



HAL
open science

Identification des propriétés mécaniques de matériaux composites par analyse vibratoire

Jean-Sébastien Dupuy

► **To cite this version:**

Jean-Sébastien Dupuy. Identification des propriétés mécaniques de matériaux composites par analyse vibratoire. Sciences de l'ingénieur [physics]. Université Montpellier II - Sciences et Techniques du Languedoc, 2008. Français. NNT: . tel-00383234

HAL Id: tel-00383234

<https://theses.hal.science/tel-00383234>

Submitted on 12 May 2009

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.

UNIVERSITÉ DE MONTPELLIER II
SCIENCES ET TECHNIQUES DU LANGUEDOC

THÈSE

pour obtenir le grade de
DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DE MONTPELLIER II

Discipline : Mécanique et génie civil
École doctorale : Information, Structures, Systèmes

présentée et soutenue publiquement

par

Jean-Sébastien DUPUY

Le 11 Décembre 2008

Titre :

**Identification des propriétés mécaniques de matériaux composites par
analyse vibratoire**

JURY

M.	Franck JOURDAN	Président, Professeur, Université de Montpellier II
M.	El Mostafa DAYA	Rapporteur, Professeur, Université de Metz
M.	Noureddine BOUHADDI	Rapporteur, Professeur, Université de Franche-Comté
Mme.	Catherine GAUTHIER	Examinatrice, Professeur, INSA de Lyon
Mme.	Nadia BAHLOULI	Examinatrice, Maître de conférences, Université de Strasbourg
M.	Patrick IENNY	Examineur, Maître Assistant, École des Mines d'Alès
M.	Stéphane CORN	Examineur, Maître Assistant, École des Mines d'Alès
M.	Loïc DARIDON	Directeur de Thèse, Professeur, Université Montpellier II

à mon père

Remerciements

Je commencerai par adresser mes remerciements à Monsieur Yannick Vimont, Directeur du Centre des Matériaux de Grande Diffusion (CMGD) de l'Ecole des Mines d'Alès, pour m'avoir accueilli durant ces trois années de thèse au sein du laboratoire.

Je remercie Monsieur Franck Jourdan, professeur à l'Université Montpellier II, d'avoir accepté de présider le jury de ma soutenance de thèse. Je remercie Monsieur El Mostafa Daya, professeur à l'Université de Metz, et Monsieur Nouredine Bouhaddi, professeur à l'Université de Franche-Comté, rapporteurs sur ce mémoire de thèse ainsi que Madame Catherine Gauthier, professeur à l'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, et Madame Nadia Bahlouli, maître de conférence à l'Université de Strasbourg, membres du jury de la soutenance de thèse.

J'adresse mes sincères remerciements à Monsieur Loic Daridon, professeur à l'Université Montpellier II, pour l'intérêt qu'il a voulu porter à mon travail en tant que directeur de thèse.

Je tiens à exprimer ma reconnaissance à Monsieur Stéphane Corn et Monsieur Patrick Ienny, Maîtres Assistants à l'Ecole des Mines d'Alès, sans qui ce projet n'aurait pu avoir lieu.

L'échange et les collaborations ont également été des éléments essentiels à l'avancée de ce travail. Je remercie donc de manière impersonnelle tous ceux, qui se sont impliqués de près ou de loin dans mon travail de thèse, pour leur aide et leurs conseils précieux, pour les nombreuses et fructueuses discussions ainsi que pour leur inconditionnel soutien.

Ce travail est également celui des techniciens du CMGD, qui ont largement contribué à l'amélioration, au développement et à la maintenance des dispositifs expérimentaux. Ils sont des acteurs majeurs de la qualité de travail dans les différents projets au sein du laboratoire.

Comment définir ces trois années de thèse au CMGD sans évoquer l'ambiance et la solidarité qui règnent entre les doctorants. Je tiens donc à remercier tous les doctorants grâce auxquels ces années resteront pour moi plus qu'une aventure scientifique. Les thésards d'hier laissent place encore et encore à ceux d'aujourd'hui. Bon courage à tous.

Je n'oublierai pas de remercier les personnes chères à mon coeur, qui m'ont apportées la force et le soutien nécessaire à l'aboutissement de ces trois années de travail. J'exprime ma gratitude à mes parents qui ont contribué, durant de nombreuses années, à m'assurer un avenir au prix de certaines privations, au prix de leur vie.

Table des matières

Notations	11
Introduction	15
1 Polymères et matériaux composites	19
1.1 Généralités sur les composites	19
1.1.1 Caractéristiques générales	19
1.1.2 Problématique des matériaux composites	21
1.1.2.1 Interface et interphase	21
1.1.2.2 Traitement de surface	23
1.1.3 Conclusion et objectifs	24
1.2 Viscoélasticité des matrices polymères	24
1.2.1 Mécanismes microscopiques de déformation	24
1.2.2 Structure et propriétés des polymères	25
1.2.2.1 Organisation d'une macromolécule	25
1.2.2.2 Etat des polymères	27
1.2.2.3 Structure des polymères amorphes	28
1.2.3 Comportement thermomécanique des polymères	29
1.2.3.1 Spectrométrie mécanique	29
1.2.3.2 Influence de la température	31
1.2.3.3 Principe d'équivalence Temps-Température	32
1.2.4 Comportement mécanique macroscopique	34
1.2.4.1 Viscoélasticité linéaire	34
1.2.4.2 Comportement viscoélastique	35
1.3 Caractérisation des matériaux composites	42
1.3.1 Caractérisation thermomécanique des composites	42
1.3.1.1 Sensibilité des paramètres de formulation sur le comporte- ment thermomécanique	42
1.3.1.2 Adhésion renforts-matrice	45
1.3.1.3 Conclusion	45
1.3.2 Etude des propriétés viscoélastiques par analyse vibratoire	46
1.3.3 Caractérisation d'un endommagement	48
1.4 Modélisation du comportement des matériaux composites	50
1.4.1 Généralités sur les modèles d'homogénéisation	50

1.4.1.1	Procédures d'homogénéisation	50
1.4.1.2	Approximations de Voigt et de Reuss	51
1.4.1.3	Modèle d'Hashin et Shtrikman	52
1.4.2	Modèles dérivés du problème d'Eshelby en élasticité	53
1.4.2.1	Problème général de l'inclusion d'Eshelby	53
1.4.2.2	Modèle autocohérent [37], [43],	54
1.4.2.3	Modèle de Mori-Tanaka	54
1.4.3	Modélisation des propriétés viscoélastiques	55
1.5	Matériaux composites modèles	56
1.5.1	Description	56
1.5.1.1	Matrice polymère	56
1.5.1.2	Présentation des renforts	56
1.5.1.3	Conception des matériaux composites modèles	57
1.5.2	Mise en forme des composites	59
1.5.2.1	Conditions de mise en oeuvre des échantillons	59
1.5.2.2	Défauts visibles à l'issue de la fabrication des éprouvettes	61
1.6	Conclusion	63
2	Techniques expérimentales utilisées	65
2.1	Introduction	65
2.2	Essais de caractérisation à chargement monotone	66
2.2.1	Essai de traction normalisé	66
2.2.1.1	Présentation de l'essai	66
2.2.2	Essai de fluage	67
2.2.2.1	Principe de l'essai de lâcher	68
2.2.2.2	Protocole d'essai	69
2.3	Analyse Mécanique Dynamique	70
2.3.1	Sollicitation en flexion	71
2.3.1.1	Dispositif expérimental	71
2.3.1.2	Modélisation de l'essai de visco-analyse	72
2.3.1.3	Estimation de la raideur complexe et du déphasage d'un échantillon	73
2.3.1.4	Extraction du module complexe E^*	74
2.3.1.5	Domaine de validité du modèle analytique	74
2.3.1.6	Phase de calibration	76
2.3.2	Sollicitation en torsion	80
2.3.2.1	Dispositif expérimental	80
2.3.2.2	Principe théorique	81
2.3.2.3	Phase de calibration	82
2.4	Analyse modale expérimentale	84
2.4.1	Introduction	84
2.4.2	Notion de base	84
2.4.2.1	Définition	84
2.4.2.2	L'amortissement	90

TABLE DES MATIÈRES

2.4.3	Aspect expérimental	93
2.4.3.1	Dispositif expérimental	93
2.4.3.2	Mode d'excitation	94
2.4.4	Détermination des paramètres mécaniques dynamiques	100
2.4.4.1	Extraction des paramètres modaux expérimentaux	100
2.4.4.2	Identification du module élastique	101
2.4.4.3	Calibration des essais utilisés en analyse modale	105
2.5	Analyse par ultrasons	110
2.5.1	Principe de la méthode	110
2.5.2	Dispositif expérimental	112
2.5.2.1	Banc d'essais à transmission	112
2.5.2.2	Calibration	113
2.6	Classification des géométries d'éprouvettes en fonction du type d'essai	113
2.7	Conclusion	114
3	Etude mécanique de la matrice polymère utilisée	117
3.1	Caractérisation de la matrice polymère utilisée	117
3.1.1	Analyse moléculaire du PMMA	117
3.1.2	Spectres isochrones	118
3.1.3	Identification des propriétés mécaniques quasi-statiques	119
3.1.4	Complaisance de fluage en cisaillement par essais de lâcher	120
3.1.4.1	Interprétation des résultats	120
3.1.4.2	Analyse du phénomène oscillatoire	121
3.1.4.3	Analyse des résultats	123
3.1.4.4	Comportement dynamique du PMMA (modèle rhéologique de Zener)	124
3.1.5	Etude du PMMA utilisé par analyses vibratoires	126
3.1.5.1	Analyse harmonique (AMD)	127
3.1.5.2	Analyse modale expérimentale	130
3.1.5.3	Analyse par ultrasons	133
3.1.6	Comparaison entre les différentes méthodes d'analyse	133
3.2	Etude de plaques de PMMA fissurées	135
3.2.1	Principe et mise en oeuvre	136
3.2.2	Analyse modale d'une plaque fissurée	136
3.3	Conclusion	140
4	Caractérisation mécanique des matériaux composites modèles	143
4.1	Introduction	143
4.2	Caractérisation des matériaux modèles	144
4.2.1	Contrainte locale et mise en forme	144
4.2.2	Vérification des formulations de composites	145
4.2.3	Etude statique des composites	146
4.2.3.1	Module élastique et comportement à rupture	146
4.2.3.2	Modèle d'homogénéisation simple	148

4.2.4	Analyse des faciès de rupture au MEB	151
4.2.4.1	Etude des billes de diamètre moyen $20 \mu m$	151
4.2.4.2	Etude des billes de diamètre moyen $60 \mu m$	156
4.3	Réponse dynamique des matériaux modèles	159
4.3.1	Etude du comportement mécanique dynamique	160
4.3.1.1	Modélisation des propriétés viscoélastiques	160
4.3.1.2	Comparaison avec les résultats expérimentaux	160
4.3.2	Analyse du comportement élastique des composites	163
4.3.3	Analyse du comportement dissipatif des composites	165
4.3.3.1	Effet de la fraction volumique	167
4.3.3.2	Effet de la surface de contact aux interfaces	169
4.3.3.3	Etude thermomécanique des traitements de surface pour la formulation 2820TX	171
4.4	Conclusion	172
	Conclusion générale	175
	Références bibliographiques	178
	Annexes	185
A		185
A.1	Fractions volumiques et massiques	185
A.2	Détermination de la masse moléculaire moyenne viscosimétrique M_v	186
B		187
B.1	Matériel utilisé à l'élaboration d'échantillon en composite	187
B.1.1	Mélange des constituants d'un composite par extrusion	187
B.1.2	Moulage des échantillons par injection	188
B.2	Paramètres d'extrusion et d'injection utilisés	188
C		191
C.1	Calcul de la raideur réelle d'un échantillon à partir de modèles analytiques	191
C.2	Calcul analytique de fréquences propres d'une géométrie simple	192
C.2.1	Flexion des poutres - Modèle de Euler-Bernoulli	192
C.2.2	Vibrations des plaques circulaires	193
C.3	Poutre en flexion sous sollicitations harmoniques	194
C.4	Réponse harmonique - Poutre sur pot-vibrant	198

Notations

	<i>Caractéristiques mécaniques et matériaux</i>
σ	Contrainte
ε	Déformation
F	Force appliquée
P	Pression isostatique de la matrice sur la particule
f	Fréquence de sollicitation
ω, ω_0 et ω_r	Pulsation, pulsation propre et pulsation de résonance
ξ	Taux d'amortissement modal
T, T_i	Température, température à l'état i
t, t_i	Temps, temps à l'instante i
K, K_i	Raideur, raideur de l'élément i
E, E_i	Module élastique, module élastique du matériau i
G, G_i	Module de cisaillement, module de cisaillement du matériau i
E'	Module conservatif
E''	Module dissipatif
E_∞	Module relaxé
E_0	Module instantanée
μ	Viscosité du matériau
ν	Coefficient de Poisson
δ, δ_i	Angle de déphasage, angle de déphasage du matériau i
η, η_i	Facteur de perte, facteur de perte du matériau i
$J(t)$	Fonction de complaisance de fluage
J_R	Complaisance relaxée
J_U	Complaisance instantanée
τ_σ	Temps de relaxation
T_g	Température de transition vitreuse
Φ_i	Fraction volumique
Ψ_i	Fraction massique
ρ_i	Masse volumique du matériau i
m	Masse
α_i	Coefficient d'expansion thermique du matériau i
T0, T1 et T2	Terminologie des différents traitements utilisés

<i>Elément de géométrie des échantillons</i>	
A	Aire de la section droite
V, V_i	Volume, volume du matériau i
a	Rayon d'un disque ou d'une sphère
b	Largeur
L	Longueur
h	Epaisseur
I	Moment quadratique d'inertie

<i>Opérateur</i>	
$(.)^{-1}$	Inverse d'une matrice
$\ \cdot\ $	Norme euclidienne
\cdot^*	Composante complexe
\cdot'	Partie réelle
\cdot''	Partie imaginaire

Introduction

Qu'il s'agisse d'améliorer la cohésion entre charge et matrice des matériaux composites (formulation-procédé) ou d'évaluer la dégradation d'un matériau soumis à des conditions environnementales sévères (hygrométrie, thermique, mécanique, chimique,...), la science des matériaux, dans son ensemble, nécessite des moyens d'analyse et de suivi de l'évolution des comportements mécaniques endommageables. L'identification du comportement mécanique global d'un matériau composite par des techniques d'analyse vibratoire est un enjeu majeur compte tenu du caractère non destructif de ce type d'essais. Généralement, ces méthodes expérimentales rendent compte à la fois de la rigidité de la structure et du comportement amortissant du matériau, caractérisant ainsi son comportement viscoélastique.

Plus spécifiquement, le comportement amortissant global des matériaux composites traduit les dissipations internes se produisant à différentes échelles qui dépendent des propriétés viscoélastiques des différents constituants et des phénomènes de friction aux interfaces charges/matrice. La nature, la répartition, la géométrie et le traitement de surface des charges sont autant de paramètres susceptibles de modifier le comportement dynamique global du matériau. Les performances mécaniques des matériaux composites dépendent non seulement des caractéristiques mécaniques des charges et de la matrice utilisées, mais aussi de la qualité de l'interface entre ces deux constituants. Ainsi, une mauvaise adhésion interfaciale entraîne généralement une modification du comportement du composite, qui peut être assimilée à un endommagement global pour le matériau.

Le but de cette étude est de proposer un moyen de caractérisation rapide de l'endommagement de matériaux composites à matrice polymère à partir d'analyses mécaniques vibratoires. Plusieurs techniques expérimentales non intrusives, dont certaines reposent sur l'analyse des fréquences de résonance de la structure, sont présentées dans ce mémoire. Parallèlement au développement et description des moyens d'analyses mécaniques, cette étude s'intéresse à la réalisation de matériaux composites modèles. En effet, la maîtrise des paramètres de formulation et de mise en oeuvre permet une corrélation directe avec les résultats des essais. Les propriétés viscoélastiques de matériaux composites particuliers sphériques à matrice polymère amorphe sont ainsi analysées. Ces matériaux modèles servent de référence dans la validation des méthodes d'analyse mises en place.

Ce mémoire se compose de quatre chapitres.

Dans le premier chapitre, une synthèse bibliographique comporte trois parties. Dans la première, nous abordons rapidement la notion de matériaux composites et présentons les différents paramètres prépondérants dans la composition de ces matériaux. Ensuite, nous dégageons les objectifs et les orientations précises de notre étude. Nous nous intéressons dans une deuxième partie aux comportements viscoélastiques des matériaux composites. Nous attachons une im-

portance particulière à la description des phénomènes microstructuraux engendrant le comportement viscoélastique des matériaux polymères. Suit une présentation des comportements thermomécaniques et mécaniques des polymères à l'échelle macroscopique. Dans une troisième partie, un état de l'art est réalisé, présentant les capacités des méthodes d'analyse thermodynamique et vibratoire à fournir des informations sur le comportement viscoélastique d'un composite. De même, ces méthodes d'analyse sont utilisées pour la détection et la caractérisation d'une dégradation dans un matériau ou une structure. L'utilisation de modèles analytiques d'homogénéisation (Voigt et Reuss, modèles basés sur le problème d'Eshelby) permet d'estimer l'évolution des propriétés élastiques en fonction de différents paramètres, notamment la fraction volumique de charge. L'extension de ces modèles biphasés à l'association de matériaux viscoélastiques apporte des indications sur le comportement amortissant du matériau composite résultant. D'autre part, le plan d'expérience élaboré en vue d'optimiser le nombre d'essais sur les matériaux modèles est présenté ici.

Le deuxième chapitre est consacré d'une part à la mise en oeuvre des matériaux composites modèles, et d'autre part à la présentation des méthodes et des outils expérimentaux utilisés dans l'étude de ces matériaux. La fabrication des matériaux composites fait intervenir deux procédés, l'extrusion et l'injection, jouant un rôle important sur les propriétés des matériaux. Ces outils expérimentaux ont été pour certains d'entre eux, développés et calibrés durant la thèse, et sont, pour d'autres, basés sur des normes ISO (comme les essais de traction quasi-statique). Nous avons mis en place un banc de mesure pour la réalisation d'essais de fluage par lâcher. Les essais en dynamique sont réalisés soit sur des visco-analyseurs de série, soit sur des bancs d'analyse modale expérimentale.

Au troisième chapitre, nous présentons les résultats expérimentaux obtenus sur le matériau polymère constituant la matrice, le polyméthacrylate de méthyle (PMMA). La complémentarité des méthodes d'analyse utilisées dans une étude approfondie des propriétés mécaniques de ce polymère, a permis de caractériser le comportement viscoélastique du matériau : la dépendance des paramètres mécaniques aux fréquences de sollicitations est présentée dans cette partie. L'analyse modale expérimentale constitue un outil permettant la détection d'une modification de la structure ou du matériau. Les résultats, obtenus sur des plaques fissurées sont présentés, ils permettent de rendre compte d'une dissipation d'énergie dépendante d'une surface frottante.

Nous consacrons le dernier chapitre à l'étude des matériaux composites modèles à partir des méthodes d'identification présentées au deuxième chapitre. L'analyse du comportement élastique par des essais de traction confirme la dépendance du module élastique à la fraction volumique de charges, prédite par les modèles analytiques d'homogénéisation. L'étude des faciès de rupture au microscope électronique à balayage permet de juger visuellement de l'état des interfaces charges-matrice et . Cette approche nous permet de rendre compte visuellement de la nature cohésive des charges avec la matrice. Les techniques d'analyse vibratoire sont utilisées pour mettre en évidence l'influence des différents paramètres (tels que la fraction volumique et la taille des charges, ou les traitements de surface des charges) sur les propriétés mécaniques des matériaux composites.

Nous terminons la présentation de ce travail par une conclusion générale, dans laquelle nous rappelons le cadre de l'étude, les principaux résultats obtenus sur le comportement des matériaux composites. Des perspectives sont également proposées pour la poursuite de ce travail sur

l'étude de la cohésion interfaciale des composites à charges particulières et à matrice polymère, à partir de méthodes vibratoires.

Chapitre 1

Polymères et matériaux composites

1.1 Généralités sur les composites

1.1.1 Caractéristiques générales

Dans de nombreux domaines tels que l'aéronautique, l'armement, l'automobile, le génie civil, les transports, le médical, etc ..., l'utilisation des matériaux composites est en constante progression. Cet engouement n'est pas un hasard mais un développement judicieux soutenu par des intérêts techniques et économiques.

Les matériaux composites sont des assemblages de deux ou plusieurs produits élémentaires non miscibles de natures différentes. La complémentarité des différents constituants permet d'aboutir à un matériau dont les performances sont généralement un compromis de celles des constituants (pris séparément).

Ces matériaux peuvent se présenter sous différentes formes généralement dépendantes de la géométrie du renfort (particules, fibres longues ou courtes introduites dans les tissus...). Les composites qui nous préoccupent ici, font partie de la famille des composites dits particulaires. Pour ces derniers, la matrice conserve la disposition géométrique des renforts et leur transmet les sollicitations auxquelles elle est soumise. Ces matériaux sont hétérogènes à l'échelle microscopique mais sont considérés macroscopiquement comme homogènes ([6], [16], [29]).

Les matériaux composites sont développés et choisis pour leurs caractéristiques mécaniques, thermiques, chimiques, etc... Les propriétés obtenues sont généralement meilleures que celles de la matrice seule. Bien évidemment, il est impossible de réunir l'ensemble de ces propriétés dans un même composite ([55]) mais, par rapport aux caractéristiques recherchées, on peut trouver des solutions optimales.

La progression des connaissances sur les différents matériaux constitutifs permet un contrôle permanent des différents paramètres de conception, ce qui a pour effet d'améliorer considérablement les propriétés des matériaux composites résultants. Les matériaux ainsi obtenus sont de plus en plus performants dans les différents domaines d'application.

Dans leur utilisation, les matériaux composites sont soumis à différents phénomènes de dégradation, qu'ils soient d'ordre mécanique, chimique ou bien physique. Depuis de nombreuses années, on s'intéresse à l'analyse de leurs propriétés thermomécaniques et à la modélisation de leur comportement. Les différentes études expérimentales utilisant des méthodes d'analyses

non-destructives permettent de suivre le comportement évolutif de matériaux composites soumis à des dégradations.

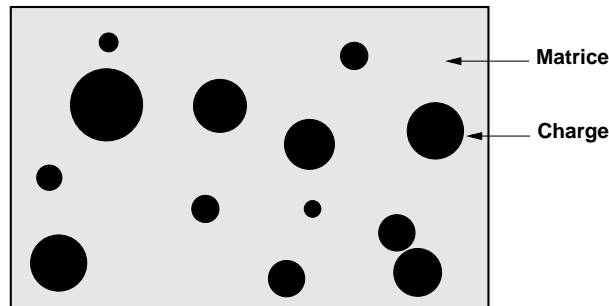


FIG. 1.1 – VER d'un matériau composite constitué d'une phase discontinue (charges) et d'une phase continue (matrice)

Dans notre étude, nous nous intéresserons au cas de matériaux composites dans lesquels les charges particulières (ou renforts) sont directement intégrées dans une matrice polymère (*figure 1.1*).

Les propriétés du composite résultent directement de celles de ses constituants ; de la distribution des charges dans la matrice et de l'interaction entre les constituants, etc ... Pour décrire le matériau composite, il sera nécessaire de spécifier la nature des constituants et leurs propriétés, la géométrie et la distribution des charges, la nature de l'interface charge-matrice.

Les composites peuvent être formés d'un nombre relativement important de constituants, ce qui complexifie considérablement leur étude. Dans le cadre de notre travail, nous nous concentrerons sur l'étude des matériaux composites à deux phases (charge d'une seule nature et matrice).

La fraction de charges dans la matrice est un des paramètres déterminants des propriétés du matériau composite, car elle fait intervenir un volume de renfort et une surface de contact (interface charges-matrice). Pour une concentration donnée, la répartition des charges dans la matrice constitue également un paramètre aussi important. Une répartition uniforme des charges assurera, à l'échelle macroscopique, une certaine « homogénéité » du matériau. Cette hypothèse simplifie considérablement les problèmes de modélisation du matériau composite. Les mauvaises répartitions spatiales (ou dispersions) des charges dans la matrice (constitution d'agré-gats, zone dépourvue de charge, zone dite de gomme occluse), présentées par [52] (*figure 1.2*), affecteront directement les propriétés mécaniques, favorisant des zones pauvres en renfort et diminuant nettement la résistance du composite.

Les renforts se présentent généralement sous deux formes différentes, les fibres plus ou moins longues et les charges particulières (sphériques). Les propriétés du composite résultant diffèrent en fonction de la géométrie des charges caractérisées par leur forme, leur taille et leur orientation notamment pour les fibres. Si l'ensemble de ces paramètres concourent à déterminer les propriétés du composite, les modélisations descriptives ne tiennent compte que de certains paramètres de formes, de tailles et d'orientation des fibres. La modélisation des renforts est schématiquement approchée soit par des sphères pour les particules, soit par des cylindres pour

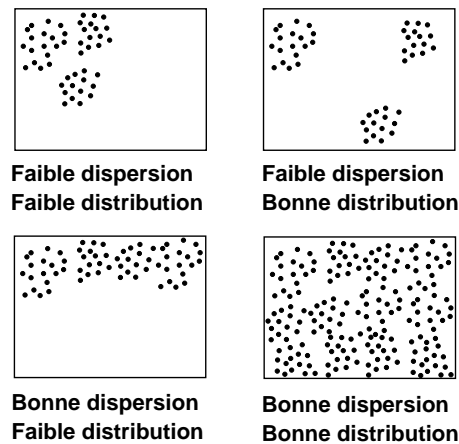


FIG. 1.2 – Illustration de la distribution et de la dispersion des charges dans la matrice [52]

les fibres. La concentration de charge est habituellement mesurée par une fraction volumique ou une fraction massique.

1.1.2 Problématique des matériaux composites

1.1.2.1 Interface et interphase

Le rôle essentiel des zones interfaciales est d'assurer un transfert de charge entre la matrice et le renfort. L'interface se formant au cours du procédé même de l'élaboration du composite, le contrôle de ce procédé est d'importance majeure : contamination des surfaces, phénomènes de diffusion, gradients thermiques... sont autant de paramètres qui influent sur la constitution de l'interface [25].

Cette interface est souvent considérée comme la surface de contact entre la charge et la matrice. La mécanique de la matrice n'est en réalité connue que très imparfaitement à proximité des particules ou des fibres [25]. Près de l'interface et sur une faible distance, la structure de la matrice peut être différente du cœur. Cette zone, appelée par Bikerman *weak boundary layers* [7], peut être le lieu où se concentrent les défauts : porosité et humidité, couches de réactions chimiques, gradients de composition, modification de texture cristalline. Par conséquent, l'interface peut être considérée comme une zone d'interaction, dénommée interphase, et non pas une simple surface de contact [2]. Généralement, les charges sont associées à des agents de couplage (ou traitement de surface) pour améliorer la cohésion à l'interface.

L'interphase est la zone où s'effectue précisément le transfert de charge de la matrice vers le renfort. On retrouve dans la littérature de nombreux travaux relatifs au transfert de charge matrice/renfort, par une modélisation de Cox ou de Kelly. Que ces travaux soient de nature expérimentale ou théorique, ils portent sur un grand nombre de paramètres, tels que la géométrie des renforts, le facteur de forme, le traitement de surface, la fraction volumique de renfort,...

Nous pouvons nous appuyer sur les travaux de Goodier [31] qui a étudié la répartition des contraintes autour d'une particule sphérique rigide noyée dans une matrice infinie soumise à un chargement en traction uniforme. Une modélisation micromécanique montre qu'il y a concen-

tration de contraintes aux pôles (*figure 1.3*). La concentration des contraintes est maximale à proximité de la particule et diminue progressivement si on s'éloigne de celle-ci. Une grande partie des modèles utilisés dans l'étude des comportements mécaniques des matériaux composites, ne considère pas la notion de décohésion entre la matrice et la charge. Il s'agit de modèles cohésifs garantissant une continuité des déplacements d'un constituant à l'autre.

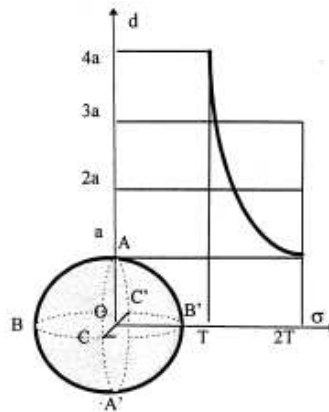


FIG. 1.3 – Distribution des contraintes (T vecteur des contraintes) dans la matrice au voisinage d'une particule sphérique rigide de rayon a , à une distance d de la particule

L'introduction de renfort, dont le coefficient d'expansion thermique et les propriétés élastiques diffèrent de ceux de la matrice, engendre des concentrations de contraintes localisées à l'interface lors de la mise en oeuvre des matériaux composites.

Les contraintes résiduelles internes proviennent du retrait de la matrice et de la différence des coefficients d'expansion thermique lors de la phase de refroidissement après cuisson. Dans le cas d'une particule sphérique noyée dans une matrice infinie, cette particule se trouvera dans un état de tension triaxiale si son coefficient d'expansion thermique (α_p) est supérieur à celui de la matrice (α_m). Ces contraintes résiduelles dans la matrice sont des contraintes de tension dans la direction tangentielle et de compression dans la direction radiale pour $\alpha_p < \alpha_m$ (cas de bille de verre). Le coefficient de dilatation thermique pour une matrice polymère est de l'ordre de $10^{-4} K^{-1}$ alors que celui du verre est proche de $10^{-5} K^{-1}$

Ces contraintes, pour le cas d'une particule sphérique noyée dans une matrice infinie, sont données par la relation suivante [69] (m et p représentent respectivement la *matrice* et la *particule*) :

$$P = \sigma_r = -2\sigma_\theta = \frac{(\alpha_m - \alpha_p)\Delta T}{\frac{1+\nu_m}{2E_m} + \frac{1-2\nu_p}{E_p}} \quad (1.1)$$

où P est la pression uniforme agissant sur la particule, σ_r et σ_θ les contraintes radiales et tangentielles dans la matrice, E_p et E_m modules d'Young, ν_p et ν_m les coefficients de Poisson, ΔT la variation de température entre la cuisson et la fin du refroidissement.

