales sur nos matériaux réels : composite avec textile taffetas, propriétés des matériaux issus des modèles micromécaniques utilisés dans cette thèse, essai de traction à 45°. Les résultats de simulation et leur comparaison avec les mesures expérimentales plein-champ sont rapportés dans le chapitre VIII.

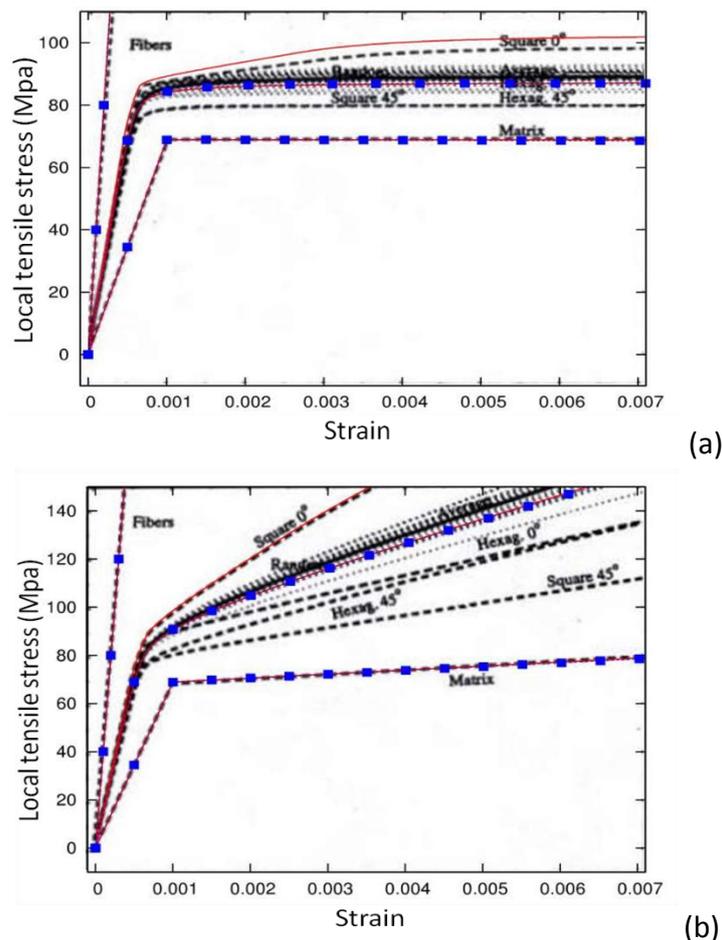


Figure VII-3 : Courbes contrainte-déformation obtenues par simulation (CRAFT=lignes rouges; DAMASK=points bleus) pour les composites fibrés du cas test des figures 2b)-2d) dans le cas d'une matrice élasto-plastique parfaite (a) et plastique avec durcissement (b) comparés avec les données simulées dans les travaux de Moulinec [1].

## VII.5 Application à notre cas d'étude

### VII.5.1 Génération de la microstructure

#### Composition et dimension d'une maille VER

Les paramètres intervenant dans la construction géométrique de la maille du VER d'un composite multi-plis à renfort tissé taffetas sont :

- Taux volumique des fibres des plaques ( $V_f=0.47$ )
- Dimensions et formes géométriques des éléments constituant une maille élémentaire du VER taffetas (torons de chaînes et de torons de trames enchevêtrés, (figure VII-4).

Ces informations sont recueillies à partir des plaques de composites fournies par le PPE. Toute la difficulté consiste à représenter le VER avec la bonne géométrie des torons et les bonnes dimensions afin de respecter un  $V_f=0.47$ .

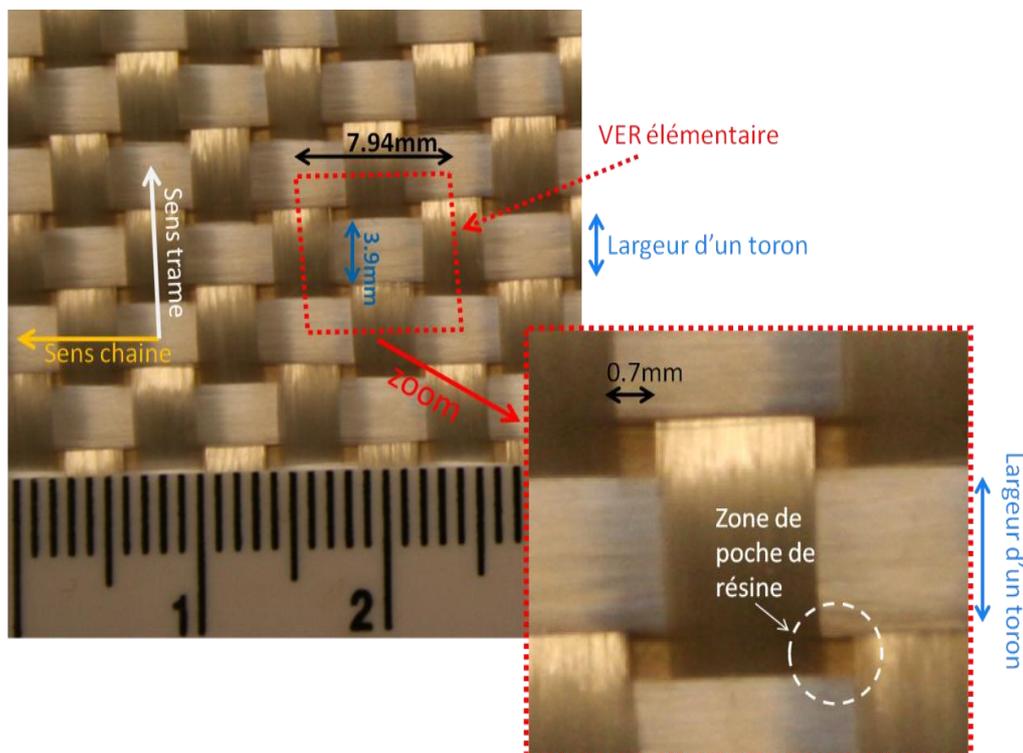


Figure VII-4: Dimensions et architecture du textile taffetas « Fibres de verre ». zoom: VER élémentaire.

#### Modélisation 2D

Dans une première approche, nous avons tenté une représentation géométrique 2D de la maille VER (figure VII-6). Bien que les proportions de fibres et de résine ( $V_f=0.47$ ) soient conservées dans le motif, on se rend rapidement compte que cette approche simpliste présente un défaut de répartition de la résine dans la maille non

conforme à la réalité. En effet dans cette modélisation, on considère que les torons ont une section rectangulaire. En réalité l'observation au microscope des sections de torons révèle:

- une forme elliptique de dimensions  $\approx 3.26\text{mm}$  selon le grand axe et  $\approx 0.22\text{mm}$  selon le petit axe.
- une constitution basée sur des centaines de fibres noyées dans la matrice (Zoom figure VII-5). Par conséquent le toron présente également un taux volumique de fibre.

Nous l'appellerons dans la suite  $V_{ft}$  pour le différencier du taux volumique de fibre global du RVE (noté  $V_f$ ). Par un traitement d'image des images au microscope optique, il s'avère que dans un toron 30% du volume correspond à de la résine soit un  $V_{ft} = 0.7$ .

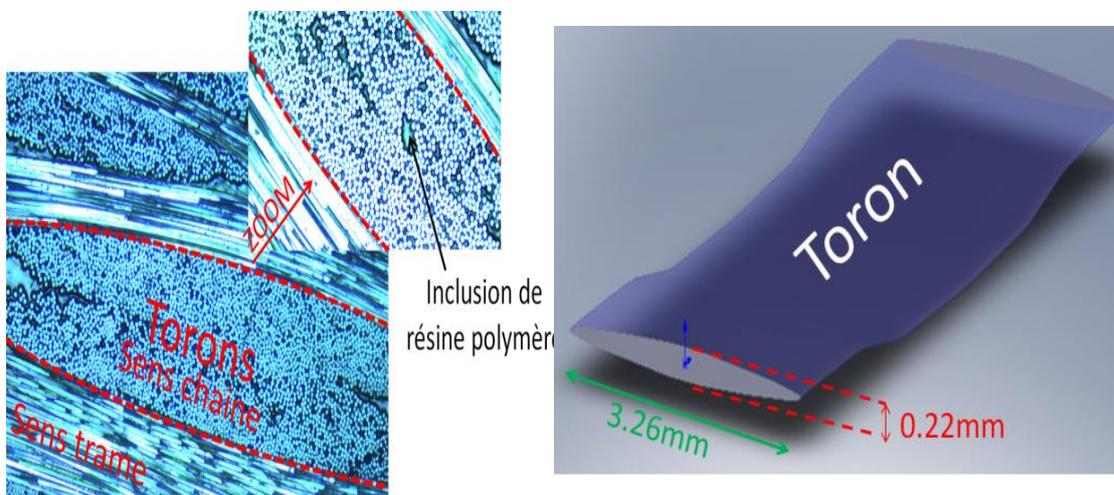


Figure VII-5 : Partie gauche : Observation au microscope optique de la section d'un toron (Grossissement  $\times 10$  et dans l'insert  $\times 20$ ). Partie droite : Section 2D d'un toron, vue dans une représentation numérique 3D faite sous Solidworks®.

### Modélisation 3D

Afin de tenir compte de la géométrie elliptique des torons, la construction de la mésostructure doit être réalisée en 3D. Dans cette étude, la maille VER est recrée numériquement par le logiciel de conception 3D « Solidworks ». On peut alors obtenir une description géométrique des différentes coupes d'un même pli. Sur la figure VII-6, nous avons représenté quelques coupes parmi les 9 réalisées dans l'épaisseur d'un même pli. On peut y voir l'évolution correspondante de la répartition des différents constituants (résine, torons) pour le même VER. Les zones de torons apparaissent ici de la même couleur rouge mais évidemment, dans le code CRAFT, nous rentrons deux mêmes matériaux, à propriétés isotropes transverses égales, mais orientés à  $90^\circ$  l'un par rapport à l'autre. Le fichier nécessaire au code CRAFT pour décrire la géométrie 3D du VER est généré à partir de cet empilement. Dans ce fichier chaque « phase » est codée par un entier numérique.

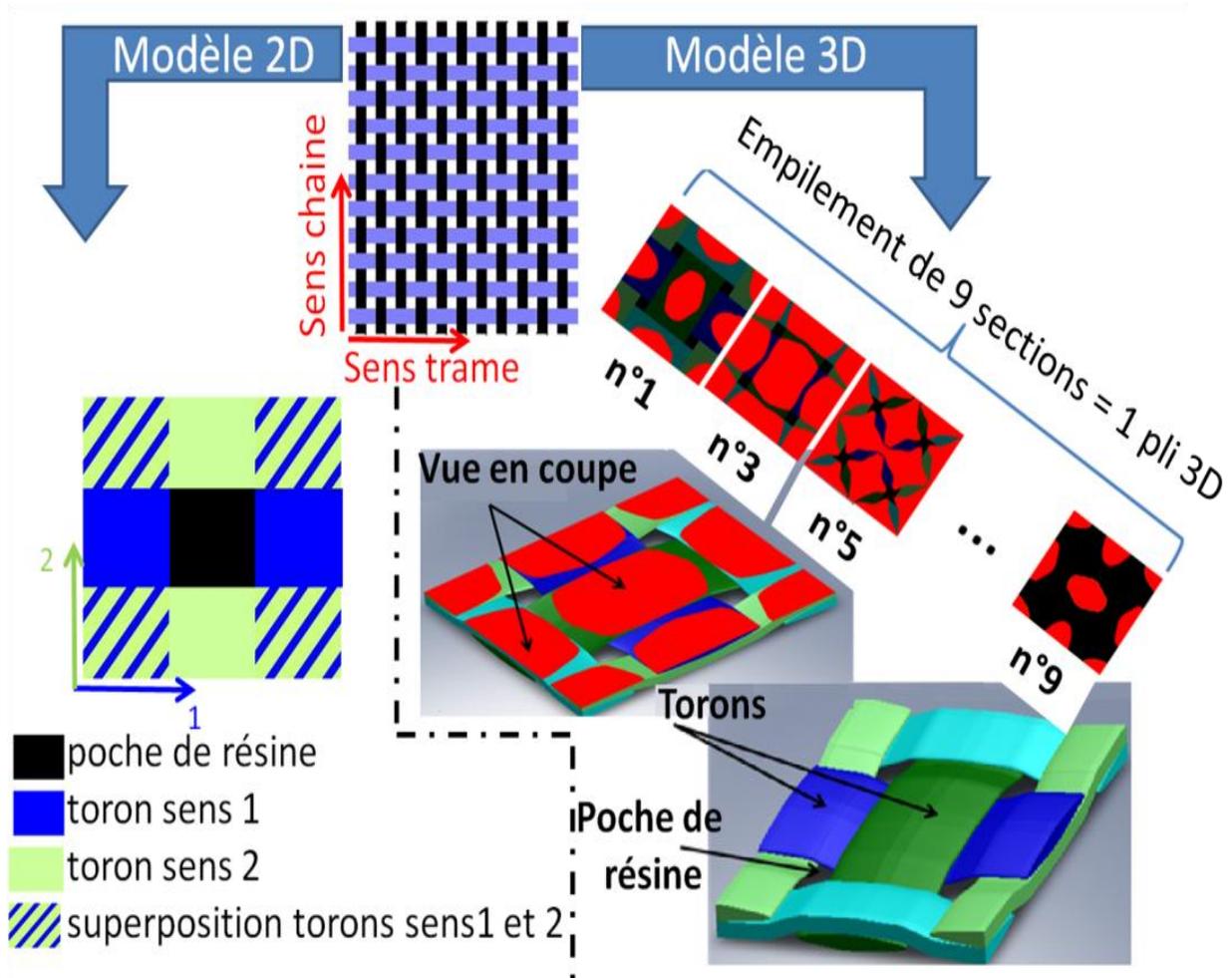


Figure VII-6 : (Partie gauche) modélisation 2D de la maille VER pour un composite à renfort taffetas. (Partie droite) modélisation 3D de la maille VER pour un composite à renfort taffetas réalisé sous Solidworks®.

### VII.5.2 Propriétés effectives à la méso-échelle

Une fois la description géométrique de la maille VER effectuée, il faut attribuer à chaque phase de la microstructure (résine, torons orientés), ses propriétés effectives (E et  $\nu$ ).

La résine est une phase homogène, ses propriétés sont connues et nous avons considéré les valeurs de modules reportées dans le tableau VII-1.

Le toron est une phase hétérogène constituée de plusieurs centaines de fibres noyées dans de la résine. On peut donc le modéliser par un composite unidirectionnel isotrope transverse. Les constantes élastiques dans le toron sont déterminées grâce aux modèles micromécaniques déjà évoqués au chapitre II. Le tableau VII-1 donne pour différents modèles micromécaniques les valeurs de propriétés mécaniques effectives d'un toron à base de résine Elium® et de fibres de verre-E pour un  $V_{ft}=0.7$ . Nous

remarquons que les différents modèles utilisés donnent des valeurs relativement proches.

	modèle	E (Gpa)		G (Gpa)	v	
		$E_{11}$	$E_{22} = E_{33}$	$G_{12} = G_{13} = G_{23}$	$\nu_{12} = \nu_{13}$	$\nu_{23}$
Résine Elium®		3.6		1.3	0.37	
Fibre de verre		73		29.9	0.22	
Toron pour un $V_{ft}=0.7$	Hokins et Chamis	<b>52.2</b>	<b>15.30</b>	<b>5.71</b>	<b>0.27</b>	<b>0.34</b>
	Chamis	<b>52.2</b>	<b>17.59</b>	<b>6.5</b>	<b>0.26</b>	<b>0.34</b>

Tableau VII-1 : Propriété mécanique d'un toron constitutif du VRE pour différents modèles micromécaniques (Chamis, Gibson-Chamis).

La seule chose qui n'est pas prise en compte au final, dans cette description idéalisée du matériau est l'effet d'ondulation des torons.

Dans le chapitre suivant nous analyserons par CRAFT le détail des champs contraintes et des déformations à l'échelle de la méso-structure pour une sollicitation du VER en traction par cisaillement plan à  $\pm 45^\circ$  ( norme NF ISO 14129). A partir des résultats nous souhaitons vérifier que les zones où l'endommagement apparaît dans la méso-structure correspondent bien à des régions de concentrations de contrainte.

## Bibliographie

- [1] H. Moulinec and P. Suquet, "A numerical method for computing the overall response of nonlinear composites with complex microstructure," *Comput. Methods Appl. Mech. Eng.*, vol. 157, no. 1–2, pp. 69–94, Apr. 1998.
  
- [2] T. Mura, *Micromechanics of defects in solids*, 2nd, rev. ed. Dordrecht, Netherlands ; Boston : Hingham, MA, USA: M. Nijhoff ; Distributors for the U.S. and Canada, Kluwer Academic Publishers, 1987.
  
- [3] J. Lemaitre, J.-L. Chaboche, A. Benallal, and R. Desmorat, Eds., *Mécanique des matériaux solides*, 3e et nouvelle édition. Paris: Dunod, 2009.
  
- [4] J. C. Michel, H. Moulinec, and P. Suquet, "A computational scheme for linear and non-linear composites with arbitrary phase contrast," *Int. J. Numer. Methods Eng.*, vol. 52, no. 1–2, pp. 139–160, 2001.
  
- [5] H. Moulinec and F. Silva, "Comparison of three accelerated FFT-based schemes for computing the mechanical response of composite materials: COMPARISON OF THREE ACCELERATED FFT-BASED SCHEMES," *Int. J. Numer. Methods Eng.*, vol. 97, no. 13, pp. 960–985, Mar. 2014.
  
- [6] P. Eisenlohr, M. Diehl, R. A. Lebensohn, and F. Roters, "A spectral method solution to crystal elasto-viscoplasticity at finite strains," *Int. J. Plast.*, vol. 46, pp. 37–53, Jul. 2013.

## Chapitre VIII : Résultats de simulation

### VIII.1 Introduction

Dans ce chapitre nous allons étudier numériquement par la méthode CRAFT, le comportement d'un volume élémentaire représentatif (VER) mésoscopique d'un stratifié sollicité en cisaillement plan (traction  $\pm 45^\circ$ ) dans le cadre élastique pur. Cette configuration de chargement induit une structuration du champ de déformation favorable à l'étude de phénomènes intervenant dans la matrice, comme cela a pu être montré au chapitre IV. L'étude porte sur un VER reflétant au maximum les caractéristiques des plaques fournies par le PPE au cours du projet « résine idéale ». Elles sont donc composées d'une résine Elium<sup>®</sup> renforcée par neuf plis de taffetas en verre superposés. Les constantes élastiques nécessaires à la modélisation de la structure sont obtenues pour la résine Elium<sup>®</sup>, par des essais expérimentaux, et pour les torons grâce au modèle d'homogénéisation micromécaniques de Chamis (mélange fibres/résine). Les propriétés de la résine, des fibres et des torons utilisés pour les calculs de simulation sont donnés dans le tableau VII-1. Dans cette étude nous souhaitons déterminer les zones de concentrations de déformation et de contrainte à l'échelle de la mésostructure. Nous pourrions alors comparer les résultats obtenus aux mesures réalisées par DIC et par tomographie X.

Par conséquent le chapitre s'articule de la façon suivante : Tout d'abord nous déterminerons numériquement avec une haute résolution, les champs de déformation induits dans le VER. Ensuite compte tenu de l'écart de résolution spatiale Calcul/Données DIC, nous présenterons une procédure de dégradation des résultats numériques permettant d'obtenir des champs de déformation de même résolution spatiale que ceux obtenus expérimentalement par DIC. Cette procédure est réalisée par une méthode de calcul identique à celle du logiciel ARAMIS (logiciel de traitement des données DIC pour obtenir les champs de déformation). Enfin, après calcul des champs de contrainte par CRAFT, nous analyserons les zones de fortes concentrations induites dans le VER pour un chargement à  $\pm 45^\circ$ .

### VIII.2 Etude des champs de déformations

Dans ce qui suit nous avons étudié les champs de déformation de la couche en surface du VER pour la microstructure en figure VIII-1. On fera la distinction entre le repère  $R(O,X,Y,Z)$  lié au chargement et le repère  $R_1(O,1,2,3)$  lié à l'orientation des fibres, obtenu par la rotation d'angle  $\theta = 45^\circ$  autour de l'axe  $3=Z$  (figure VIII-1)

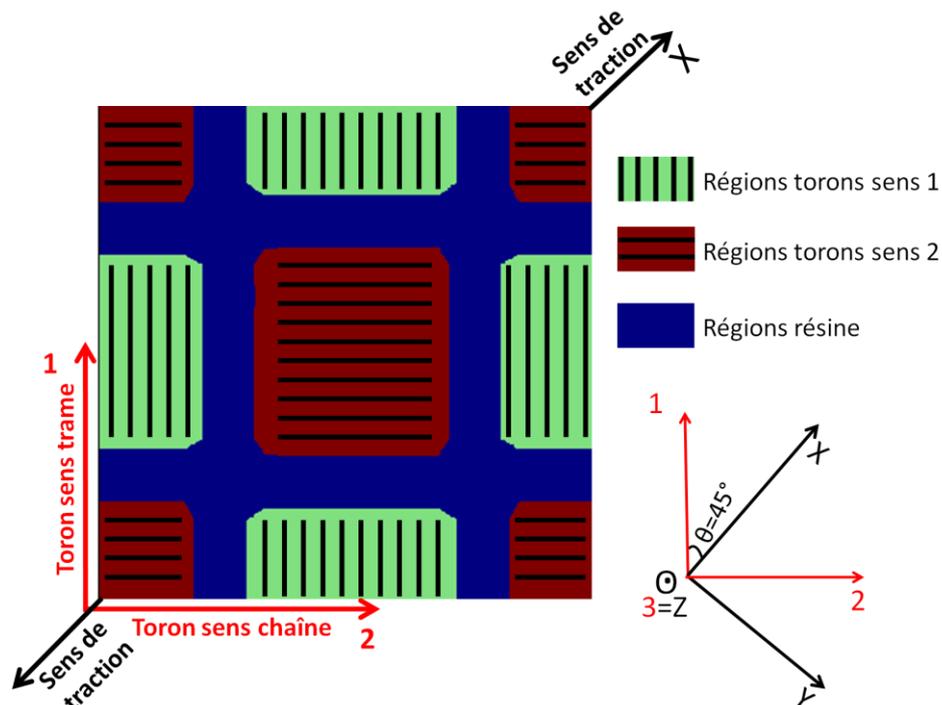


Figure VIII-1 : Microstructure du VER : Composition des différentes phases du pli de surface.

## VIII.2.1 Analyse des résultats

### VIII.2.1.1 Observation qualitative

Sur la figure VIII-2a nous représentons dans le repère lié au chargement  $R(O,X,Y,Z)$  le champ de déformation mésoscopique  $\varepsilon_{XX}^{\text{meso}}$  obtenu dans le cadre de la simulation CRAFT. Dans ce même repère nous montrons également en figure VIII-2b le champ expérimental  $\varepsilon_{XX}^{\text{meso}}$  obtenu par DIC. D'un point de vue numérique, la simulation permet de retrouver parfaitement la structuration du champ de déformation induite par le textile avec des régions de fortes déformations dans les zones riches en résine (Région résine), des régions de faibles déformations dans les zones riches en fibres (Région fibre) et des régions de déformations « intermédiaires » dans les endroits où la résine s'est intercalée entre les zones de croisement des toron chaînes et trames. La figure VIII-3 sert d'appui explicatif pour mieux visualiser la localisation des trois différentes zones et-notamment les régions de déformations intermédiaires.

La comparaison avec l'expérience montre sans surprise que le champ de déformation est nettement mieux résolu par simulation CRAFT que par DIC, ce qui nécessite de pousser un peu plus la réflexion. Grâce au calcul numérique, nous montrons dans le

paragraphe suivant une détection fine des phénomènes liés au comportement de la matrice non accessible expérimentalement par DIC.

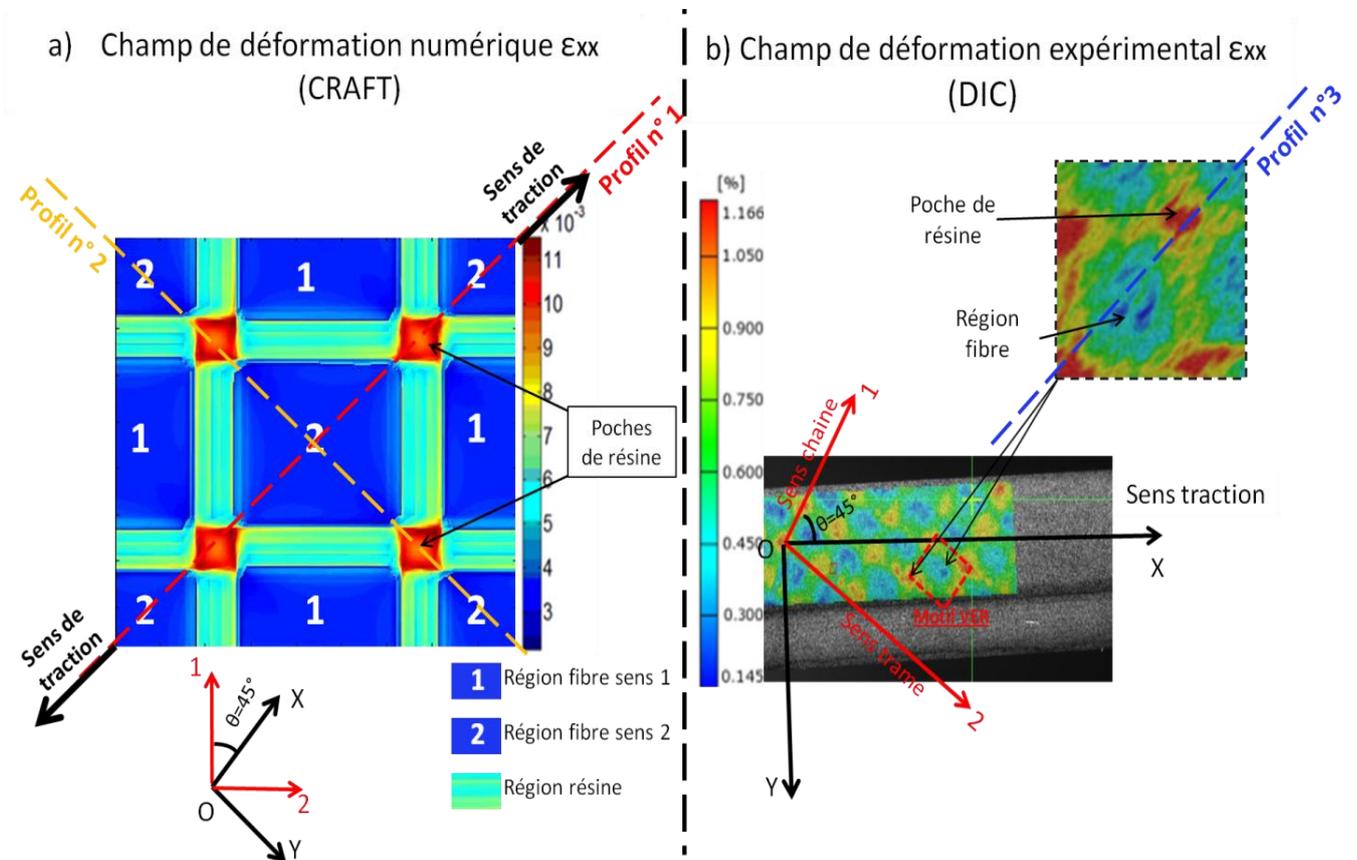


Figure VIII-2 : a) champ de déformation numérique  $\epsilon_{XX}^{meso}$  obtenu par CRAFT. b) champ de déformation  $\epsilon_{XX}^{meso}$  expérimental obtenu par dispositif de corrélation d'image DIC.

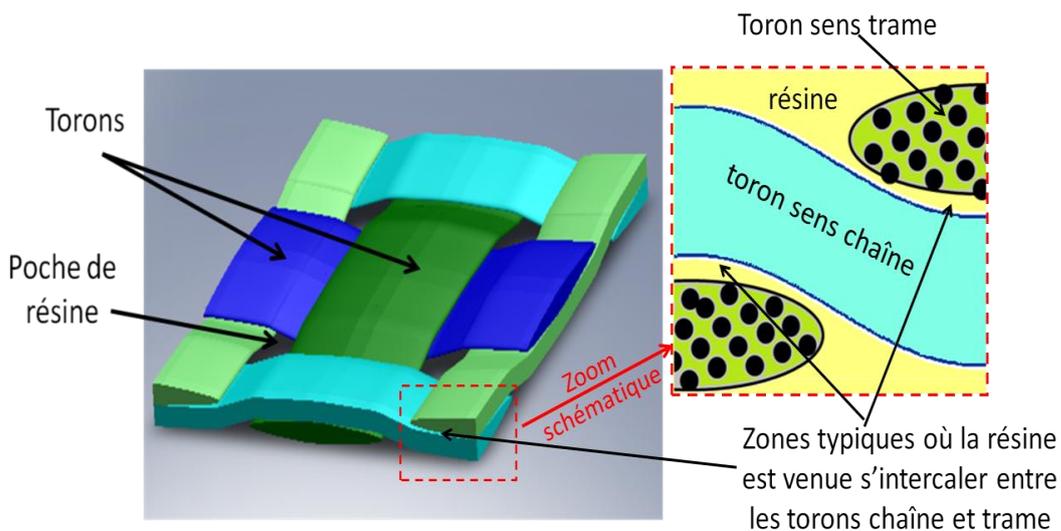


Figure VIII-3 : Positions des différentes zones riches en fibres et riches en résines au sein du VER.

### VIII.2.1.2 Analyse quantitative

#### Propriétés élastiques macroscopiques du VER.

A partir des champs de déformation obtenus par simulation nous avons calculé les modules d'élasticité «  $E_{XX}^{ma}$  » et de cisaillement «  $G_{12}^{ma}$  » macroscopiques moyennés spatialement sur tout le volume du VER. Le tableau VIII-1 montre les valeurs obtenues par CRAFT pour une contrainte macroscopique appliquée  $\sigma_{XX}^{ma} = 50 \text{ MPa}$ . Nous montrons également les résultats obtenus expérimentalement (chapitres IV et VI) et ceux obtenus par le modèle micromécanique de Chamis.

	$\langle \varepsilon_{XX}^{VER} \rangle$ Résultat CRAFT	$E_{xx}^{ma} = \frac{\sigma_{xx}^{ma}}{\langle \varepsilon_{XX}^{VER} \rangle}$	$\langle \varepsilon_{12}^{VER} \rangle$ Résultat CRAFT	$G_{12}^{ma} = \frac{\sigma_{12}^{ma}}{2\langle \varepsilon_{12}^{VER} \rangle}$
CRAFT	0.0036	13.94 Gpa	0.0026	4.82 Gpa
Modèle μmécanique de Chamis (Modèle OTFNU)	x	14.01 Gpa	x	4.83 Gpa
Valeur Expérimentale	x	14.00 Gpa (DMA)	x	3.41 Gpa (Traction $\pm 45^\circ$ )

Tableau VIII-1 :  $E_{XX}^{ma}$  et  $G_{12}^{ma}$  obtenus par CRAFT, par modèle micromécanique et expérimentalement..

avec :

- $\sigma_{12}^{ma} = \frac{\sigma_{XX}^{ma}}{2}$  compte tenu de la rotation d'angle  $\theta = 45^\circ$  autour de l'axe 3=Z entre le repère R (O,X,Y,Z) et le repère R1(O, 1,2,3)
- $\langle \varepsilon_{XX}^{VER} \rangle$  : Déformation CRAFT moyennée sur tout le VER suivant l'axe OX
- $\langle \varepsilon_{12}^{VER} \rangle$  : Déformation CRAFT moyennée sur tout le VER suivant l'axe 1 et normal à l'axe 2

Pour la valeur de  $E_{xx}^{ma}$ , on retrouve donc parfaitement le module d'élasticité obtenu expérimentalement par DMA ( $E_{XX}^{ma} = 14.00 \text{ GPa}$ ) et par le modèle micromécanique de Chamis ( $E_{XX}^{ma} = 14.01 \text{ GPa}$ ). Pour le module de cisaillement  $G_{12}^{ma}$  nous avons une surestimation de 28% comparativement au résultat obtenu par essai de traction à  $\pm 45^\circ$ . En réalité il a été mesuré expérimentalement sur une plage de déformation où la courbe n'est pas parfaitement linéaire (voir figures IV-11 et IV-12 du chapitre IV). Cette non linéarité observée dès le début de l'essai est due au caractère

viscoélastique du composite, ce qui induit une sous-estimation de  $G_{12}^{ma}$  expérimental. Toutefois on retrouve parfaitement la valeur du module de cisaillement obtenu à partir du modèle micromécanique de Chamis qui tient compte du détail de la mésostructure spécifique du VER ( $G_{12}^{ma} = 4.82 \text{ GPa}$ ) comme nous l'avons décrit dans le modèle OTFNU (§ 1.3.1)

### **Confrontation des champs de déformations numériques et expérimentaux**

Sur la figure VIII-4a on représente les évolutions de la déformation  $\varepsilon_{XX}^{\text{meso}}$  calculée par CRAFT et mesurée par DIC selon les profils n° : 1, 2 et 3 (figure VIII-2) passant alternativement par les régions riches en fibres et riches en résine. La résolution spatiale de la mesure par corrélation d'image « DIC\_SR » est d'environ 0.6 mm, soit l'ordre de grandeur de la taille des poches de résine qui vaut 0.8mm. Cette résolution est beaucoup moins fine que celle issue de la simulation numérique. Elle "renvoie" donc des valeurs expérimentales correspondant à des valeurs moyennées sur des zones relativement importantes. Il est donc impossible de « résoudre » les forts gradients de déformation et de capturer les variations brusques de déformation induites notamment par le passage brutal d'un matériau rigide (toron) à un matériau plus mou (résine). En conséquence, les zones fortement déformées associées aux poches de résine apparaissent relativement étendues (figure VIII-4a). A l'évidence la courbe expérimentale associée au profil 3 montre l'influence du bruit de mesure ne permet donc pas d'observer les pics de déformations aux bords des poches de résine, alors qu'ils apparaissent clairement et de manière systématique sur les courbes associées au calcul CRAFT (profils 1 et 2). Cela suggère que les déformations maximales apparaissent dans des zones privilégiées qui se situent dans les coins des poches de résines.