Dans le cas d'un matériau composite constitué d'une matrice polymère et de charges minérales (verre), la contrainte radiale σ_r peut atteindre en compression quelques centaines de MPa.

1.1.2.2 Traitement de surface

Afin d'améliorer la cohésion entre les différents constituants du matériau composite, les fabricants font appel à des agents de couplage. Mais nous pouvons retrouver dans le domaine du Génie Civil, notamment sur les bétons, l'utilisation d'agent de couplage permettant d'améliorer la cohésion entre les granulats et la matrice cimentaire.

Dans le cas de charges minérales (fibres ou microbilles de verre), ces agents de couplage sont de type silane. Les silanes sont des molécules bifonctionnelles organosilicées dont le but est de former un pont de liaisons chimiques insensibles à l'eau entre les charges et la matrice. Ces agents de couplages se composent généralement :

- d'un *groupe organofonctionnel* R compatible avec la matrice utilisée,
- d'une *fonction hydrolysable* alcooxy (-OR'), capable de conduire des liaisons chimiques avec la charge par le biais de la formation de réseaux siloxanes (-SI-O-SI-),
- d'une *chaîne hydrocarbonnée* stable de longueur variable.

La liaison avec le polymère s'effectue avec le groupement organique R, comme le montre la *figure 1.4*.

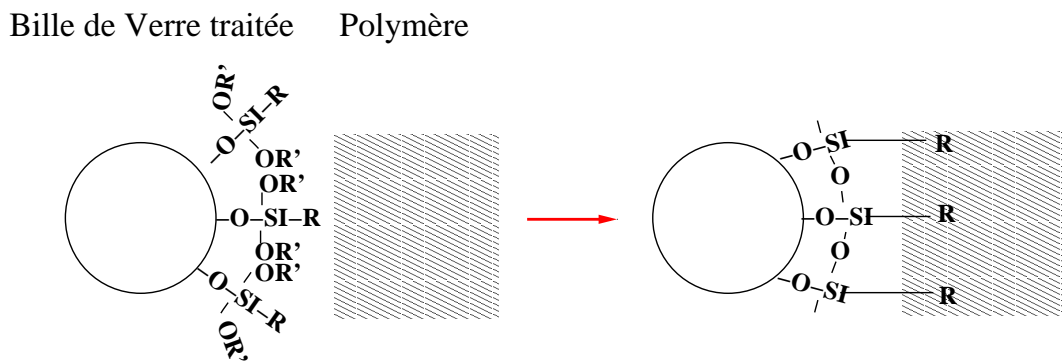


FIG. 1.4 – Liaisons silane, charge/matrice

Le premier mode d'interaction silane/matrice serait la liaison chimique. Mais Plueddemann [63] émet l'hypothèse, pour des silanes ne réagissant pas avec la matrice, d'un autre mode d'interaction par interdiffusion de chaînes et couplage physique grâce à des enchevêtrements et des liaisons hydrogènes, créant ainsi un réseau interpénétré (*figure 1.5*).

Nous pouvons considérer le cas où la charge est dépourvue d'agent de couplage. Le verre et le polymère n'ayant aucune affinité entre eux, aucun pont de liaisons entre la charge et la matrice ne peut théoriquement être créé. Il est facile d'imaginer que les transferts de contraintes ne s'opèrent pas de la même manière que dans les cas où des ponts de liaisons sont présents. Nous pouvons pressentir des modifications au niveau des paramètres mécaniques pouvant, peut être, différencier les composites selon que l'interface est dite « cohésive » ou « non-cohésive ».

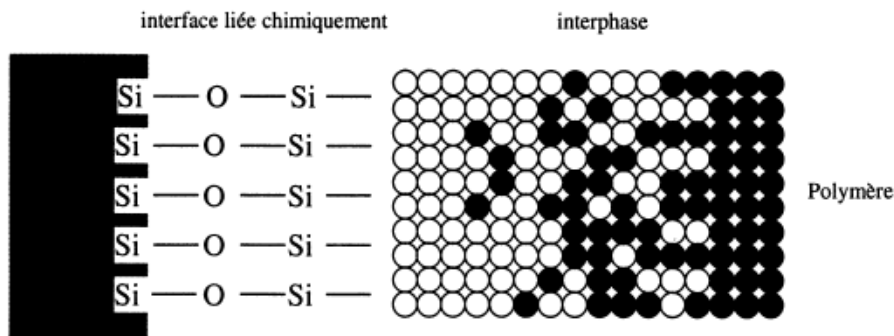


FIG. 1.5 – Couplage silane-matrice par enchevêtrements [63]

1.1.3 Conclusion et objectifs

Cette brève présentation des matériaux composites a permis d'identifier les différents éléments prépondérants à prendre en compte pour l'étude de ces matériaux. De manière à estimer les propriétés mécaniques de ces matériaux composites, il est nécessaire de bien comprendre les effets introduits par les renforts. En effet, la sensibilité des paramètres mécaniques est directement liée à la taille des renforts, en termes de proportion volumique et de surface de contact, ainsi qu'à la nature des différents agents de couplage.

La connaissance parfaite des différents constituants semble être une nécessité, notamment pour la matrice. C'est pour cette raison que nous nous attacherons, *section 1.2*, à décrire les différents phénomènes à l'origine du comportement des matériaux polymères. En effet, le matériau composite hérite directement de certaines propriétés de la matrice, notamment son comportement viscoélastique. Nous verrons en détails l'étude des mécanismes microstructuraux régissant ce comportement.

Dans la *section 1.3*, une synthèse bibliographique présentera les différentes méthodes d'analyse des matériaux composites.

1.2 Viscoélasticité des matrices polymères

1.2.1 Mécanismes microscopiques de déformation

L'étude et la connaissance des mécanismes microstructuraux sont très importantes pour comprendre le comportement thermomécanique des polymères. Elles font l'objet de nombreux ouvrages, tels que ceux de C. G'ssell [32] et P. Combette [18]. Pour cette raison, nous attacherons une attention particulière à présenter ces mécanismes microstructuraux qui sont à l'origine de phénomènes moléculaires engendrant un comportement viscoélastique. L'analyse de ces phénomènes permet de caractériser le comportement des matériaux polymères, mais peut s'étendre aux matériaux composites à matrice polymère.

Les forces qui retiennent les atomes les uns aux autres, agissent comme des ressorts liants un atome à ses voisins, dans l'état solide. Ces forces sont les conséquences des liaisons atomiques qui assurent la cohésion du solide. Les propriétés d'un matériau vont donc dépendre de la force

de ces liaisons :

- les liaisons fortes (ioniques, covalentes ou métalliques)
- les liaisons faibles (Van der Waals ou hydrogène)

Les polymères possèdent des liaisons fortes covalentes qui unissent entre eux les atomes d'une même molécule et des liaisons de faible intensité qui relient entre elles, les macromolécules voisines. Compte tenu du caractère sinueux des molécules (pelotes), les liaisons faibles existent non seulement entre les atomes de deux molécules voisines mais aussi entre deux atomes d'une même chaîne rendue voisine à cause du repliement des molécules.

Dans le cas des macromolécules qui contiennent plusieurs milliers d'atomes (et donc de chaînes d'atomes très longues), il existe un grand nombre de ces liaisons de faible intensité.

On verra que dans beaucoup de cas les propriétés mécaniques d'un polymère sont gouvernées par les liaisons faibles entre molécules, puisque ce sont elles qui constituent la cohésion intermoléculaire.

Les molécules sont constituées de longues chaînes d'atomes, généralement de carbone, formant le squelette de la molécule sur lequel sont fixés d'autres atomes de H, O, N, Cl, S... ou de groupements d'atomes appelés groupements latéraux.

Les polymères sont légers et généralement ductiles ; ils résistent mal aux hautes températures contrairement aux céramiques. Leurs propriétés mécaniques dépendent de l'architecture des chaînes atomiques. On distingue les polymères thermoplastiques dont la plasticité croît avec la température, les polymères thermodurcissables, rigides, utilisés notamment dans les matériaux composites, et enfin les élastomères ayant des propriétés hyperélastiques remarquables.

1.2.2 Structure et propriétés des polymères

1.2.2.1 Organisation d'une macromolécule

Macromolécule et unité constitutive

Un polymère est une substance composée de longues chaînes moléculaires appelées macromolécules. Une macromolécule résulte de l'enchaînement par liaison covalente, d'unités constitutives (groupes d'atomes) appelées monomères. Par exemple dans la molécule suivante :



l'unité constitutive est A ; elle est formée d'un groupe d'atomes qui se répète. A l'échelle d'une centaine de nanomètres, la plupart des macromolécules se présentent sous forme de fils longs et souples. Ces longues molécules souples confèrent aux polymères leur atout principal qui réside dans la facilité de mise en oeuvre et leur grande déformabilité. Les réactions chimiques qui permettent de passer d'une monomère à la macromolécule $\equiv [-A-]_n$ du polymère, s'appellent polymérisation.

La *figure 1.6* donne une représentation en 2D et en 3D du méthacrylate de méthyle. Ce monomère, lorsqu'il est assemblé donnera du polyméthacrylate de méthyle, généralement connu sous le nom de PMMA.

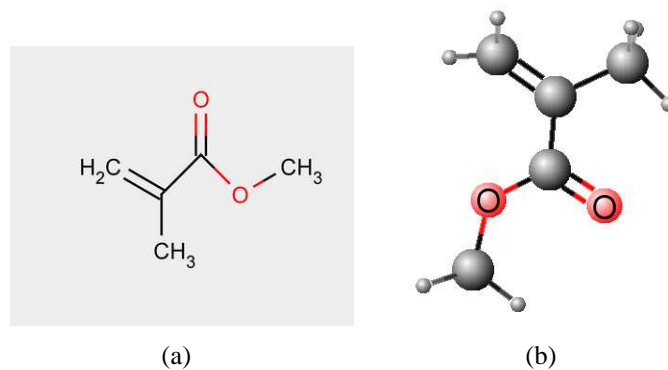


FIG. 1.6 – Représentation moléculaire en 2D (a) et en 3D (b) du PMMA

Généralement, nous procédons à la mesure de la distribution des masses moléculaires moyennes viscosimétriques M_v qui qualifie la longueur des chaînes macromoléculaires. La méthode utilisée pour déterminer cette masse moléculaire est exposée en *annexe A*.

Ainsi en étudiant la masse moléculaire moyenne viscosimétrique, nous pouvons constater une éventuelle dégradation (raccourcissement des macromolécules) du polymère lors de sa mise en oeuvre ou lors de son utilisation par exemple.

Architecture d'une macromolécule

On définit plusieurs architectures différentes pour les polymères, les polymères à molécules linéaires, les polymères à molécules ramifiées et ceux à molécules réticulées.

En général, les polymères sont formés de molécules dites linéaires dont le squelette principal de la chaîne est constitué par des atomes de carbone ou par d'autres groupes d'atomes. Ce squelette comporte alors deux extrémités.

Les molécules linéaires peuvent être flexibles et souples. Leur souplesse provient de la facilité avec laquelle les groupements atomiques ou les segments moléculaires peuvent effectuer des rotations autour des liaisons covalentes. L'arrangement spatial des chaînes et leur capacité d'orientation dans le sens des contraintes appliquées dépendent directement de cette souplesse.

Le squelette macromoléculaire est formé de segments élémentaires rigides comportant une seule liaison covalente capable de rotation (appelé rotateur), ce qui le rend peu flexible. En général, les molécules linéaires ne forment pas de réseau tridimensionnel stable. Elles sont enchevêtrées et forment des noeuds physiques ou chimiques (liaisons secondaires de type Van Der Waals ou hydrogène) de réticulation qui peuvent disparaître soit par faible élévation de la température, soit sous contrainte mécanique faible. Ces molécules constituent principalement la famille des polymères appelés thermoplastiques.

De petites molécules identiques sont branchées latéralement sur le squelette de la chaîne principale. Ce sont des ramifications qui se caractérisent par leur nombre et leur taille. Les molécules ramifiées comportent plusieurs extrémités, au moins plus de deux. De nombreuses propriétés physiques sont modifiées par l'architecture moléculaire comme la densité, la température de fusion, la température de transition vitreuse...

1.2.2.2 Etat des polymères

Il existe quatre grandes familles usuelles de polymères :

- les polymères naturels
- les polymères thermoplastiques
- les polymères thermodurcissables
- les élastomères

Dans notre étude, nous nous intéressons plus particulièrement à un polymère de la famille des thermoplastiques.

Les polymères thermoplastiques

Les polymères thermoplastiques sont constitués de macromolécules linéaires ou ramifiées. La cohésion entre les chaînes moléculaires est assurée par des liaisons secondaires (Van der Waals ou hydrogène). Ils sont sensibles à l'effet de la température et des solvants.

Certains de ces polymères sont semi-cristallins ; ils contiennent alors des régions cristallines ordonnées et des zones amorphes, ils sont biphasés. D'autres sont complètement amorphes ; dans ce cas ils sont monophasés (*figure 1.7*).

Les polymères sont rigides à basse température et leur rigidité diminue par élévation de la température. Ils acquièrent une grande plasticité à chaud et se ramollissent si la température est supérieure à la température de transition vitreuse T_g . Cette température est liée directement à la phase amorphe. Ce processus est réversible et peut être répété plusieurs fois sans trop d'altération des propriétés du matériau. Ils sont ainsi faciles à mettre en forme par chauffage jusqu'à fusion si nécessaire, puis moulage par injection ou extrusion, suivi d'une solidification.

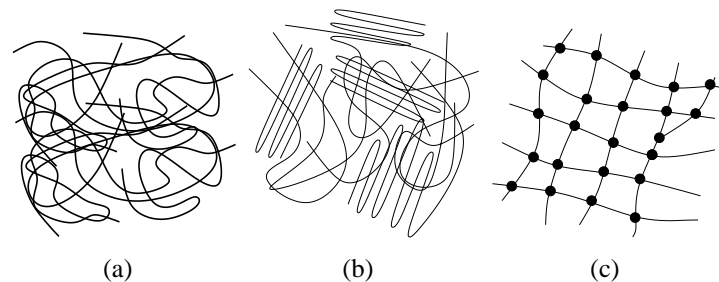


FIG. 1.7 – Schéma de la structure d'un polymère amorphe (pelote) (a), d'un polymère semi-cristalin (b), d'un polymère réticulé (c)

Domaine d'état structural

Lorsque la température augmente, un polymère peut traverser quatre domaines d'état structural délimités par trois températures caractéristiques :

- la température de transition vitreuse T_g qui est observée dans la phase amorphe du polymère
- la température de fusion T_f qui ne concerne que la phase cristalline du polymère

- la température de décomposition thermique T_d , où les liaisons covalentes du squelette des macromolécules commencent à se rompre sous l'action de la chaleur fournie aux molécules.

Lorsqu'on élève la température, l'énergie thermique fournie aux molécules augmente leur mobilité. En effet, les rotations autour des liaisons C-C du squelette des chaînes deviennent de plus en plus faciles, puisque l'activation thermique permet de passer d'une conformation à une autre. Le nombre de liaisons de faible intensité entre les molécules diminue au fur et à mesure que la température augmente, ce qui libère des mouvements moléculaires. En effet, la chaleur est capable de briser une partie de ces liaisons faibles.

Dans les basses températures (inférieures à T_g), le polymère se trouve à l'état solide vitreux.

Cela confère en général à tous les polymères, une bonne rigidité, une résistance mécanique correcte et une faible capacité de déformation. L'élasticité est d'origine enthalpique avec un faible déplacement des unités constitutives par rapport à leur position d'équilibre.

Lorsqu'on élève la température pour atteindre T_g , la mobilité des chaînes moléculaires dans la phase amorphe conduit à l'état caoutchoutique.

Dans cet état, la phase cristalline lorsqu'elle existe, n'évolue pas avec la température ; elle conserve sa structure et reste identique à celle des basses températures ($T < T_g$).

Par contre, la phase amorphe voit constamment son organisation moléculaire changer par un déplacement des molécules, dû soit à l'activation thermique, soit à la sollicitation appliquée (contrainte). Ce changement d'état par rapport à l'état vitreux est accompagné d'une rupture d'une partie des liaisons faibles entre les molécules par agitation thermique, et d'une augmentation importante du volume du polymère. Il en résulte une grande facilité de mouvement des molécules.

Cette mobilité permet un déploiement des chaînes dans le sens de la contrainte appliquée entraînant une déformation (entropique). Lorsque la contrainte est relâchée, il y a retour à l'état initial dont la mémoire provient des noeuds de réticulation (physiques, chimiques, ...), s'ils existent. Ce retour à l'état initial est dû à la contraction des molécules qui cherchent à se mettre sous forme de pelotes en augmentant leur entropie S . L'allongement possible du matériau sera d'autant plus élevé que le taux de réticulation est faible, c'est à dire que la longueur des chaînes entre deux noeuds de réticulation est grande. D'autre part, si les noeuds de réticulation sont supprimés, la mémoire de l'état initial disparaît et la réversibilité de la déformation aussi.

Dans le cas des polymères thermoplastiques semi-cristallins, cette mobilité dans la phase amorphe confère une certaine élasticité à faibles contraintes et sous chargements plus élevés, une grande capacité de déformation irréversible.

Au dessus de la température de fusion T_f , la disparition des phases cristallines conduit à l'état fluide. Les noeuds d'enchevêtrements ont disparu par reptation et les molécules glissent les unes par rapport aux autres. Le matériau se comporte alors comme un fluide.

1.2.2.3 Structure des polymères amorphes

Le matériau PMMA constituant la matrice polymère de nos matériaux composites se classe dans la famille des thermoplastiques amorphes, représentés sous forme de monomère (2D ou 3D) sur la *figure 1.6*.

La mobilité des macromolécules, donc celle des unités constitutives qui les composent, conditionne beaucoup de propriétés des polymères amorphes et notamment la viscosité. Elle

est fonction de l'espace non occupé entre les unités constitutives, la matière étant d'autant plus compactée que la température est basse. Cette mobilité est caractérisée par le temps de relaxation τ que met une unité constitutive (assimilée à des sphères de diamètre D) ou une portion de molécule mobile pour se déplacer d'une distance comparable à son diamètre D .

Ce temps de relaxation varie beaucoup avec la température. On s'intéresse seulement au cas où la température est inférieure à T_g , c'est à dire que l'on se situe dans le domaine solide. La mobilité moléculaire est alors très faible et le temps de relaxation très élevé. L'organisation structurale, c'est à dire l'arrangement des unités constitutives dans l'espace, n'évolue pratiquement pas avec la température. Il est aussi invariant avec le temps, on dit que le liquide est dans un état figé, dans un état isostructural ou isoconfigurationnel à l'échelle de temps de l'expérience.

A cet état solide, bien que l'organisation structurale soit figée, il existe des mouvements locaux β d'unités constitutives et aussi quelques mouvements α collectifs induisant les mouvements moléculaires de plus grande envergure sur des temps longs, d'autant plus longs qu'à température décroissante, on s'éloigne de T_g . Ce sont ces mouvements collectifs qui sont à l'origine du vieillissement physique. De nombreux modèles traitent de cette mobilité moléculaire.

Ne respectant pas d'organisation précise, le polymère amorphe peut être considéré, au niveau macrostructural, comme un matériau homogène et isotrope.

1.2.3 Comportement thermomécanique des polymères

1.2.3.1 Spectrométrie mécanique

Pour étudier la mobilité moléculaire, nous allons chercher à identifier les phénomènes de relaxation mécanique. En effet la relaxation mécanique caractérise l'ajustement d'un système à de nouvelles conditions d'équilibre quand celle-ci est modifiée par une variable externe. Le retour à une situation pour laquelle le système retrouve une configuration d'équilibre énergiquement plus stable, se fait par des mouvements moléculaires qui accompagnent la réorganisation et/ou un réarrangement des unités structurales.

Dans le domaine élastique et linéaire, pour un matériau homogène et isotrope, la loi de Hooke (unidirectionnelle) relie la déformation ε et la contrainte exercée σ par l'intermédiaire du module de Young (*équation 1.2*) :

$$\sigma = E\varepsilon \quad (1.2)$$

Pour un matériau viscoélastique, l'utilisation d'une notation complexe permet d'écrire simplement le comportement viscoélastique. La loi de Hooke (*équation 1.3*) est alors utilisée pour déterminer le module complexe E^* , [48] et [15].

$$\sigma^* = E^* \varepsilon^* \quad (1.3)$$

La réponse de la structure soumise à des déformations sinusoïdales en régime stationnaire, en termes de contrainte, s'écrit :

$$\sigma = \sigma_0 \sin(\omega t + \delta) \quad (1.4)$$

où δ est l'angle de déphasage.

Donc, en notation complexe :

$$\varepsilon^* = \varepsilon_0 e^{i\omega t} \quad (1.5)$$

$$\sigma^* = \sigma_0 e^{i(\omega t + \delta)} \quad (1.6)$$

De l'équation 1.3 :

$$E^* = \frac{\sigma_0}{\varepsilon_0} (\cos(\delta) + i \sin(\delta))$$

$$E^* = E' + iE'' \quad (1.7)$$

La partie réelle E' du module complexe caractérise le comportement élastique du matériau et définit sa raideur. Il est appelé également module élastique ou module de stockage. Il permet de quantifier l'énergie emmagasinée et restituée au cours des sollicitations [71].

La partie imaginaire E'' représente le module visqueux ou module de perte. Il caractérise le comportement visqueux du matériau et quantifie l'énergie dissipée sous forme de chaleur [71].

Le rapport de la partie dissipative sur la partie conservative représente le facteur de perte η , qui constitue l'amortissement intrinsèque du matériau, est directement donné par le rapport :

$$\eta = \frac{E''}{E'} = \tan(\delta) \quad (1.8)$$

Il peut aussi être déterminé à partir de l'angle de déphasage δ .

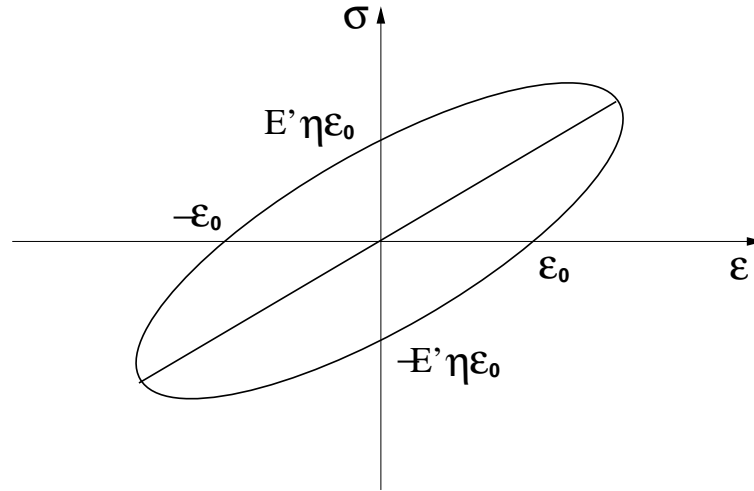


FIG. 1.8 – Cycle contrainte/déformation elliptique pour un matériau viscoélastique linéaire

A chaque fréquence, le module de perte décrit une relation contrainte/déformation elliptique (figure 1.8) :

$$\sigma = \text{Re}(E^* \varepsilon_0 e^{i\omega t}) = E' \varepsilon_0 (\cos(\omega t) - \eta \sin(\omega t)) \quad (1.9)$$

Le nom *facteur de perte* traduit le fait que η correspond au ratio de l'énergie dissipée E_d sur un cycle de déformation par 2π fois l'énergie potentielle maximale V , avec :

$$V = E' \frac{\epsilon_0^2}{2} \quad (1.10)$$

et

$$E_d = \int_0^T \sigma : \dot{\epsilon} dt = E' \eta \epsilon_0^2 \omega \int_0^{\frac{2\pi}{\omega}} \sin^2(\omega t) dt = \pi E' \eta \epsilon_0^2 = \eta 2\pi V \quad (1.11)$$

La forme de l'ellipse qui décrit un cycle d'hystérésis change avec l'évolution du facteur de perte η . Plus η est grand, plus l'énergie dissipée E_d est grande et plus la surface de l'hystérésis est importante.

1.2.3.2 Influence de la température

Si l'on effectue des mesures sur un polymère amorphe, en conservant constante la pulsation ω de la sollicitation mécanique et en faisant varier la température, on observe un maximum pour $\tan(\delta)$ et une chute du module conservatif E' autour de la température de transition T_α , correspondant aux mouvements α collectifs des unités constitutives (*figure 1.9*). Au maximum du pic de $\tan(\delta)$ et pour une pulsation ω imposée, la relation suivante est grossièrement vérifiée :

$$\omega \tau_\alpha \approx 1 \quad (1.12)$$

où τ_α est le temps de relaxation des molécules.

On voit que si la pulsation ω de la sollicitation augmente, le pic de $\tan(\delta)$ se déplace vers les hautes températures pour maintenir la condition de l'équation 1.12. T_α et T_g sont différentes mais restent très proches.

Aux basses températures, $\tan(\delta)$ est faible et les pertes mécaniques aussi. Mais dans ce cas, le temps de relaxation des molécules τ_α est trop faible pour leur permettre de suivre la sollicitation mécanique.

Cependant il existe des relaxations secondaires correspondant à des mouvements locaux rapides se produisant à des températures telles que leurs temps de relaxation soient égaux à la période de la sollicitation mécanique.

La relaxation γ est souvent associée à des rotations de groupements atomiques latéraux (ou radical R) portés par le squelette de la chaîne et a lieu à de très basses températures.

La relaxation β correspond à des mouvements localisés de quelques unités constitutives des chaînes principales qui basculent localement entre des positions voisines, n'entraînant pas de déplacements de molécules. Il y a donc changement local de conformation des chaînes. Parmi les relaxations secondaires, la relaxation β reste la plus observable. Le domaine de température et de fréquence où cette relaxation s'opère se situe en-dessous de T_g .

Le caractère viscoélastique apparaît lorsqu'un mouvement moléculaire peut se libérer sous l'action de la sollicitation mécanique imposée. Ces mouvements correspondent, pour les basses températures ($<T_g$), aux transitions secondaires, provenant des mouvements locaux β des unités

constitutives de la chaîne principale ou des mouvements γ des groupements latéraux. Ces transitions secondaires se caractérisent par un petit effet viscoélastique et une variation faible du module d'élasticité avec la température.

La figure 1.9 représente les évolutions du module conservatif E' et du facteur de perte ($\tan(\delta)$) d'un polymère amorphe en fonction de la température. Nous distinguons bien les zones d'état du polymère ainsi que les différentes relaxations où s'opèrent les réorganisations moléculaires.

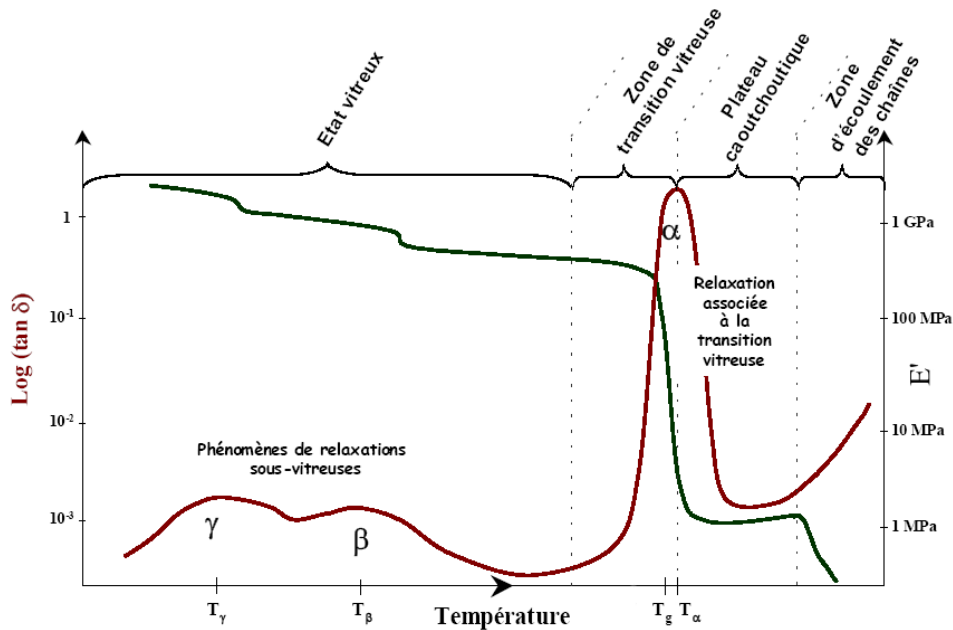


FIG. 1.9 – Evolutions du module conservatif E' et du facteur de perte ($\tan(\delta)$) d'un polymère amorphe en fonction de la température

1.2.3.3 Principe d'équivalence Temps-Température

H. Leaderman (1941) suggère qu'il existe une équivalence entre le temps où une sollicitation est appliquée et la température où se trouve le matériau viscoélastique. Il a constaté expérimentalement qu'une grandeur viscoélastique (module de relaxation, module complexe, complaisance, ...), à température élevée et pour un temps de sollicitation court, est identique à celle obtenue en basse température, mais pour des temps plus longs.

Il est donc possible de superposer les grandeurs viscoélastiques d'un polymère obtenues dans une même fenêtre de temps (ou de pulsation), mais à des températures différentes. Cette superposition ne peut se réaliser qu'à condition de multiplier l'échelle des temps par un facteur (facteur de translation a_T) qui est fonction de la température. C'est le principe d'équivalence entre le temps et la température. Il permet d'établir une courbe de référence pour un polymère donné appelée courbe maîtresse. Cette courbe dépend directement de la température de référence choisie.

La possibilité de construire ces courbes maîtresses est la traduction graphique de la méthode des variables réduites, traduisant l'équivalence entre les effets du temps et de la température. Une formulation analytique de ce concept est donnée par les équations suivantes :

$$G(T_i, t) = \frac{\rho T_i}{\rho_0 T_0} G(T_0, a_{T_i} t) \quad (1.13)$$

et

$$G^*(T_i, f) = \frac{\rho T_i}{\rho_0 T_0} G^*(T_0, a_{T_i} f) \quad (1.14)$$

Ces équations 1.13 et 1.14 s'appliquent aussi bien aux modules de conservation qu'au facteur de perte, et conduisent dans les deux cas à des facteurs de glissements identiques, donnés par l'équation 1.15.

Williams, Landel et Ferry ([26]) ont observé expérimentalement que la variation du facteur de glissement a_T est donnée par la relation suivante :

$$\log(a_T) = \frac{-C_1(T - T_r)}{C_2 + (T - T_r)} \quad (1.15)$$

où C_1 et C_2 sont des constantes caractéristiques d'un polymère donné, T_r est une température de référence, choisie arbitrairement.

La relation de l'équation 1.15 est généralement connue sous le nom de loi WLF. A $T < T_g$, le polymère est hors d'équilibre et la structure du polymère est considérée dans un état iso-configurationnel ([14]), mais à $T > T_g$, le polymère est dans un état d'équilibre métastable (surfondu). Dans ce domaine, la relaxation α est très fortement dépendante de la température. Les lois d'Arrhénius sont observées aussi bien dans la région des transitions secondaires à basse température, que dans la région d'écoulement ($T \gg T_g$). L'équation 1.15 (WLF) permet de décrire de façon satisfaisante le comportement à partir de T_g , entre T_g et $T_g + 50^\circ\text{C}$. Cette équation montre la dépendance en température du facteur de glissement a_T dans la gamme de température $T_g \ll T \ll T_g + 50^\circ\text{C}$.

Le tableau 1.1 donne les valeurs des coefficients de WLF du PMMA pour une température de référence égale à la température de transition vitreuse T_g .

C_1^g	C_2^g	T_g (K)
32.2	80	388

TAB. 1.1 – Coefficients de WLF du PMMA pour une température de référence égale à T_g [12]

A partir de cette loi, on peut directement tracer les courbes maîtresses du module conservatif E' et du facteur de perte η . La figure 3.1 représente l'évolution des courbes maîtresses E' et η pour le PMMA, pour une température de référence de 22°C (Température ambiante). Le point d'inflexion de la courbe (en rouge) du module conservatif, se trouvant vers 120°C , correspond à la température de transition vitreuse T_g du PMMA. Au voisinage de cette température, le PMMA est dans la zone de transition vitreuse, passant d'un état solide à un état visqueux. Le maximum du pic du facteur de perte est associé à la température de la relaxation α . Généralement dans la littérature, pour un polymère amorphe, les T_g et T_α sont confondues, car elles sont très proches.

1.2.4 Comportement mécanique macroscopique

1.2.4.1 Viscoélasticité linéaire

Définition

Un matériau est dit viscoélastique si son comportement s'apparente à l'association de celui d'un solide et celui d'un fluide. Les expériences menées afin de caractériser la nature d'un matériau consistent à lui imposer une déformation sinusoïdale (en régime stationnaire), de pulsation ω et d'amplitude ϵ_0 , et à suivre l'évolution de la contrainte en fonction du temps.

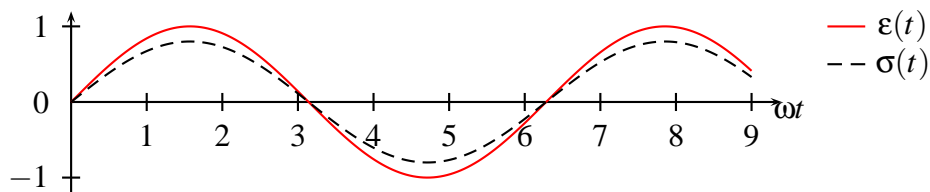


FIG. 1.10 – Matériau élastique

Dans le cas du comportement élastique illustré *figure 1.10*, la réponse en déformation suit instantanément la sollicitation de contrainte. Les amplitudes des deux quantités sont liées par un module d'élasticité constant défini comme le rapport de la contrainte mesurée à la déformation appliquée ([48]).

Dans le cas du comportement visqueux *figure 1.11*, la contrainte mesurée et la vitesse de déformation appliquée sont liées par une viscosité constante ([48]). Toute l'énergie stockée durant le chargement n'est pas restituée.

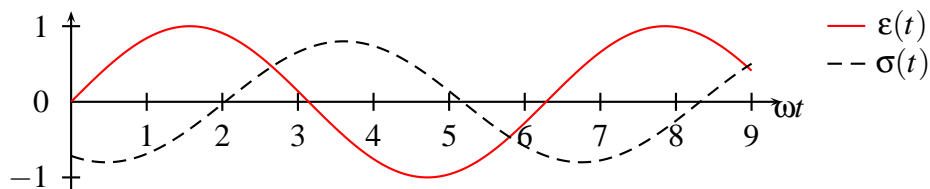


FIG. 1.11 – Matériau visqueux

Dans le cas du comportement viscoélastique illustré *figure 1.12*, le matériau possède des propriétés à la fois élastiques et visqueuses. Lors de la sollicitation du matériau, une part de l'énergie est stockée puis rendue, et une autre est dissipée sous forme de chaleur. La réponse (contrainte mesurée) est en déphasage d'un angle δ avec la sollicitation exercée. Cet angle, variable de 0 à $\pi/2$, caractérise le niveau d'amortissement ([48]) de la structure.

Pour un matériau polymère, le comportement élastique domine aux basses températures de l'état solide ou aux vitesses de sollicitations élevées, avec un module et une loi de comportement de Hooke. En revanche, le comportement visqueux est prépondérant aux températures élevées à l'état liquide ou aux vitesses de sollicitations très lentes. La contrainte est liée à la vitesse de déformation par la loi de Newton. L'effet viscoélastique peut être très prononcé suivant les conditions expérimentales. Il dépend de la fréquence de sollicitations mécaniques (essais

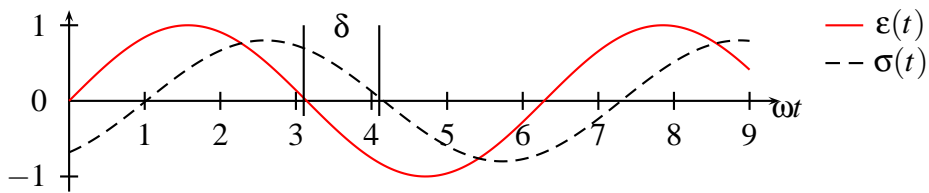


FIG. 1.12 – Matériau viscoélastique

dynamiques), du temps d'observation (essais quasi-statiques : fluage, relaxation ...) et de la température.

Notons que les principes en viscoélasticité linéaire ne sont applicables qu'aux faibles niveaux de déformations de l'échantillon. Le comportement viscoélastique n'est linéaire que lorsque les grandeurs viscoélastiques (complaisances et modules) sont indépendantes du niveau de la sollicitation.

1.2.4.2 Comportement viscoélastique

La variation, avec le temps, des propriétés mécaniques d'un polymère dépend du type de sollicitation mécanique utilisée et de la façon dont la contrainte est appliquée. La *figure 1.13* représente une attribution d'une méthode d'analyse pour chaque gamme de fréquence. Pour illustrer, nous pouvons citer quelques exemples de méthodes dynamiques permettant de rendre compte des propriétés mécaniques des matériaux viscoélastiques en fonction des fréquences de sollicitation : l'Analyse Mécanique Dynamique (AMD) sous sollicitation en flexion ou en torsion, l'analyse modale expérimentale, l'analyse ultrasonore, ...

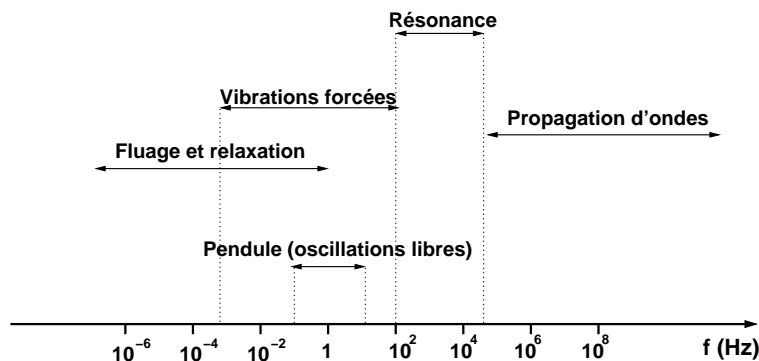


FIG. 1.13 – Domaines approximatifs de fréquences pour différents types d'essais [15]

Les essais à vitesse de déformations constantes peuvent être envisagés pour des temps moyens et courts et de faibles vitesses. Il peut être intéressant, pour analyser certains comportements associés à des déformations rapides et des temps courts, d'utiliser des essais dynamiques.

Complaisance de fluage et module de relaxation

Les essais de fluage et de relaxation sont considérés comme des essais quasi-statiques par opposition aux essais dynamiques. Ces essais permettent d'évaluer des fonctions caractérisant

l'état viscoélastique du polymère.

Complaisance de fluage

Le principe de l'essai de fluage consiste à imposer de façon instantanée une contrainte σ_0 , très inférieure à la limite élastique à un échantillon et à suivre l'évolution de sa déformation en fonction du temps $\varepsilon(t)$ ([49]). Cette déformation se décompose en une déformation élastique instantanée ε_{el} suivie d'une déformation anélastique ε_{anel} , augmentant dans le temps et tendant vers une valeur limite ε_{tot} . La figure 1.14 représente une évolution de la déformation en fonction du temps d'application d'une contrainte.

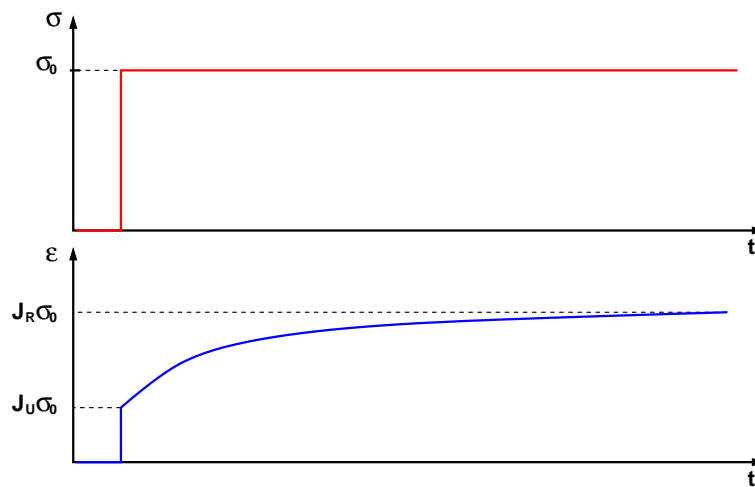


FIG. 1.14 – Réponse d'un matériau viscoélastique à l'application d'une contrainte [49]

On introduit une grandeur qui relie la contrainte appliquée à la déformation, la complaisance de fluage :

$$J(t) = \frac{\varepsilon(t)}{\sigma_0} \quad (1.16)$$

qui dépend du temps et qui peut s'écrire :

$$J(t) = J_R - (J_R - J_U)e^{-\frac{t}{\tau_\sigma}} \quad (1.17)$$

où τ_σ représente le temps de relaxation de la déformation sous contrainte constante, $J_U = \frac{\varepsilon_{el}}{\sigma_0}$ la complaisance instantanée et $J_R = \frac{\varepsilon_{tot}}{\sigma_0}$ la complaisance relaxée.

Pour une contrainte inférieure à la limite élastique, la déformation n'est pas permanente. Après suppression de la contrainte, et pour un temps suffisamment long, la déformation revient progressivement vers 0. On peut, de la même manière, extraire la complaisance $J(t)$ à partir d'un essai de lâcher, c'est à dire lorsque l'échantillon est relâché de la contrainte appliquée.

Module de relaxation

À l'inverse de l'essai de fluage, lors de l'essai de relaxation la déformation est imposée ε_0 , et on étudie la variation de la contrainte $\sigma(t)$ avec le temps ([49]). Lors d'un essai de relaxation, la

contrainte nécessaire pour maintenir la déformation constante sera décroissante avec le temps, comme le montre la *figure 1.15*. La contrainte passera alors d'une valeur instantanée σ_0 à une valeur limite σ_∞ .

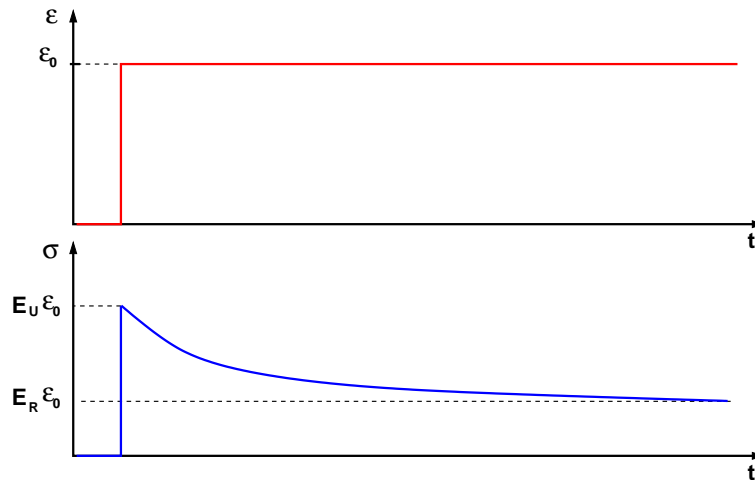


FIG. 1.15 – Réponse d'un matériau viscoélastique à l'application d'une contrainte [49]

On peut écrire le module de relaxation (d'Young) :

$$E(t) = \frac{\sigma(t)}{\varepsilon_0} \quad (1.18)$$

Comme pour la complaisance de fluage, on peut écrire directement ce module de relaxation en fonction du temps :

$$E(t) = E_R - (E_R - E_U)e^{-\frac{t}{\tau_\varepsilon}} \quad (1.19)$$

avec $E_U = \frac{\sigma_0}{\varepsilon_0}$ le module instantané, $E_R = \frac{\sigma_\infty}{\varepsilon_0}$ le module relaxé et τ_ε le temps de relaxation de la contrainte à déformation constante.

Modèles mécaniques analogiques

Les modèles mécaniques élémentaires, comme ceux de Maxwell, Kelvin-Voigt et Zener, permettent de décrire par des représentations mathématiques le comportement viscoélastique uniaxial des polymères. Le caractère élastique est traduit par des ressorts de module d'élasticité E et le caractère visqueux est représenté par des amortisseurs de viscosité μ . Ces deux grandeurs sont alors constantes et indépendantes du temps. Les différents modèles peuvent être obtenus par association en série ou/et en parallèle de ressorts et d'amortisseurs. Le ressort est un élément permettant d'emmagasiner de l'énergie mécanique récupérable. L'amortisseur dissipe l'énergie mécanique en chaleur. La contrainte dans le ressort obéit à la loi de Hooke :

$$\sigma = E\varepsilon \quad (1.20)$$

et celle dans l'amortisseur suit celle de Newton :

$$\sigma = \mu\dot{\varepsilon} \quad (1.21)$$

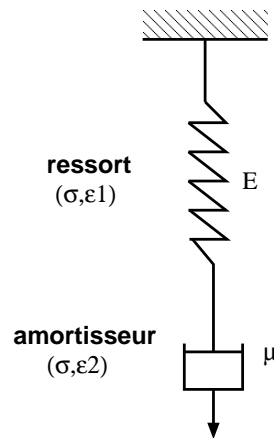
Modèle de Maxwell

FIG. 1.16 – Modèle de Maxwell

Le modèle de Maxwell est composé d'un ressort et d'un amortisseur montés en série comme le montre *figure 1.16*. Sous l'action d'une contrainte σ le ressort se déforme de ε_1 et l'amortisseur de ε_2 , ce qui donne une déformation totale ε égale à la somme de ε_1 et ε_2 . La contrainte étant la même dans tout le modèle (loi en série), à partir des *équations 1.20 et 1.21*, on obtient l'équation de base du modèle de Maxwell :

$$\dot{\varepsilon} = \frac{1}{E}\dot{\sigma} + \frac{\sigma}{\mu} \quad (1.22)$$

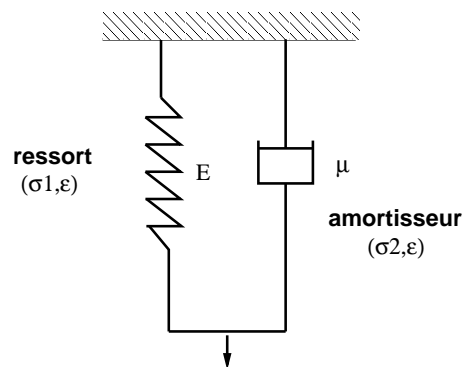
Modèle de Kelvin-Voigt

FIG. 1.17 – Modèle de Kelvin-Voigt

Les éléments (ressort et amortisseur) du modèle de Kelvin-Voigt sont associés en parallèle, rigidement par leurs extrémités. Ce modèle est représenté sur la *figure 1.17*. La déformation

reste identique dans les deux éléments tandis que la contrainte totale est la somme de celle de chaque élément. On peut ainsi écrire l'équation d'état du modèle :

$$\dot{\varepsilon} = \frac{\sigma}{\mu} - \frac{\varepsilon E}{\mu} \quad (1.23)$$

Le modèle de Kelvin-Voigt ne peut pas subir une déformation instantanée conduisant à une contrainte infinie. L'essai de relaxation est donc impossible pour ce modèle.

Modèle de Zener

Le modèle de Kelvin-Voigt rend compte des expériences de fluage tandis que celui de Maxwell décrit grossièrement les expériences de relaxation. Le modèle de Zener ou appelé parfois modèle du solide linéaire standard donne une meilleure approximation du fluage et de la relaxation.

Comme le montre la *figure 1.18*, l'élément de base du modèle de Zener est constitué par un élément de Kelvin-Voigt associé en série à un ressort. Pour des temps courts (ou des vitesses très rapides), seul le ressort 1 intervient ; l'amortisseur ne se déforme pas (pas de viscosité), le matériau est élastique. Pour des temps très longs (ou des vitesses très lentes), les trois éléments se déforment, le matériau est viscoélastique.

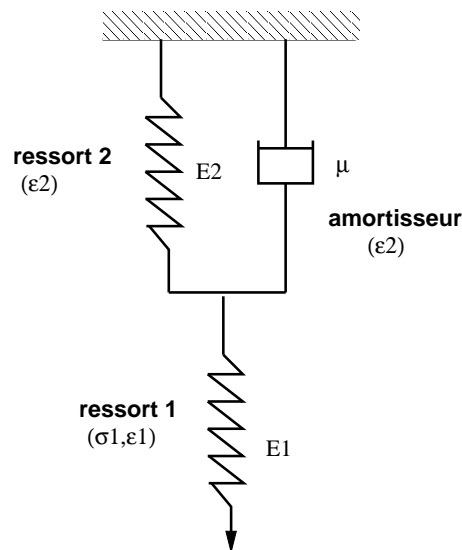


FIG. 1.18 – Modèle de Zener

L'équation d'état du système peut s'écrire en fonction des constantes élastiques E_1 , E_2 et la viscosité μ des éléments mécaniques. La déformation totale correspond à la somme des déformations des deux éléments en série ($\varepsilon = \varepsilon_1 + \varepsilon_2$). La contrainte est obtenue grâce aux lois de Hooke et de Newton et vaut : $\sigma = E_1 \varepsilon_1 = E_2 \varepsilon_2 + \mu \dot{\varepsilon}_2$.

L'équation d'état caractéristique des matériaux viscoélastique linéaires s'écrit :

$$E_2 \varepsilon + \mu \dot{\varepsilon} = \frac{E_1 + E_2}{E_1} \sigma + \frac{\mu}{E_1} \dot{\sigma} \quad (1.24)$$

Cette relation relie de manière linéaire les déformations, les contraintes et leurs dérivés premières par rapport au temps.

Ce modèle de Zener est rapproché directement au comportement des polymères :

- aux temps très longs ($t \rightarrow \infty$), lorsque les vitesses de déformation $\dot{\varepsilon}$ et de contrainte $\dot{\sigma}$ sont quasi-nulles, on retrouve l'élasticité de Hooke des deux ressorts qui travaillent en série : $\sigma = \frac{E_1 E_2}{E_1 + E_2} \varepsilon$ soit $\sigma = E_\infty \varepsilon$, avec E_∞ le module relaxé.
- aux temps très courts ($t \rightarrow 0$) ou des vitesses rapides, l'amortisseur n'a pas le temps de s'activer et donc la déformation de l'élément de Kelvin-Voigt ε_2 est nulle. On a alors $\sigma = E_1 \varepsilon$, où E_1 est le module instantané du polymère, appelé encore E_0 .

L'équation d'état du matériau s'exprime en fonction des deux modules mesurables du polymère et s'écrit :

$$E_\infty \varepsilon + \mu \frac{E_0 - E_\infty}{E_0} \dot{\varepsilon} = \sigma + \mu \frac{E_0 - E_\infty}{E_0^2} \dot{\sigma} \quad (1.25)$$

Nous pouvons réécrire l'équation 1.25 en utilisant les termes énoncés précédemment dans l'équation 1.17 J_U , J_R et τ_σ :

$$\varepsilon + \tau_\sigma \frac{d\varepsilon}{dt} = J_R \sigma + J_U \tau_\sigma \frac{d\sigma}{dt} \quad (1.26)$$

où

$$J_R = \frac{1}{E_\infty} \quad (1.27)$$

$$J_U = \frac{1}{E_0} = \frac{1}{E_1} \quad (1.28)$$

$$\tau_\sigma = \mu \frac{E_0 - E_\infty}{E_0 E_\infty} = \frac{\mu}{E_2} \quad (1.29)$$

Modèles généralisés

Le modèle de Zener rend compte globalement de l'allure générale du comportement d'un matériau viscoélastique. Mais ce modèle semble être limité car un temps de relaxation unique n'est pas suffisant pour décrire ces relaxations. Pour prendre en compte l'étendue du temps de la réponse réelle d'un polymère viscoélastique, on considère une distribution des temps de relaxation τ_i . On fait alors appel à des modèles généralisés, où le polymère est simulé par n modèles élémentaires (Maxwell, Kelvin-Voigt,...). On obtient alors un modèle généralisé avec chaque élément i possédant son propre temps de relaxation, décomposition en série de Prony [40].

Comportement dynamique du modèle de Zener

D'un point de vue dynamique, le module complexe du modèle de Zener s'écrit, à partir de la loi des ressorts en série, de la manière suivante :

$$\frac{1}{E^*(\omega)} = \frac{1}{E_2 + i\eta\omega} + \frac{1}{E_1} \quad (1.30)$$

En notant $\tau_\sigma = \frac{\mu}{E_2}$, $E_1 = E_0$ et $E_\infty = \frac{E_1 E_2}{E_1 + E_2}$, on obtient :

$$E^*(\omega) = E_\infty \frac{1 + i\tau_\sigma \omega}{1 + i\tau_\sigma \frac{E_\infty}{E_0} \omega} \quad (1.31)$$

Le paramètre, nommé τ_ε , correspondant à la relation $\tau_\sigma \frac{E_\infty}{E_0}$ est appelé temps à l'équilibre. On peut donc différencier les parties réelles et imaginaires, et l'équation 1.31 devient :

$$E^*(\omega) = E_\infty \frac{1 + \tau_\sigma \tau_\varepsilon \omega^2}{1 + (\tau_\varepsilon \omega)^2} + i E_\infty \frac{(\tau_\sigma - \tau_\varepsilon) \omega}{1 + (\tau_\varepsilon \omega)^2} \quad (1.32)$$

Nous allons étudier le comportement du modèle de Zener en fonction des fréquences de sollicitations. Partant de l'équation 1.32, nous étudions l'évolution des parties réelle (notée $E'(\omega)$) et imaginaire (notée $E''(\omega)$) en fonction de la pulsation ω .

La figure 1.19 montre l'allure des courbes du modèle dans les plans de la partie réelle et imaginaire respectivement.

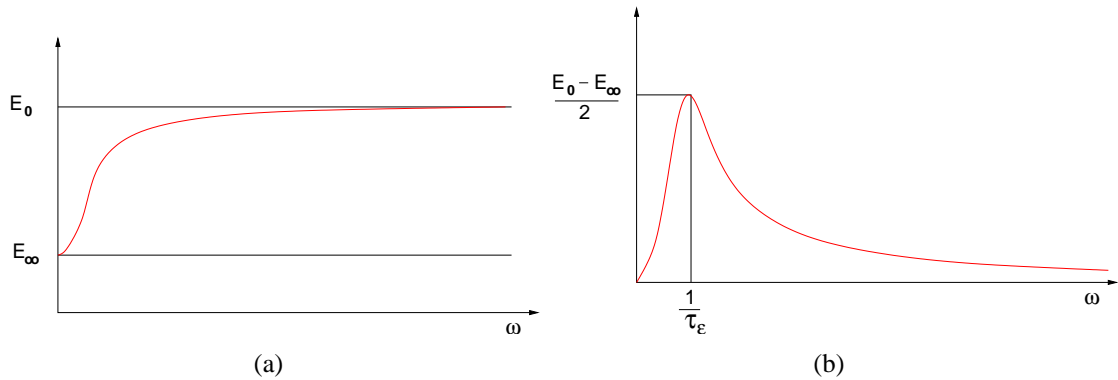


FIG. 1.19 – Evolution des parties réelle $E'(\omega)$ (a) et imaginaire $E''(\omega)$ (b) en fonction de la pulsation ω

Pour des pulsations variant de 0 à l'infinie, la partie réelle $E'(\omega)$ croît de E_∞ jusqu'à la valeur asymptotique E_0 :

- lorsque $\omega \rightarrow 0$ la partie réelle $E' \rightarrow E_\infty$
- lorsque $\omega \rightarrow \infty$ la partie réelle $E' \rightarrow E_0$

Pour ce modèle, la partie imaginaire $E''(\omega)$ part de l'origine et croît jusqu'à un maximum, puis tend vers 0 pour les très hautes fréquences :

- lorsque $\omega \rightarrow 0$ la partie imaginaire $E'' \rightarrow 0$
- lorsque $\omega \rightarrow \frac{1}{\tau_\varepsilon}$ la partie imaginaire tend vers un maximum valant $\frac{E_0 - E_\infty}{2}$
- lorsque $\omega \rightarrow \infty$ la partie imaginaire $E'' \rightarrow 0$

Nous pouvons en déduire le facteur de perte, rapport entre la partie imaginaire et la partie réelle (voir l'équation 1.8).

1.3 Caractérisation des matériaux composites

1.3.1 Caractérisation thermomécanique des composites

De nombreuses recherches ont pu mettre en évidence l'influence de différents paramètres sur le comportement thermomécanique de matériaux composites ([4] et [5]). A. Bergeret, dans sa thèse [5], a analysé l'influence des taux d'incorporation de charge, de la taille des inclusions et de la nature des agents de couplage sur les propriétés thermomécaniques du composite, au niveau des différentes relaxations mécaniques (présentées *section 1.2.2.3*). De la même manière que pour les matrices polymères, l'étude du comportement thermomécanique du composite s'effectue, en science des matériaux, par spectrométrie mécanique dynamique (ou Analyse Mécanique Dynamique).

1.3.1.1 Sensibilité des paramètres de formulation sur le comportement thermomécanique

Les figures 1.20 (a) et (b) montrent une variation du module conservatif E' et du facteur de perte η ($= \tan \phi$) en fonction du taux d'incorporation de charge (verre) dans la zone de transition vitreuse (relaxation $\alpha \approx T_g$). Quand la fraction volumique de charge augmente, l'intensité de la relaxation mécanique α diminue et le maximum du pic de η est décalé vers de hautes températures. Le module conservatif E' augmente de manière significative en fonction du taux d'incorporation volumique de charge.

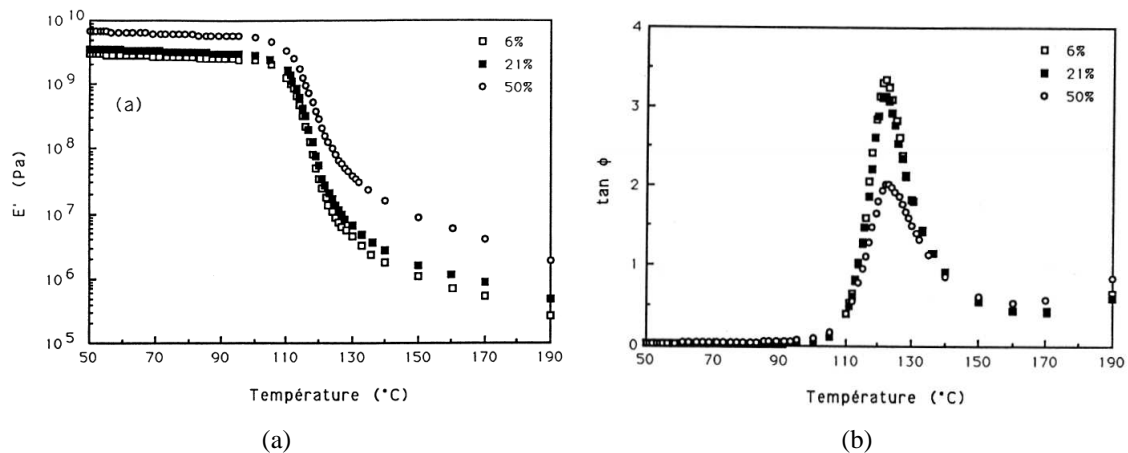


FIG. 1.20 – Spectres isochrones à 5 Hz de E' (a) et de η ($= \tan \phi$) (b) des composites à matrice polystyrène renforcés par 6, 21 et 50% en volume de billes de verre non traitées et de diamètre moyen $20 \mu\text{m}$ [5]

A. Bergeret [5] a noté une légère influence de la taille des charges (billes de verre diamètre moyen $20 \mu\text{m}$ et $90 \mu\text{m}$) sur les paramètres mécaniques pour un taux d'incorporation volumique de charge de 50%. Au vue des courbes (figures 1.21), l'augmentation de la taille des charges a pour conséquence d'élever le facteur de perte η et de diminuer le module conservatif E' . L'effet

du renfort semble être plus important quand le diamètre moyen des charges décroît, c'est à dire quand la surface spécifique de contact verre-matrice augmente.