Par ailleurs si on compare les profils 1, 2 et 3 (figure VIII-3), on constate que le rapport des déformations obtenu entre les zones riches en résine et celles riches en fibres est approximativement le même (environ 3) que ce soit par la voie expérimentale ou numérique (figure VIII-4b). Au vu des différences de résolution entre la simulation et l'expérience, nous présentons dans ce qui suit une procédure de "lissage" des données modèles pour se rendre plus conforme à la résolution spatiale liée à la capture des images et à leur traitement par le logiciel ARAMIS.

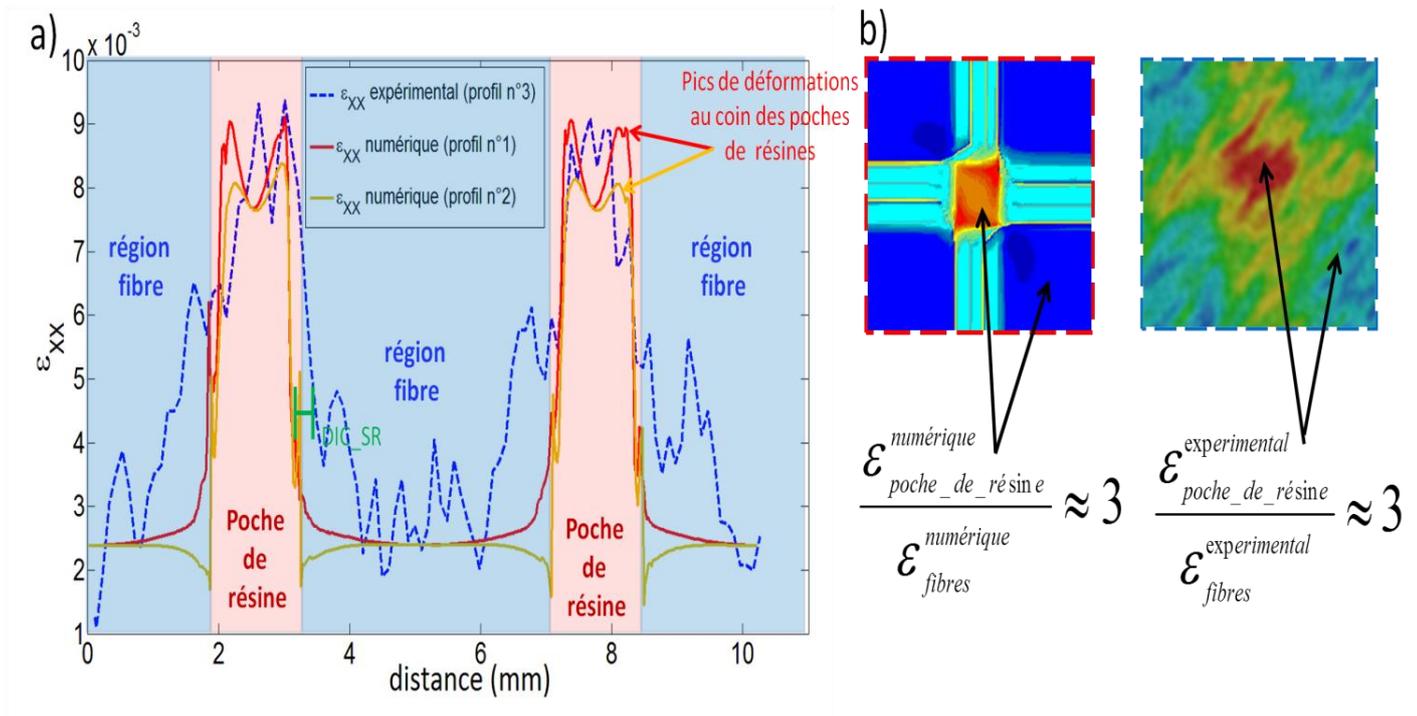


Figure VIII-4 : a) Superposition de  $\varepsilon_{XX}^{meso}$  numérique et expérimental suivant les profils 1, 2 et 3. b) Champs de déformation numérique et expérimental  $\varepsilon_{XX}^{meso}$  autour d'une poche de résine.

## VIII.2.2 Dégradation du champ de déformation

### VIII.2.2.1 Procédure de lissage

Dans ce paragraphe nous souhaitons obtenir le tenseur gradient de la transformation  $\underline{\underline{F}}$  à partir des résultats de simulation CRAFT « comme on l'obtient » à l'aide du logiciel ARAMIS à partir des résultats expérimentaux avec la résolution de notre dispositif.

Après calcul CRAFT les champs  $\underline{\underline{\varepsilon}}_B(x, y, z)$  et  $\underline{\underline{\sigma}}_B(x, y, z)$  sont obtenus en tout point  $M_B(x, y, z)$  de l'espace dans la base  $B = (u_x, u_y, u_z)$  en fonction des variables  $x, y$  et  $z$  de la grille de calcul CRAFT et qui vérifient des conditions aux limites périodiques (figure VIII-5).

Pour obtenir le tenseur gradient de la transformation  $\underline{\underline{F}}$  tel que le calcule le logiciel ARAMIS, il est nécessaire de passer par l'obtention du champ de déplacement  $\underline{\underline{U}}_{B_1}(X, Y)$  dans la base du capteur  $B_1 = (u_x^1, u_y^1)$ , en fonction des variables  $X$  et  $Y$  de la grille du capteur, et ce, à partir du champ des déformations  $\underline{\underline{\varepsilon}}_B(x, y, z)$  obtenu par CRAFT (figure VIII-5).

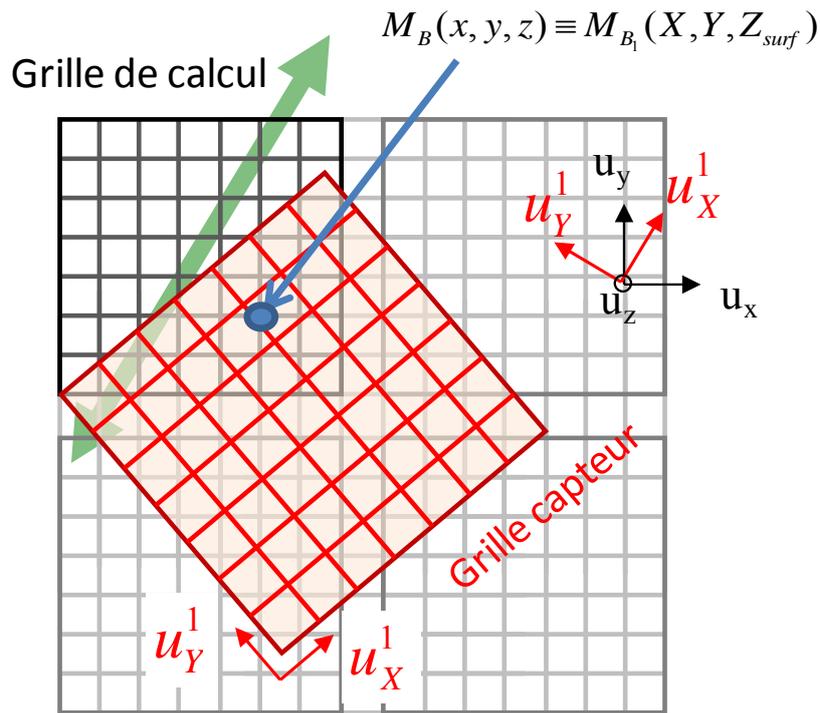


Figure VIII-5 : Représentation schématique des grilles "Capteur" et "Calcul" nécessaires à la transformation du champ de déformation obtenu sur la grille de calcul CRAFT.

Le tenseur du champ de déformation  $\underline{\underline{\varepsilon}}_B(x, y, z)$  est décomposé en la somme d'un tenseur homogène constant  $\bar{\underline{\underline{\varepsilon}}}_B = \langle \underline{\underline{\varepsilon}}_B \rangle_{(x,y,z)}$  et d'un champ de tenseur hétérogène  $\underline{\underline{\delta\varepsilon}}_B(x, y, z)$  fonction des variables d'espace  $x, y$  et  $z$  tel que  $\langle \underline{\underline{\delta\varepsilon}}_B \rangle_{(x,y,z)} = 0$

$$\underline{\underline{\varepsilon}}_B(x, y, z) = \bar{\underline{\underline{\varepsilon}}}_B + \underline{\underline{\delta\varepsilon}}_B(x, y, z) \quad (1)$$

C'est le champ  $\underline{\underline{\delta\varepsilon}}_B(x, y, z)$  qui vérifie alors les conditions aux limites périodiques. Le champ de déplacement  $\underline{U}_B(x, y, z)$  peut alors être calculé par une méthode d'intégration telle que, en tenant compte de l'hypothèse des petites perturbations (HPP), on vérifie :

$$\underline{\underline{\varepsilon}}_B(x, y, z) = \frac{1}{2} \left( \underline{\underline{\text{grad}}}(\underline{U}_B) + (\underline{\underline{\text{grad}}}(\underline{U}_B))^T \right) \quad (2)$$

### VIII.2.3 Méthode d'intégration pour obtenir $\underline{U}_B(x, y, z)$

Le champ  $\underline{U}_B(x, y, z)$  peut être décomposé comme la somme d'un champ de déplacement linéaire  $\underline{U}_{\text{lin}_B}(x, y, z)$  (celui qui serait associé au matériau homogène équivalent) et d'un champ de déplacement hétérogène  $\underline{\delta U}_B(x, y, z)$  :

$$\underline{U}_B(x, y, z) = \underline{U}_{\text{lin}_B}(x, y, z) + \underline{\delta U}_B(x, y, z) \quad (3)$$

avec :

$$\underline{\underline{\varepsilon}}_B = \frac{1}{2} \left( \underline{\underline{\text{grad}}}(\underline{U}_{\text{lin}_B}) + (\underline{\underline{\text{grad}}}(\underline{U}_{\text{lin}_B}))^T \right) \quad (4)$$

et

$$\underline{U}_{\text{lin}_B}(x_0, y_0, z_0) = \underline{U}_{\text{lin}_B}^0$$

(la dernière relation, permettant de lever l'indétermination liée à l'intégration), et

$$\underline{\underline{\delta \varepsilon}}_B(x, y, z) = \frac{1}{2} \left( \underline{\underline{\text{grad}}}(\underline{\delta U}_B) + (\underline{\underline{\text{grad}}}(\underline{\delta U}_B))^T \right) \quad (5)$$

et

$$\langle \underline{\delta U}_B \rangle_{(x, y, z)} = 0$$

Le champ  $\underline{\delta U}_B(x, y, z)$  vérifiera alors des conditions aux limites périodiques.

D'après les conditions (4) le champ de déplacement linéaire  $\underline{U}_{\text{lin}_B}(x, y, z)$  peut être calculé simplement de la manière suivante :

$$\begin{cases} \underline{U}_{\text{lin}_x}(x, y, z) = \underline{\varepsilon}_{xx} \cdot (x - x_0) + \underline{\varepsilon}_{xy} \cdot (y - y_0) + \underline{\varepsilon}_{xz} \cdot (z - z_0) + U_{\text{lin}_x}^0 \\ \underline{U}_{\text{lin}_y}(x, y, z) = \underline{\varepsilon}_{xy} \cdot (x - x_0) + \underline{\varepsilon}_{yy} \cdot (y - y_0) + \underline{\varepsilon}_{yz} \cdot (z - z_0) + U_{\text{lin}_y}^0 \\ \underline{U}_{\text{lin}_z}(x, y, z) = \underline{\varepsilon}_{xz} \cdot (x - x_0) + \underline{\varepsilon}_{yz} \cdot (y - y_0) + \underline{\varepsilon}_{zz} \cdot (z - z_0) + U_{\text{lin}_z}^0 \end{cases} \quad (6)$$

Le champ de déplacement hétérogène  $\underline{\delta U}_B(x, y, z)$  vérifiant les conditions aux limites périodiques sur la grille de simulation CRAFT peut être déterminé par une méthode spectrale, à base de transformée de Fourier prenant en compte naturellement ce type de conditions aux limites. Le champ de déplacement dans l'espace de Fourier  $\underline{\tilde{U}}_B(k_x, k_y, k_z)$  en fonction des fréquences spatiales  $k_x, k_y, k_z$  est alors calculé à partir

des composantes du tenseur des déformations  $\underline{\underline{\delta\tilde{\varepsilon}}}_B(k_x, k_y, k_z)$ . L'expression de la transformée de Fourier  $\tilde{f}(k_x, k_y, k_z)$  d'une fonction  $f(x, y, z)$  est la suivante :

$$\tilde{f}(\underline{k}) = \int_V f(\underline{r}) \cdot e^{-i\underline{k} \cdot \underline{r}}$$

avec (7)

$$\underline{k} = k_x \underline{u}_x + k_y \underline{u}_y + k_z \underline{u}_z \quad \text{et} \quad \underline{r} = x \underline{u}_x + y \underline{u}_y + z \underline{u}_z$$

Les conditions (5) exprimées dans l'espace de Fourier sont alors les suivantes :

$$\begin{aligned} \delta\varepsilon_{xx} &= \frac{\partial \delta U_x}{\partial x} & \Rightarrow & \quad \delta\tilde{\varepsilon}_{xx} = ik_x \cdot \delta\tilde{U}_x \\ \delta\varepsilon_{yy} &= \frac{\partial \delta U_y}{\partial y} & \Rightarrow & \quad \delta\tilde{\varepsilon}_{yy} = ik_y \cdot \delta\tilde{U}_y \\ \delta\varepsilon_{zz} &= \frac{\partial \delta U_z}{\partial z} & \Rightarrow & \quad \delta\tilde{\varepsilon}_{zz} = ik_z \cdot \delta\tilde{U}_z \\ \delta\varepsilon_{xy} &= \frac{1}{2} \left( \frac{\partial \delta U_x}{\partial y} + \frac{\partial \delta U_y}{\partial x} \right) & \Rightarrow & \quad 2\delta\tilde{\varepsilon}_{xy} = ik_y \cdot \delta\tilde{U}_x + ik_x \cdot \delta\tilde{U}_y \\ \delta\varepsilon_{xz} &= \frac{1}{2} \left( \frac{\partial \delta U_x}{\partial z} + \frac{\partial \delta U_z}{\partial x} \right) & \Rightarrow & \quad 2\delta\tilde{\varepsilon}_{xz} = ik_z \cdot \delta\tilde{U}_x + ik_x \cdot \delta\tilde{U}_z \\ \delta\varepsilon_{yz} &= \frac{1}{2} \left( \frac{\partial \delta U_y}{\partial z} + \frac{\partial \delta U_z}{\partial y} \right) & \Rightarrow & \quad 2\delta\tilde{\varepsilon}_{yz} = ik_z \cdot \delta\tilde{U}_y + ik_y \cdot \delta\tilde{U}_z \end{aligned} \quad (8)$$

$$\langle \underline{\delta U}_B \rangle_{(x,y,z)} = 0 \quad \Rightarrow \quad \underline{\delta\tilde{U}}_B(k_x = 0, k_y = 0, k_z = 0) = \underline{0}$$

Chaque composante du champ de déplacement  $\underline{\delta\tilde{U}}_B(k_x, k_y, k_z)$  en tout point de l'espace des fréquences spatiales  $k_x, k_y, k_z$  dans la base B peut alors être déduite des expressions suivantes qui exploitent l'une ou l'autre des relations (8) selon les cas d'annulation des fréquences spatiales.

$$\delta\tilde{U}_x = \begin{cases} \frac{\delta\tilde{\varepsilon}_{xx}}{ik_x} & k_x \neq 0 \\ 2\frac{\delta\tilde{\varepsilon}_{xy}}{ik_y} & k_x = 0, \quad k_y \neq 0 \\ 2\frac{\delta\tilde{\varepsilon}_{xz}}{ik_z} & k_x = 0, \quad k_y = 0, \quad k_z \neq 0 \\ 0 & k_x = 0, \quad k_y = 0, \quad k_z = 0 \end{cases} \quad (9)$$

$$\delta\tilde{U}_y = \begin{cases} \frac{\delta\tilde{\varepsilon}_{yy}}{ik_y} & k_y \neq 0 \\ 2\frac{\delta\tilde{\varepsilon}_{xy}}{ik_x} & k_x \neq 0, \quad k_y = 0 \\ 2\frac{\delta\tilde{\varepsilon}_{yz}}{ik_z} & k_x = 0, \quad k_y = 0, \quad k_z \neq 0 \\ 0 & k_x = 0, \quad k_y = 0, \quad k_z = 0 \end{cases} \quad (10)$$

$$\delta\tilde{U}_z = \begin{cases} \frac{\delta\tilde{\varepsilon}_{zz}}{ik_z} & k_z \neq 0 \\ 2\frac{\delta\tilde{\varepsilon}_{xz}}{ik_x} & k_x \neq 0, \quad k_z = 0 \\ 2\frac{\delta\tilde{\varepsilon}_{yz}}{ik_y} & k_x = 0, \quad k_y \neq 0, \quad k_z = 0 \\ 0 & k_x = 0, \quad k_y = 0, \quad k_z = 0 \end{cases} \quad (11)$$

Le champ de déplacement hétérogène  $\delta\tilde{U}_B(x,y,z)$  est ensuite obtenu par une transformée de Fourier inverse du champ  $\delta\tilde{U}_B(k_x, k_y, k_z)$ .