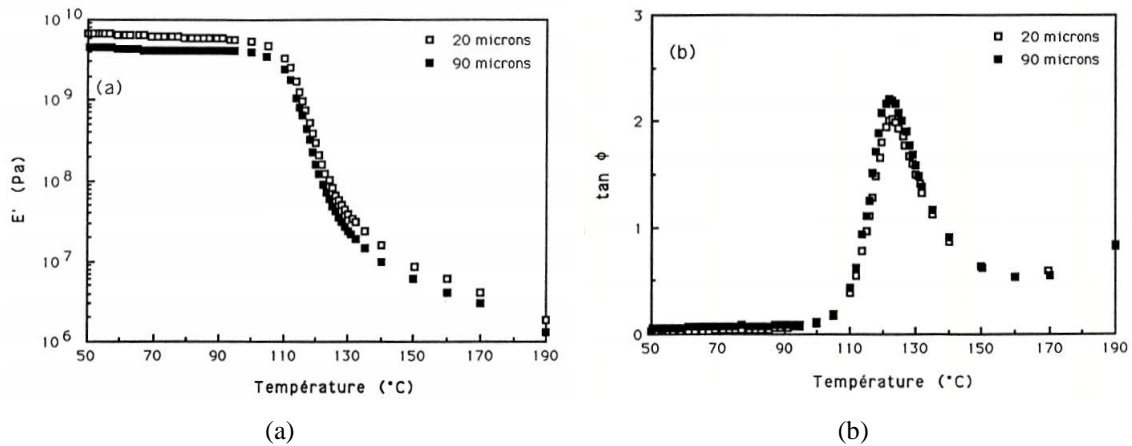


FIG. 1.21 – Spectres isochrones à 5 Hz de E' (a) et de $\eta (= \tan \phi)$ (b) des composites à matrice polystyrène renforcés par 50 % en volume de billes de verre non traitées et de diamètre moyen 20 μm et 90 μm [5]

Les figures 1.22 et 1.23 montrent une variation du module conservatif E' et du facteur de perte $\eta (= \tan \phi)$ en fonction du taux d'incorporation de charge (verre) et de la nature des traitements de surface, dans la zone de transition vitreuse.

L'examen de ces résultats nous montre que les effets des différents traitements de surface mis en évidence pour un taux d'incorporation volumique de 21 % de charge sont amplifiés pour un taux de charge de 50 %. Le pic du facteur de perte se décale et diminue en fonction de la nature du traitement. En revanche le type de traitement a peu d'influence sur le module conservatif E' mis à part dans la zone de transition vitreuse. Ces premiers résultats laissent entendre, selon A. Bergeret [5], que la mobilité moléculaire des chaînes macromoléculaires de la matrice environnante serait affectée de façon différente selon le type de traitement de surface utilisé.

A. Bergeret [5] constate que cette étude isochrone des systèmes composites permet de dégager des hypothèses sur la nature des phénomènes mis en jeu au niveau de l'interface/interphase. Les modifications sur le facteur de perte dans la zone de transition vitreuse (relaxation α) pourraient être le résultat d'une réduction de la mobilité des segments de chaîne macromoléculaire par adhésion. Dans le cas où ces fortes interactions polymère-charge sont couplées avec une surface spécifique de contact importante, une amplification des modifications des caractéristiques au niveau de la transition vitreuse peut être attendue.

O. Beaudouin, dans sa thèse [4], contaste, de manière identique, les effets du taux d'incorporation volumique de charge, de la géométrie (fibre ou bille) des charges ainsi que leur taille, et de la nature de l'agent de couplage utilisé sur les propriétés thermomécaniques du composite. Ces résultats sont obtenus à partir de composites constitués de billes de verre (avec des traitements adaptés) et d'une matrice polymère différente de celle utilisée par A. Bergeret dans sa thèse. Quelle que soit la nature de la matrice polymère, la spectrométrie mécanique dynamique

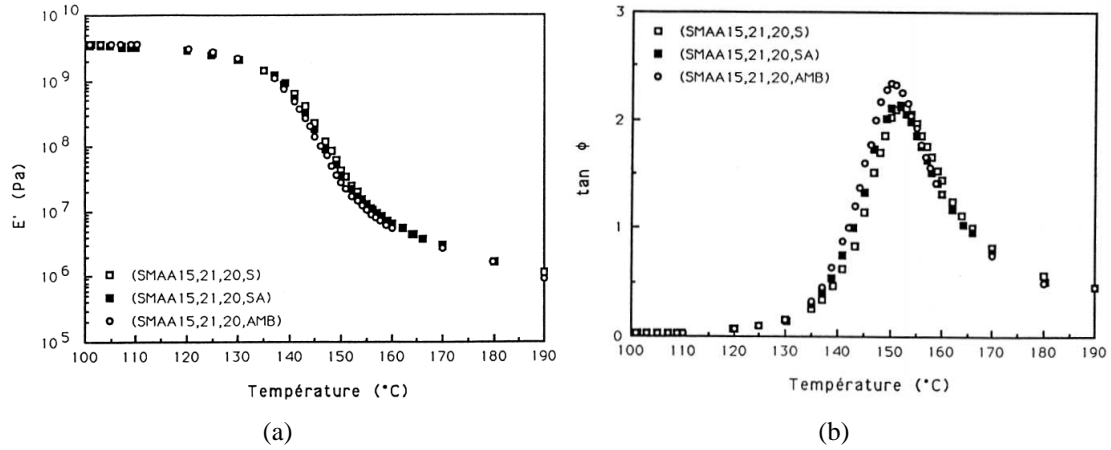


FIG. 1.22 – Spectres isochrones à 5 Hz de E' (a) et de $\eta (= \tan\phi)$ (b) des composites à matrice styrène-acide méthacrylique (SMAA) renforcés par 21 % en volume de billes de verre de diamètre moyen $20 \mu\text{m}$ ayant subi trois types de traitement de surface [5]

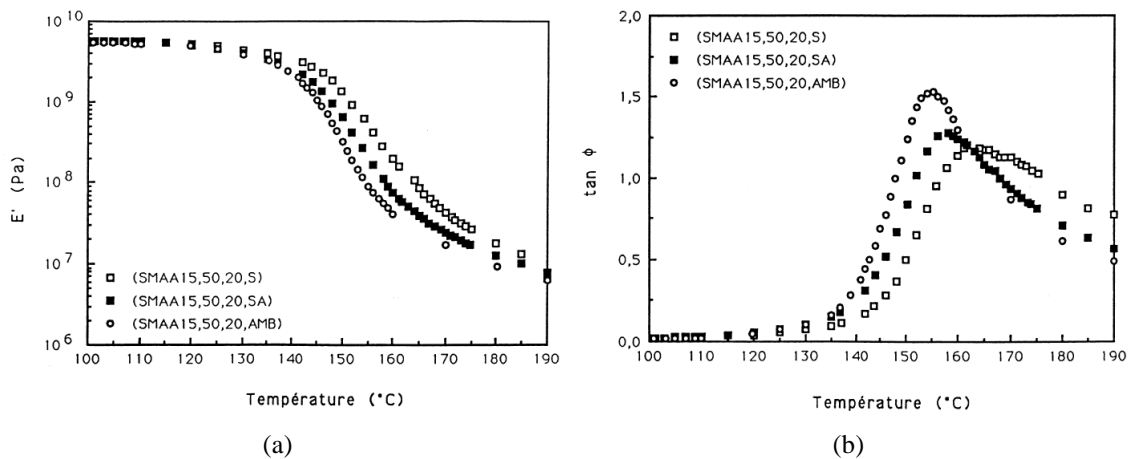


FIG. 1.23 – Spectres isochrones à 5 Hz de E' (a) et de $\eta (= \tan\phi)$ (b) des composites à matrice polystyrène renforcés par 50% en volume de billes de verre de diamètre moyen $20 \mu\text{m}$ ayant subi trois types de traitement de surface [5]

permet de rendre compte de l'influence des traitements (ou de l'adhésion) sur l'évolution des propriétés mécaniques.

Les travaux de S. Keusch [42] présente une étude, par Analyse Mécanique Dynamique, de l'influence des agents de couplage sur les propriétés thermomécaniques de composite epoxy-fibres de verre. Ces résultats recourent ceux de A. Bergeret, car il note de fortes dépendances des propriétés mécaniques (module conservatif E' et facteur de perte η) aux différents traitements de surface (ou agents de couplage). Lorsque l'adhésion entre les charges et la matrice semble forte, S. Keusch [42] note une diminution du facteur de perte η . Il semble qu'en améliorant la cohésion à l'interface, on constate une diminution de la dissipation d'énergie totale, traduite par le facteur de perte.

Nous pouvons associer à ces différents travaux ceux de R. J. Cardoso [11] qui portent sur une étude des effets de la taille des particules (charges) et des traitements de surface sur les propriétés des composites polyester-cénosphère. Il met en évidence un élément majeur dans l'étude des matériaux composites, la surface spécifique de contact. J. Cardoso [11] constate que la sensibilité des différentes propriétés mécaniques à la taille des cénosphères est directement fonction de la surface de contact entre le polyester et les cénosphères.

1.3.1.2 Adhésion renforts-matrice

Dans la littérature, nous retrouvons de nombreuses études faisant état des effets des traitements de surface des charges sur les propriétés à la fois mécaniques et thermiques. Ces traitements de surface peuvent être de différentes natures ; chimiques, thermiques ou physiques.

L'insertion de charges minérales renforçantes est connue pour améliorer certaines caractéristiques comme la raideur et les performances aux hautes températures des matériaux polymères. Les propriétés mécaniques résultant du renforcement des matériaux polymères par des charges minérales semblent dépendre considérablement de la nature des interfaces charges/matrice. Selon Plueddemann [64], une forte adhésion aux interfaces conduit généralement à de meilleures propriétés du composite. En effet, de nombreux agents de couplage, capables de constituer une forte adhésion aux interfaces, ont été identifiés sur des matrices polymères [64].

D. M. Laura [45] s'intéresse aux effets des agents de couplage sur les propriétés mécaniques (limite élastique en contrainte) et thermomécaniques des matériaux polymères renforcés par des fibres de verre, *figure 1.24* par exemple. En effet, selon la nature chimique des agents de couplage, les caractéristiques, qu'elles soient purement mécaniques ou thermiques, s'améliorent nettement.

1.3.1.3 Conclusion

Ces différentes études montrent une forte dépendance des propriétés mécaniques des matériaux composites (matrice polymère renforcée généralement par des charges minérales) à la taille des charges, à la proportion volumique d'inclusion de charge mais surtout aux traitements de surfaces.

Nous pouvons penser que la caractérisation de l'interface, jouant sur les propriétés mécaniques des composites, sera liée à deux paramètres essentiels. Le premier est la surface de contact entre les charges et la matrice, obtenue en faisant varier à la fois la taille des charges

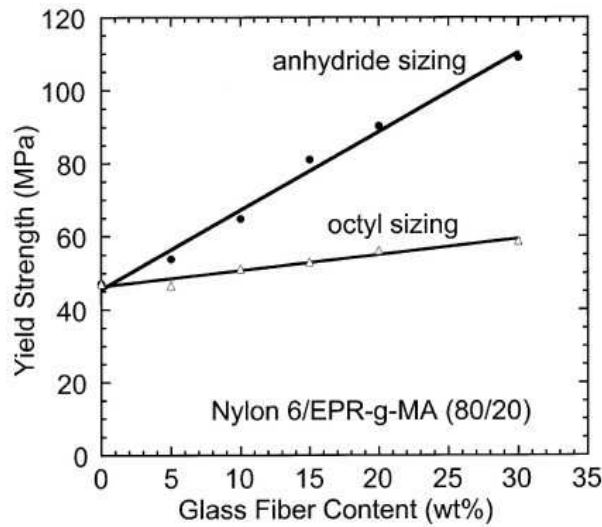


FIG. 1.24 – Effet des fibres de verre sur la limite élastique en contrainte (yield strength) pour des fibres traitées avec un octyl-silane et un anhydride-silane dans une matrice nylon 6/ EPR-g-MA [45]

ainsi que la proportion volumique d'inclusion. Le second paramètre à prendre en considération est la nature des traitements de surface des charges permettant, selon la nature de matrice, d'améliorer la jonction physico-chimique entre les charges et la matrice.

L'ensemble des études réalisées montre que la dissipation d'énergie traduite par le facteur de perte η est sensible au niveau de la cohésion à l'interface, au voisinage du T_g . L'amélioration de la cohésion à l'interface semble avoir un impact direct sur cette dissipation d'énergie, notamment lors d'études thermomécaniques.

La problématique de l'investigation des matériaux composites reste l'aspect destructif et le coût important des méthodes généralement utilisées. L'exemple principal est l'Analyse mécanique Dynamique qui fait intervenir des températures importantes dégradant le matériau. Nous nous intéressons donc à mettre en place une méthodologie d'analyse rapide et non-destructive, réalisée à température ambiante et limitée aux petites déformations. Dans la section suivante, nous présentons rapidement le potentiel des méthodes d'analyse dynamique telles que l'analyse modale expérimentale ou l'analyse ultrasonore par exemple. Ces méthodes semblent être une alternative très intéressante dans l'étude des matériaux viscoélastiques, et notamment les matériaux composites à matrice polymère. Ces moyens d'analyse peuvent être en mesure de rendre compte d'une modification ou d'une évolution des propriétés viscoélastiques des matériaux composites.

1.3.2 Etude des propriétés viscoélastiques par analyse vibratoire

Les méthodes d'analyse dynamique pour étudier le comportement mécanique des matériaux viscoélastiques sont abondamment utilisées. Ces méthodes largement développées permettent d'identifier les caractéristiques viscoélastiques telles que le module d'Young complexe et le

coefficient de Poisson complexe.

T. Pritz [66] s'est intéressé très tôt à évaluer le module d'Young complexe en utilisant la *Love theory* sur les vibrations longitudinales d'une poutre mince élancée. L'application pratique de cette étude réside sur la gamme de fréquence dans laquelle le module d'Young apparent est valide, si les dimensions latérales de l'échantillon sont considérées.

Oyadji [58] propose la détermination du module complexe d'élément structural viscoélastique en utilisant des méthodes en résonance et en non-résonance. La méthode en résonance étudie la fonction de transmissibilité complexe (définie comme le rapport des déplacements (de vitesses ou d'accélération) de sortie sur ceux d'entrée). La méthode en non-résonance est basée sur le principe de l'Analyse Mécanique Dynamique. La gamme de fréquence investiguée n'excède pas 100 Hz.

Lundberg [47] utilise les ondes longitudinales activées par un impact le long d'une poutre mince élancée pour déterminer les propriétés du matériau. La gamme de fréquence permettant d'évaluer le module d'Young est comprise entre 20 Hz et 20 kHz.

Ödeen [56] propose une méthode d'évaluation du module complexe, par une mesure des accélérations aux extrémités d'une poutre mince élancée. Des ondes stationnaires sont créées dans l'échantillon. Les matériaux étudiés sont des matériaux polymères, le polyamide et le polypropylène. La gamme de fréquences étudiée va de 300 Hz à 10 kHz.

De la même manière, Soula [72] propose différentes méthodes (basées sur la méthode de Newton-Raphson) pour l'identification des propriétés viscoélastiques. Le matériau testé est un polyamide sur lequel sont mesurés le module d'Young E' , le facteur de perte η et le coefficient de Poisson ν . Il est intéressant de noter les évolutions de ces paramètres en fonction des fréquences, visibles *figure 1.25* et *figure 1.26*.

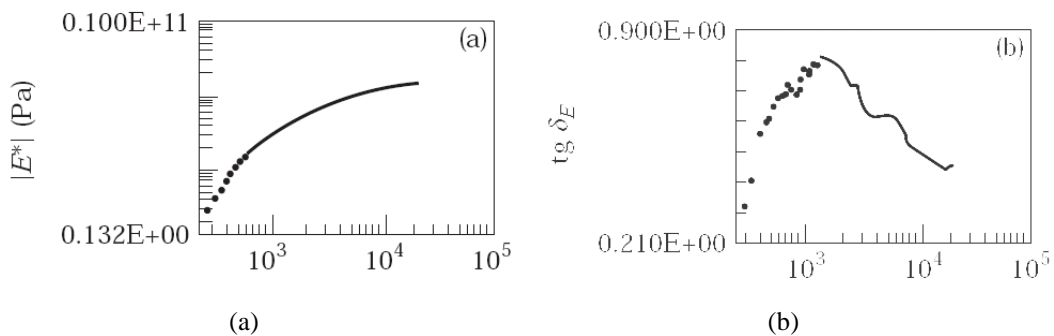


FIG. 1.25 – Elastomère très amortissant, Valeur absolue du module d'Young complexe (a) et facteur de perte η ($= \tan\delta$) (b) [72]

Les modules de cisaillement et d'Young évoluent en fonction des fréquences, tendant vers une valeur asymptotique maximale. Tandis que le coefficient de Poisson reste constant en fonction des fréquences.

Plus récemment, Pintelon [60] a présenté une procédure d'identification du module élastique de matériaux viscoélastiques homogènes à partir de vibrations longitudinales et transverse sur des poutres (conditions aux limites de la poutre : *libre-libre* [19]). Il estime, sur une large bande,

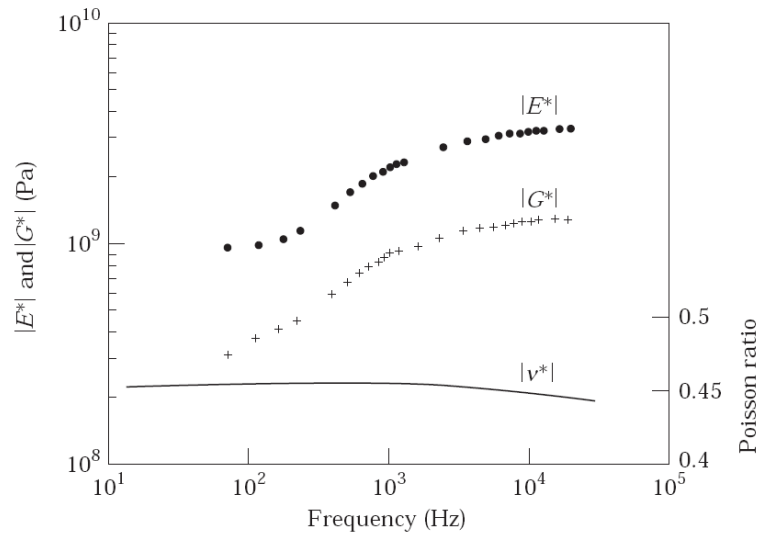


FIG. 1.26 – Module de cisaillement G^* , module d'Young E^* et coefficient de Poisson évalués sur un polyamide [72]

les pôles d'une fonction de réponse fréquentielle (ou fonction de transfert) pour le calcul du module d'Young.

Nous pouvons faire référence aux travaux de Caracciolo [10] puis à ceux de Liao [46], qui ont mis en place des techniques expérimentales de caractérisation des propriétés viscoélastiques de matériaux.

Des méthodes s'appuyant sur des essais dynamiques aux hautes fréquences (quelques kilohertz) permettent de caractériser les matériaux composites. Y. Chevalier [17] présente différents types d'essais par propagation d'ondes ultrasonores. Comme les essais vibratoires, ce sont des essais non-destructifs qui permettent de déterminer les modules d'élasticité et les coefficients d'amortissement d'un matériau composite. Ces techniques ultrasonores sont basées sur la mesure de la vitesse de phase d'une onde de volume plane se propageant à travers le matériau [17].

Ce large éventail de travaux caractérise l'intérêt qui est porté à l'utilisation de méthodes dynamiques (vibratoires) dans l'étude des matériaux, et plus particulièrement dans celles des matériaux viscoélastiques.

1.3.3 Caractérisation d'un endommagement

L'utilisation des méthodes vibratoires, pour caractériser un type d'endommagement au sein d'un composite et pour suivre son évolution, est de plus en plus répandue. Les applications sont diverses et variées. Elles s'étendent du génie civil, détection d'endommagements de structures en béton ([1]), au suivi de la dégradation de matériaux composites soumis à des environnements agressifs ([65] et [13]).

Aux vues des nombreux travaux réalisés sur la détection d'endommagements par analyse dynamique, ces méthodes vibratoires semblent être des outils très fiables. De nombreuses études

sur la caractérisation des matériaux composites, synthétisées par Gibson [30], utilisent l'analyse modale comme outil d'investigation. En effet cette méthode permet d'obtenir, de manière rapide, précise et peu coûteuse, les propriétés mécaniques en terme de rigidité et d'amortissement de ces matériaux.

Kessler [41] et Owolabi [57] proposent la mise en évidence de la présence d'un endommagement (fissure ou délamination) dans un matériau composite par l'étude des variations des fonctions de réponse fréquentielle. Ils notent des modifications des fréquences propres ainsi qu'une variation de l'amplitude de la fonction de transfert. Les différences observées sur ces paramètres semblent être de bons indicateurs pour la détection d'endommagements au sein du matériau.

H. Hu [38] a travaillé sur la détection de fissures en surface de composites carbone-epoxy en utilisant l'analyse modale combinée aux énergies de déformation.

Thyagarajan [73] et Hwang [39] proposent des techniques d'investigation basées sur l'étude des fonctions de réponse fréquentielle pour la détection d'endommagements afin d'en estimer le niveau. Hwang [39] cherche à minimiser la différence entre FRF analytique et mesurée pour en constater la présence d'un endommagement.

L'ensemble de ces travaux s'intéresse à la diminution globale ou locale de rigidité des structures étudiées comme des indicateurs d'endommagements, généralement locaux.

Selon Panteliou [59], le facteur d'amortissement ou facteur de perte est un bon indicateur de la sévérité des fissures. En effet, le facteur de perte dissipe une certaine partie de l'énergie (par frottements) lors de la sollicitation. Ce facteur d'amortissement augmente avec la longueur de la fissure pour une même géométrie. Il semblerait que ce facteur de perte soit sensible à la dissipation d'énergie due aux frottements au niveau de la fissure.

W. Gu [34] s'intéresse aux dissipations d'énergie (en terme de facteur de perte) pour rendre compte de la nature cohésive d'un matériau composite polymère-fibres de verre. Il met en évidence les effets du taux d'insertion de charge sur les efforts de cohésion interfaciale. Il compare le facteur de perte mesuré à celui déterminé par un modèle cohésif dissipatif (basé sur le modèle élastique et cohésif de Reuss) énoncé par Zorowski et Murayama [75], pour rendre compte de la dissipation d'énergie due aux interfaces.

L'intérêt dans les travaux de W. Gu [34] est qu'il caractérise un endommagement diffus dans le matériau. A l'échelle de la microstructure, lors de sollicitations harmoniques, des frottements aux interfaces peuvent s'activer et générer une dissipation d'énergie sous forme de chaleur. Le facteur de perte semble être sensible à cette dissipation d'énergie et donc être un indicateur de ces phénomènes de dissipation. Il est donc possible d'obtenir une idée de la nature cohésive des matériaux composites à matrice polymère.

Dans le domaine de l'analyse par ultrasons, nous retrouvons de nombreux travaux portant sur la caractérisation de l'endommagement sur des matériaux composites cimentaires ([28] et [27]). D'autres ont adapté ces méthodes au suivi de l'endommagement sur des matériaux composites à matrice polymère renforcés de fibres de verre ([54] et [22]).

1.4 Modélisation du comportement des matériaux composites

La modélisation du comportement élastique des matériaux composites peut être abordée selon différentes approches suivant l'échelle à laquelle l'étude est menée. A l'échelle macroscopique, l'approche phénoménologique définit des fonctions d'états afin de décrire le comportement global du matériau par identification expérimentale des paramètres. Ce type d'approche ne prend pas en compte les variabilités du comportement local du matériau et encore moins la description physique des différents mécanismes microstructuraux à l'origine de la déformation macroscopique. A l'échelle microscopique, il s'agit de décrire les mécanismes microstructuraux localement responsables de la déformation lorsque le matériau est soumis à une sollicitation mécanique macroscopique, pour en déduire le comportement global du matériau.

1.4.1 Généralités sur les modèles d'homogénéisation

1.4.1.1 Procédures d'homogénéisation

Dans le type d'approche par changement d'échelle, il convient de définir tout d'abord un volume élémentaire représentatif (VER) qui caractérise la structure microscopique. Le VER consiste à définir les caractéristiques des différentes phases supposées homogènes, notamment leur forme, leur répartition spatiale et leurs propriétés mécaniques.

Dans le cas de matériaux composites biphasés, les tenseurs d'ordre quatre des constantes d'élasticité de la matrice C_m et du renfort C_i sont supposés connus. La loi de comportement élastique linéaire locale, qui relie les contraintes locales σ aux déformations locales ε , s'écrit pour chaque phase φ :

$$\sigma_\varphi = C_\varphi : \varepsilon_\varphi \quad (1.33)$$

$$\varepsilon_\varphi = C_\varphi^{-1} : S_\varphi : C_\varphi \quad (1.34)$$

Les moyennes sur les contraintes et les déformations sont données par :

$$\Sigma = \langle \sigma \rangle = \frac{1}{V} \int_V \sigma dV \quad (1.35)$$

$$\Xi = \langle \varepsilon \rangle = \frac{1}{V} \int_V \varepsilon dV \quad (1.36)$$

où V désigne le VER.

Les champs macroscopiques de contraintes Σ et de déformations Ξ étant les champs moyens homogènes, la nature hétérogène du matériau fait que chaque phase est soumise à des champs mécaniques différents. Les champs macroscopiques sont alors reliés aux champs locaux par les lois de localisation de la contrainte et de la déformation :

$$\sigma_\varphi = A_\varphi : \Xi \quad \text{avec} \quad \langle A \rangle_\varphi = I \quad (1.37)$$

$$\varepsilon_\varphi = B_\varphi : \Sigma \quad \text{avec} \quad \langle B \rangle_\varphi = I \quad (1.38)$$

I désigne le tenseur identité d'ordre quatre et A_φ et B_φ sont les tenseurs de localisation du quatrième ordre qui restent à déterminer pour chaque phase. $\langle \cdot \rangle_\varphi$ désigne la moyenne sur l'ensemble des phases $\langle X \rangle_\varphi = \sum f_\varphi X_\varphi$ pour $\varphi = 1, \dots, n$ avec f_i les fractions volumiques.

Il s'agit maintenant de déterminer le tenseur d'ordre quatre des constantes d'élasticité du composite (ou matrice de rigidité du composite) C_{Comp} qui décrit le comportement du milieu homogène équivalent :

$$\Sigma = C_{Comp} : \Xi \quad (1.39)$$

Cette étape consiste à évaluer les grandeurs macroscopiques associées :

$$\Sigma = \langle \sigma \rangle = \langle C : \varepsilon \rangle = \langle C : A : \Xi \rangle = \langle C : A \rangle : \Xi \quad (1.40)$$

d'où

$$C_{Comp} = \langle C : A \rangle \quad (1.41)$$

De même, nous obtenons :

$$\Xi = \langle \varepsilon \rangle = \langle C^{-1} : \sigma \rangle = \langle C^{-1} : B : \Sigma \rangle = \langle C^{-1} : B \rangle : \Sigma \quad (1.42)$$

d'où

$$C_{Comp}^{-1} = \langle C^{-1} : B \rangle \quad (1.43)$$

Les opérateurs A et B sont liés par la relation $C_\varphi : A_\varphi = B_\varphi : C_{Comp}$ puisque $\sigma_\varphi = B_\varphi : \Sigma = B_\varphi : C_{Comp} : \Xi$ implique $C_\varphi : \varepsilon_\varphi = C_\varphi : A_\varphi : \Xi$. La connaissance de l'un ou de l'autre est donc suffisante.

1.4.1.2 Approximations de Voigt et de Reuss

La procédure d'homogénéisation nécessite de définir des lois de localisations reliant les champs macroscopiques aux champs locaux. Dans le cadre de l'élasticité linéaire, les approximations de Voigt et de Reuss permettent une estimation de ces champs locaux moyennant une hypothèse forte en ce qui concerne le caractère hétérogène de la déformation ou la contrainte. Ces approximations permettent d'obtenir un encadrement des caractéristiques macroscopiques du matériau étudié.

Le modèle de Voigt suppose que la déformation dans chaque phase est identique à la déformation macroscopique appliquée, donc homogène :

$$\varepsilon_\varphi = \Xi \quad \text{avec} \quad A_\varphi = I \quad \forall \varphi \in (1, n) \quad (1.44)$$

En fonction des proportions volumiques de chaque constituant, le modèle détermine analytiquement la valeur du module élastique homogénéisé du composite :

$$E_{Comp} = E_1 \Phi_1 + E_2 \Phi_2 \quad (1.45)$$

avec

$$\Phi_1 + \Phi_2 = 1 \quad (1.46)$$

où E_1, E_2 et Φ_1, Φ_2 sont respectivement les modules élastiques et les fractions volumiques des matériaux $\varphi = 1, 2$.

L'approximation de Reuss suppose que la contrainte dans chaque phase est égale à la contrainte macroscopique imposée, donc homogène :

$$\sigma_\varphi = \Sigma \text{ avec } B_\varphi = I \quad \forall \varphi \in (1, n) \quad (1.47)$$

Le module élastique homogénéisé du composite est donné par :

$$E_{Comp} = \frac{E_1 E_2}{E_2 \Phi_1 + E_1 \Phi_1} \quad (1.48)$$

Ces deux approches conduisent à un encadrement du tenseur des constantes d'élasticité du matériau composite C_{Comp} .

Ces bornes sont valides quelquesoit la microstructure du matériau car elles ne tiennent compte que de la fraction volumique de chaque phase.

Plus précis que les approximations de Voigt et Reuss, d'autres encadrements ou estimations du comportement élastique des matériaux composites ont été obtenus, en retenant des informations microstructurales afin d'évaluer au mieux les contraintes et les déformations au sein d'une phase donnée. Nous pouvons évoquer le modèle d'Hashin-Shtrikman que nous détaillons à présent.

1.4.1.3 Modèle d'Hashin et Shtrikman

Hashin et Shtrikman [36] considèrent une répartition de la phase secondaire (indice 2) sous forme d'inclusions ellipsoïdales sans interaction entre elles. Ce modèle constitue des bornes plus resserrées qui répondent aux propriétés élastiques de certains matériaux composites.

Les bornes du module de rigidité du composite sont obtenues à partir des modules de rigidité en compression (K) et en cisaillement (μ) de chacune des deux phases :

$$K_{Comp}^{sup} = K_1 + \frac{\Phi_2 (K_2 - K_1) (3K_1 + 4\mu_1)}{(3K_1 + 4\mu_1) + 3\Phi_1 (K_2 - K_1)} \quad (1.49)$$

$$K_{Comp}^{inf} = K_2 + \frac{\Phi_1 (K_1 - K_2) (3K_2 + 4\mu_2)}{(3K_2 + 4\mu_2) + 3\Phi_2 (K_1 - K_2)} \quad (1.50)$$

et

$$\mu_{Comp}^{sup} = \mu_1 + \frac{5\Phi_2 (\mu_2 - \mu_1) (3K_1 + 4\mu_1)}{8\mu_1 + 9K_1 + 6(K_1 + \mu_1) (\Phi_2 + \Phi_1 \frac{\mu_2}{\mu_1})} \quad (1.51)$$

$$\mu_{Comp}^{inf} = \mu_2 + \frac{5\Phi_1 (\mu_1 - \mu_2) (3K_2 + 4\mu_2)}{8\mu_2 + 9K_2 + 6(K_2 + \mu_2) (\Phi_1 + \Phi_2 \frac{\mu_1}{\mu_2})} \quad (1.52)$$

Nous pouvons déterminer le module élastique E pour les deux bornes à partir de la relation suivante :

$$E_{Comp}^i = \frac{9K_{Comp}^i \mu_{Comp}^i}{3K_{Comp}^i + \mu_{Comp}^i} \quad (1.53)$$

Le modèle de Kerner constitue la borne supérieure du modèle de Hashin-Shtrickman.

1.4.2 Modèles dérivés du problème d'Eshelby en élasticité

1.4.2.1 Problème général de l'inclusion d'Eshelby

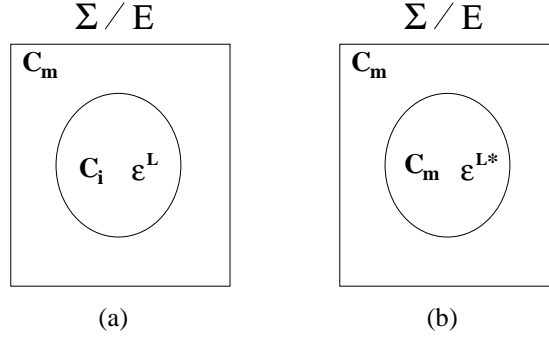


FIG. 1.27 – Description du problème général d'Eshelby : situation posée (a) et problème équivalent (b)

Considérons une inclusion de forme ellipsoïdale de constante d'élasticité C_i entourée par une matrice homogène de constante d'élasticité C_m . L'ensemble charges/matrice est soumis à une sollicitation macroscopique à l'infini représentée par les champs de contrainte Σ et de déformation élastique Ξ . Les champs de contraintes et de déformations dans l'inclusion sont alors évalués en considérant deux situations équivalentes représentées *figure 1.27*. Le problème ainsi posé regroupe deux sous problèmes, celui d'une inclusion de même nature que la matrice, et porteuse d'une déformation libre ε^L mais sans sollicitation extérieure ($\Sigma = 0$ et $\Xi = 0$), et celui d'une inhomogénéité sous l'effet d'une sollicitation à l'infini, non porteuse d'une déformation libre ($\varepsilon^L=0$).

Le travail d'Eshelby [24] a été de montrer que dans une telle inclusion ellipsoïdale, isolée dans une matrice homogène infinie, les champs de contraintes σ_i et de déformations ε_i sont uniformes quand la sollicitation macroscopique et la déformation libre ε^L le sont aussi.

A partir du problème initial, nous avons la contrainte dans l'inclusion :

$$\sigma_i = C_i : (\varepsilon_i - \varepsilon^L) = C_i : (\Xi + \Delta\varepsilon_i - \varepsilon^L) \quad (1.54)$$

Où ε_i est la déformation dans l'inclusion et $\Delta\varepsilon_i$ représente l'écart à la déformation macroscopique à l'infini :

$$\Delta\varepsilon_i = \varepsilon_i - \Xi \quad (1.55)$$

A partir du problème équivalent, nous pouvons écrire la contrainte dans l'inclusion :

$$\sigma_i = C_m : (\varepsilon_i - \varepsilon^{L*}) = C_m : (\Xi + \Delta\varepsilon_i - \varepsilon^{L*}) \quad (1.56)$$

où ε^{L*} représente la déformation libre fictive.

Pour cette inclusion équivalente, Eshelby a montré la relation suivante :

$$\Delta\varepsilon_i = S : \varepsilon^{L*} \quad (1.57)$$

où S est le tenseur d'Eshelby.

L'expression du tenseur d'Eshelby S pour des inclusions sphériques s'écrit :

$$S_{iiii} = \frac{7 - 5\nu}{15(1 - \nu)} \quad (1.58)$$

$$S_{iijj} = \frac{5\nu - 1}{15(1 - \nu)} \quad (1.59)$$

$$S_{ijij} = \frac{4 - 5\nu}{15(1 - \nu)} \quad (1.60)$$

ceci pour i et j variant de 1 à 3, tous les autres termes du tenseur S sont nuls. Dans ces expressions, ν représente le coefficient de Poisson du milieu considéré.

Des équations 1.54 et 1.56, nous obtenons :

$$\varepsilon^{L*} = [C_m - (C_m - C_i) : S]^{-1} : [(C_m - C_i) : \Xi + C_i : \varepsilon^L] \quad (1.61)$$

et

$$\sigma_i = \Sigma + C_m : (S - I) : \varepsilon^{L*} \quad (1.62)$$

où I est la représente la matrice identité.

La matrice de rigidité du composite est donnée par la relation suivante :

$$C_{Comp} = C_m + \Phi_i (C_i - C_m) [I + S (C_m)^{-1} (C_i - C_m)]^{-1} \quad (1.63)$$

où C_m et C_i sont respectivement les matrices de rigidité de la matrice et de l'inclusion, Φ_i la fraction volumique de l'inclusion.

1.4.2.2 Modèle autocohérent [37], [43], ...

Cette approche consiste à établir une loi de localisation en considérant chaque phase du matériau comme une inclusion ellipsoïdale en interaction avec la matrice fictive, homogène et infinie qui possède le comportement du milieu homogène équivalent recherché, caractérisé par C_{Comp} . La résolution de l'équation intégrale s'effectue selon une procédure itérative. Celle-ci peut être réalisée à partir de l'approche d'Eshelby en itérant la relation 1.63 (par exemple), à partir de matrice de rigidité arbitraire C_{m0} qui procure une estimation $C_{Comp(1)}$ réutilisée comme nouvelle matrice C_{m1} pour une estimation $C_{Comp(2)}$ jusqu'à convergence. Cette dernière s'obtient rapidement, sauf dans le cas où les modules élastiques des phases sont très différents. On initie la procédure à partir de l'estimation de Voigt et Reuss.

1.4.2.3 Modèle de Mori-Tanaka

L'approche simple proposée par Mori et Tanaka [51] considère une fraction volumique de charges de même forme, dans une matrice infinie en supposant une répartition spatiale aléatoire. Le principe de l'estimation des matrices de rigidité du composite par cette approche consiste à considérer une inclusion ellipsoïdale unique équivalente dans la phase matrice supposée infinie, en supposant que cette inclusion est soumise à l'infini, à un champ de déformation homogène égal au champ moyen ε_m dans la matrice.

Le tenseur de rigidité est obtenu à partir de l'expression suivante :

$$C_{Comp} = C_m + \Phi_i(C_i - C_m)[I + S(C_m)^{-1}(C_i - C_m)]^{-1}[(1 - \Phi_i)I + \Phi_i[I + S(C_m)^{-1}(C_i - C_m)]^{-1}]^{-1} \quad (1.64)$$

où C_m et C_i sont respectivement les matrices de rigidité de la matrice et de l'inclusion, V_i la fraction volumique d'inclusions.

Il est possible de réaliser une procédure autocohérente basée sur l'approche de Mori et Tanaka en itérant la relation 1.64.

Ces techniques d'homogénéisation restent les plus utilisées car elles intègrent à la fois l'aspect géométrique de la charge et l'ensemble des caractéristiques des deux phases (pour la matrice le module élastique E_m et le coefficient de Poisson ν_m , et pour les inclusions E_i et ν_i). L'ensemble de ces méthodes d'homogénéisation considère une cohésion parfaite entre les deux constituants.

1.4.3 Modélisation des propriétés viscoélastiques

Les grandes classes de modèles d'homogénéisation citées précédemment reposent sur les lois de comportement élastique des constituants. Leur utilisation dans le cadre de la viscoélasticité linéaire pose inévitablement la question de leur validité. Nombreux sont les auteurs qui admettent une similarité formelle entre ces lois de comportement et celles valables pour les matériaux viscoélastiques linéaires soumis à une sollicitation sinusoïdale en fonction du temps. Cette notion repose sur une démonstration mathématique réalisée par Hashin [35] en 1965. L'application de ces modèles dans le cadre de notre étude se justifie donc par ce principe de correspondance entre l'élasticité linéaire et la viscoélasticité linéaire.

A titre d'exemple nous développons le principe, basé sur le modèle de Reuss, permettant d'obtenir les caractéristiques mécaniques homogénéisées pour un composite viscoélastique. Le modèle élastique d'homogénéisation de Reuss associe deux matériaux dont les propriétés élastiques sont différentes.

Nous nous intéressons donc au cas où les matériaux associés sont viscoélastiques, faisant intervenir des phénomènes de dissipation. Les caractéristiques structurales de chaque matériau (indice k) s'écrivent :

$$E^* = E_a(1 + \eta_a) \quad (1.65)$$

Nous rappelons que Φ_1 et Φ_2 sont les fractions volumiques des matériaux 1 (PMMA) et 2 (verre), avec :

$$\Phi_1 + \Phi_2 = 1 \quad (1.66)$$

A partir de la loi des mélanges (équation 1.48), la correspondance démontrée par Hashin [35] nous permet d'écrire la relation suivante :

$$E_{Comp}^* = \frac{E_1^* E_2^*}{E_2^* V_1 + E_1^* V_1} \quad (1.67)$$

Nous déduisons, directement de l'équation 1.67, le module conservatif (équivalent au module élastique) :

$$E_{Comp} = Re(E_{Comp}^*) = \frac{E_1 E_2 [\Phi_1 E_2 (1 + \eta_2^2) + \Phi_2 E_1 (1 + \eta_1^2)]}{\Phi_1^2 E_1^2 (1 + \eta_2^2) + \Phi_2^2 E_2^2 (1 + \eta_1^2) + 2\Phi_1 \Phi_2 E_1 E_2 (1 + \eta_1 \eta_2)} \quad (1.68)$$

et le facteur de perte :

$$\eta_{Comp} = \frac{Im(E_{Comp}^*)}{Re(E_{Comp}^*)} = \frac{\Phi_1 \eta_1 E_2 (1 + \eta_2^2) + \Phi_2 \eta_2 E_1 (1 + \eta_1^2)}{\Phi_1 E_2 (1 + \eta_2^2) + \Phi_2 E_1 (1 + \eta_1^2)} \quad (1.69)$$

Remarquons que le module élastique (*équation 1.68*), dépend des facteurs de perte des constituants du matériau composite.

1.5 Matériaux composites modèles

1.5.1 Description

Dans cette partie, nous présentons rapidement les différents matériaux utilisés au cours de notre étude, leurs caractéristiques spécifiques et leurs conditions de mise en oeuvre.

1.5.1.1 Matrice polymère

Le choix de la matrice polymère s'est orienté sur le polyméthacrylate de méthyle (PMMA), principalement pour ses propriétés faiblement amortissantes. Ce polymère thermoplastique est entièrement amorphe, ce qui permet de le considérer macroscopiquement homogène et isotrope. Nous retrouvons également dans la littérature des études basées sur la matrice PMMA. Cette richesse d'informations présente des éléments de comparaison pour notre étude. Nous pouvons notamment citer les travaux de Liao [46].

Le PMMA utilisé est fabriqué par la société Degussa sous la dénomination de PLEXIGLAS 7H. Ce matériau se présente sous forme de granulés, conditionnés en sac de 25 kg, directement utilisables. Ce polymère, fabriqué pour une utilisation industrielle, est associé à différents traitements, par exemple le traitement anti-UV. Nous ne rentrerons pas dans le détail de sa composition car elle est tenue secrète par le fabricant. Ce polymère est facile de mise en oeuvre et les paramètres de fabrication sont bien connus.

1.5.1.2 Présentation des renforts

Notre étude se focalise sur un seul type de renforts, généralement utilisé dans des matrices polymères thermoplastiques. Ce renfort se présente sous la forme de sphères minérales (billes de verre).

L'objectif de ce travail est l'analyse et la compréhension de l'influence des renforts sur les propriétés mécaniques macroscopiques finales du composite. Pour cette raison, les renforts sphériques sont incorporés à différentes proportions massiques selon les paramètres microstructuraux (tailles des billes et traitements de surface). Les billes de verre se présentent sous deux distributions granulométriques distinctes, l'une de diamètre moyen 20 μm et l'autre de diamètre moyen 60 μm . Ces billes sont fabriquées et vendues par la société SOVITEC sous la dénomination de MICROPERL.

Les distributions granulométriques des différents lots ont été mesurées au granulomètre laser COULTER LS 230. Les courbes de distribution granulométrique de diamètre moyen 20 μm et

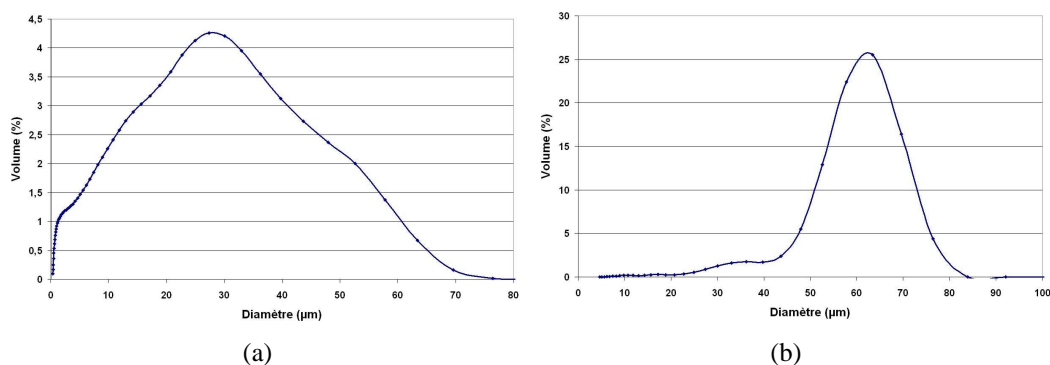


FIG. 1.28 – Distribution en volume de la granulométrie de diamètre moyen $20 \mu\text{m}$ (a) et $60 \mu\text{m}$ (b)

$60 \mu\text{m}$, représentées sur les graphes de la *figure 1.28*, correspondent à des surfaces spécifiques respectivement de $5233 \text{ cm}^2.\text{g}^{-1}$ et $453 \text{ cm}^2.\text{g}^{-1}$. Le calcul de la surface spécifique intègre la fréquence des diamètres observés dans la distribution granulométrique mesurée. Pour une même quantité en masse de verre, la granulométrie de diamètre moyen de $20 \mu\text{m}$ constitue une interface de contact environ onze fois plus importante que celle de diamètre moyen $60 \mu\text{m}$. Nous remarquons que la granulométrie de diamètre moyen $20 \mu\text{m}$ s'étend sur une large gamme, allant de quelques micromètres à une centaine de micromètres de diamètre. En revanche, la granulométrie de diamètre moyen $60 \mu\text{m}$ est beaucoup plus resserrée, le diamètre des particules s'étend de 45 à $90 \mu\text{m}$.

Ces renforts sont associés à des agents de couplage favorisant l'adhésion avec la matrice. Ces agents d'interface sont à base de silane qui permettent l'intégration de chaînes macromoléculaires à l'interphase. Nous utiliserons dans notre étude trois cas de figure. Dans un premier cas, les billes sont dépourvues d'agent de couplage. Nous considérons cette absence de traitement comme le premier degré, c'est à dire le traitement T0. Dans un deuxième cas, les billes de verre sont associées à des agents de couplage, que nous nommerons respectivement T1 et T2, composés de groupements aminosilane (pour l'un) et méthacryloxysilane (pour l'autre). SOVITEC commercialise ces agents de couplage sous la dénomination 215 pour T1 et 217 pour T2.

1.5.1.3 Conception des matériaux composites modèles

Nomenclature

Pour l'ensemble des formulations de composites mis en oeuvre, nous adoptons une désignation comportant des informations sur le taux massique de renforts, le diamètre moyen des billes de verre utilisées ainsi que le type de traitements de surface (voir *figure 1.29*).

Mise en place d'un plan d'expérience

Notre objectif est de suivre l'évolution des propriétés du composite en fonction des différents paramètres tels que le taux de renfort, la taille des charges et le traitement de surface.

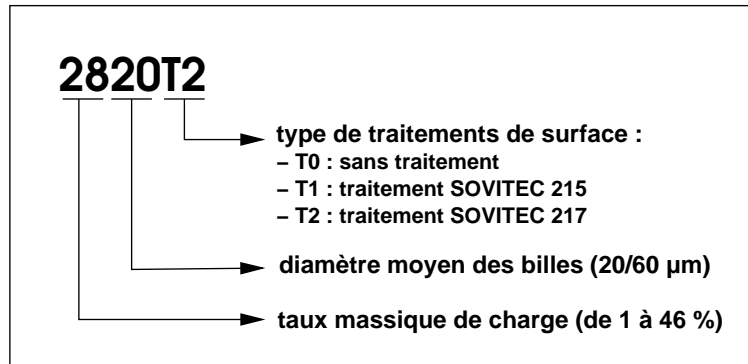


FIG. 1.29 – Désignation des différentes formulations de composites PMMA+billes de verre

Dans un soucis d'optimisation du nombre d'expériences nécessaires à l'étude de la sensibilité des paramètres, nous avons mis en place un plan d'expérience diminuant considérablement le nombre de formulations à tester. Le plan d'expérience est réalisé de telle manière qu'il nous permet d'extraire des expériences réalisées un maximum d'informations.

De manière générale, nous voulons connaître la valeur de la(les) réponse(s) étudiée(s) pour l'ensemble des points constituant le domaine expérimental. Ce domaine est défini en fonction des facteurs pouvant agir sur les phénomènes étudiés.

A partir de notre objectif, nous distinguons les trois facteurs maîtrisables :

- la granulométrie des billes de verre (variable discrète : 20 ou 60 μm), facteur à deux niveaux,
- la fraction volumique de verre (variable continue : de 0.4 à 30 % en volumique), facteur discrétisé en 5 niveaux,
- le type de traitement utilisé (variable discrète : T0, T1 ou T2), facteur à trois niveaux.

Ces trois facteurs sont indépendants les uns des autres et seront transformés en variables codées X_i pour être intégrés dans le modèle du plan d'expérience. Rappelons que la surface de contact dépend de la fraction volumique de verre et de la granulométrie des charges utilisées. Elle ne peut donc être considérée comme facteur du plan d'expérience.

La fraction volumique est en réalité une variable continue qui est ramenée à un facteur à six niveaux pour son utilisation dans le plan d'expérience (discrétisation avec un pas de 5 %).

A ce stade, nous avons trois facteurs avec des niveaux différents, le nombre de combinaisons possibles, qui n'est autre que le nombre total d'expériences à réaliser, s'élève à 36. Le plan d'expérience ainsi que le modèle mathématique associé vont permettre de minimiser ce nombre d'expériences tout en conservant un maximum d'informations relatives à l'étude.

Dans notre étude, la réponse des matériaux composites est multidimensionnelle, intégrant les limites à rupture en termes de contraintes et de déformations pour des essais de traction quasi-statique, ainsi que le module élastique (ou conservatif) et le facteur de perte pour une certaine fréquence de sollicitation :

$$Y = [\sigma_R, \varepsilon_R, E, \eta] \quad (1.70)$$

La réponse étant fonction des facteurs identifiés, nous posons la relation suivante :

$$Y = f(X_1, X_2, X_3) \quad (1.71)$$

Le choix d'un modèle mathématique et son utilisation ont pour rôle de minimiser le nombre d'expériences et de conserver les informations. Il a un double objectif, celui d'expliquer et celui de prévoir les phénomènes ou les réponses.

Dans notre étude, nous utilisons un modèle polynomial de degré deux avec interaction du premier ordre comprenant $p=7$ coefficients, dans un domaine expérimental sphérique, dont la réponse s'écrit :

$$Y_m = b_0 + b_1 X_1 + b_2 X_2 + b_3 X_3 + b_{22} X_2^2 + b_{33} X_3^2 + b_{23} X_2 X_3 \quad (1.72)$$

Il est donc nécessaire d'élaborer une stratégie expérimentale qui permette d'obtenir une bonne estimation des coefficients du modèle en minimisant le nombre d'expériences. On recherche la meilleure matrice d'expérience selon le critère de la minimisation de la fonction de variance maximale. La fonction de variance $d(x_i)$, permet d'estimer l'incertitude sur la réponse expérimentale pour un point du domaine x_i . Cette fonction (normée dans notre cas par le nombre de coefficients du modèle p), doit être la plus proche de 1 pour obtenir une bonne qualité sur la prévision des résultats expérimentaux.

L'étude des plans d'expérience, les calculs matriciels ainsi que les calculs statistiques sont réalisés à l'aide du logiciel NemrodW [50].

Dans notre cas, la fonction de variance est proche de 1 pour une matrice de 9 expériences. La matrice ainsi obtenue correspond aux neuf premières expériences présentées dans le *tableau 1.2*. Quatre points sont ensuite rajoutés dans la matrice d'expérience pour valider le modèle utilisé. Nous obtenons ainsi un total minimum de treize expériences.

Enfin pour compléter l'expérimentation, nous avons choisi de rajouter des points supplémentaires dans le domaine d'expérimentation afin d'avoir des éléments de comparaison par la suite de l'étude. En d'autres termes, ces points sont déterminés de manière à obtenir des surfaces de contact identiques entre des formulations, principalement pour les formulations 0220TZ (Z correspond au type de traitement de surface) et 2860TZ. Le raisonnement est identique pour les formulations 2820TZ et 2860TZ, où les fractions volumiques sont identiques. Les expériences supplémentaires sont indiquées dans le *tableau 1.2*, de la quatorzième à la vingtième position.

1.5.2 Mise en forme des composites

1.5.2.1 Conditions de mise en oeuvre des échantillons

Les différents procédés de mise en oeuvre des matériaux polymères ou composites sont soumis à un respect de certains paramètres. En effet, selon la nature des matrices polymères, les températures, les pressions ainsi que les vitesses constituent des paramètres très importants pouvant affecter certaines propriétés du matériau. La mise en oeuvre d'éprouvettes utilisables pour différents types d'essais se divise en deux étapes essentielles : l'extrusion puis l'injection. Les protocoles de mise en oeuvre par extrusion puis par injection des composites à matrice polymère sont présentés en *annexe B*.

Les propriétés mécaniques des matériaux dépendent considérablement des conditions de mise en oeuvre. Lorsque le polymère est monté en température, il subit une dégradation thermique (raccourcissement des chaînes macromoléculaires). Cette détérioration a pour effet d'altérer les propriétés microscopiques et macroscopiques du matériau.

Numéro d'expérience	Nom	Fraction volumique associée (%)	Diamètre moyen des billes (μm)	Traitement de surface
1	0120T0	0.49	20	T0
2	0120T2	0.49	20	T2
3	2820T0	15.83	20	T0
4	2820T2	15.83	20	T2
5	4620T1	29.18	20	T1
6	0160T1	0.49	60	T1
7	1960T1	10.19	60	T1
8	4660T0	29.18	60	T0
9	4660T2	29.18	60	T2
10	0320T0	1.82	20	T0
11	1060T2	5.10	60	T2
12	3720T2	22.12	20	T2
13	4160T1	25.55	60	T1
14	2820T1	15.83	20	T1
15	0220T0	1.19	20	T0
16	0220T1	1.19	20	T1
17	0220T2	1.19	20	T2
18	2860T0	15.83	60	T0
19	2860T1	15.83	60	T1
20	2860T2	15.83	60	T2

TAB. 1.2 – Plan d'expérience réalisé pour l'étude de l'influence du taux de charge, de la taille des charges et des traitements de surface

De manière à retrouver un passé thermique identique, la matrice polymère (PMMA) ainsi que les compounds (PMMA+renforts) suivent un même protocole de fabrication. Ils sont d'abord extrudés, puis injectés. Les paramètres de configuration utilisés dans l'extrusion des mélanges de composites sont regroupés en *annexe B*. Nous ne retiendrons que la température des fourreaux qui s'élève à 240 °C, pouvant être responsable d'une dégradation des chaînes macromoléculaires du polymère.

Pour l'étude de la matrice polymère (PMMA) et celle des composites, nous utilisons des éprouvettes de différentes géométries, tels que des haltères (respectant les dimensions de la norme ISO 527), des plaques, des poutres ou des disques (obtenus par découpe). Les différents types d'analyse, énoncés dans le *chapitre 2*, requièrent des géométries et des tailles particulières d'échantillons.

L'élaboration des éprouvettes en forme d'haltère est réalisée au Centre des Matériaux de Grande Diffusion de l'Ecole des Mines d'Alès. Les conditions d'extrusion et d'injection du PMMA et des composites sont présentées en *annexe B*. Préalablement avant l'injection, les granulés de PMMA sont séchés 2 h à 100 °C dans une étuve ventilée.

Les éprouvettes beaucoup plus massives sont conçues par découpe dans une plaque de PLEXIGLAS XT de dimension 6000×2000×9.6 mm, fabriquées par la société Degussa. Nous

avons choisi volontairement le même fabricant que pour les granulés de PMMA, afin de conserver un passé thermique et des caractéristiques mécaniques proches pour l'ensemble des matériaux testés. Nous pouvons nous appuyer sur la mesure des masses moléculaires moyennes viscosimétriques (exposée en *annexe A*) pour constater d'éventuelles dégradations du matériau.

1.5.2.2 Défauts visibles à l'issue de la fabrication des éprouvettes

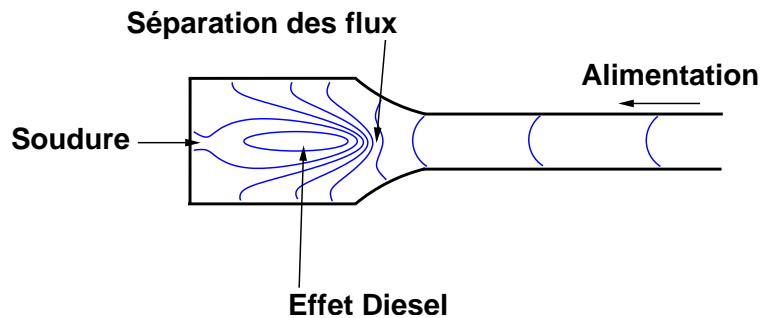


FIG. 1.30 – Caractérisation de l'écoulement du polymère dans l'empreinte du moule

La fabrication des éprouvettes (respectant les dimensions de la norme ISO 527) par injection contribue à l'apparition de phénomènes d'organisation du polymère (des chaînes moléculaires) à l'intérieur du moule. Comme le présente la *figure 1.30*, l'injection du polymère dans l'empreinte du moule suit un parcours caractéristique [53]. Cette organisation, bien que très rapide, est due aux différences de température entre le polymère (se refroidissant au fur et à mesure de l'écoulement dans l'empreinte) et le moule (à température constante). Nous pouvons, sans trop bien les localiser, voir apparaître des points de soudure froide et zones à effet Diesel (organisation particulière des chaînes macromoléculaires). Ces zones constituent des points de faiblesse pour l'éprouvette. La fabrication des éprouvettes par injection semble favoriser une organisation des chaînes moléculaires différente selon les zones. Dans la partie utile, l'organisation des chaînes moléculaires est légèrement favorisée par le sens d'écoulement du polymère dans l'empreinte, n'affectant pas les hypothèses d'homogénéité et d'isotropie macroscopique faites pour ce matériau.

D'autres défauts peuvent être visibles comme par exemple la présence de bulles d'air ou de gaz au coeur de la partie utile de l'éprouvette (*figure 1.31*). Il est donc très important d'avoir un bon contrôle des différents paramètres de fabrication afin d'éviter l'insertion de défauts localisés.

Lors du refroidissement rapide de l'éprouvette, nous constatons un léger retrait de la matière sur les surfaces les plus importantes, une concavité des faces supérieure et inférieure (schéma *figure 1.32*). En effet, le PMMA, du fait qu'il soit amorphe, est soumis à un retrait lors de son refroidissement. Il est donc très important de contrôler les différents paramètres d'injection, notamment la température du moule qui joue un rôle très important dans les niveaux de retrait.

L'examen des sections transverses de différentes formulations de composites montre un faible retrait directement lié aux taux de charges incluses. Des mesures métrologiques ont permis d'obtenir le profil des sections transverses et ainsi estimer précisément la surface de ces sec-

tions. Le *tableau 1.3* présente une partie des résultats obtenus sur des échantillons de PMMA et de composites. Les variations de surface des sections transverses, en fonction des formulations testées, sont relativement faibles (< 1 %) mais sont à prendre en considération lors des différents essais réalisés.