#### VIII.2.4 Obtention du champ de déplacement $\underline{U}_{B_1}(X,Y)$ « vu par le capteur »

De la même manière, dans la base  $B_1 = (u_X^1, u_Y^1)$  du capteur, le champ de déplacement 2D vu par le capteur  $\underline{U}_{B_1}(X,Y)$  peut être décomposé en la somme d'un

champ de déplacement linéaire  $\underline{U}_{\text{lin}_{B_1}}(X, Y)$  et d'un champ de déplacement hétérogène  $\underline{\delta U}_{B_1}(X, Y)$  :

$$\underline{U}_{B_1}(X, Y) = \underline{U}_{\text{lin}_{B_1}}(X, Y) + \underline{\delta U}_{B_1}(X, Y) \quad (12)$$

Le tenseur constant  $\underline{\underline{\bar{\varepsilon}}}$  exprimé jusqu'alors dans la base B peut s'exprimer dans la nouvelle base  $B_1$ , celle du capteur, par le calcul :

$$\underline{\underline{\bar{\varepsilon}}}_{B_1} = P^{-1} \underline{\underline{\bar{\varepsilon}}}_B P \quad (13)$$

où P représente la matrice de passage de la base B à la base  $B_1$ .

Comme précédemment le champ de déplacement linéaire  $\underline{U}_{\text{lin}_{B_1}}(X, Y)$  peut être calculé, à partir du tenseur  $\underline{\underline{\bar{\varepsilon}}}_{B_1}$ , à partir de l'intégration suivante :

$$\begin{cases} \underline{U}_{\text{lin}, X}(X, Y) = \bar{\varepsilon}_{XX} \cdot (X - X_0) + \bar{\varepsilon}_{XY} \cdot (Y - Y_0) + \bar{\varepsilon}_{XZ} \cdot (Z_{\text{surf}} - Z_0) + U_{\text{lin}}^0 \\ \underline{U}_{\text{lin}, Y}(X, Y) = \bar{\varepsilon}_{YY} \cdot (Y - Y_0) + \bar{\varepsilon}_{YZ} \cdot (Z_{\text{surf}} - Z_0) + U_{\text{lin}}^0 \end{cases} \quad (14)$$

où l'on notera que la surface observée est celle déterminée par  $Z_{\text{surf}}$ .

Afin d'obtenir le champ de déplacement hétérogène  $\underline{\delta U}_{B_1}(X, Y)$  exprimé en fonction des coordonnées X et Y de la grille du capteur, le champ de déplacement  $\underline{\delta U}_B(x, y, z)$  obtenu alors dans la base B par la méthode spectrale décrite précédemment est exprimé dans la base  $B_1$  par le calcul suivant :

$$\underline{\delta U}_{B_1}(x, y, z) = P^{-1} \underline{\delta U}_B(x, y, z) \quad (15)$$

Enfin, du champ de déplacement  $\underline{\delta U}_{B_1}(x, y, z)$  exprimé alors en fonction des coordonnées x, y et z de la grille de simulation CRAFT, on obtient, par interpolation linéaire, le champ de déplacement  $\underline{\delta U}_{B_1}(X, Y)$  exprimé en fonction des coordonnées X et Y de la grille du capteur (figure VIII-5).

$$\underline{\delta U}_{B_1}(x, y, z) \xrightarrow{\text{interpolation}} \underline{\delta U}_{B_1}(X, Y) \quad \text{pour une tranche } Z_{\text{surf}} \text{ fixée}$$

Le champ de déplacement  $\underline{U}_{B_1}(X, Y) = \underline{U}_{\text{lin}_{B_1}}(X, Y) + \underline{\delta U}_{B_1}(X, Y)$  est alors obtenu dans la base  $B_1$  en fonction des coordonnées X et Y de la grille du capteur.

#### VIII.2.4.1 Obtention du tenseur gradient de la transformation $\underline{F}$ « comme calculé par ARAMIS »

Dans la réalité les coordonnées X et Y représentent la position des pixels dans le référentiel du capteur CCD. Le logiciel ARAMIS détecte alors la position réelle des points de l'échantillon de composite déformé et effectue un premier lissage des données dans sa procédure numérique de dérivation. Pour reconstituer au mieux cette opération et parce que nous disposons de "mesures" parfaitement résolues sur chacun des pixels constituant une facette dans le traitement ARAMIS, nous pratiquons donc des moyennes sur des fenêtres de 31x31 pixels de la manière suivante :

$$\widehat{U}_{B_1}(X_i, Y_j) = \frac{1}{(2\Delta i + 1)} \frac{1}{(2\Delta j + 1)} \sum_{p=i-\Delta i}^{i+\Delta i} \sum_{q=j-\Delta j}^{j+\Delta j} \underline{U}_{B_1}(X_p, Y_q) \quad (16)$$

avec  $\Delta i = 15$  et  $\Delta j = 15$

Le gradient des déformations  $\underline{F}_{B_1}$  est alors calculé à partir du champ de déplacement « dégradé »  $\widehat{U}_{B_1}(X, Y)$  2D ainsi obtenu par une procédure ne prenant en compte les données que tous les 7 pixels, qui correspond au pas réel de chevauchement des facettes retenu pour le dépouillement.

A partir de nos résultats CRAFT, les 9 composantes du tenseur gradient de la transformation  $\underline{F}$  sont calculées à partir du champ des déformations  $\widehat{U}_{B_1}(X, Y)$  de manière quasi-équivalente à la procédure ARAMIS comme suit :

$$\underline{F}_{B_1}(\mathbf{X}, \mathbf{Y}) = \underline{I} + \underline{\underline{\text{grad}}}(\widehat{U}_{B_1}(\mathbf{X}, \mathbf{Y})) \quad (17)$$

Avec X, Y désignant les coordonnées des points d'une grille avec un échantillonnage de 7 pixels par rapport à la grille "capteur". Le gradient est calculé numériquement par une méthode des différences finies centrée d'ordre 2 sur la grille des points  $\{\mathbf{X}_i, \mathbf{Y}_j\}$  dans la base  $B_1$  du capteur.

## VIII.2.5 Confrontation des champs de déformations numériques et expérimentaux

### VIII.2.5.1 Champs obtenus numériquement avant et après lissage

La figure VIII-6 montre les champs de déformation mésoscopiques  $\varepsilon_{XX}^{meso}$  calculés avant et après la procédure de lissage qui a été décrite dans le paragraphe précédent. Comme attendu la texturation du champ de déformation induite par la périodicité du textile est conservée. Toutefois la forte dégradation des résultats ne permet plus de distinguer visuellement les phénomènes locaux situés dans les poches de polymères.

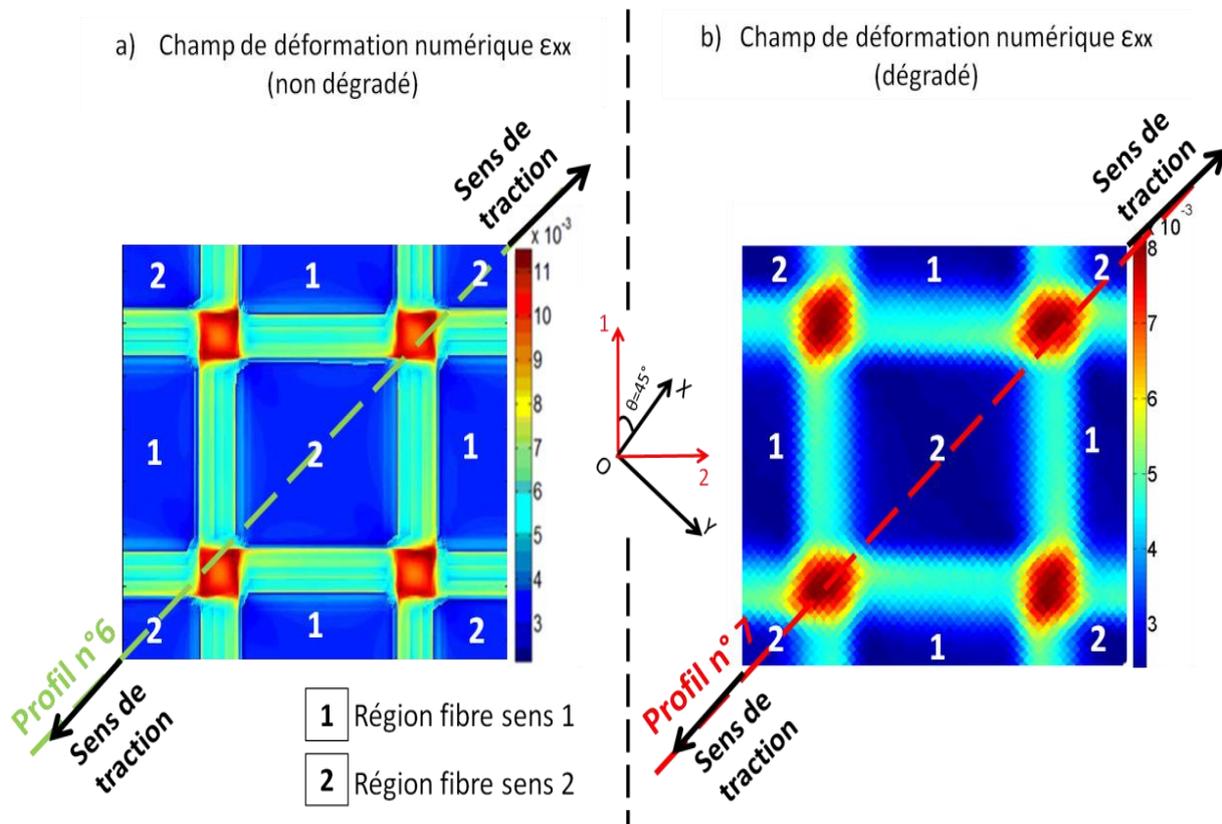


Figure VIII-6 : Champs de déformation  $\varepsilon_{XX}^{meso}$  : a) obtenu par CRAFT et b) après procédure de lissage.

Sur la figure VIII-7, on représente pour les deux champs (dégradé et non dégradé) l'évolution de la déformation le long des profils 6 et 7 passant alternativement par des régions riches en fibres et les coins des poches de résines. La lecture du profil moyenné montre une disparition des deux pics de déformation au profit d'un seul pic plus élargi d'intensité plus faible au niveau des poches de matrice. Ainsi de façon analogue aux résultats expérimentaux obtenus par DIC, nous ne sommes plus en mesure de détecter les variations de déformations au sein de cette zone riche en résine et notamment

celles qui sont localisés dans les coins, montrant tout l'intérêt de la simulation pour révéler les effets gommés par une trop faible résolution spatiale.

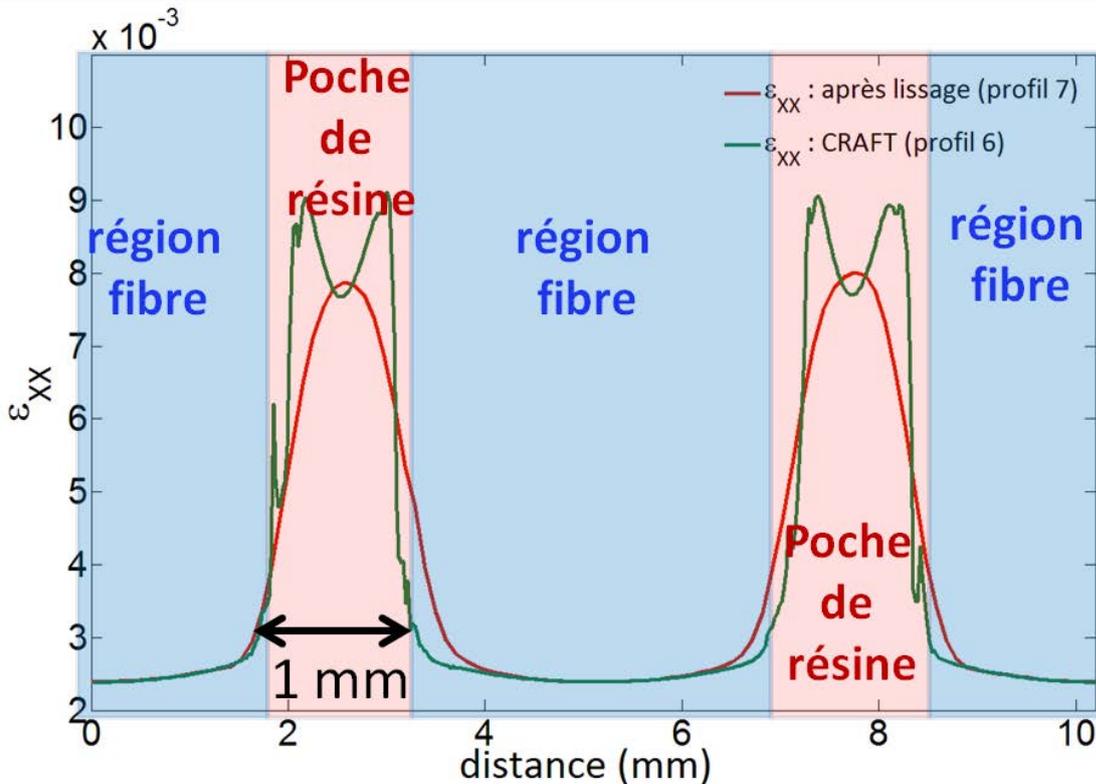


Figure VIII-7 : Superposition des profils numériques  $\varepsilon_{XX}^{meso}$  avant et après lissage selon les directions à 45°/ référentiel capteur (profils 6 et 7).

### VIII.2.5.2 Champs expérimental et numérique (après lissage)

Nous confrontons ici le résultat du champ de déformation numérique obtenu après procédure de lissage et celui obtenu expérimentalement par DIC selon les deux profils 3 et 7 correspondant au sens de traction (figure VIII-8). Au regard du bruit qui affecte l'expérience, l'allure des courbes est globalement la même. Rappelons que les paramètres matériaux utilisés pour les calculs sont issus des données réelles que nous avons mesurées. Le test du  $\chi^2$  a permis de vérifier que ce bruit est gaussien. L'écart-type associé au bruit de la mesure ponctuelle de déformation vaut  $S_\varepsilon = 5.10^{-4}$  (§ IV.2.4.2). Du fait de la dégradation des résultats, on retrouve numériquement un élargissement des poches de résine. Initialement, l'observation de la microstructure réelle donne une longueur d'environ 1mm sur la diagonale des poches de résines alors que d'après le profil dégradé, on trouve environ 1.7mm. Cet élargissement est encore plus important lorsqu'il s'agit du profil expérimental (environ 3 à 3.5mm). Compte tenu du bruit de mesure on peut dire que la simulation CRAFT est représentative de la réalité expérimentale.

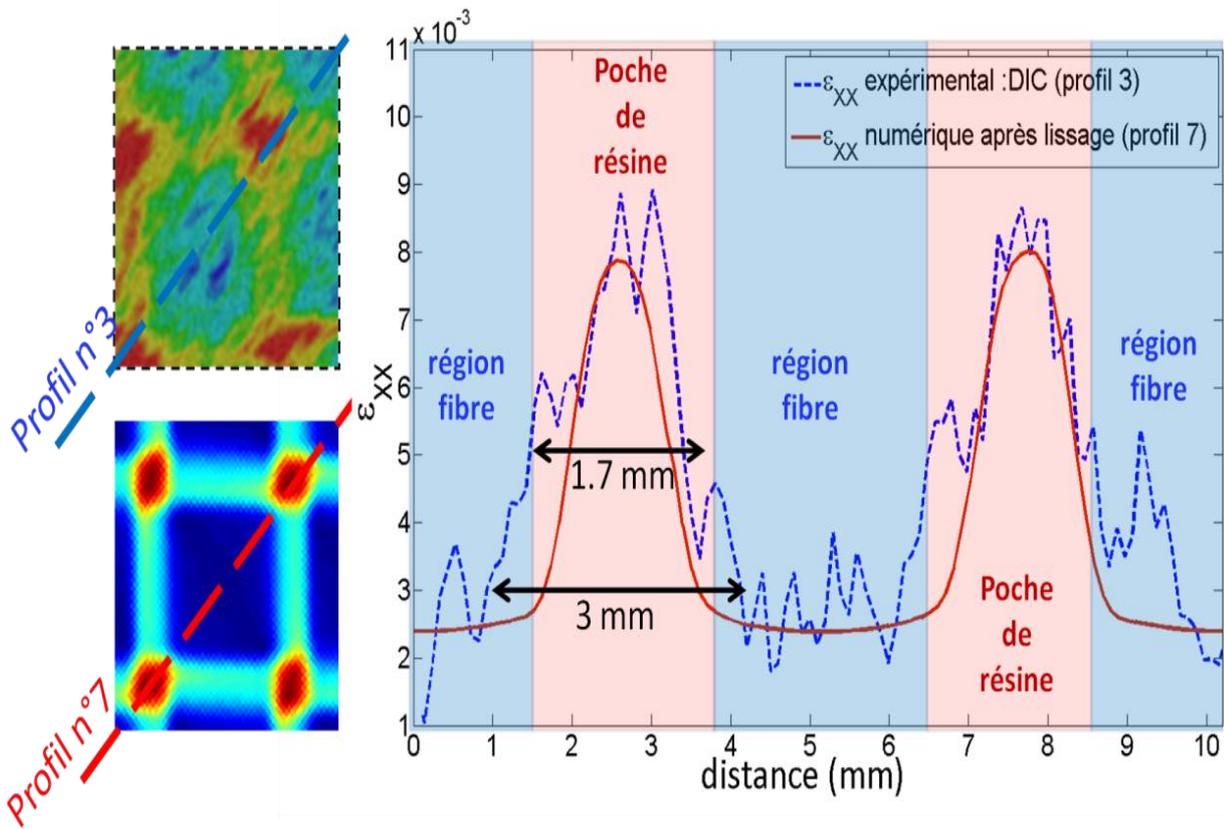


Figure VIII-8 : Comparaison des profils expérimentaux et numériques  $\varepsilon_{XX}^{meso}$  (après lissage) selon les directions à 45°/référentiel capteur (profils 3 et 7).