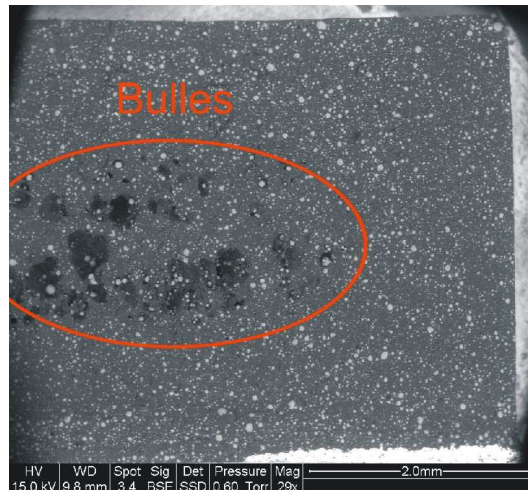


FIG. 1.31 – Vue au MEB d'une section d'éprouvette renforcée, présence de bulles d'air ou de gaz

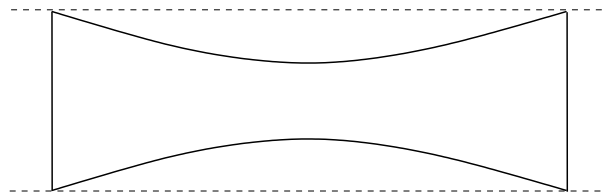


FIG. 1.32 – Schéma d'une section transversale d'une éprouvette injectée par rapport à la section rectangulaire attendue

Echantillon	Surface section (m^2)	Erreur relative surface (%)
Théorique	$4.090 \cdot 10^{-5}$	0
PMMA	$4.026 \cdot 10^{-5}$	- 0.650
2860T2	$4.023 \cdot 10^{-5}$	- 0.575
4660T2	$4.021 \cdot 10^{-5}$	- 0.525

TAB. 1.3 – Erreur relative obtenue sur les surfaces des sections transverses pour différentes formulations par rapport à une section théorique de dimensions $4 \cdot 10^{-3} \times 10 \cdot 10^{-3} m$

1.6 Conclusion

La synthèse bibliographique permet de mettre en évidence la dépendance du comportement mécanique des matériaux composites à certains paramètres. Les caractéristiques mécaniques du composite sont sensibles à des paramètres tels que la fraction volumique de charges, la taille et la géométrie des inclusions, et notamment l'adhésion interfaciale. La cohésion entre les charges et la matrice constitue un problème d'actualité qui nécessite une attention particulière dans la mesure où les propriétés mécaniques des composites peuvent en dépendre. Ces décohésions interfaciales sont considérées, tel est le cas dans notre étude, comme un endommagement diffus dans l'ensemble de la structure. L'étude des propriétés mécaniques du composite peuvent être un indicateur de l'état de l'interface charges/matrice. Dans cette étude, notre objectif est d'estimer et de quantifier l'énergie dissipée au niveau des endommagements, due essentiellement aux frottements aux interfaces. Pour se faire, l'étude s'orientera vers une comparaison de différents niveaux de cohésion charges/matrice, qui rendent compte de la nature cohésive du matériau composite.

Néanmoins, l'analyse des ces matériaux composites passe par une bonne connaissance des propriétés mécaniques de la matrice polymère. Le comportement viscoélastique de la matrice s'explique par la présence de phénomènes microstructuraux que nous retrouvons dans le composite. Des réorganisations moléculaires se manifestent lors de phases de transition sous l'effet d'un effort mécanique ou d'une variation de température. Ces réorganisations sont à l'origine de dissipation d'énergie, elles traduisent le caractère amortissant du matériau.

Dans un matériau composite, la dissipation d'énergie issue de la matrice, associée à celle des frottements aux interfaces charges/matrice, peut permettre de caractériser un état général du composite. Toutefois, les caractéristiques générales d'un matériau composite dépendent en grande partie des conditions de mise en oeuvre.

Le passage en revue des différentes méthodes et techniques d'investigation des matériaux composites nous a permis d'orienter notre étude sur la nature cohésive des matériaux composites à matrice polymère.

En effet, les méthodes d'analyse vibratoire (analyse mécanique dynamique, analyse modale, analyse par ultrasons,...) semblent être une bonne alternative dans la caractérisation des matériaux viscoélastiques et composites. Les avantages sont nombreux, puisqu'il s'agit de méthodes généralement rapides et peu coûteuses. L'aspect non-destructif des méthodes reste un atout considérable, permettant un suivi dans le temps des caractéristiques d'une structure ou d'un matériau soumis à différentes dégradations (chimiques, physiques ou mécaniques). De plus, ces méthodes sont facilement adaptables pour des applications sur site, ce qui font d'elles des outils très intéressants. Ainsi, un ensemble de moyens expérimentaux sera utilisé afin de connaître le comportement mécanique de la matrice polymère et d'étudier les dissipations d'énergie au sein des matériaux composites.

Nous avons vu que ces méthodes dynamiques permettent la détection et parfois même la localisation d'endommagements dans une structure. A différentes échelles, elles peuvent être sensibles aux dissipations d'énergie et sont en mesure d'apporter des informations sur les modifications de la microstructure.

Ces méthodes dynamiques semblent être une bonne alternative dans l'étude de la nature cohésive des matériaux composites. Nous nous attacherons, dans la suite de cette étude à mettre

en place des techniques d'analyse permettant la caractérisation et le suivi des matériaux composites à matrice polymère.

Le choix des constituants s'est porté sur des particules minérales sphériques, pour leur géométrie simple, et une matrice PMMA, pour sa nature amorphe induisant des hypothèses d'homogénéité et d'isotropie. Nous avons présenté les moyens de mise en oeuvre utilisés dans la fabrication des différentes formulations des matériaux composites. Les propriétés, notamment celles du polymère, peuvent dépendre des conditions de mise en oeuvre, ce qui impose un contrôle parfait des paramètres de fabrication.

L'élaboration d'un plan d'expérience va nous permettre d'étudier, en limitant le nombre d'expériences, l'influence des trois paramètres (ou facteurs) pouvant affecter le comportement du composite : la fraction volumique, la taille ainsi que le traitement de surface des charges. Le plan d'expérience va nous permettre d'une part, de prédire la réponse d'un point quelconque sur le domaine, et d'autre part, d'interpréter les réponses obtenues et de distinguer l'effet des facteurs sur la réponse.

Ces matériaux composites modèles, ainsi fabriqués, vont servir de référence pour l'ensemble de l'étude.

Chapitre 2

Techniques expérimentales utilisées

2.1 Introduction

L'objectif premier de cette méthode reste la mise en place de moyens d'analyse dynamique rapides et non destructifs, permettant de déterminer expérimentalement les propriétés mécaniques des composites. La communauté scientifique s'est largement intéressée à la liaison renforts/matrice des composites, s'efforçant de développer différentes méthodes expérimentales de caractérisation (microscopiques, physico-chimiques, micromécaniques ou macromécaniques) de la zone interfaciale, mais aussi d'introduire la contribution de cette zone dans divers modèles permettant de décrire et prévoir le comportement mécanique des composites.

Le développement et la validation de méthodes d'analyse nécessitent une bonne connaissance des propriétés des matériaux testés. A cet effet, nous portons un intérêt particulier au choix et à la conception des matériaux modèles permettant la validation des méthodes mises en place. Ces matériaux composites, développés au Centre des Matériaux de Grande Diffusion de l'Ecole des Mines d'Alès, sont considérés comme des matériaux de référence. Les propriétés mécaniques des composites ainsi conçus vont dépendre essentiellement des paramètres de fabrication, c'est à dire de la taille et de la proportion de charges dans le composite et de la présence ou non de traitements de surface améliorant ou dégradant la cohésion charges/matrice. Ces matériaux modèles, que nous avons présentés au *chapitre 1*, peuvent ainsi présenter des niveaux différents d'endommagements ou de dégradations.

Ce chapitre est essentiellement consacré à la présentation des méthodes d'analyse utilisées dans cette étude : les méthodes dites classiques (essais quasi-statiques en traction, essais de fluage) et les méthodes d'analyse vibratoire (Analyse Mécanique Dynamique, analyse modale et analyse par ultrasons).

2.2 Essais de caractérisation à chargement monotone

2.2.1 Essai de traction normalisé

2.2.1.1 Présentation de l'essai

De manière à caractériser initialement les matériaux mis en place, nous utilisons des essais de traction à chargement monotone. Il s'agit d'essais normalisés, respectants la norme ISO 527, à partir desquels nous pouvons extraire certaines propriétés mécaniques des matériaux polymères testés. Pour réaliser ce type d'essais, nous utilisons des éprouvettes en forme d'haltère respectant cette même norme. Les matériaux testés correspondent parfaitement aux directives énoncées par la norme, puisqu'ils sont thermoplastiques rigides, obtenus par moulage et extrusion, et renforcés par des charges sphériques.

Dans le cadre de notre étude, nous nous intéressons à estimer le module élastique de traction E ainsi que le comportement mécanique (évolution de la contrainte en fonction de la déformation) des différents matériaux composites.

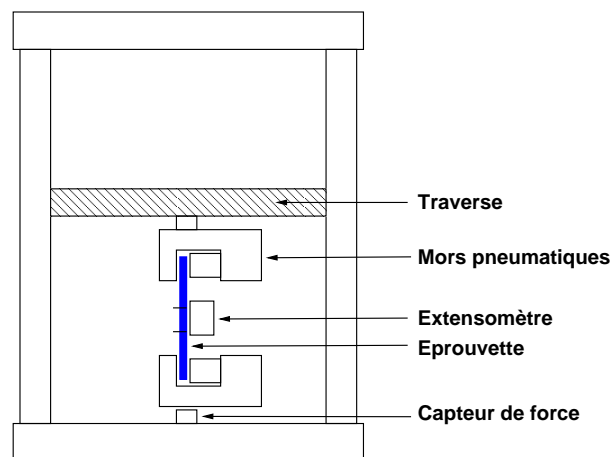


FIG. 2.1 – Schéma d'un essai de traction

Le schéma de la machine d'essais de traction quasi-statique est représenté sur la *figure 2.1*. Il s'agit d'une presse Zwick de série Z 010. L'allongement de l'échantillon est estimé par l'intermédiaire soit d'un extensomètre à couteaux ($l_0=50\text{ mm}$) pour des petits déplacements, soit par le déplacement de la traverse pour des essais à rupture. La force est mesurée par un capteur de force, jauge de contrainte de 10 kN . L'échantillon est maintenu à ses extrémités par deux mors à serrage pneumatique.

L'identification du module de traction E est réalisée pour une très faible vitesse de déplacements, de l'ordre $1\text{ mm}\cdot\text{min}^{-1}$. Selon cette même norme, nous déterminons la valeur du module de traction (ou module sécant) pour de faibles déformations à partir de la relation :

$$E = \frac{\sigma_2(\varepsilon_2) - \sigma_1(\varepsilon_1)}{\varepsilon_2 - \varepsilon_1} \quad (2.1)$$

avec $\varepsilon_1 = 0.0005$ et $\varepsilon_2 = 0.0025$.

En raison de différentes sources de non-linéarité, telles que de la plasticité ou de la visco-élasticité, le module de traction ainsi mesuré n'est pas représentatif du module d'Young, il n'est qu'une interprétation normalisée utilisée à des fins comparatives entre laboratoires. Ce module de traction calculé intègre la déformation élastique ainsi qu'une partie de la déformation anélastique du polymère. Notamment, le fluage ou la relaxation d'un matériau viscoélastique dépendent des vitesses de sollicitation. Pour la seule viscosité, si nous tendons vers des vitesses de sollicitation infinies, ce module de traction tend à se rapprocher du module d'Young. En revanche, pour des vitesses infiniment lentes, ce module de traction s'apparente à un module relaxé.

Le graphe de la *figure 2.2* présente une évolution de la contrainte en fonction du taux de déformation lors d'un essai de traction pour un échantillon de PMMA. Nous constatons que le PMMA a un comportement élastique non-linéaire lors d'un chargement monotone.

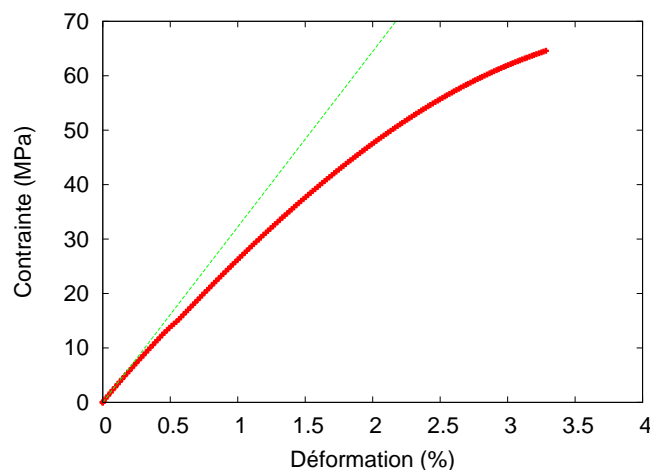


FIG. 2.2 – Evolution de la contrainte en fonction de la déformation sur du PMMA lors d'un essai de traction (+ rouge), module sécant (- vert)

Indépendamment de cette première analyse, les caractéristiques à rupture telles que la déformation et la contrainte à rupture peuvent donner des informations sur la nature de l'interface [4]. Ainsi nous analyserons les propriétés à rupture de nos matériaux composites modèles.

2.2.2 Essai de fluage

Nous nous sommes intéressés à l'analyse du comportement dynamique d'un matériau viscoélastique en utilisant le modèle rhéologique de Zener énoncé au *chapitre 1*. Comme nous l'avons vu, ce modèle relativement simple, permet de décrire assez fidèlement, le comportement de certains polymères.

L'essai de fluage nous permet d'identifier les constantes qui régissent ce modèle, c'est à dire la complaisance instantanée J_U , la complaisance relaxée J_R ainsi que le temps de relaxation τ_σ . A partir des *équations 1.27, 1.28 et 1.29*, nous estimons les caractéristiques du modèle de Zener.

2.2.2.1 Principe de l'essai de lâcher

Contrairement aux essais de fluage traditionnel (voir *chapitre 1*), l'éprouvette est déchargée instantanément de la contrainte appliquée comme le montre schématiquement la courbe de la *figure 2.3*. Dans la réalité, la contrainte suit une évolution très rapide dans le temps pour ce type d'essai.

Au relâchement de la contrainte, la réponse en déformation se caractérise par une déformation instantanée de l'éprouvette puis un fluage du matériau pour atteindre un état non déformé (*figure 2.3*). Cet état non déformé n'est atteint qu'au terme d'un temps très long. Nous verrons que ce temps est beaucoup plus long que celui de l'essai. En d'autres termes, l'éprouvette ne revient pas à son état non déformé durant le temps de l'essai.

L'intérêt d'utiliser l'essai de lâcher vient des vitesses de sollicitation très rapides de l'éprouvette, permettant d'étudier le comportement d'un matériau viscoélastique aux temps courts et d'estimer un module dit *instantané* se rapprochant du module d'Young.

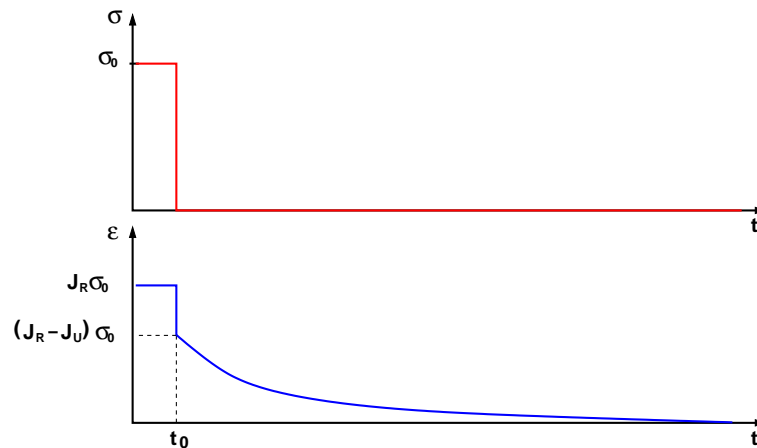


FIG. 2.3 – Réponse d'un matériau viscoélastique à son déchargement

Suivant le même principe énoncé au *paragraphe 1.2.4.2*, nous pouvons écrire la complaisance de fluage en fonction du temps pour un essai de lâcher :

$$J(t) = (J_R - J_U) e^{-\frac{t}{\tau}} \quad (2.2)$$

La déformation est directement reliée à la contrainte par l'*équation 1.16*. On peut ainsi déterminer une déformation relaxée ε et une déformation instantanée ε_0 .

La déformation instantanée ε_0 pour l'essai de lâcher s'opère quelques instants après le lâcher ($(t - t_0) \rightarrow 0$), elle est déterminée directement par l'équation suivante :

$$\varepsilon_0 = \sigma_0 (J_R - J(t_0)) \quad (2.3)$$

A partir de ces informations et des *équations 1.27, 1.28 et 1.29*, nous estimons les modules relaxé E_∞ et instantané E_0 ainsi que le temps de relaxation du matériau.

Pour un essai de flexion trois points, nous relierons directement la force appliquée à la contrainte par la relation suivante :

$$\sigma_0 = \frac{3 F_0 L}{2 b h^2} \quad (2.4)$$

2.2.2.2 Protocole d'essai

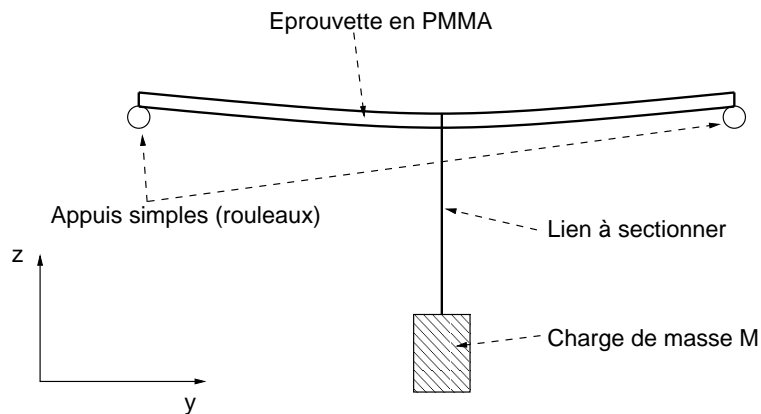


FIG. 2.4 – Schéma du montage de l'essai de lâcher pour une éprouvette de dimension $268.5 \times 73.5 \times 9.6 \text{ mm}$

Le dispositif expérimental est constitué d'une chaîne d'acquisition et d'un banc d'essais (représenté sur la *figure 2.4*). L'éprouvette en polymère est disposée sur deux appuis simples (rouleaux), séparés d'une distance entre axes de 268 mm . Sur la partie inférieure, au centre de l'éprouvette, nous fixons une jauge de déformation du type KFG-10-120-C1-11 comme le montre la *figure 2.5*. Positionné contre la jauge, un accéléromètre (Kistler, du type 8732A500) mesure l'accélération des déplacements à la surface de l'éprouvette suivant la direction \vec{z} , axe vertical.

Sur l'extrémité de l'éprouvette (voir *figure 2.5*), est collé un fil de cuivre en contact direct avec l'appui en acier. Ce système simple qui fait office d'interrupteur, permet de constater le décollement de l'éprouvette par rapport aux appuis. Ce système nous apporte une information supplémentaire sur les conditions aux limites de l'éprouvette à chaque instant de l'essai.

Un lien en plastique, sert à maintenir une charge constante au centre de l'éprouvette. Au moment de l'essai, ce lien est sectionné et libère l'éprouvette de sa charge.

Cet essai peut être facilement adapté aux échantillons de petites tailles, par exemple ceux de type haltère (énoncé dans la norme ISO 527), en utilisant un capteur de mesure de déplacement sans contact (capteur de déplacement laser ou à effet de Hall, par exemple).

Lorsque l'éprouvette est chargée, un temps d'attente de quelques heures est nécessaire pour permettre la stabilisation de la réponse au fluage du matériau. L'éprouvette atteint progressivement sa déformation maximale ϵ_0 (ou relaxée). Nous contrôlons, à l'aide d'un voltmètre branché en sortie du pont de jauge, la stabilisation de cette déformation.

Après cette première phase, l'acquisition est lancée et le lien de l'éprouvette à la masse est sectionné. Les mesures sont réalisées dans un très court instant avec une fréquence d'acqui-

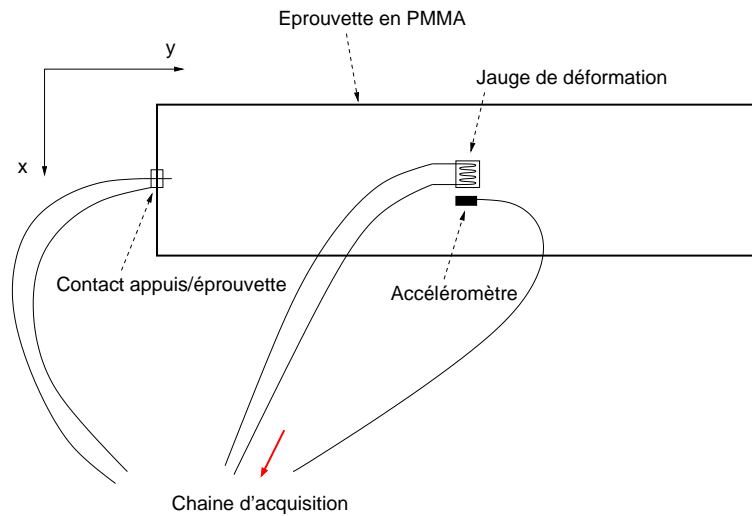


FIG. 2.5 – Disposition sur l'éprouvette des capteurs de mesure

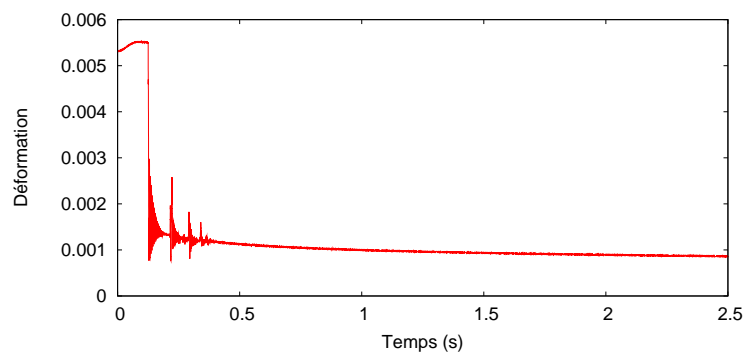


FIG. 2.6 – Mesure de la déformation lors d'un essai de lâcher pour une précontrainte de 16 MPa

tion de 20 kHz. La mesure des différents signaux est effectuée par l'intermédiaire d'une carte d'acquisition NI-4552 de National Instruments.

Le graphe de la *figure 2.6* représente l'évolution de la déformation mesurée durant l'essai de lâcher en fonction du temps. Au début de l'essai, la structure est dans un état déformé ou relaxé. Lorsque le lien est sectionné, la déformation diminue rapidement dans un premier temps puis se résorbe progressivement sur un très long temps (vitesses de déchargement très lentes). La structure retrouve son état non déformé au terme d'un temps très long.

2.3 Analyse Mécanique Dynamique

L'Analyse Mécanique Dynamique (AMD) est une méthode d'analyse couramment utilisée en science des matériaux, généralement pour les matériaux polymères. L'analyse thermomécanique des matériaux est réalisée au moyen de visco-analyseurs qui sollicitent en petites défor-

mations les échantillons sous différentes directions (traction-compression, flexion, torsion,...).

Cette méthode permet d'étudier les propriétés viscoélastiques d'un matériau polymère sur une gamme de vitesses de sollicitation. L'avantage de l'AMD est qu'elle peut caractériser un matériau pour des vitesses de sollicitation très lentes.

Dans cette partie, nous présentons l'instrumentation en faisant intervenir les deux modes de sollicitations utilisés dans notre étude. Nous verrons les principes de fonctionnement des différentes machines utilisées ainsi que les moyens d'extraction et de correction des propriétés mécaniques intéressantes.

2.3.1 Sollicitation en flexion

2.3.1.1 Dispositif expérimental

Le visco-analyseur VA2000, utilisé en AMD, représenté *figure 2.7*, a été conçu par la société Metravib. La chaîne de mesures se compose d'un excitateur électrodynamique, de capteurs (de déplacement, de force et d'accélération) et d'un traitement électronique et informatique des informations.

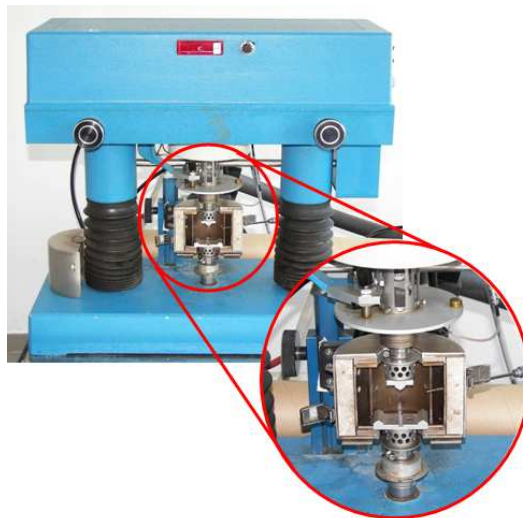


FIG. 2.7 – Visco-analyseur MétraVib VA2000

L'excitation harmonique est appliquée par un pot électrodynamique de 150 N qui est alimenté par un amplificateur de puissance et piloté par un générateur de signal en fonctionnement sinusoïdal.

Ce visco-analyseur est équipé de trois capteurs de mesure. Un capteur de force, de capacité nominale de 150 N et d'une résolution de 0.1 N, est placé entre le porte-échantillon et le socle du bâti. Un accéléromètre est placé dans la colonne de mesure sur l'axe d'excitation mesurant le déplacement dans la gamme de fréquence 125-1000 Hz. Un capteur de déplacement (courant de Foucault), placé parallèlement à l'axe d'excitation, mesure le déplacement pour des fréquences inférieures à 125 Hz.

Le conditionnement et l'acquisition des signaux sont réalisés par une électronique appropriée. Les deux signaux force et déplacement sont amplifiés, filtrés par des passe-bas anti-repliements de type Tchebychev et échantillonnés simultanément quatre fois par période.

Le logiciel permet d'une part de configurer les paramètres d'excitation tels que les fréquences et les déplacements, et d'autre part de traiter les signaux acquis en retour.

2.3.1.2 Modélisation de l'essai de visco-analyse

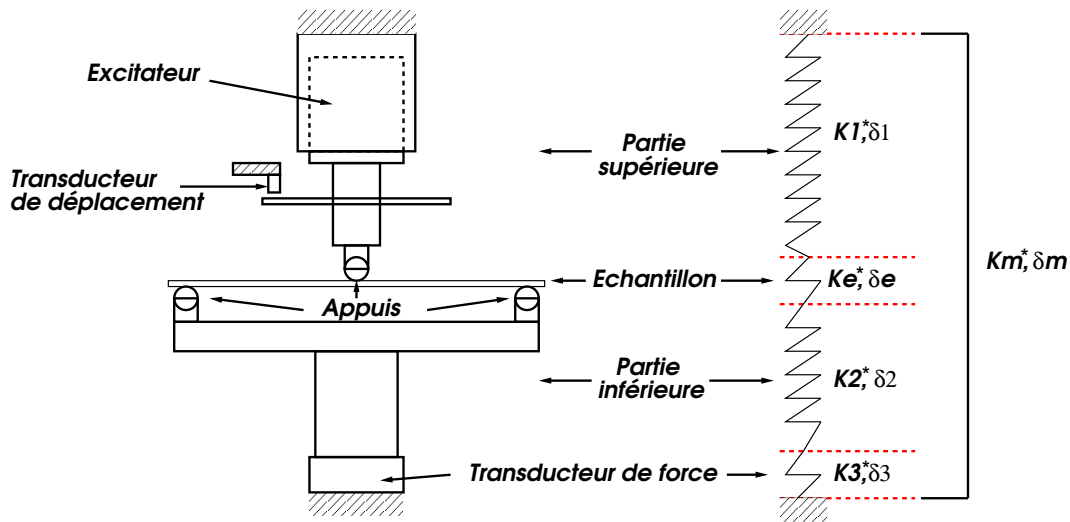


FIG. 2.8 – Schéma simplifié et modélisation du visco-analyseur

La *figure 2.8* présente un principe schématisé du visco-analyseur. Nous avons cherché à dissocier les éléments constituant le dispositif afin de noter leur influence sur la mesure. Ce dispositif est composé d'une partie supérieure (excitateur électrodynamique + appui central) qui vient au contact de l'échantillon testé. Nous distinguons une partie inférieure, fixée sur un capteur de force et sur laquelle repose l'échantillon. Chaque constituant de ce dispositif introduit, de manière simplifiée, une raideur et un déphasage dus à la nature des matériaux utilisés et à la géométrie de la pièce.

La raideur mesurée K_m^* par le visco-analyseur n'est autre que la raideur complexe de l'ensemble, et s'exprime en fonction des raideurs complexes de chaque élément constituant le dispositif :

$$\frac{1}{K_m^*} = \frac{1}{K_1^*} + \frac{1}{K_e^*} + \frac{1}{K_2^*} + \frac{1}{K_3^*} \quad (2.5)$$

où K_e^* représente la raideur complexe dynamique de l'échantillon (δ_e déphasage échantillon).

Ne pouvant pas dissocier dans la masse les différents éléments constituant le visco-analyseur, nous avons fait l'hypothèse qu'ils puissent être regroupés pour correspondre à une raideur complexe machine K_{ma}^* et un déphasage machine δ_{ma} . L'équation 2.5 peut s'écrire plus simplement de la façon suivante :

$$\frac{1}{K_m^*} = \frac{1}{K_{ma}^*} + \frac{1}{K_e^*} \quad (2.6)$$

Nous avons représenté sur la *figure 2.9* les souplesses complexes des éléments constituant le visco-analyseur et celle résultante. Cette représentation graphique permet une meilleure compréhension du calcul qui va suivre.

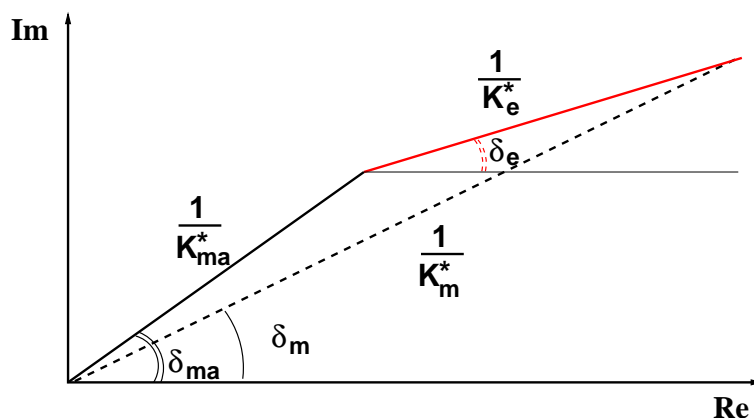


FIG. 2.9 – Représentation schématique de la souplesse complexe d'un échantillon pour un essai de AMD

2.3.1.3 Estimation de la raideur complexe et du déphasage d'un échantillon

A partir de l'équation C.34 (Annexe C.3), nous pouvons écrire la raideur complexe dynamique de l'échantillon :

$$K_e^* = \left(K_e - \frac{m_e}{2} \omega^2 \right) + iK_e'' \quad (2.7)$$

où m_e est la masse de l'échantillon et ω la pulsation des excitations en régime harmonique.

Connaissant la compliance de la machine, nous pouvons en déduire à partir de l'équation 2.6 les raideurs réelle K_e' et imaginaire K_e'' de l'échantillon s'écrivant :

$$K_e' = \tilde{K}_m \tilde{K}_{ma} \left[\frac{(\tilde{K}_{ma} \cos(\delta_m) - \tilde{K}_m \cos(\delta_{ma}))}{\tilde{K}_m^2 + \tilde{K}_{ma}^2 - 2\tilde{K}_m \tilde{K}_{ma} \cos(\delta_m - \delta_{ma})} \right] \quad (2.8)$$

et

$$K_e'' = \tilde{K}_m \tilde{K}_{ma} \left[\frac{(\tilde{K}_{ma} \sin(\delta_m) - \tilde{K}_m \sin(\delta_{ma}))}{\tilde{K}_m^2 + \tilde{K}_{ma}^2 - 2\tilde{K}_m \tilde{K}_{ma} \cos(\delta_m - \delta_{ma})} \right] \quad (2.9)$$

où $\tilde{K}_m = \|K_m^*\|$ et $\tilde{K}_{ma} = \|K_{ma}^*\|$.

Nous pouvons ainsi déduire de ces raideurs, l'angle de déphasage de l'échantillon donné par l'équation suivante :

$$\delta_e = \arctan \left(\frac{K_e''}{K_e'} \right) \quad (2.10)$$

2.3.1.4 Extraction du module complexe E^*

L'objectif de ce type d'essai reste la détermination des modules conservatif E' et dissipatif E'' . Nous considérons une poutre rectiligne de section constante sollicitée en flexion trois points pour de faibles déformations. Dans le cas d'un matériau homogène, isotrope et élastique, nous pouvons relier la raideur réelle de l'échantillon K'_e au module conservatif E' à travers l'équation raideur :

$$E'_e = (K'_e + \frac{m_e}{2}\omega^2)D_e \quad (2.11)$$

Nous définissons un nouveau coefficient D_e dépendant essentiellement des conditions aux limites, de la géométrie de l'éprouvette (et du coefficient de Poisson ν lorsque les effets du cisaillement sont considérés).

Nous verrons dans la suite de l'étude que le coefficient D_e est déterminé, classiquement par des modèles analytiques de poutre comme par exemple ceux de Bernoulli et Timoshenko (voir *annexe C.3*) mais aussi plus efficacement à partir d'une simulation numérique en EF.

2.3.1.5 Domaine de validité du modèle analytique

Le domaine d'utilisation de cette méthode est défini par le niveau de précision souhaité dans l'estimation du module conservatif du matériau testé.

La norme ISO 6721 propose une estimation du module conservatif d'un échantillon basée sur le modèle de Timoshenko qui prend en considération les déformations de cisaillement de la poutre. En revanche, cette norme ne considère pas les effets d'inertie de l'éprouvette en fonction des fréquences de sollicitation.

En d'autres termes, l'identification de E' se base sur le calcul de la raideur statique à laquelle est appliqué un déphasage dû à la viscosité du matériau, mais néglige totalement les effets d'inertie.

Pour cette raison, la norme contraint l'utilisateur à travailler sur des fréquences inférieures à 8 % de la fréquence fondamentale de l'échantillon testé (conditions aux limites *appuyé-appuyé*).

La variation relative de raideur entre la raideur statique (obtenue par le modèle de Timoshenko, indépendante de la fréquence) et la raideur dynamique (obtenue par le modèle de Timoshenko, intégrant les effets d'inertie) n'excède pas 0.7 % lorsque nous restons dans une gamme de fréquences inférieures à $f = 0.08f_0$. Ces modèles sont présentés en *annexe C*.

Contrairement à la norme, nous prenons en considération les effets d'inertie dans le calcul du module conservatif. Nous déterminons une raideur dynamique à partir d'une raideur statique, soit par une simulation numérique soit par un modèle analytique, sur lesquels sont appliqués les effets d'inertie (voir *équation 2.7*). Cette raideur dynamique est comparée à celle issue d'un calcul harmonique en EF (ANSYS).

Dans cette caractérisation, la variation relative de raideur équivalente à 0.7 % est alors atteinte pour une fréquence limite f égale à 26 % de la fréquence fondamentale de l'échantillon (conditions aux limites *appuyée-appuyée*).

La prise en compte des effets d'inertie dûs à la masse de l'échantillon, nous permet de balayer des spectres de fréquences beaucoup plus importants que ceux énoncés par la norme ISO 6721, sans augmenter l'erreur sur la raideur.

2. Techniques expérimentales utilisées

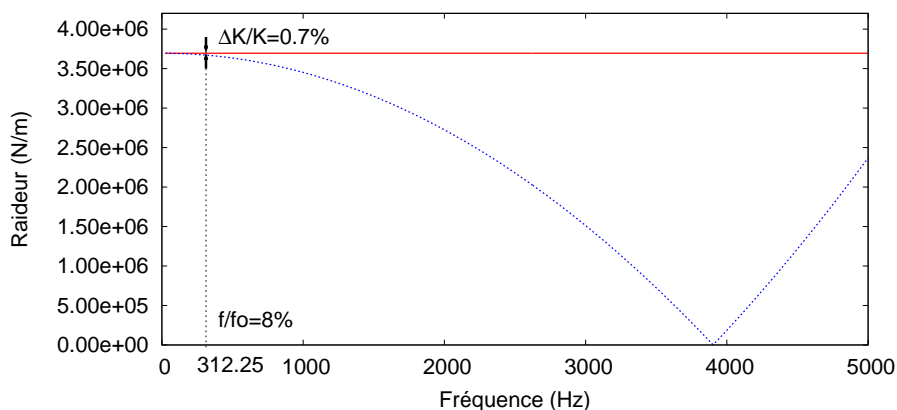


FIG. 2.10 – Etude du domaine fréquentiel d'utilisation préconisé par la norme ISO 6721, raideur statique de l'échantillon (trait rouge) et raideur issue du calcul harmonique en EF (pointillés bleus)

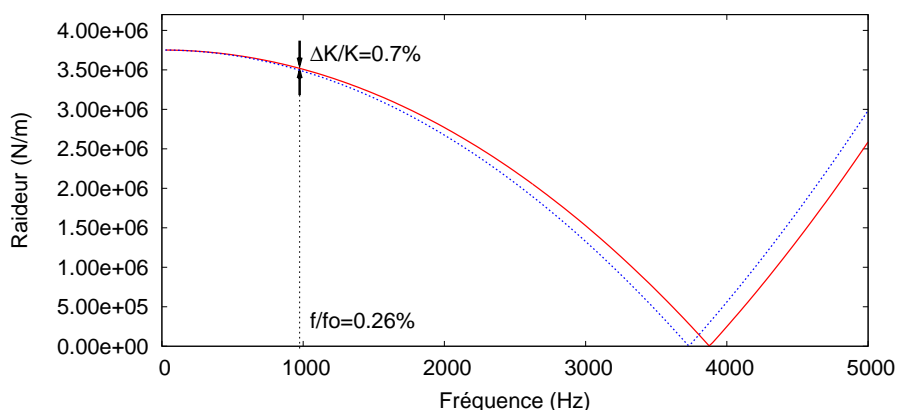


FIG. 2.11 – Etude du domaine fréquentiel utilisé dans l'extraction du module conservatif, raideur issue d'un modèle avec considération des effets d'inertie (trait rouge) et raideur issue du calcul harmonique en EF (pointillés bleus)

Prenons l'exemple d'un échantillon en acier, dont le module élastique vaut 200 *GPa* et le coefficient de Poisson 0.3. Cet échantillon, de dimensions 50×10×3.5 *mm*, est soumis à des sollicitations harmoniques en flexion. Les conditions aux limites sont *appuyée-appuyée*, et la longueur entre appuis est 45 *mm*.

Le graphe de la *figure 2.10* illustre le point de vue adopté par la norme ISO 6721. La variation relative de raideur de 0.7 % est atteinte dans cet exemple pour une fréquence de 312,25 *Hz*.

Dans notre cas, les deux approches intègrent les effets d'inertie, ce qui nous permet, pour une variation relative de raideur de 0.7 %, de déplacer la fréquence limite autour de 1000 *Hz*, *figure 2.10*.

L'approche utilisée dans notre étude permet de déterminer l'évolution du module élastique sur une plus large gamme de fréquence, allant de quelques hertz à 26 % de la fréquence fondamentale. Cette caractérisation de la gamme de fréquence s'applique aux cas des poutres en flexion (conditions aux limites *appuyé-appuyé*) quelles que soient les propriétés du matériau utilisé.

2.3.1.6 Phase de calibration

Pour tester des échantillons de raideur importante, il est nécessaire d'avoir une connaissance de la compliance du montage sur le visco-analyseur et surtout de ses effets sur les résultats. Cela représente une difficulté importante compte tenu du fait que ce type d'expérimentation est basé sur de faibles déplacements, de l'ordre du micromètre. La calibration de la machine d'essais repose sur l'utilisation d'échantillon de référence dont le matériau et la géométrie sont maîtrisés.

Calcul analytique de la compliance machine

La compliance du visco-analyseur est déterminée afin de connaître son influence sur les résultats de mesure. Nous estimons une évolution de la raideur complexe machine K_{ma}^* et du déphasage δ_{ma} en fonction des fréquences de sollicitation.

A partir de l'équation 2.6, la raideur complexe dynamique machine s'écrit :

$$K_{ma}^* = \frac{K_m^* K_e^*}{K_e^* - K_m^*} \quad (2.12)$$

avec K_e^* et K_m^* les raideurs complexes dynamiques respectivement de l'échantillon et de la mesure.

Nous en déduisons une raideur machine réelle :

$$K_{ma}' = \frac{\tilde{K}_e^2 K_m' - \tilde{K}_m^2 (K_e' - \frac{m_e}{2} \omega^2)}{\tilde{K}_e^2 + \tilde{K}_m^2 - 2[K_e' K_m' + K_e'' K_m'' - \frac{m_e}{2} \omega^2 K_m']} \quad (2.13)$$

et imaginaire :

$$K_{ma}'' = \frac{\tilde{K}_e^2 K_m'' - \tilde{K}_m^2 K_e''}{\tilde{K}_e^2 + \tilde{K}_m^2 - 2[K_e' K_m' + K_e'' K_m'' - \frac{m_e}{2} \omega^2 K_m']} \quad (2.14)$$

où $\tilde{K}_e = \|K_e^*\|$.

L'angle de déphasage est déterminé par le rapport de la raideur machine imaginaire sur celle réelle :

$$\delta_{ma} = \arctan \left(\frac{K_{ma}''}{K_{ma}'} \right) \quad (2.15)$$

Estimation de la compliance du montage utilisé sur le visco-analyseur

Nous nous sommes donc orientés vers la conception d'une éprouvette étalon en acier dont les caractéristiques mécaniques sont parfaitement connues. Nous avons choisi d'utiliser un acier

35 NCD 16 faiblement allié. Il est facile de retrouver ses caractéristiques dans la littérature mais il était préférable de le vérifier, notamment pour le module élastique.

Dans la littérature, la valeur du taux d'amortissement modal ξ pour cet acier est de l'ordre de $4 \cdot 10^{-4}$. Nous considérerons, dans l'estimation de la compliance du visco-analyseur, que cet acier est non visqueux et donc non amortissant.

L'amortissement de l'échantillon en acier étant négligeable ($\delta_e \approx 0$), seule la partie réelle de la raideur complexe de l'échantillon est conservée. La raideur dynamique de l'échantillon en acier devient alors :

$$K_e^* \text{ acier} = K_e' \text{ acier} = K_e \text{ acier} - \frac{m_e \text{ acier}}{2} \omega^2 \quad (2.16)$$

où $K_e \text{ acier}$ correspond à la raideur statique.

Ce qui nous permet de simplifier les équations 2.13 et 2.14 pour donner :

$$K_{ma}' = \frac{(K_e \text{ acier} - \frac{m_e \text{ acier}}{2} \omega^2)(K_m' - K_m^2)}{(K_e \text{ acier} - \frac{m_e \text{ acier}}{2} \omega^2)^2 + \tilde{K}_m^2 - 2K_m'(K_e \text{ acier} - \frac{m_e \text{ acier}}{2} \omega^2)} \quad (2.17)$$

et

$$K_{ma}'' = \frac{(K_e \text{ acier} - \frac{m_e \text{ acier}}{2} \omega^2)K_m''}{(K_e \text{ acier} - \frac{m_e \text{ acier}}{2} \omega^2)^2 + \tilde{K}_m^2 - 2K_m'(K_e \text{ acier} - \frac{m_e \text{ acier}}{2} \omega^2)} \quad (2.18)$$

De manière à estimer une compliance de la machine pour des essais de flexion trois points libre, nous utilisons une éprouvette de type poutre à section rectangulaire, de largeur 10 mm et d'épaisseur 3.5 mm . Cette géométrie a été choisie de manière à avoir une raideur équivalente aux éprouvettes en PMMA testées apr la suite. La longueur entre appuis est de 45 mm ce qui donne un rapport d'élancement faible, une correction peut être apportée afin de prendre en compte la déformation en cisaillement.

Une très grande attention a été apportée à la réalisation de cette éprouvette. En résistance des matériaux (RDM), pour une poutre en flexion, l'épaisseur de l'échantillon est un paramètre prépondérant dans le calcul de la raideur. La tolérance sur l'épaisseur se situe autour de $\pm 5 \mu\text{m}$. La rectification générant des contraintes résiduelles susceptibles de gauchir la pièce, la relaxation de cette dernière est obtenue par un traitement thermique de recuit.

Comparaison des raideurs issues de modèles analytiques avec celle obtenue par un calcul harmonique en EF

La raideur dynamique de l'échantillon en acier peut être obtenue soit par un modèle analytique soit par une modélisation numérique. Les quatre modèles analytiques (modèle de Bernoulli, de Timoshenko, basé sur la déformée dynamique avec ou sans cisaillement) utilisés dans cette comparaison sont présentés en *annexe C*.

Nous nous sommes donc intéressés à comparer les résultats, issus des différents modèles analytiques, avec ceux issus d'une simulation numérique en EF sous ANSYS. L'éprouvette étalon en acier a été modélisée par des éléments de type volumique (hexaèdre à 20 noeuds, SOLID95 sous ANSYS) avec pour conditions aux limites *appuyée-appuyée*. L'avantage d'une modélisation numérique est qu'elle n'intègre aucune hypothèse cinématique particulière.

Dans la modélisation numérique en EF, un déplacement est imposé sur la face supérieure au centre de l'éprouvette (*figure 2.12*). A partir d'une simulation de déformation harmonique,

nous obtenons la raideur réelle dynamique de l'échantillon en fonction des fréquences de sollicitation.

Les effets d'inertie dus à la masse de l'éprouvette ne peuvent pas, à priori, être négligés. Cette correction nous permet d'obtenir la raideur réelle dynamique de l'échantillon. Pour les modèles analytiques, cette modification est apportée en retranchant le terme $\frac{m_e}{2}\omega^2$ à la raideur statique calculée (problèmes similaires à celui présenté dans l'annexe C).

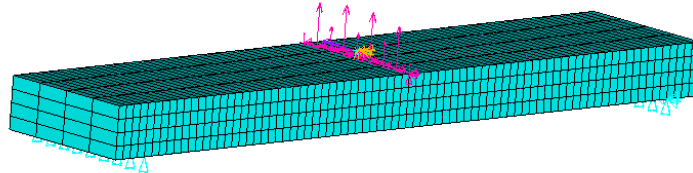


FIG. 2.12 – Modélisation numérique de l'échantillon étalon en acier avec un déplacement appliqué sur toute la largeur

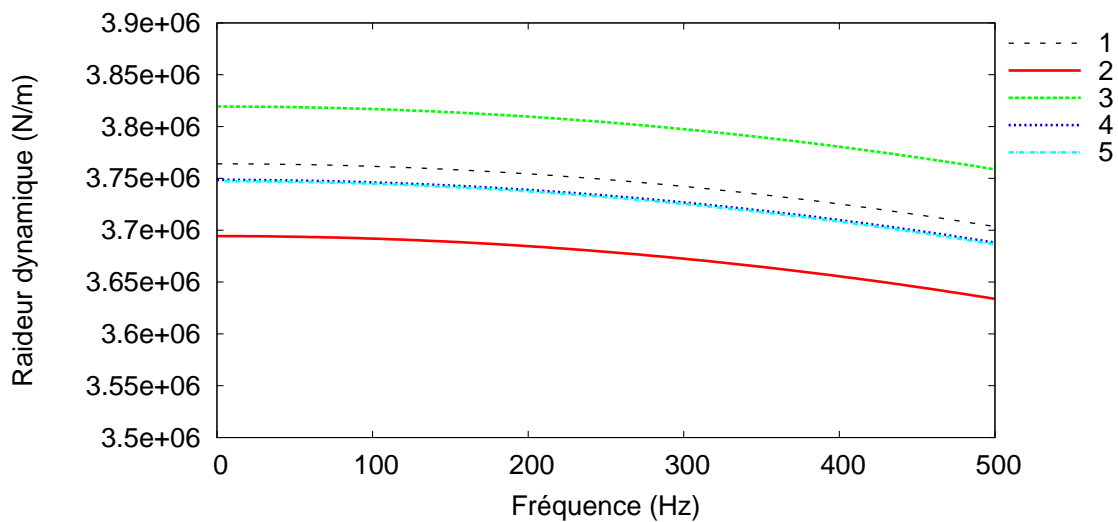


FIG. 2.13 – Raideurs dynamiques (analytiques et numériques) pour l'échantillon étalon en acier de dimensions $50 \times 10 \times 3.5 \text{ mm}$

Le graphique de la *figure 2.13* regroupe l'ensemble des évolutions des raideurs réelles dynamiques calculées pour l'échantillon étalon en acier de dimensions $50 \times 10 \times 3.5 \text{ mm}$ en fonction des fréquences de sollicitation.

Nous pouvons distinguer les différentes courbes de raideur dynamique correspondant aux descriptions suivantes :

courbe 1 (pointillé noir) : modèle de Bernoulli

courbe 2 (rouge) : modèle de Timoshenko

- courbe 3 (pointillé vert) : modèle basé sur la déformée dynamique sans cisaillement
- courbe 4 (pointillé bleu) : modèle basé sur la déformée dynamique avec cisaillement
- courbe 5 (pointillé violet) : modélisation numérique

Sur cette gamme de fréquences, ces résultats montrent que le modèle analytique basé sur la déformée dynamique avec cisaillement se superpose exactement à la simulation numérique. Cette superposition est étroitement liée à la géométrie de l'éprouvette et à la nature du matériau. Ce modèle sera utilisé dans la calibration de la détermination de la compliance du visco-analyseur abordée dans la suite.

Détermination expérimentale de la compliance du visco-analyseur VA2000

A partir des équations données *section 2.3.1.6*, nous pouvons déterminer une raideur complexe et un déphasage pour le visco-analyseur.

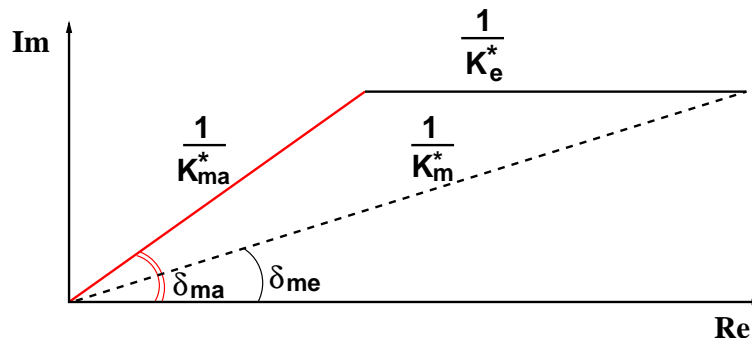


FIG. 2.14 – Détermination de la raideur complexe machine K_{ma}^* à partir d'un étalon en acier 35 NCD 16

Connaissant la raideur dynamique de l'échantillon étalon en acier (déphasage $\delta_e \approx 0$), nous déterminons directement la compliance de la machine d'essais (*figure 2.14*).

A partir de l'équation 2.6 et des essais réalisés sur l'étalon en acier, nous déterminons expérimentalement la compliance du visco-analyseur, en terme de raideur K_{ma}^* et de déphasage δ_{ma} .

Le graphique de la *figure 2.15(a)* présente l'évolution de la raideur réelle machine K'_{ma} en fonction des fréquences de sollicitations. Cette raideur reste élevée devant celle de l'échantillon testé. Son influence peut être importante pour des échantillons de raideur élevée.

Nous pouvons de la même manière suivre l'évolution du facteur de perte inhérent à la machine ($\eta_{ma} = \tan \delta_{ma}$) en fonction des fréquences de sollicitation, représentée ici sur la *figure 2.15(b)*. Ces valeurs importantes de η_{ma} ne pourront pas être négligées dans la détermination du facteur de perte d'un échantillon testé.

Nous notons des pics d'amplitude sur les courbes de la raideur et du facteur de perte machine (*figure 2.15*) autour de 150 Hz et de 340 Hz. En effet, la première fréquence propre ($f_1=3866$ Hz) de l'éprouvette, déterminée par un calcul en EF, est trop éloignée pour avoir une influence quelconque sur la mesure. Il s'agit donc de phénomènes inhérents au système complet.

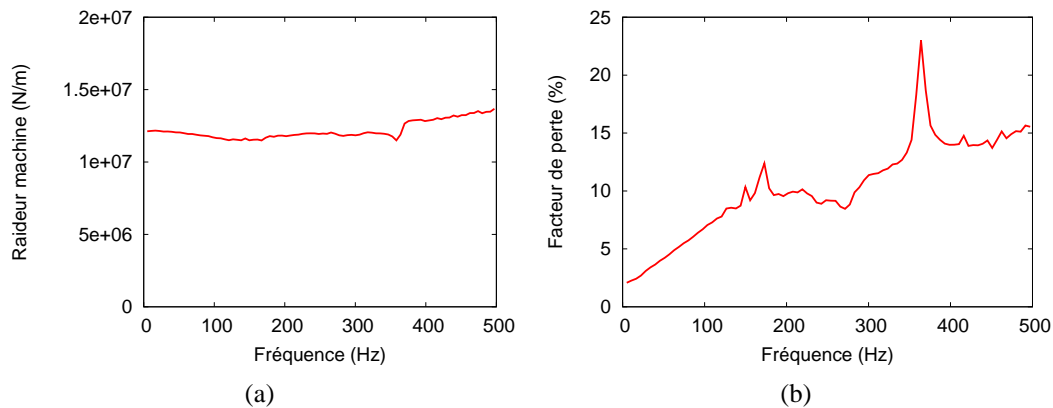


FIG. 2.15 – Evolution de la raideur K'_{ma} (a) et du facteur de perte η_{ma} (b) machine calculés à partir de la câle étalon en acier

L'ensemble de ces essais a permis de mettre en évidence la présence d'une compliance et d'un déphasage machine non négligeable pouvant avoir une influence importante sur la mesure. Une correction devra systématiquement être apportée sur la raideur et le déphasage mesurés, quels que soient les échantillons testés.

2.3.2 Sollicitation en torsion

2.3.2.1 Dispositif expérimental

Le visco-analyseur, de type ARES (Advanced Rheometric Expansion System - Rheometric Scientific), permet d'étudier le comportement mécanique dynamique des matériaux sous sollicitations en torsion. Le fonctionnement du visco-analyseur ARES est basé sur le principe du pendule de torsion, *figure 2.16*. Nous appliquons à l'échantillon une déformation harmonique faible, de l'ordre de 0.1 %. La réponse de l'éprouvette aux sollicitations dynamiques est mesurée par un moment de torsion. Cette réponse est harmonique de même pulsation mais déphasée d'un angle δ . Son utilisation peut s'étendre des mesures de viscosité pour des matériaux visqueux à l'étude de la température de transition vitreuse des polymères. Cet appareil est un spectromètre mécanique capable de balayer un spectre de fréquences allant de $2 \cdot 10^{-6}$ à 80 Hz. Cette gamme de fréquences utilisables lors de l'essai est définie par le logiciel en fonction des dimensions de l'échantillon. Par exemple, pour une éprouvette en PMMA de dimensions $30 \times 10 \times 4$ mm, avec un taux de déformation de 0.1%, la fréquence maximale est atteinte aux environs d'une dizaine de hertz. Ce sont les limites de sécurité de la machine en fonction de la raideur des échantillons.

Dans notre étude, son utilisation se limitera au balayage d'un spectre fréquentiel à température constante (température ambiante $\approx 22^\circ\text{C}$). Nous utiliserons des mors de maintien dont le serrage est contrôlé par une clé dynamométrique afin d'avoir une bonne reproductibilité lors des différents essais.

Nous développons dans les lignes qui suivent le principe analytique d'extraction des différents paramètres mécaniques intéressants.

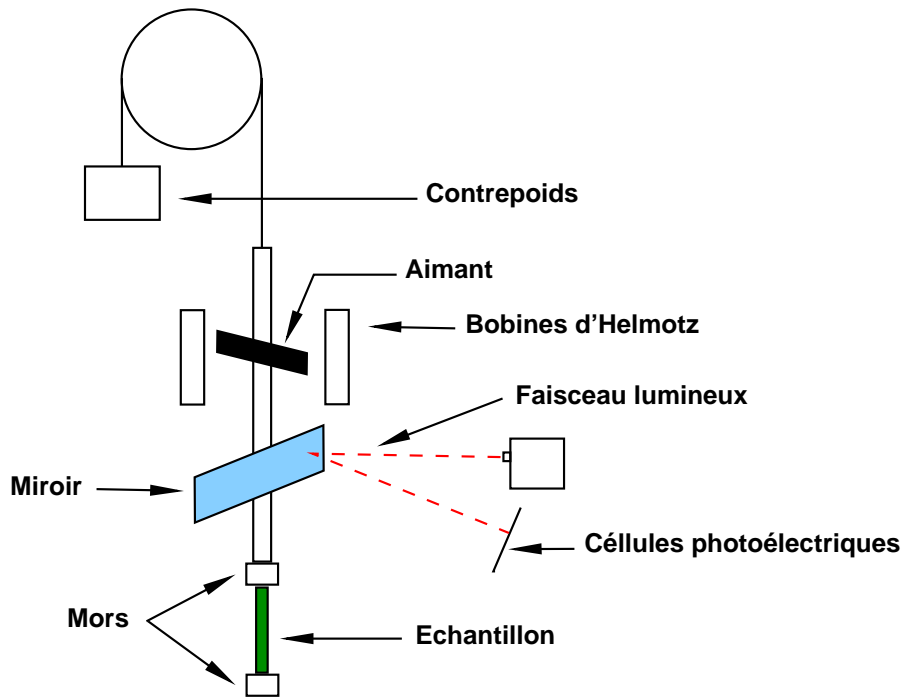


FIG. 2.16 – Schéma du pendule de torsion

2.3.2.2 Principe théorique

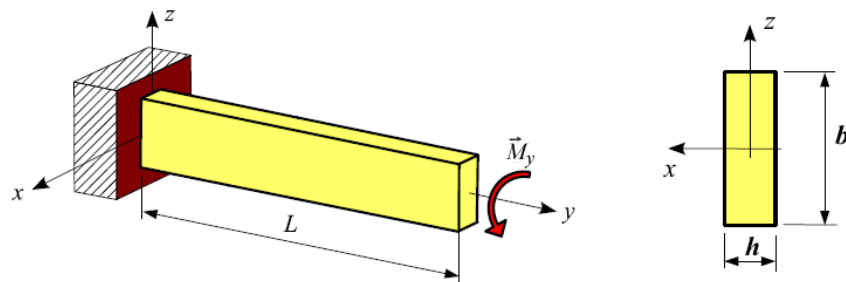


FIG. 2.17 – Schéma d'une poutre de section rectangulaire soumise à couple de torsion

Pour un matériau parfaitement élastique, le moment de torsion ou couple M_y est proportionnel au taux de rotation, il est obtenu à partir de la relation suivante :

$$M_y = GJ \frac{\partial \theta_y}{\partial y} \quad (2.19)$$

où G est le module de cisaillement (ou module de Coulomb) donné par :

$$G = \frac{E}{2(1+\nu)} \quad (2.20)$$

et J est la constante de torsion de Saint-Venant, dont l'expression est [19] :

$$J = \int \int_S \left(x^2 + z^2 + x \frac{\partial \Psi}{\partial z} - z \frac{\partial \Psi}{\partial x} \right) dS \quad (2.21)$$

où Ψ est la fonction de gauchissement.

Pour une poutre à section rectangulaire identique à celle de la *figure 2.17*, nous pouvons approximer analytiquement la constante de torsion par la relation [44] qui suit :

$$J = \frac{16}{3} h^3 b \left[1 - \frac{192}{\pi^5} \frac{h}{b} \sum_{n=1,3,\dots}^{\infty} \left(\frac{1}{n^5} \tanh \left(n\pi \frac{b}{2h} \right) \right) \right] \quad (2.22)$$

où h et b sont respectivement l'épaisseur et la largeur.

Connaissant parfaitement la géométrie de l'échantillon ainsi que le moment de torsion appliqué, nous pouvons déterminer le module de cisaillement qui s'écrit simplement :

$$G = \frac{M_y L}{\theta J} \quad (2.23)$$

où L est la longueur de l'éprouvette et θ l'angle de rotation en bout de poutre.

Dans le cas d'un matériau viscoélastique, nous avons vu dans le *chapitre 1* que la réponse du matériau est déphasée par rapport à l'excitation d'un angle δ . Dans ce cas, le module de cisaillement se décompose en une partie conservative G' et une partie dissipative G'' , correspondant respectivement aux parties réelle et imaginaire du module complexe de cisaillement.

Les modules conservatif et dissipatif de cisaillement s'écrivent :

$$G' = \cos(\delta) \frac{M_y L}{\theta J} \quad (2.24)$$

et

$$G'' = \sin(\delta) \frac{M_y L}{\theta J} \quad (2.25)$$

La valeur du module conservatif E' est déduite de la relation de l'équation 2.20 à partir de G' et du coefficient de Poisson ν du matériau.