### VIII.3 Etudes des champs de contraintes

#### VIII.3.1 Problématique

L'objectif général de ce paragraphe est d'analyser le champ de contrainte obtenu par CRAFT dans le but de déterminer les régions de la mésostructure du composite où un endommagement dépendant directement de la résistance fibre-matrice est susceptible d'apparaître.

Pour un composite UD, la contrainte macroscopique est la contrainte moyenne qui s'applique à un VER micrométrique, échelle à laquelle le lien fibre-matrice peut être analysé. Un exemple de VER micrométrique très simple est représenté sur la figure VIII-9. Sur ce schéma la normale à l'interface fibre-matrice est selon 1. En conséquence, la contrainte  $\sigma_{22}$  ne sera pas continue à l'interface et sera différente dans la fibre, dans la matrice et dans la région d'interphase. Une contrainte moyenne appliquée au VER selon 2 (direction des fibres) sera alors majoritairement supportée par la fibre. La région d'interphase sera peu sollicitée et les propriétés mécaniques globales dépendront peu de la résistance fibre-matrice. Cela a été vérifié dans plusieurs études expérimentales (cf chapitre II). En revanche, les composantes des

contraintes  $\sigma_{11}$  et  $\sigma_{12}$  sont continues à l'interface fibre-matrice. Lorsqu'on applique une contrainte moyenne  $\sigma_{11}^{\text{appliquée}}$  ou  $\sigma_{12}^{\text{appliquée}}$  sur le VER de la figure VIII-9, les contraintes dans la fibre, dans la matrice et dans la région d'interphase sont égales à la contrainte appliquée. L'application de contraintes moyennes  $\sigma_{11}^{\text{appliquée}}$  ou  $\sigma_{12}^{\text{appliquée}}$  au VER est donc susceptible d'engendrer un endommagement dépendant spécifiquement de la qualité du lien fibre-matrice.

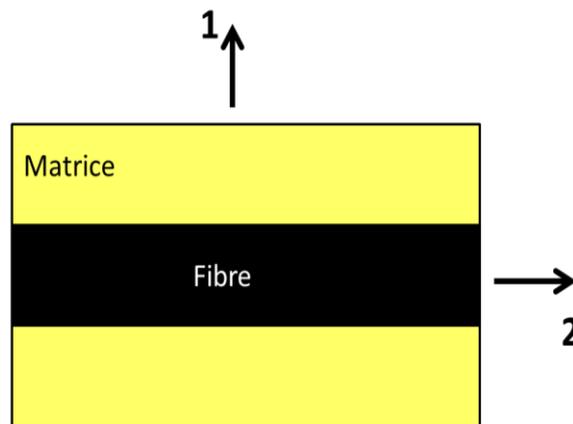


Figure VIII-9 : Exemple de VER à l'échelle micrométrique.

Pour un composite tissé, il existe une échelle intermédiaire (mésostructure) résultant de la présence du tissu. Le champ de contrainte varie alors à l'échelle de cette mésostructure. La contrainte moyenne appliquée à un VER micrométrique n'est pas la contrainte macroscopique mais la contrainte mésoscopique dans la région où est pris le VER micrométrique. Pour analyser finement les phénomènes d'endommagements liés à la résistance fibre-matrice pour un tissé, il est donc nécessaire de connaître le détail du champ de contrainte à l'échelle de la mésostructure. Dans la suite nous analysons les cartes de contraintes obtenues grâce au logiciel CRAFT pour les torons pour lesquels les fibres sont orientées selon 2 (par exemple la zone centrale sur la figure VIII-2). Nous nous intéresserons spécifiquement aux composantes susceptibles de créer un endommagement dépendant de la résistance fibre-matrice :  $\sigma_{11}^{\text{meso}}$  et  $\sigma_{12}^{\text{meso}}$ . Nous avons essentiellement deux objectifs :

- Mettre en évidence la présence éventuelle de régions de concentration de contraintes pour  $\sigma_{11}^{\text{meso}}$  et  $\sigma_{12}^{\text{meso}}$  à l'échelle de la mésostructure. Ce sont les zones où un endommagement dépendant de la qualité de l'adhésion fibre-matrice est susceptible d'intervenir.
- Connaître exactement les états de contraintes à l'échelle mésoscopique qui correspondent aux contraintes seuils d'endommagement mesurées à l'échelle macroscopique (cf chapitre V).

### VIII.3.2 Analyse de la carte de contrainte $\sigma_{12}^{\text{més0}}$ .

Nous étudions ici, dans le repère lié aux fibres R1(O,1,2,3), la carte des contraintes mésoscopiques  $\sigma_{12}^{\text{més0}}$  obtenues numériquement pour un chargement macroscopique  $\sigma_{XX}^{\text{ma}} = 50 \text{ MPa}$  (figure VIII-10). On constate que les zones fortement cisailées sont localisées sur les torons à la frontière toron-résine. On comprend que l'essai de cisaillement plan génère des zones de concentration de contraintes aux endroits où la qualité d'adhésion fibre-matrice est sollicitée. De plus la lecture de la courbe traduisant l'évaluation de la contrainte  $\sigma_{12}^{\text{més0}}$  le long du profil 4 (figure VIII-11) confirme que :

- Le toron est fortement sollicité à ses bords (saut de contrainte)
- Le bord des poches des résines subit des contraintes beaucoup plus faibles (de l'ordre de 5-7 MPa contre 15 MPa à "cœur" et pour un chargement macroscopique  $\sigma_{12}^{\text{ma}} = \frac{\sigma_{XX}^{\text{ma}}}{2} = 25 \text{ MPa}$  pris en charge à l'évidence par les fibres).

Selon toute vraisemblance, c'est dans cette zone à la frontière toron-résine que les phénomènes d'endommagements sont donc susceptibles de se produire.

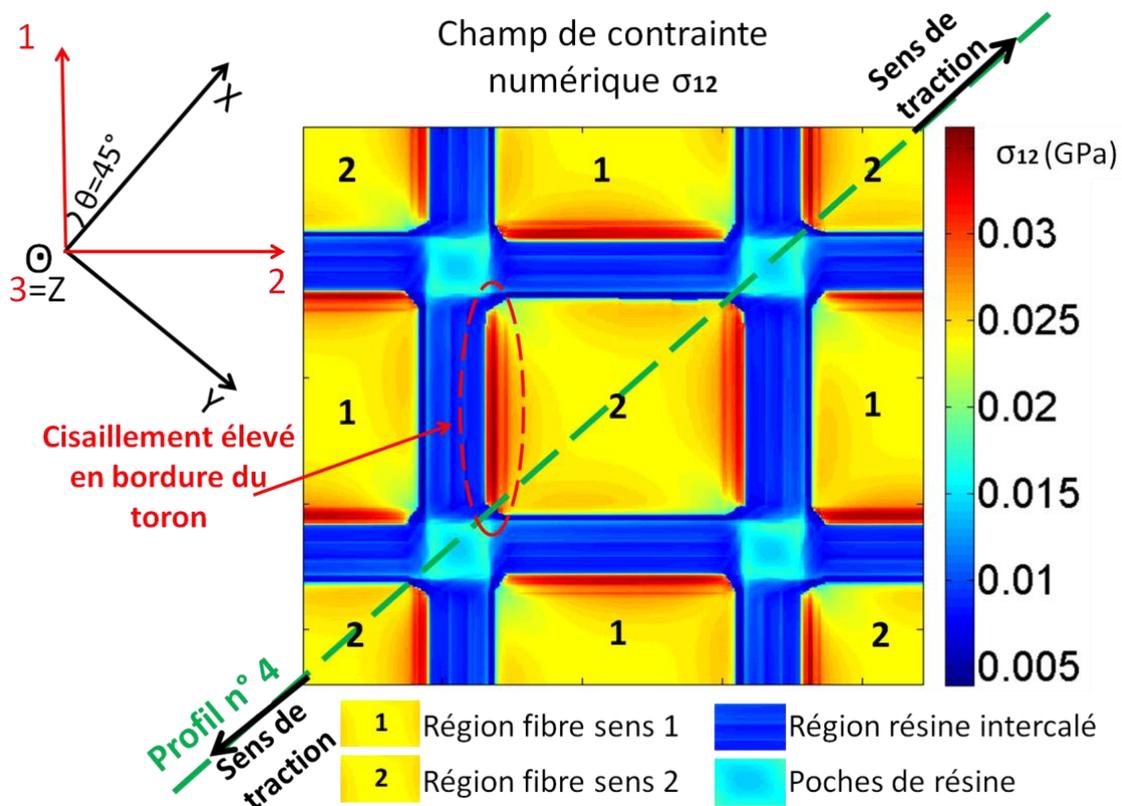


Figure VIII-10 : Champ de contrainte numérique  $\sigma_{12}^{\text{més0}}$  (repère lié aux fibres).

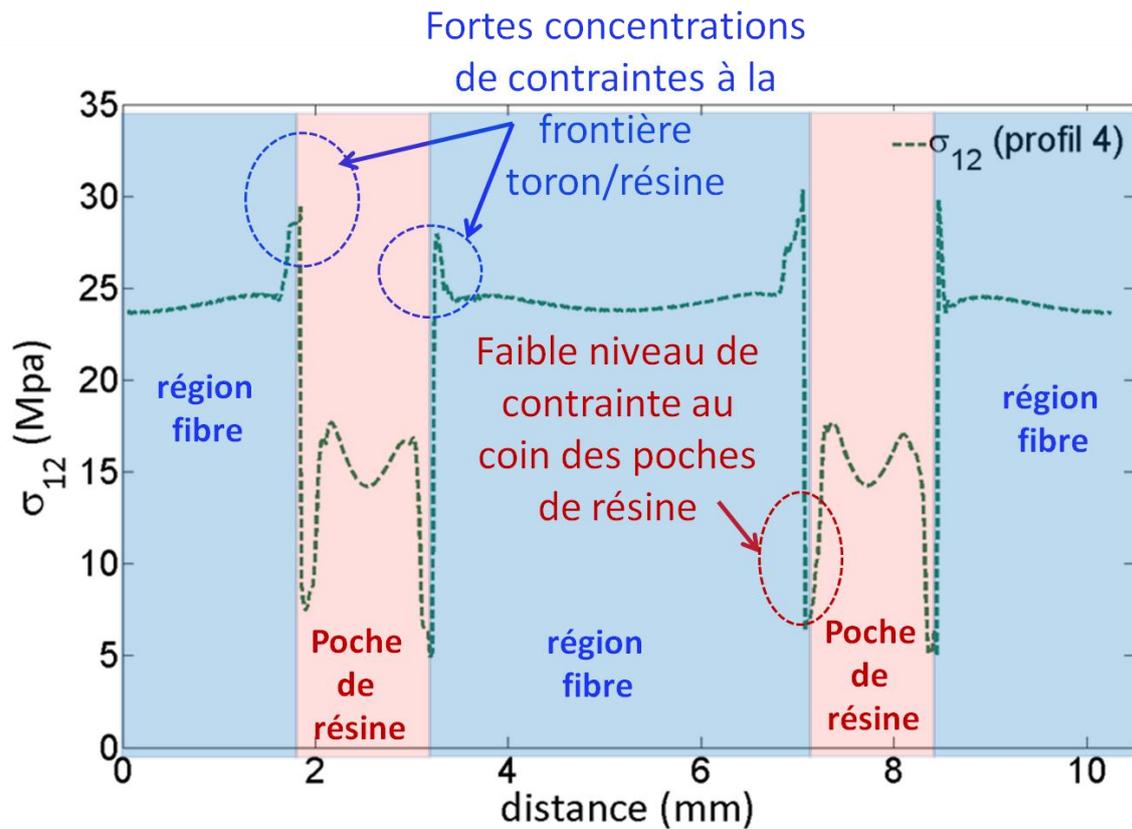


Figure VIII-11 : Evolution de la contrainte numérique  $\sigma_{12}^{\text{meso}}$  suivant le profil 4.

### VIII.3.3 Analyse de la carte de contrainte $\sigma_{11}^{\text{meso}}$

Nous étudions ici la carte des contraintes mésoscopiques  $\sigma_{11}^{\text{meso}}$  obtenues pour un chargement macroscopique  $\sigma_{xx}^{\text{ma}} = 50 \text{ MPa}$  (figure VIII-12a). On constate cette fois-ci que les zones de très fortes concentrations de contraintes sont situées uniquement dans les angles des torons (coins des zones de croisement chaîne-trame). A ces endroits, le niveau de contrainte réellement subi par la résine et par l'interface fibre-matrice dans le toron est relativement élevé. Cela suggère que l'endommagement peut se produire par initiation de fissures, éventuellement dans les régions d'interface fibre-matrice, au sein de l'angle du toron (figure VIII-12b) et se propager de manière privilégiée au coin des poches de résine. Ce résultat apporte un élément d'explication permettant de comprendre les observations expérimentales réalisées par tomographie X (figure VIII-13), où sous l'effet du chargement, le développement de l'endommagement génère des cavités dans les endroits riches en résine, à la frontière où les torons chaînes et trames se croisent. Ces cavités prennent apparemment naissance dans les coins des zones de croisement chaîne-trame (régions de concentration de contrainte pour  $\sigma_{11}^{\text{meso}}$ ).

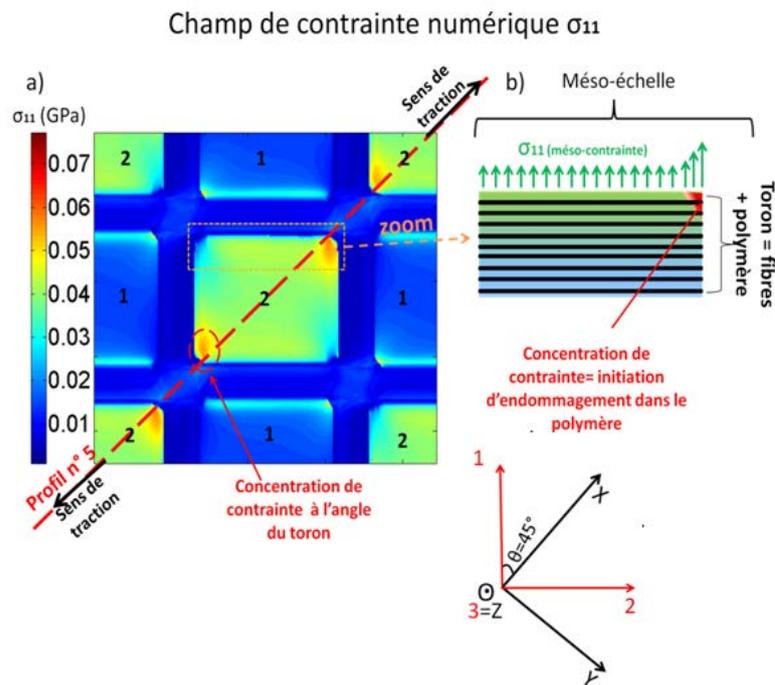


Figure VIII-12 : a) champ de contrainte numérique  $\sigma_{11}^{mésos}$  (repère lié aux fibres). b) zoom schématique de la zone d'initiation de fissure.

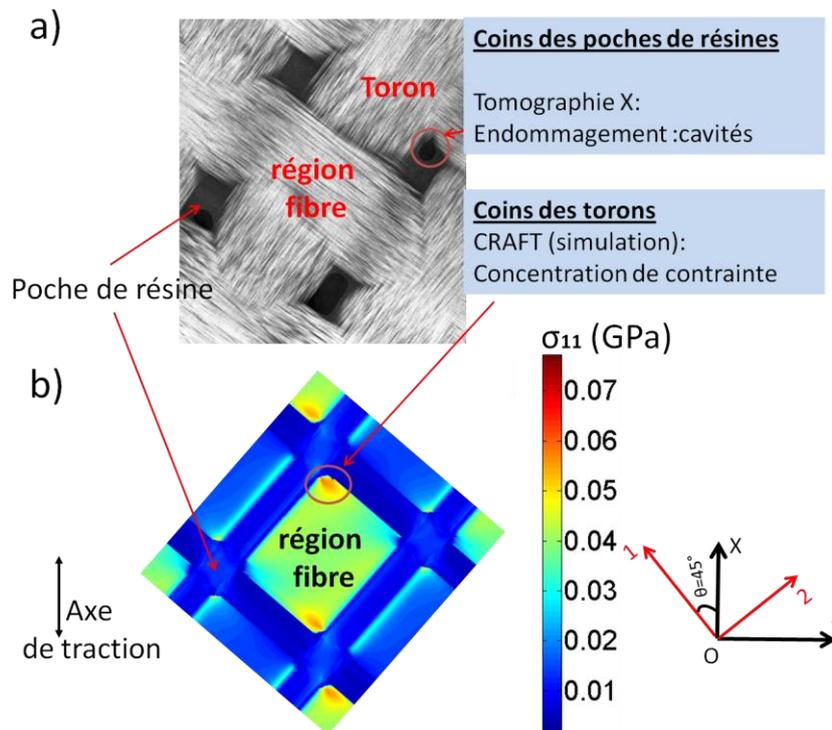


Figure VIII-13 : a) Cliché de tomographie X réalisé sur un composite taffetas verre/Elium® sollicité en traction par cisaillement plan. b) Champ de contrainte numérique  $\sigma_{11}^{mésos}$ .

### VIII.3.4 Détection des seuils d'endommagements.

La simulation par CRAFT a permis d'affiner notre analyse des mécanismes d'endommagement locaux pour une sollicitation en traction à  $\pm 45^\circ$ . Si on considère les zones d'angle entre torons et les poches de résine comme étant les endroits plus fragiles du VER, il est fondamental de déterminer pour un chargement macroscopique donné, quel est le réel niveau de contrainte observé localement au sein de ces zones de la mésostructure. Expérimentalement, les mesures d'auto-échauffement sous fatigue ont permis de détecter des seuils d'endommagements macroscopiques pour des contraintes avoisinant les 25 MPa (§ V.2.6). Pour évaluer les niveaux de contraintes locales subies par les zones fragiles du VER, nous avons calculé numériquement les contraintes de Von-Mises pour un chargement macroscopique seuil  $\sigma_{12}^{ma} = \frac{\sigma_{xx}^{ma}}{2} = 25 \text{ MPa}$ . Pour les poches de résine la contrainte de Von Mises est comprise entre 28 MPa (centre des poches de résines) et 33 MPa (au niveau des bords). Alors qu'au niveau des angles de torons elle est de l'ordre de 68 MPa. Cette valeur est supérieure à la limite en rupture des résines acryliques  $\sigma^f \approx 44 \text{ MPa}^2$ , ce qui explique permet de comprendre pourquoi les initiations de fissures se localisent dans l'angle du toron.

### VIII.3.5 Bilan des études des champs de contraintes

Pour une sollicitation en cisaillement plan, la composante de la contrainte normale à l'interface fibre-matrice présente des régions de forte concentration qui correspondent aux coins des torons. Cela prouve que ce type de sollicitation mécanique est susceptible de favoriser très fortement un endommagement dépendant de la résistance fibre-matrice. Cette remarque est à mettre en relation avec les résultats que nous avons obtenus au chapitre V où nous avons montré que le seuil d'endommagement en fatigue pour des sollicitations en cisaillement plan dépend du lien fibre-matrice. La localisation de l'endommagement observée par tomographie X est cohérente avec les zones de concentration de contrainte mises en évidence grâce à CRAFT.

## VIII.4 Conclusion

Dans ces études nous avons traité uniquement le cas des composites du projet à base de résine Elium® et renforcés par un taffetas verre. Nous avons montré que le comportement mécanique pouvait être modélisé numériquement de manière fiable par la méthode de simulation par transformée de Fourier « CRAFT ». Compte tenu de la résolution numérique du calcul, nous avons mis en évidence à la méso-échelle au niveau de la frontière fibre-matrice des phénomènes non décelables

<sup>2</sup> B. A. Lerch, J. C. Thesken, and C. T. Bunnell, "Polymethylmethacrylate (PMMA) Material Test Results for the Capillary Flow Experiments (CFE)," 2007.

expérimentalement avec la résolution actuelle de notre dispositif DIC (ex: cisaillement à l'interface, endommagement dans les angles de croisement des torons...). Par ailleurs nous avons constaté à l'aide d'une procédure de lissage que la modélisation est représentative de la réalité expérimentale. Au regard des objectifs du projet « résine idéale », ces études montrent le potentiel intérêt de cet outil afin d'évaluer le comportement mécanique de différentes formulations de résines polymères au sein d'une structure composite. A titre d'exemple le calcul numérique de la contrainte de Von Mises locale constitue une donnée susceptible d'orienter le choix d'une résine polymère pour la formulation d'un composite en fonction des sollicitations mécaniques que la structure doit subir. A l'avenir, et comme prolongement possible de ce travail, on peut envisager de modéliser à des échelles encore plus réduites le comportement de la résine au voisinage d'une fibre en prenant en compte la présence d'une interphase.



# **CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES**



## CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

Ce travail de thèse est consacré à l'étude du comportement mécanique de matériaux composites correspondant tous au même couple : renfort taffetas verre et matrice polymère acrylate. Il s'agit des premiers composites à fibres continues réalisés avec ce type de résine. Les composites que nous avons analysés ne diffèrent donc que du fait des traitements de surfaces spécifiques (ensimages) qui ont été appliqués aux fibres dans le but de favoriser l'adhésion de la matrice. Nous avons essentiellement comparé les propriétés mécaniques de deux composites : le premier correspondait à un ensimage spécifiquement conçu pour les polymères acrylates. Dans le second cas, un ensimage « standard » avait été appliqué aux fibres. Précédemment, notre laboratoire n'avait pas d'expérience particulière dans le domaine de la caractérisation mécanique des composites. Il a donc été nécessaire de réaliser un travail de recherche bibliographique conséquent pour choisir les outils expérimentaux et numériques qui devaient être mis en œuvre pour conduire notre étude.

Nous présentons ci-dessous une synthèse des principaux résultats que nous avons obtenus au cours de la thèse. Nous commençons d'abord par les conclusions auxquelles nous avons pu parvenir au regard de l'objectif immédiat de notre travail : la comparaison des propriétés mécaniques de composites correspondants à des ensimages différents. Ensuite, nous avons regroupé certains résultats marquants qui ont à nos yeux un aspect plus fondamental.

L'essai de flexion sur poutre courte s'est avéré très discriminant et a permis de mettre en évidence l'amélioration des propriétés mécaniques résultant de l'utilisation de l'ensimage « spécial acrylate ». En analysant des faciès de rupture obtenus au microscope électronique à balayage, nous avons vérifié que la matrice adhérait bien mieux aux fibres pour cet ensimage que dans le cas où l'ensimage « standard » était utilisé.

Le comportement en fatigue de nos composites a été étudié à partir de mesures d'auto-échauffement obtenues pour des sollicitations cycliques en cisaillement plan. Pour des niveaux de chargement inférieur à une contrainte seuil, nos expériences ont montré que l'élévation de la température des composites varie comme le carré du chargement appliqué. Ce résultat a pu être retrouvé de façon théorique en supposant que nos matériaux obéissent à une loi de comportement de type viscoélastique linéaire. Pour des niveaux de chargement supérieurs à cette contrainte seuil, l'autoéchauffement « s'emballe » progressivement et nous avons montré que l'hypothèse d'un comportement viscoélastique linéaire n'est plus applicable. Au dessus de la contrainte seuil, l'augmentation marquée de l'auto-échauffement est alors

principalement attribuable à l'apparition et au développement de certaines formes d'endommagement au sein des composites. Nous avons observé que la contrainte seuil d'endommagement dépend significativement de l'ensimage, ce qui a permis de confirmer l'amélioration globale des propriétés mécaniques qui résulte de l'utilisation de l'ensimage « spécial acrylate ».

Nous avons montré qu'il était possible de retrouver la valeur du module complexe de nos composites grâce à une modélisation micromécanique qui prend en compte la présence d'une interphase, supposée purement élastique, qui serait située au voisinage extérieur de la fibre. Le meilleur accord entre le modèle et les données expérimentales est obtenu pour une interphase qui serait plus rigide que le polymère pur et dont l'épaisseur vaudrait environ 1  $\mu\text{m}$ . Des expériences réalisées par nano-indentation semblent confirmer la présence d'une interphase non uniforme dont l'épaisseur moyenne est bien d'ordre micrométrique ( $\approx 1 \mu\text{m}$ ).

Grâce au logiciel CRAFT, nous avons pu obtenir le détail des contraintes et des déformations à l'échelle de la mésostructure. Pour les déformations, ces résultats sont en excellent accord avec des mesures plein-champ obtenues par corrélation d'images. Nous avons pu déterminer que la composante de la contrainte mésoscopique qui est normale aux fibres est très élevée dans les coins des zones de croisement chaîne-trame. Un endommagement à l'interface fibre-matrice est donc susceptible d'être initié dans ces régions. Cette hypothèse a reçu une première confirmation grâce à des observations obtenues par tomographie X où il apparaît que certaines porosités qui se sont développées dans les poches de résines pourraient effectivement être initiées à proximité des coins des zones de croisement chaîne-trame. Malheureusement, la résolution spatiale (correspondant à 6  $\mu\text{m}$  par voxel) et le temps d'acquisition (plusieurs heures) de notre tomographe de laboratoire ne permettent pas d'analyser finement l'initiation de l'endommagement.

Nous pensons que le travail présenté dans ce manuscrit pourrait avoir plusieurs prolongations. En premier lieu, nous pourrions utiliser le logiciel CRAFT pour déterminer les constantes élastiques d'un composite UD à partir d'un Volume Élémentaire Représentatif (VER) très réaliste qui serait constitué de plusieurs fibres parallèles noyées dans de la matrice. En appliquant à ce VER microscopique des sollicitations correspondant à des contraintes mésoscopiques obtenues en différents points du matériau, il serait possible de connaître le détail quasi-complet des contraintes à l'échelle des fibres dans la totalité du composite.

Enfin, nous pensons qu'il serait très intéressant d'observer finement l'apparition et le développement éventuels de l'endommagement dans les régions de la mésostructure où la contrainte est élevée, à savoir les coins des zones de croisement chaîne-trame.

Comme cette analyse est impossible avec notre tomographe de laboratoire, nous avons rédigé un « proposal » dans le but d'obtenir « du temps de ligne » sur la ligne ID19 qui est dédiée à la microtomographie X au synchrotron ESRF à Grenoble. Nous pourrions alors travailler avec une résolution spatiale correspondant à 200 nanomètres par voxel. De plus, le temps d'acquisition très court de l'expérience sur synchrotron (quelques minutes) pourrait nous permettre d'obtenir une série de mesures tomographiques correspondant à des niveaux de déformation successifs très rapprochés. Il serait alors possible de d'observer finement l'apparition de l'endommagement.



# **ANNEXES**



# **ANNEXE I : Etudes mécaniques de composites ignifugés**

## **I. Introduction**

Dans cette étude nous allons étudier expérimentalement les propriétés en statique de composites en taffetas de verre/ELIUM<sup>®</sup> ignifugés. Les résines acryliques ont une mauvaise résistance au feu et une très faible stabilité thermique. Par conséquent nos formulations brutes de composites à résines ELIUM<sup>®</sup> ne peuvent satisfaire d'un point de vue sécurité thermique le cahier des charges pour des applications aéronautique ou automobile. Ainsi pour améliorer la tenue au feu et la stabilité thermique des résines ELIUM<sup>®</sup>, les travaux du LMOPS montrent que l'incorporation dans la matrice de 20% en masse de charges micrométriques ignifugeantes (2  $\mu\text{m}$ ) noté « OP930 » est une solution efficace. Tout l'enjeu est de vérifier que cela n'altère pas les propriétés mécaniques des composites. L'annexe s'articule donc de la façon suivante :

En premier lieu nous présenterons une étude bibliographique portant sur les interactions entre charges ignifugeantes et résine polymère. Par la suite on étudiera les performances de statiques des composites ignifugés du projet, par traction en cisaillement plan (fibres orientées à  $\pm 45^\circ$ ). En parallèle nous réaliserons des études complémentaires de fractographies par MEB.

## **II. Interaction entre charges ignifugeantes et matrice (Effets d'interphase)**

L'incorporation de charges ignifugeantes dans les matrices polymères a pour principal but de retarder voir d'entraver les phénomènes de combustion des structures composites. Toutefois l'action ignifugeante ne doit pas se faire au détriment des performances mécaniques. Parmi les paramètres influençant mécaniquement, on peut citer : le taux de charges, la taille, la distribution des particules ou encore les interactions charge-polymère [1], [2].

De manière analogue aux propriétés d'interphase entre fibre et matrice (§ 1.2.3.4), la théorie des composites prévoit qu'une forte interface charge-polymère conduit à une amélioration des performances ultimes du matériau [1], [3]. Afin d'avoir un transfert de chargement uniforme et efficace, il est préférable d'avoir des liaisons uniformément présentes à l'interface (figure 1 partie droite) plutôt que des liaisons ponctuelles (figure 1 partie gauche). Les zones de l'interface qui ne présentent pas de liaisons se comportent comme des zones d'endommagements privilégiées sous une

pression appliquée. Ainsi au niveau de cette région une interphase dont l'épaisseur dépend des interactions entre charges et polymère se forme inévitablement (figure 1) [2]. Il existe trois types d'interactions charge-polymère [4]:

- Dans le cas de fortes interactions, les charges établissent des liaisons chimiques avec le polymère. Elles génèrent une interphase de faible épaisseur et de forte densité renforçant ainsi le matériau (figure 1 partie droite).
- Dans le cas intermédiaire l'interaction charge-matrice conduit à la formation d'une interphase caractérisée par une large épaisseur et de faible densité affaiblissant le matériau (figure 1 partie gauche) [2], [4]–[6]. Plusieurs travaux ont montré une réduction des propriétés des composites due à une adhésion fragile entre les charges et la matrice [7], [8].
- Dans le cas extrême il y a juste une présence physique des charges sans aucune interaction avec la matrice environnante et donc aucune interphase. Elles agissent comme un diluent et la matrice perd son rôle principal de liant mécanique au sein de la structure composite.

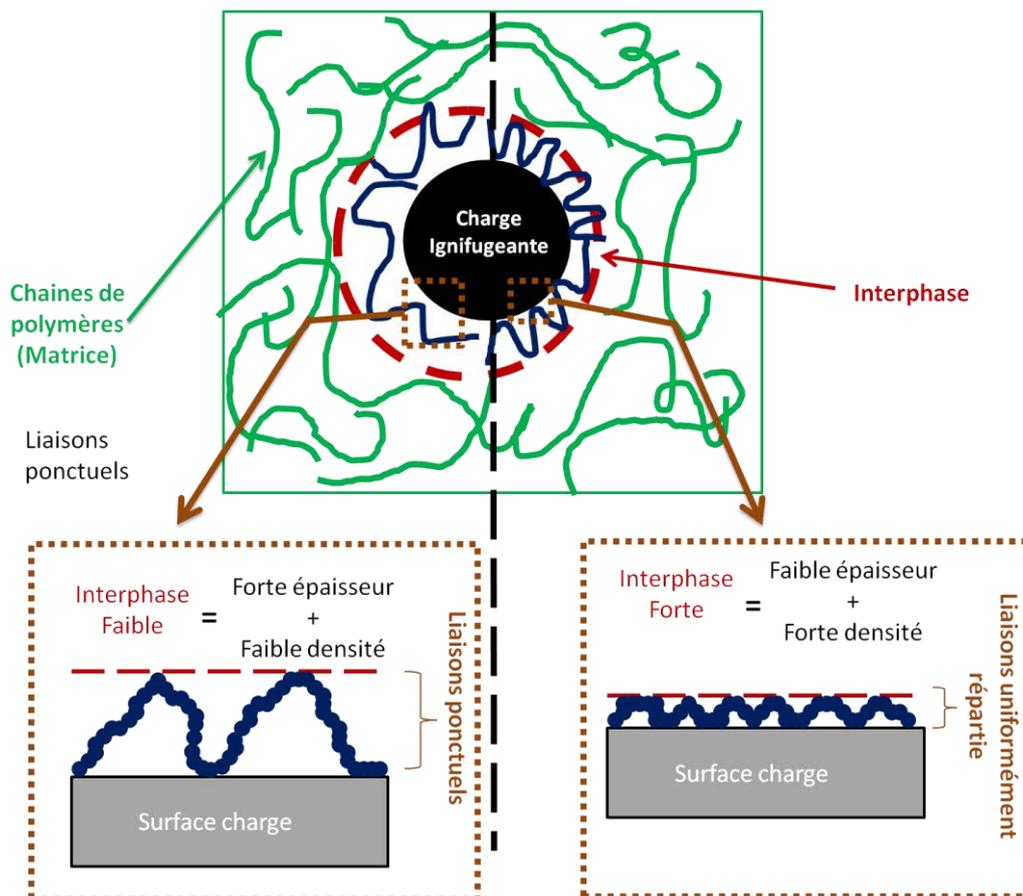


Figure 1 : Nature des interactions charge-polymère : a) Interphase faible. b) Interphase forte [2].

### III. Essais statique

#### I.1 Caractérisation en cisaillement plan des ignifugés

Dans ce paragraphe nous étudierons l'effet des charges ignifugeantes de taille micrométrique ( $\approx 2\mu\text{m}$ ) sur les propriétés mécaniques en statiques. Cette analyse est faite de façon comparative entre un composite ignifugé « noté Acl » et des composites non ignifugés « matériaux Ac et MC » :

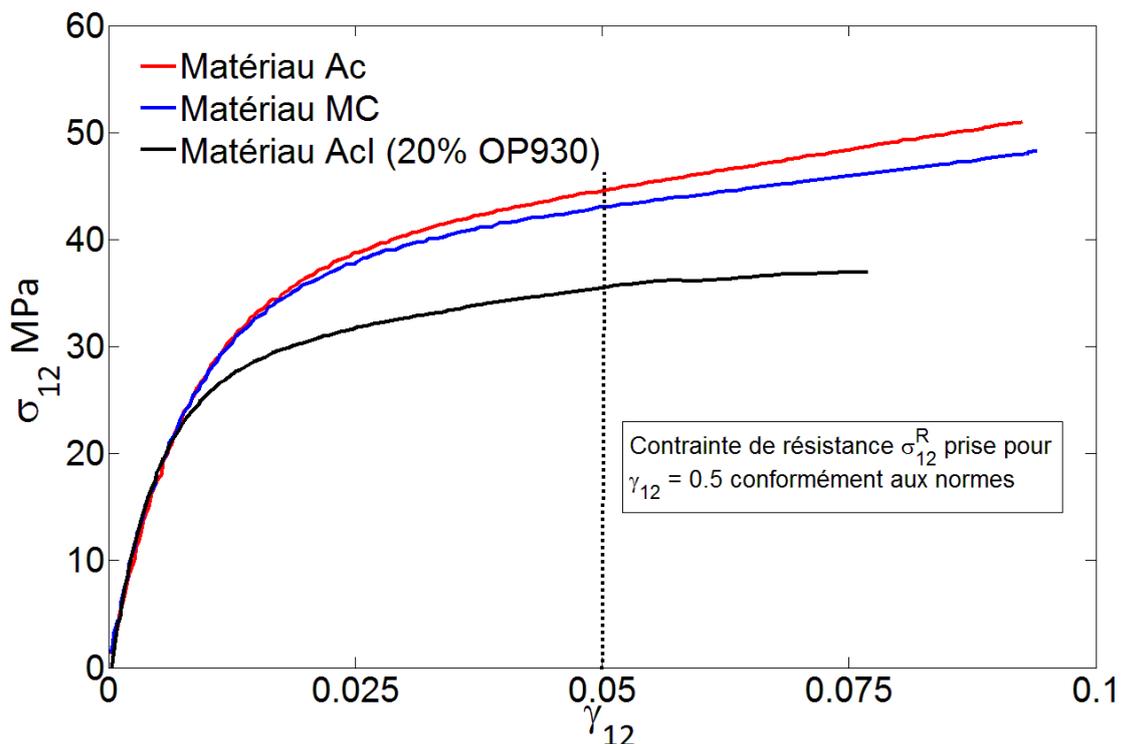


Figure 2 : Courbes de tractions correspondant à un cisaillement plan  $\pm 45^\circ$  pour des composites taffetas verre/ELIUM<sup>®</sup> avec des ensimages MC et Ac et un composite ignifugé Acl.

Sur la figure 2, on a représenté les résultats macroscopiques des courbes  $\sigma_{12}^{ma} = f(\varepsilon_x^{ma})$  pour les trois matériaux MC et Ac et Acl. On constate que  $\sigma_{12}^R = 46,0 \text{ MPa}$  dans le cas du matériau à ensimage acrylique « matériau Ac »,  $\sigma_{12}^R = 41,7 \text{ MPa}$  dans le cas du matériau à ensimage multi-compatible « matériau Mc » et  $\sigma_{12}^R = 33,0 \text{ MPa}$  dans le cas du matériau ignifugé « matériau Acl ». A l'issue de ces essais, on observe que l'essai de cisaillement plan permet de mettre en évidence un écart net entre les courbes des matériaux brutes (MC et Ac) et la courbe du matériau ignifugé (Acl).

Pour le matériau Acl, il est clairement établi que **l'ajout de charges ignifugeantes diminue significativement les propriétés mécaniques macroscopiques du composite** : pour  $\gamma_{12}^{ma} = 0,05$  on a environ 22% de réduction pour  $\sigma_{12}^R$  et cela même lorsque

l'ensimage acrylique, censé être le plus performant, est utilisé. En conséquence, on peut supposer que pour les composites comportant des charges ignifugeantes, les propriétés mécaniques ultimes ne sont pas gouvernées par la qualité de l'adhésion fibre-matrice mais plutôt par d'autres phénomènes liés à la compatibilité entre les charges et la matrice. C'est l'objet de l'analyse expérimentale présentée dans le paragraphe suivant.

## **I.2 Examen morphologique des faciès de rupture**

En complément des mesures présentées dans le paragraphe précédent, nous avons également réalisé des examens fractographiques par Microscopie Electronique à Balayage. Cette analyse a surtout pour objet de préciser les mécanismes qui pourraient expliquer la réduction des propriétés mécaniques qui a été observée en présence de particules ignifugeantes. Pour comprendre nous avons analysé les faciès de rupture de quatre matériaux composites avec différents taux de charges OP930: 0%, 5%, 10% et 20%. Les éprouvettes ont subi le même chargement (essai de cisaillement plan) et sont constituées d'une même architecture de renfort (taffetas verre-E). Le traitement de surface des fibres (ensimage Ac) est également le même pour ces quatre matériaux. La figure 3 représente les clichés MEB des faciès de rupture obtenues pour les différents taux de charges.

La figure 3-B1 correspond au plus faible taux de charge (5%), ce qui permet de mettre plus facilement en évidence les interactions entre les charges individuelles et la matrice environnante. Après sollicitation mécanique, on observe l'apparition d'un endommagement spécifique (microfissuration). Cet endommagement est localisé autour des charges (voir agrandissement figure 3-B2). Lorsque la concentration de charge augmente, les microfissures se multiplient. Lorsque le taux de charge atteint 10% l'endommagement apparaît alors diffus dans la matrice ce qui lui confère un aspect « sableux » (figure 3-C1). Cet aspect sableux est particulièrement marqué lorsque le taux de charge atteint 20% (figure 3D à comparer à la figure 3A correspondant à un composite sans charges ignifugeantes). On comprend que la matrice a alors perdu ces propriétés mécaniques. Dans le cas de matériaux constitués de charges rigides baignant dans une matrice polymère, on trouve dans la littérature des exemples comparables d'endommagement spécifique engendré par une sollicitation mécanique [9]. L'endommagement est également localisé autour des charges. On considère que la formation des cavités est due au décollement des particules de la matrice à cause de leur faible énergie de surface.

En résumé, pour les matériaux que nous avons analysés, **l'endommagement des composites ignifugés n'est plus lié en priorité à l'adhésion fibre-matrice mais plutôt à la faiblesse mécanique de la résine qui n'assure plus son rôle de liant à cause des**

**charges.** Comme nous l’avons évoqué dans le paragraphe 2, Il n’est pas aberrants de penser que la réaction entre les ignifugeants OP930 et la résine ELIUM engendre une zone inter-faciale de faible qualité. Ces observations permettent d’expliquer la réduction des propriétés mécaniques macroscopiques des composites ignifugés qui ont été observées grâce à l’essai de cisaillement plan.

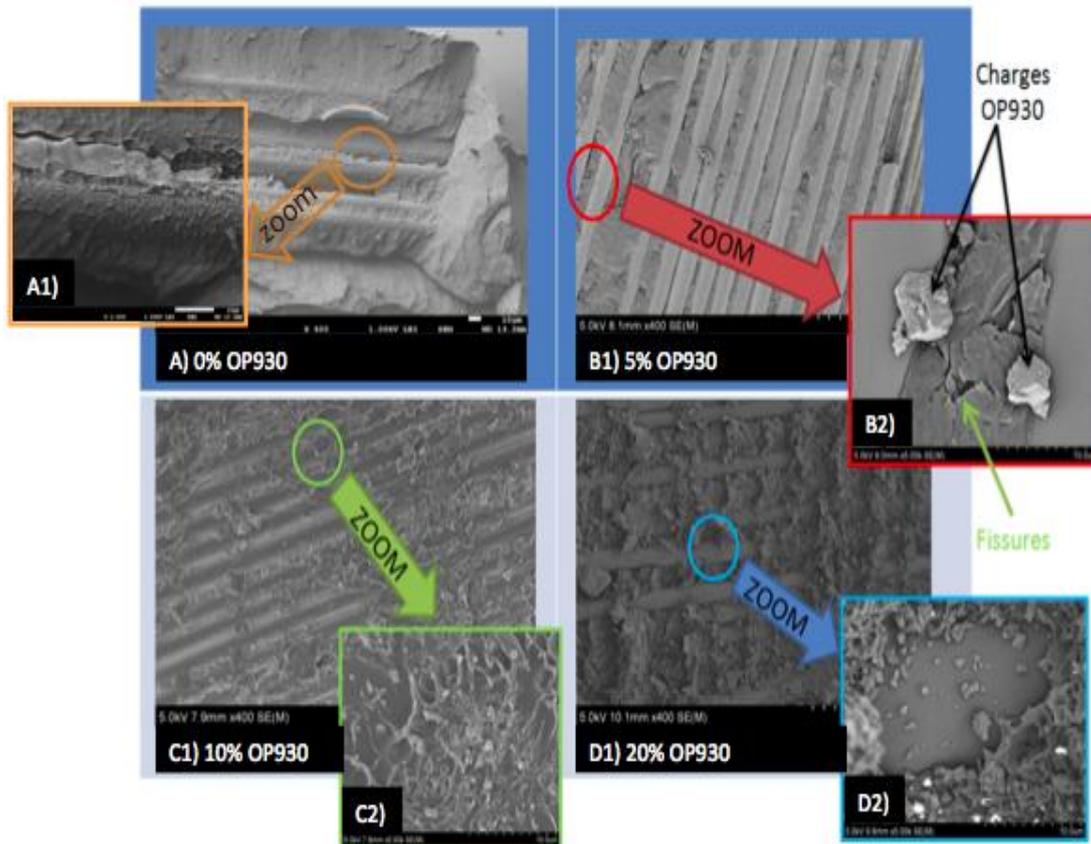


Figure 3 : Fractographies obtenues par Microscope Electronique à Balayage (MEB) après essais de traction en cisaillement plan pour des composites taffetas verre/ELIUM® ignifugés (OP930).

### I.3 Conclusion

Nous avons montré que la présence de charges ignifugeantes « OP 930 » dans la matrice réduit très significativement les propriétés mécaniques en statique des composites verre/ELIUM®. A partir de l’analyse de facies de rupture, nous avons décelé que la propagation de l’endommagement dans les composites n’est plus liée en priorité à la qualité de l’adhésion fibre-matrice mais plutôt à la faiblesse mécanique de la résine qui n’assure plus son rôle de liant à cause des charges. Par conséquent même si les particules OP930 sont efficaces en terme de résistance au feu, à l’heure actuelle, leur utilisation sous forme de charges micrométriques réduit drastiquement les

propriétés de statique et de fatigue. Il faut donc améliorer l'adhésion des charges OP930 avec la matrice ou s'orienter vers d'autres solutions ignifugeantes.

## Bibliographie

- [1] J. Jordan, K. I. Jacob, R. Tannenbaum, M. A. Sharaf, and I. Jasiuk, "Experimental trends in polymer nanocomposites—a review," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 393, no. 1–2, pp. 1–11, Feb. 2005.
- [2] B. Friederich, "Développement de Nouveaux systèmes retardateurs de flammes à base de nanocomposites plus respectueux de l'environnement," Thèse doctorale, Université Paul Verlaine de Metz-Metz, 2011.
- [3] T. Ramanathan, S. Stankovich, D. A. Dikin, H. Liu, H. Shen, S. T. Nguyen, and L. C. Brinson, "Graphitic nanofillers in PMMA nanocomposites—An investigation of particle size and dispersion and their influence on nanocomposite properties," *J. Polym. Sci. Part B Polym. Phys.*, vol. 45, no. 15, pp. 2097–2112, Aug. 2007.
- [4] A. V. Shenoy, *Rheology of Filled Polymer Systems*. Dordrecht: Springer Netherlands, 1999.
- [5] D. Ciprari, K. Jacob, and R. Tannenbaum, "Characterization of Polymer Nanocomposite Interphase and Its Impact on Mechanical Properties," *Macromolecules*, vol. 39, no. 19, pp. 6565–6573, Sep. 2006.
- [6] N. CINAUSERO, "Etude de la dégradation thermique et de la réaction au feu de nanocomposites à matrice PMMA et PS," UNIVERSITE MONTPELLIER II, 2009.
- [7] S. A. A. Ramazani, A. Rahimi, M. Frounchi, and S. Radman, "Investigation of flame retardancy and physical–mechanical properties of zinc borate and aluminum hydroxide propylene composites," *Mater. Des.*, vol. 29, no. 5, pp. 1051–1056, Jan. 2008.
- [8] B. J. Ash, D. F. Rogers, C. J. Wiegand, L. S. Schadler, R. W. Siegel, B. C. Benicewicz, and T. Apple, "Mechanical properties of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/polymethylmethacrylate nanocomposites," *Polym. Compos.*, vol. 23, no. 6, pp. 1014–1025, Dec. 2002.
- [9] Y. S. Thio, A. S. Argon, and R. E. Cohen, "Role of interfacial adhesion strength on toughening polypropylene with rigid particles," *Polymer*, vol. 45, no. 10, pp. 3139–3147, May 2004.

## ANNEXE II : Validation numérique de la méthode de flexion sur poutre courte pour caractériser l'adhésion fibre-matrice

### I. Contexte

Dans le chapitre IV nous avons présenté les résultats d'ILSS obtenus par flexion sur poutre courte réalisés sur les composites taffetas de verre/ELIUM® du projet résine idéale. Les résultats des courbes forces en fonction de l'allongement ont clairement montré un apport des propriétés mécaniques de l'ensimage acrylique (Ac) par rapport à l'ensimage multicompatible (MC). Néanmoins nous savons que les valeurs d'ILSS mesurées restent discutables pour des systèmes thermoplastiques-tissés. Pour déterminer si la valeur de la force maximal (nécessaire au calcul de l'ILSS) obtenu à partir des courbes d'essai correspond effectivement à du cisaillement inter-laminaire et donc à une valeur fiable d'ILSS, nous présenterons dans ce qui suit une procédure basée sur les données de déformation expérimentales recueillies au DIC.

### II. Procédure de validation

La figure 1 sert d'appui explicatif pour comprendre le raisonnement de la démarche permettant de valider les essais de flexion sur les composites du projet. Dans le domaine élastique la contrainte de cisaillement inter-laminaire «  $\sigma_{13}$  » nécessaire pour arracher une fibre de la matrice est liée à la déformation «  $\varepsilon_{13}$  » par la loi de comportement et la théorie des plaques. Elle s'exprime sous forme :

$$\left. \begin{array}{l} \varepsilon_{13} = \frac{G_{13}}{2} * \sigma_{13} \\ \sigma_{13} = \frac{3F}{bh} * \left[ 1 - 4 \left( \frac{z}{h} \right)^2 \right] \end{array} \right\} \varepsilon_{13} = G_{13} * \frac{3F}{2bh} * \left[ 1 - 4 \left( \frac{z}{h} \right)^2 \right] \quad (1)$$

L'idée consiste à suivre l'évolution de la déformation «  $\varepsilon_{13}$  » en cours d'essai sur une zone endommagée, à partir d'un profil pris sur la tranche de l'éprouvette (voir figure 1b). Ensuite il s'agit de comparer ce profil expérimental avec le modèle théorique (équation 1) valable dans le domaine élastique. Par comparaison on souhaite vérifier que cette procédure numérique s'ajuste aussi bien pour des systèmes tissés à résines thermoplastiques que pour un système UD à renfort thermodure (cas favorable pour un essai de flexion sur poutre courte).

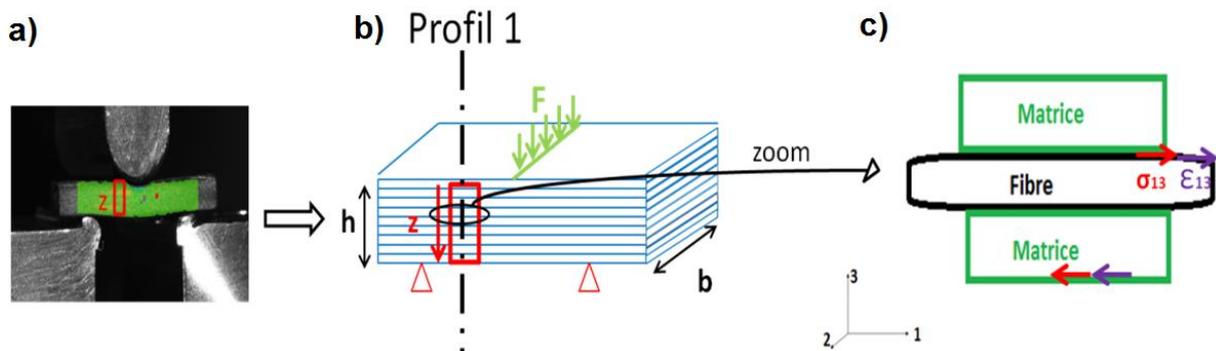


Figure 1 : a) essai de flexion sur poutre courte suivi au DIC. b) profil de déformation pris sur une zone endommagée de l'éprouvette. c) représentation schématique de la contrainte " $\sigma_{13}$ " permettant d'arracher une fibre de la matrice.

### III. Résultats

La figure 2 montre les résultats de la procédure obtenus suivant le profil 1 (figure 1b) pour les deux matériaux ci dessous :

- UD-verre/époxy
- taffetas de verre/ELIUM®

Pour chacun d'eux nous avons représenté en bleu les courbes contrainte-temps en cours d'essai et en vert celles représentant la variable écart de déformation entre  $\epsilon_{13}$  expérimental et  $\epsilon_{13}$  théorique (figure 2a et 2c). Parallèlement on représente cet écart sur les figures 2b et 2c pour les différents régimes subi par l'éprouvette en cour d'essais (non endommagé, premiers endommagements, rupture).

Tant que l'essai se poursuit dans le régime élastique on constate un écart faible voir quasi nul entre la théorie et l'expérimental (courbes rouge), lorsqu'on quitte ce régime, l'écart diverge (courbes bleu et vert). Pour le matériau UD-verre/époxy une analyse fine des résultats montre que les premières concentrations de déformations apparaissent exactement au moment où la contrainte maximale est atteinte. Cela se traduit soit : par un décollement de la variable écart à cet instant là (figure 2a) ou par une légère divergence entre  $\epsilon_{13}$  expérimentale et  $\epsilon_{13}$  théorique (courbe bleu figure 2b). À partir de cette valeur seuil, les premiers endommagements sont susceptibles de se produire par cisaillement inter-laminaire validant ainsi les mesures d'ILSS. Pour le matériau taffetas-verre/ELIUM® la variable écart diverge peu avant que la force maximale soit atteinte. Deux raisons explicatives sont envisageables :

- Les endommagements surviennent de manière légèrement prématurée et l'ILSS calculé ne correspond pas exclusivement à une rupture par cisaillement inter-laminaire pure.
- A l'échelle de la mesure, les déformations recueillis au DIC le long du profil 1 sont sensible au caractère fortement hétérogène des différentes phases

présentes dans un composites taffetas. Suivant l'épaisseur on a une alternance de poches de résines et de fibres. Par conséquent, la mesure expérimentale décèle des phénomènes locaux (due à la différence des niveaux de déformation dans les deux phases) non pris en compte par le modèle.

Comme attendu, la procédure mise au point valide la mesure d'ILSS par essai de flexion sur poutre courte pour les matériaux UD à matrices thermodures (époxy). Pour les systèmes thermoplastiques à renfort taffetas les résultats d'ILSS sont moins probants. Toutefois on peut considérer cette étude comme une méthode permettant de détecter prématurément une apparition de fissure. Ainsi on peut mettre en évidence des endommagements parasites précoces non observables par simple analyse des cartes de déformations DIC ou par lecture des faciès de rupture MEB.

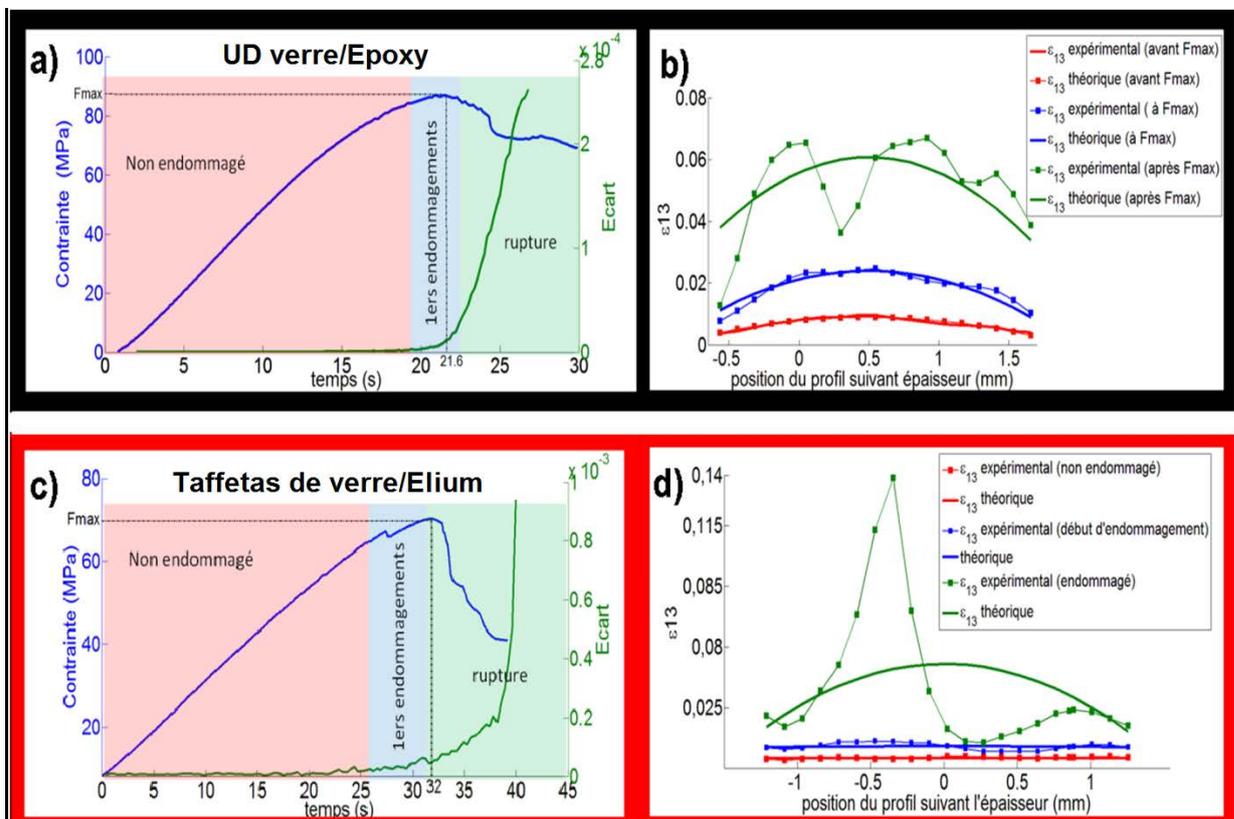


Figure 2 : (a et c) En bleu: courbes contrainte appliquée en fonction du temps en cours d'essais, en vert : courbes représentant la variable écart en fonction du temps. (b et d) Courbes représentatives de l'écart entre  $\varepsilon_{13}$  théorique et  $\varepsilon_{13}$  expérimental.



## ANNEXE III : Principe de l'analyse de l'effet de l'ondulation des fibres sur la rigidité des composites étudiés pendant la thèse

Les notations sont celles du (§ I.3.1). Nous considérons le VER représenté sur la figure III-3a du chapitre III. L'ondulation moyenne dans la chaîne sera décrite à l'aide de la fonction suivante :  $h_1(x) = h/4 \sin(\pi(x/a - 1/2))$ . L'angle entre la direction locale de la chaîne (axe 1) et la direction moyenne de la chaîne (axe  $x$ ) est donc donné par :  $\theta(x) = \arctan \frac{dh_1}{dx}$  (voir figure I.10 pour la définition des axes).

### I. Modèle OTFU (figure III-3b, chapitre III)

Dans ce cas, les constantes correspondant à un composite UD :  $E_1, E_2, \nu_{12}, G_{12}$  et  $G_{23}$  sont calculées pour le taux de fibre  $V_F$  à partir du modèle CCA (§ I.3.3.1).

La tenseur rigidité locale de la chaîne peut alors être exprimé de la façon suivante sur

la base mobile (1,2,3) :  $Q^{chaîne}(\theta) = \begin{bmatrix} Q_{11} & Q_{12} & 0 \\ Q_{12} & Q_{22} & 0 \\ 0 & 0 & Q_{66} \end{bmatrix}_{(1,2,3)_\theta}$ .

Avec :

$$Q_{11} = E_1 / \left( 1 - \nu_{12}^2 \frac{E_2}{E_1} \right) \quad Q_{22} = \frac{E_2}{E_1} Q_{11} \quad Q_{12} = \nu_{12} Q_{22} \quad Q_{66} = G_{12}.$$

Dans le système d'axe fixe,  $(x, y, z)$  lié au composite :  $Q^{chaîne}(\theta) = \begin{bmatrix} Q_{11}(\theta) & Q_{12}(\theta) & 0 \\ Q_{12}(\theta) & Q_{22}(\theta) & 0 \\ 0 & 0 & Q_{66}(\theta) \end{bmatrix}_{(x,y,z)}$

Avec :

$$Q_{11}(\theta) = E_x(\theta) / \left( 1 - \nu_{xy}^2(\theta) \frac{E_2}{E_x(\theta)} \right) \quad Q_{22}(\theta) = E_2 / \left( 1 - \nu_{xy}^2(\theta) \frac{E_2}{E_x(\theta)} \right)$$

$$Q_{12}(\theta) = E_2 \nu_{xy}(\theta) / \left( 1 - \nu_{xy}^2(\theta) \frac{E_2}{E_x(\theta)} \right) \quad Q_{66}(\theta) = G_{xy}(\theta)$$

En passant de la base mobile à la base fixe peut exprimer :  $E_x(\theta)$ ,  $G_{xy}(\theta)$  et  $\nu_{xy}(\theta)$  et donc :  $Q_{11}(\theta)$ ,  $Q_{22}(\theta)$ ,  $Q_{12}(\theta)$  et  $Q_{66}(\theta)$  en fonction des 5 constantes retenues pour décrire un UD

$$\frac{1}{E_x(\theta)} = \frac{\cos^4 \theta}{E_1} + \left( \frac{1}{G_{12}} - \frac{2\nu_{12}}{E_2} \right) \cos^2 \theta \sin^2 \theta + \frac{\sin^4 \theta}{E_2} \quad \frac{1}{G_{xy}(\theta)} = \frac{\cos^2 \theta}{G_{12}} + \frac{\sin^2 \theta}{G_{23}}$$

$$\nu_{xy}(\theta) = E_x(\theta) \left( \frac{\nu_{12}}{E_1} \cos^2 \theta + \left( \frac{1}{2G_{23}} - \frac{1}{E_2} \right) \sin^2 \theta \right)$$

La rigidité équivalente de la chaîne  $\bar{Q}^{chaîne}$  est obtenue en intégrant  $Q^{chaîne}(\theta)$  de façon numérique sur toute la longueur du VER.

La rigidité de la trame, considérée comme constante, est donnée par :

$$Q^{trame} = \begin{bmatrix} Q_{22} & Q_{12} & 0 \\ Q_{12} & Q_{11} & 0 \\ 0 & 0 & Q_{66} \end{bmatrix}_{(x,y,z)}$$

La rigidité de la couche composite devient alors :  $A = \frac{1}{2}(\bar{Q}^{chaîne} + Q^{trame})$ . On peut alors obtenir le module d'Young et le module de cisaillement du composite avec :

$$E_x = A_{11} - \frac{A_{12}^2}{A_{22}} \quad \text{et} \quad G_{xy} = A_{66}.$$

## II. Modèle OTFNU (figure III-3c, chapitre III)

Le raisonnement est exactement le même que le précédent en recalculant les valeurs de  $E_1$ ,  $E_2$ ,  $\nu_{12}$ ,  $G_{12}$  et  $G_{23}$  en remplaçant  $V_F$  par le volume de fibre dans un toron  $V_{fT}$  et en ajoutant une couche isotrope de résine de rigidité :

$$Q^m = \begin{bmatrix} Q_a & Q_b & 0 \\ Q_b & Q_a & 0 \\ 0 & 0 & Q_c \end{bmatrix}_{(x,y,z)} \quad \text{sur la base mobile (1,2,3) avec :}$$

$$Q_a = E_m / (1 - \nu_m^2) \quad Q_b = \nu_m Q_a \quad Q_{66} = G_m = \frac{E_m}{2(1 + \nu_m)}.$$

Les hauteurs relatives des couches correspondent aux taux volumique qu'elles occupent dans le composite total, à savoir :  $(\frac{1}{2}V_t, \frac{1}{2}V_t, V_{mp})$ . On obtient alors :

$$A = \frac{1}{2}V_t \bar{Q}^{chaîne} + \frac{1}{2}V_t Q^{trame} + V_{mp} Q^m$$

## Résumé

Cette thèse est essentiellement consacrée à la caractérisation et à l'analyse des propriétés mécaniques de matériaux composites constitués d'un renfort taffetas verre et d'une résine acrylate (Elium®). Avant l'apparition de la résine Elium® sur le marché en 2013, les polymères acrylates n'étaient pas utilisés dans l'industrie des composites fibres longues.

Dans le volet expérimental de la thèse, nous nous intéressons principalement à l'influence de l'ensimage (traitement de surface appliqué aux fibres pour favoriser l'adhésion de la matrice) sur le comportement mécanique de nos composites. En complément de différents essais mécaniques macroscopiques « classiques » (traction, flexion etc.), nous avons utilisé des techniques d'analyse locales fines (mesures de champ cinématique, microtomographie X, Microscopie Electronique à Balayage, nanoindentation...) qui nous ont permis de caractériser et d'étudier certains mécanismes locaux de déformation et d'endommagement. L'influence de l'ensimage sur les propriétés en fatigue a été mise en évidence grâce à des mesures d'autoéchauffement pour lesquelles nous avons développé un traitement original des données. A l'issue de nos investigations, nous avons pu quantifier le bénéfice qui résulte de l'utilisation d'un ensimage spécifiquement conçu pour favoriser l'adhésion d'un polymère acrylate sur des fibres de verre.

Dans le volet « simulation numérique » de la thèse, nous avons modélisé le comportement mécanique de nos composites taffetas verre/matrice acrylate grâce au solveur spectral CraFT (Composite response and Fourier Transforms). Le détail des champs de contrainte et de déformation a été obtenu à l'échelle de la mésostructure et révèle une structuration périodique induite par la présence du renfort tissé. Une analyse quantitative a permis de vérifier que les champs de déformation qui ont été obtenus grâce au solveur CraFT sont en très bon accord avec des mesures réalisées par corrélation d'images. A partir du champ de contrainte, nous avons mis en évidence les régions de la mésostructure qui subissent les plus fortes sollicitations mécaniques. En visualisant par microtomographie X la structure interne d'éprouvettes précédemment déformées, nous avons pu établir le lien entre la localisation de l'endommagement au sein de la mésostructure et les régions de concentration de contrainte que la simulation numérique avait mises en évidence.

Mots clés : composite, interphase, matrice thermoplastique, adhésion fibre matrice, caractérisation mécanique

## Abstract

This thesis is devoted to the characterization and the analysis of the mechanical properties of composite materials made of a plain weave glass fiber reinforcement and an acrylic resin (Elium®). Before the commercialization of the Elium resin in 2013, acrylics polymers were not used in the composite industry.

In the experimental part of this thesis, we mainly focused on the sizing effect (surface treatment of the fibers to enhance the bonding between the matrix and the fibers) on the mechanical behavior of our composites. The characterizations were carried out through classical macroscopic mechanical tests (tensile, bending, shearing...) but using metrological tools for local analysis (full-field strain measurements, X ray micro-tomography, Scanning Electron Microscopy, Nano-indentation etc.). We were able to study strain and damage phenomena at local scales. Fatigue properties of the sizing were highlighted by heat build-up experiments. To analyze these measurements, an original data treatment has been developed which makes clear the benefit of an acrylic sizing in order to enhance the bonding between glass fibers and our acrylic matrix.

In the theoretical part of this thesis, we studied the mechanical behaviour of our glass fiber plain weave/acrylic resin composite through a numerical simulation based on the CraFT spectral solver (Composite response and Fourier Transforms). Local stress and strain fields were obtained at the mesoscopic scale. The strain field analysis shows a periodic structure induced by the presence of the plain weave reinforcement. By a quantitative study, a good agreement between the numerical strain field obtained by CraFT and the 3D-DIC experimental strain measurements was found. The numerical stress field analysis reveals regions where a high local stress occurs. Comparing with X ray micro-tomography observations of the internal structure of previously loaded composite samples we noticed that the damages occurring inside the mesostructure are totally correlated with the local stress concentration revealed by CraFT numerical simulations.

Key words: composite, interphase, thermoplastic matrix, fiber matrix bonding, mechanical characterization