2.3.2.3 Phase de calibration

Le calcul de la constante de torsion J est réalisé directement par le logiciel de l'ARES lors de l'essai. La relation utilisée [70] pour le calcul de J s'écrit :

$$J_{ARES} = \frac{h^3 b \left(1 - \frac{0.378 h^2}{b^2} \right)}{0.9807 \left(3 + \frac{1.8 h}{b} \right)} \quad (2.26)$$

où h et b sont respectivement l'épaisseur et la largeur.

Lors de la mise en place de l'essai, nous considérons que la section de l'éprouvette est rectangulaire et de dimensions constantes sur toute sa hauteur. En réalité, nous avons vu que la section de l'échantillon présente un retrait concave sur ses deux largeurs. La valeur de la

Calcul de J	Matériau	Section transverse dimension (mm)	J (m^4)	Erreur relative J (%)
Théorique (éq. 2.26)	PMMA	rect. 10×4	$1.65 \cdot 10^{-10}$	0
Numérique	PMMA	rect. 10×4	$1.60 \cdot 10^{-10}$	3.03
Numérique	PMMA	rect. concave 10×4.09	$1.61 \cdot 10^{-10}$	2.42
Numérique	4660T2	rect. concave 10×4.09	$1.60 \cdot 10^{-10}$	3.03

TAB. 2.1 – Sensibilité de géométrie d'éprouvette sur l'obtention de J et G'

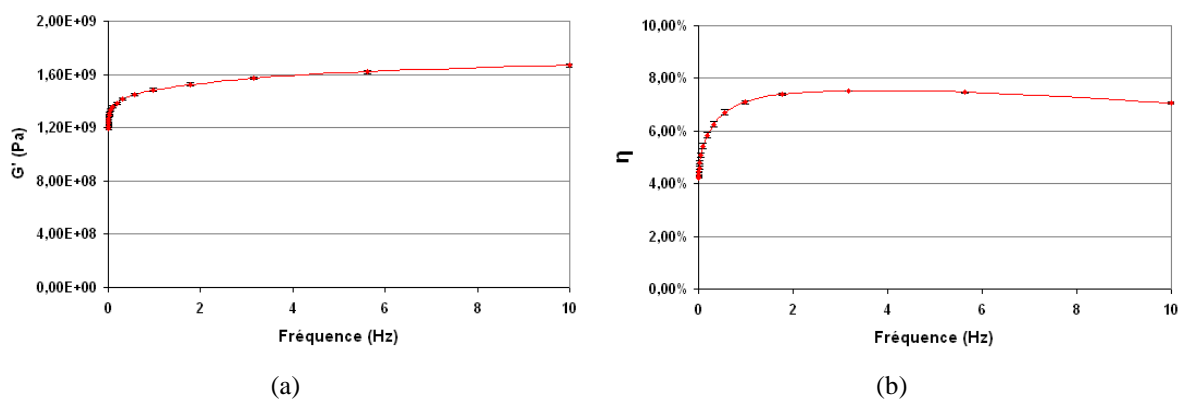


FIG. 2.18 – Essais de reproductibilité sur l'ARES sur des échantillons de PMMA, module de cisaillement conservatif G' (variation ± 0.7 %) et facteur de perte η (variation ± 2 %)

constante de torsion déterminée lors de l'essai par le logiciel est approchée de la valeur réelle. Le *tableau 2.1* rassemble les différentes valeurs de la constante de torsion J en fonction du mode de calcul, analytique ou numérique. Par une modélisation numérique des différentes sections d'éprouvette, nous estimons des valeurs de J .

Nous constatons des différences importantes pour les différentes sections considérées entre les calculs analytique et numériques. Nous notons une erreur relative de l'ordre de 3% sur le module de cisaillement G' . Une correction sur la constante de torsion, basée sur la mesure des aires des sections, doit être apportée en fonction des différentes formulations de composite.

Cette méthode d'analyse et d'identification des propriétés mécaniques dynamiques est très intéressante en terme de reproductibilité. Nous avons répété un essai de AMD sous sollicitations en torsion sur quatre échantillons différents de PMMA. Les résultats obtenus sont représentés en moyenne sur les graphes des *figures 2.18(a)* et *2.18(b)*. La variation maximale reste inférieure à 0.7 % pour le module de cisaillement et inférieure à 2 % pour le facteur de perte. Cette méthode est reproductible et semble intéressante pour investiguer les basses fréquences.

2.4 Analyse modale expérimentale

2.4.1 Introduction

Une compréhension détaillée de la dynamique des structures est essentielle pour la conception et le développement de nouvelles structures, et la résolution des problèmes sur des structures existantes [20]. L'analyse modale expérimentale permet de décrire une structure en terme de caractéristiques dynamiques propres. On parlera alors de fréquences propres, d'amortissement modal et de modes propres.

L'analyse modale, analytique ou expérimentale, permet de déterminer tous les paramètres modaux suffisants pour formuler un modèle mathématique dynamique.

La détermination des paramètres modaux d'un système mécanique se fait au travers de la mesure et de l'analyse d'une fonction de transfert. Cette fonction de transfert est encore appelée *fonction de réponse fréquentielle* ou *FRF*.

Le domaine d'utilisation de l'analyse modale est très vaste. Il s'étend d'une simple vérification expérimentale des fréquences propres (fréquences modales) à des simulations numériques basées sur le modèle modal. A partir d'une simple *FRF*, on peut observer des faiblesses structurelles dynamiques en terme de fréquences propres. Grâce à un ensemble complet de *FRF*, on peut visualiser les déformées propres associées.

La vérification et l'amélioration des modèles analytiques ainsi que la description qualitative des déformées modales font partie d'un large éventail d'applications des données modales. Cet ensemble de possibilités nous permet de mieux comprendre le comportement dynamique des structures.

Des outils numériques, tels que les logiciels de calculs en éléments finis, vont permettre de prédire la réponse d'une structure à des excitations données. Ces simulations numériques vont être un outil très utile dans la mise en place d'essais dynamiques et dans le traitement de l'information. Dans le cadre de cette étude, nous utilisons le logiciel de calculs en éléments finis ANSYS.

Dans notre cas, l'analyse modale va permettre d'étudier le comportement des composites pour des vitesses de sollicitations importantes. En minimisant l'effet de la viscosité, nous pouvons espérer tendre vers un module élastique proche de celui d'Young, d'où un intérêt particulier pour cette méthode.

2.4.2 Notion de base

L'étude expérimentale de la dynamique vibratoire d'une structure passe par l'analyse modale, basée sur la mesure des *FRF*. Tout au long de l'étude, nous porterons un grand intérêt à définir le principe et l'utilité de la *FRF*, car c'est une fonction de description du système [20].

2.4.2.1 Définition

Les forces opérantes sur une structure peuvent exciter des modes propres de vibration. On parlera alors de phénomènes de résonance. Les paramètres modaux de l'ensemble des modes

compris dans une gamme de fréquences, allant jusqu'à quelques milliers de Hertz, constituent l'essentiel d'une description dynamique complète du système.

L'analyse modale se limite aux basses fréquences car, pour les moyennes et hautes fréquences, d'une part la densité de modes devient trop importante et d'autre part les moyens de mesure sont limités.

Fonction de Réponse Fréquentielle

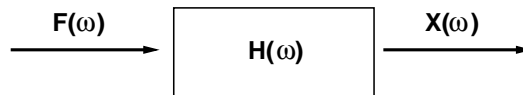


FIG. 2.19 – Schéma modèle de la FRF

Une façon d'aborder le problème est de faire appel à la mesure de la *FRF* qui est la réponse structurelle propre entre deux points de mesure. Comme le montre le schéma de la *figure 2.19*, le principe consiste à imposer une sollicitation connue $F(\omega)$ à une structure et de mesurer la réponse $X(\omega)$. Le modèle fréquentiel exprime les spectres de sortie et d'entrée, pondérés par une fonction de description (ou fonction de transfert) du système :

$$X(\omega) = H(\omega) \cdot F(\omega) \quad (2.27)$$

$H(\omega)$ est définie comme le rapport complexe entre le spectre de sortie et le spectre d'entrée en fonction de la pulsation ω .

$$H(\omega) = \frac{X(\omega)}{F(\omega)} \quad (2.28)$$

Cette fonction complexe $H(\omega)$ est appelée *FRF* dont l'amplitude (ou module) est $|H(\omega)|$ et la phase (ou argument) est $\phi(\omega)$.

Lorsqu'une force sinusoïdale, de pulsation ω , est appliquée sur une structure, elle produit, en régime stationnaire établi, un mouvement de sortie sinusoïdal de même pulsation. L'amplitude de sortie sera multipliée par $|H(\omega)|$ et la phase, entre la sortie et l'entrée, sera décalée d'un angle $\phi(\omega)$.

L'avantage de mesurer une *FRF* est qu'elle décrit les propriétés dynamiques d'un système linéaire indépendamment du type de signal utilisé, à condition que sa réponse soit linéaire. Par conséquent, la *FRF* est applicable aux excitations harmoniques et aléatoires.

L'analyse modale expérimentale est basée sur la mesure d'un ensemble de *FRF*. Le *tableau 2.2* répertorie quelques unes des *FRF* les plus courantes. Il est plus pratique d'utiliser l'accélération (rapport accélération sur force) car cela ne nécessite pas de transformations. En effet, les capteurs de mesure utilisés enregistrent directement l'accélération du déplacement à la surface de la structure. La compliance, la mobilité et l'accélération étant algébriquement liées, la mesure de l'une de ces valeurs est suffisante pour calculer les autres (par intégration).

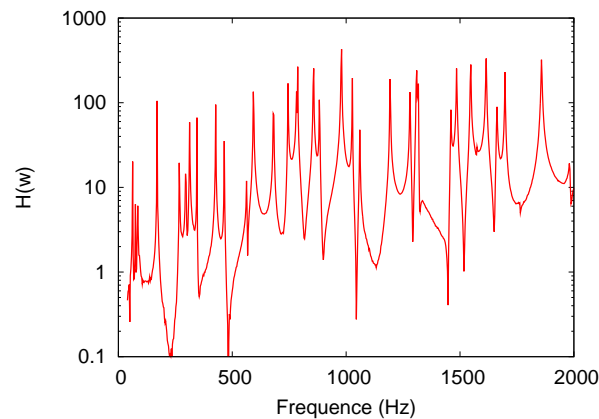
Une *FRF* peut être mesurée de plusieurs manières, soit successivement à des fréquences discrètes, soit simultanément sur une bande de fréquences. L'utilisation d'une force d'excitation

Déplacement X	$H = \frac{X}{F}$	Souplesse dynamique Compliance dynamique Réceptance	$H = \frac{F}{X}$	Raideur dynamique
Vitesse V	$H = \frac{V}{F}$	Mobilité	$H = \frac{F}{V}$	Impédance
Accélération A	$H = \frac{A}{F}$	Accélérance Inertance	$H = \frac{F}{A}$	Masse effective

TAB. 2.2 – Tableau des différentes *FRF*

en bande large permet un gain de temps par rapport à la technique d'excitation fréquence par fréquence.

La mesure d'une *FRF* sur une structure quelconque est généralement représentée par l'évolution de son amplitude en fonction des fréquences, comme le présente l'exemple de la *figure 2.20*. Nous distinguons facilement une série de pics, généralement étroits quand l'amortissement est faible, indiquant la présence de résonances dont on pourra noter la fréquence propre. Dans le cas de structures faiblement amorties, on peut assimiler la fréquence de résonance à la fréquence propre, mais nous nous plaçons ici dans un cadre plus général.

FIG. 2.20 – Exemple : amplitude d'une *FRF* pour un échantillon en aluminium

La résonance est un phénomène qui se produit lorsqu'un système oscillant est excité en régime permanent par un signal périodique dont la fréquence est égale à une fréquence propre du système. S'il y a résonance, l'énergie absorbée par le système est maximale (transfert maximal d'énergie moyenne entre exciteur et oscillateur à la résonance). Les fréquences propres peuvent être en nombre fini (systèmes à nombre fini de degrés de liberté) ou en nombre infini

dans le cas des systèmes continus.

Comme à chaque mode correspond une fréquence de résonance, la réponse dynamique du système, forcée ou libre, peut être réduite à un ensemble de modes discrets. Notons que pour des géométries présentant certaines symétries, certains modes propres peuvent être doubles (exemple d'un disque ou d'une plaque carrée).

Modèle dissipatif élémentaire à un degré de liberté (1 ddl)

La réponse structurelle au voisinage de chaque pic peut, quand l'amortissement est faible, être représentée par celle d'un système à 1 ddl (à identifier). Ces modèles, liés à un certain nombre d'hypothèses et de conditions aux limites, servent à interpréter le comportement dynamique d'une structure. Ils nous permettent de décrire les propriétés dynamiques de la structure à l'aide d'un ensemble fini de paramètres. Ces modèles nous permettront d'extraire les paramètres des données mesurées, par approximation (ou interpolation) de courbes ([62]).

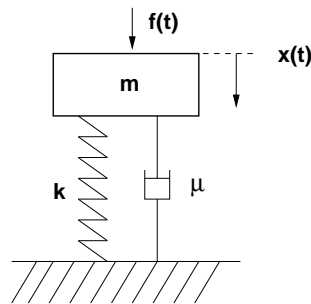


FIG. 2.21 – Schéma du modèle dissipatif élémentaire à 1 ddl

La *figure 2.21* représente un modèle analytique utilisé en analyse modale. Ce système est composé d'une masse m reposant sur un ressort linéaire de raideur k et un amortisseur visqueux linéaire de viscosité μ .

$$m\ddot{x}(t) + \mu\dot{x}(t) + kx(t) = f(t) \quad (2.29)$$

L'équation 2.29 est obtenue à partir du principe fondamental de la dynamique (*PFD*). Cette formule mathématique ainsi obtenue est une équation différentielle du second ordre. En effet, le système doit être en équilibre dynamique en égalisant les forces internes (inertie, amortissement et raideur) aux forces externes (excitation harmonique).

On pourra ainsi déduire une compliance dynamique (valeur complexe) qui s'écrit, dans le domaine fréquentiel, de la manière suivante :

$$H(\omega) = \frac{1}{-\omega^2 m + i\omega\mu + k} \quad (2.30)$$

où $i^2 = -1$.

Posons :

$$\omega_0 = \sqrt{\frac{k}{m}} \quad (2.31)$$

pulsation propre du système conservatif associé,

$$c_r = 2m\omega_0 = 2\sqrt{km} \quad (2.32)$$

amortissement critique,

$$\xi = \frac{\mu}{c_r} \quad (2.33)$$

facteur d'amortissement réduit ($c = 2m\omega_0\xi$), ou *taux d'amortissement*.

En fonction des termes que nous venons d'énoncer, la compliance dynamique peut s'écrire :

$$H(\omega) = \frac{1}{m(\omega_0^2 - \omega^2) + 2i\xi m\omega_0\omega} \quad (2.34)$$

La pulsation de résonance ω_r du système non conservatif est donnée par :

$$\omega_r = \omega_0 \sqrt{1 - 2\xi^2} \quad (2.35)$$

Observons (*figure 2.22*) le comportement de ce modèle sous excitation sinusoïdale, et examinons les variations d'amplitude $|H(\omega)|$ et de phase $\phi(\omega)$ en fonction des fréquences de sollicitation. Pour de faibles pulsations, la réponse ne dépend que de l'influence du ressort ($H(\omega) = \frac{1}{k}$), elle est en phase avec l'excitation. La déformée statique dépend uniquement de la raideur du ressort.

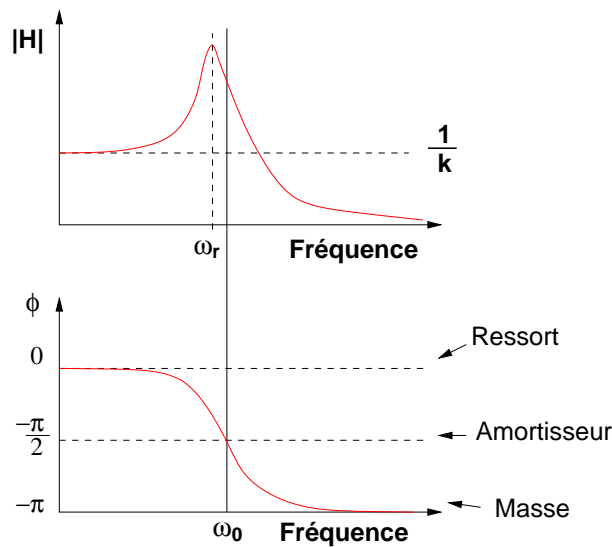


FIG. 2.22 – Interprétation du modèle analytique

Lorsque la fréquence augmente, l'influence de la force d'inertie devient de plus en plus importante ainsi que l'effet de retard qu'introduit l'amortissement. Une fois la valeur de ω_0 atteinte, les termes de masse et de raideur se compensent mutuellement. La réponse ne dépend que de l'amortissement ($H(\omega) = \frac{1}{i\omega\eta}$). Si nous avons un amortissement nul (équivalent au système conservatif), l'amplitude du pic de la compliance serait infinie. Plus l'amortissement est important, plus l'amplitude du pic de résonance diminue et s'arrondit en son sommet (acuité du pic affaiblie par le taux d'amortissement). A la pulsation propre ω_0 , la réponse est retardée d'un angle $\frac{\pi}{2}$ par rapport à l'excitation. Pour les pulsations supérieures à ω_0 , le terme de masse devient prépondérant ($H(\omega) = \frac{1}{-\omega^2 m}$). Le système commence à agir comme une simple masse et la compliance diminue. La réponse est retardée d'un angle π avec l'excitation.

Modèle non conservatif à n degrés de liberté (n ddl)

La *FRF* du système peut s'écrire sous la forme d'une somme des *FRF* de sous-systèmes à un ou quelques degrés de liberté :

$$H(\omega) = \sum_{k=1}^{\infty} H_k(\omega) = \sum_{k=1}^n H_k(\omega) + r_{n \rightarrow \infty} \quad (2.36)$$

où $r_{n \rightarrow \infty}$ est le résidu de troncature modale. Cette troncature modale permet de se limiter à un nombre fini n de modes propres, permettant de caractériser la réponse globale de la structure. Lorsque le résidu de troncature modale devient négligeable, l'influence des modes de rangs élevés sur la réponse de la structure reste très faible. Le nombre de modes propres utilisés est donc défini par l'analyse du résidu de troncature.

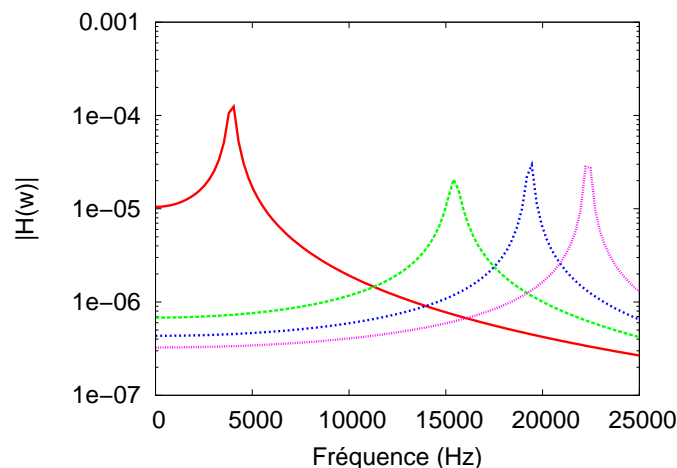
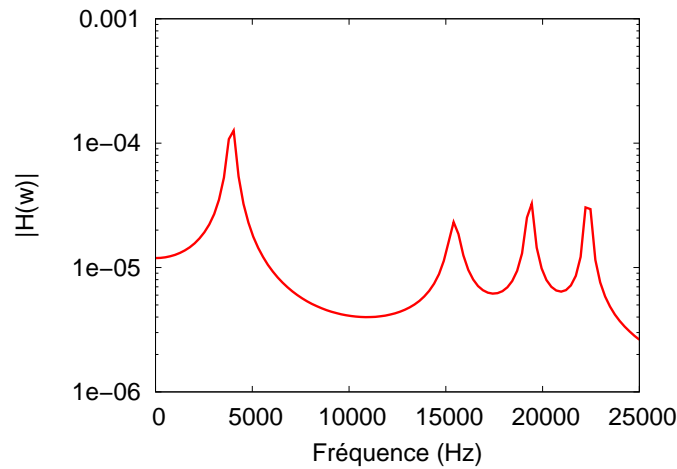


FIG. 2.23 – Exemple de discrétisation de l'amplitude d'une *FRF*

Lorsque les résonances (ou pics) sont suffisamment espacées (ou que l'influence de l'une sur l'autre est négligeable), la discrétisation utilisera des sous-systèmes à 1 ddl. Dans le cas où deux pics de résonance sont très proches, c'est à dire que l'un des deux modes peut avoir une influence non négligeable sur l'autre, nous choisissons un modèle associé à 2 ddl, par exemple.

FIG. 2.24 – Exemple de représentation de l'amplitude d'une *FRF*

2.4.2.2 L'amortissement

Les analyses dynamiques linéaires et non-linéaires, pour l'étude de la réponse vibratoire avec une excitation, ou pour l'analyse modale complexe, nécessitent de décrire les caractéristiques d'amortissement mécanique.

On dispose de plusieurs modélisations classiques, applicables à tous les types d'éléments finis disponibles :

- le modèle d'amortissement visqueux,
- le modèle d'amortissement hystérétique (dit aussi "amortissement structural")

pour l'analyse harmonique des matériaux viscoélastiques. Pour les analyses utilisant une base modale de modes réels, il est possible d'introduire directement des coefficients d'amortissements modaux dans le calcul de la réponse.

Un paramètre très important dans l'étude de la dynamique des systèmes est l'amortissement du matériau. Il est défini comme la capacité d'un matériau à absorber les vibrations par friction et à convertir l'énergie mécanique en chaleur.

Prenons l'exemple d'un matériau parfaitement élastique soumis à une sollicitation harmonique dans le domaine élastique, il vibrera sans perte d'énergie, sauf par frottements éventuels avec l'extérieur. Dans la réalité, les matériaux ne présentent pas de comportement aussi idéal. Les vibrations sont amorties plus vite que ne peut l'expliquer la perte d'énergie due aux frottements externes. Il est donc possible de rendre compte du comportement viscoélastique d'un matériau.

Comparaison amortissement visqueux et amortissement structural

Dans le cas de l'amortissement visqueux c , la force amortissante est proportionnelle à la vitesse (équation 2.37).

$$F = c\dot{x} \quad (2.37)$$

Cette force, en régime de vibration harmonique, peut s'écrire en notation complexe :

$$F = i c \omega x \quad (2.38)$$

L'amortissement visqueux est un terme proportionnel à la fréquence. L'amortissement structural dépend lui de la nature du matériau, il est dû aux frictions internes du matériau. Puisque la dissipation d'énergie dépend du système mécanique, il est très difficile de définir un modèle qui représente parfaitement cet amortissement. Le modèle de Coulomb est utilisé pour décrire la dissipation d'énergie causée par les effets de friction d'un glissement entre deux matériaux.

On étudie le cas où la structure est soumise à des sollicitations harmoniques. Compte tenu de la nature de l'amortissement structural, sa prise en compte se fait par la définition d'une raideur (ou rigidité) complexe k^* :

$$k^* = k(1 + i\eta) \quad (2.39)$$

Où η représente le facteur de perte.

La force de raideur du matériau, pour un modèle à 1ddl, est :

$$f = k(1 + i\eta)x \quad (2.40)$$

L'équation différentielle du mouvement de l'oscillateur à 1 ddl s'écrit :

$$m\ddot{x} + (1 + i\eta)kx = F_0 \quad (2.41)$$

Comme pour l'amortissement visqueux, l'amortissement structural est en quadrature de phase avec le déplacement (terme multiplié par i). On peut établir la comparaison suivante entre les deux types d'amortissements (*tableau 2.3*). Les termes en gras dans le *tableau 2.3* représentent des valeurs complexes, et ω_0 correspond à la pulsation propre.

Visqueux	Structural
<p>Bilans des forces</p> $(-m\omega^2 + k + i\omega c)\mathbf{X}e^{i\omega t} = \mathbf{F}e^{i\omega t}$	<p>Bilans des forces</p> $(-m\omega^2 + k(1 + i\eta))\mathbf{X}e^{i\omega t} = \mathbf{F}e^{i\omega t}$
<p>Réceptance</p> $\mathbf{H}(\omega) = \frac{\mathbf{X}}{\mathbf{F}} = \frac{1}{(k - m\omega^2) + i\omega c}$	<p>Réceptance</p> $\mathbf{H}(\omega) = \frac{\mathbf{X}}{\mathbf{F}} = \frac{1}{(k - m\omega^2) + i\eta k}$
$\mathbf{H}(\omega)k = \frac{\mathbf{X}}{\mathbf{F}}k = \frac{1}{1 - \left(\frac{\omega}{\omega_0}\right)^2 + i2\xi\frac{\omega}{\omega_0}}$	$\mathbf{H}(\omega)k = \frac{\mathbf{X}}{\mathbf{F}}k = \frac{1}{1 - \left(\frac{\omega}{\omega_0}\right)^2 + i\eta}$

TAB. 2.3 – Comparaison entre l'amortissement visqueux et structural

L'amortissement contrôle l'amplitude à la résonance ($\omega = \omega_0$), car nous avons :

$$\mathbf{H}(\omega_0)k = \frac{\mathbf{X}}{\mathbf{F}}k = \frac{1}{i2\xi} \quad (2.42)$$

Pour deux systèmes ayant comme seule différence le modèle d'amortissement et en considérant des amplitudes égales à la résonance ($\omega = \omega_0$), l'amortissement structural est donc nécessairement égal à deux fois l'amortissement visqueux :

$$\eta = 2\xi \quad (2.43)$$

Méthodes d'extraction du paramètre d'amortissement

Il existe de nombreuses méthodes pour mesurer ou pour caractériser l'amortissement pour les systèmes à 1 ddl. L'amortissement peut être estimé à partir de la réponse temporelle de la structure. Un système sous-amorti à 1 ddl, soumis à une force impulsionnelle à $t = 0$, donnera une réponse de déplacement $x(t)$ (figure 2.25). La mesure de l'amortissement est faite sur le taux de perte de la réponse. On parlera de décrément logarithmique δ qui est défini par l'équation :

$$\delta = \ln\left(\frac{x_1}{x_2}\right) \approx 2\pi\xi \quad (2.44)$$

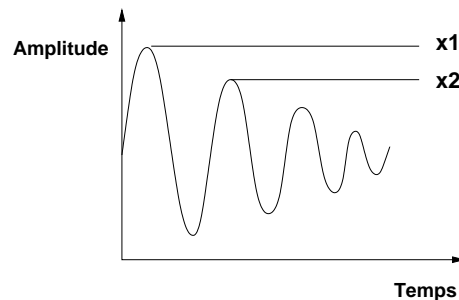


FIG. 2.25 – Réponse temporelle d'un oscillateur sous-amorti

L'identification de l'amortissement peut être faite aussi, de façon simple mais avec de nombreuses hypothèses, par la méthode de largeur de bande à -3 dB . Nous pouvons vérifier qu'à la résonance on observe pour tous types de FRF :

- un maximum d'amplitude
- un passage à zéro de partie réelle
- un extremum local de la partie imaginaire.

Une fois la pulsation de résonance ω_r déterminée, par son maximum d'amplitude A_{max} , nous recherchons les pulsations ω_1 et ω_2 pour lesquelles les amplitudes du module de la FRF sont égales à $\frac{A_{max}}{\sqrt{2}}$. $\Delta\omega = \omega_2 - \omega_1$ est appelée bande passante à -3 dB (ou largeur de bande à -3 dB).

Dans le cas d'un système à 1 ddl (figure 2.26) ou d'un système à n ddl faiblement amortis, pour lequel l'influence des autres résonances est négligeable sur le comportement de la résonance observée, l'amortissement s'écrit sous la forme suivante :

$$\eta = 2\xi = \frac{\omega_2^2 - \omega_1^2}{2\omega_r} \quad (2.45)$$

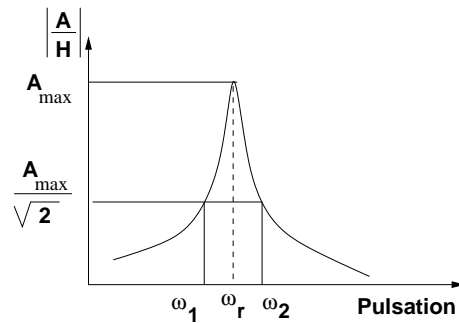


FIG. 2.26 – Zoom sur une résonance, méthode de largeur de bande à -3 dB

que l'on peut simplifier dans le cas d'un amortissement faible ($\xi, \eta \ll 1$)

$$\eta \approx \frac{\omega_2 - \omega_1}{\omega_r} \quad (2.46)$$

η représente le facteur d'amortissement structural.

2.4.3 Aspect expérimental

2.4.3.1 Dispositif expérimental

Le principe du banc expérimental pour réaliser des essais dynamiques est simple. Il comprend une chaîne d'acquisitions permettant d'enregistrer les signaux d'excitations et de réponses de la structure. Ces signaux seront donc traités et analysés par la carte d'acquisition et le logiciel de traitement. Comme le présentent les figures 2.27 et 2.30, ce dispositif est muni d'un excitateur (marteau de choc ou pot-vibrant) et de capteurs de mesure.

La mesure de la réponse est obtenue grâce à des accéléromètres fixés sur la structure. Il s'agit de capteurs d'accélération dynamique qui mesurent l'accélération des déplacements à la surface de l'échantillon.

Ces accéléromètres fonctionnent selon le principe piézoélectrique. Une partie piézoélectrique et une masse "sismique" forment, à l'intérieur du capteur, un système d'amortissement, précontraint par un ressort. Lorsque des vibrations agissent sur ce système, la masse exerce une force alternante sur la partie piézoélectrique ce qui provoque des charges électriques par suite de l'effet piézoélectrique. L'accéléromètre capte les vibrations puis les transmet à un amplificateur sous forme de tension. Ces variations de charge sont proportionnelles à l'accélération.

Nous utiliserons pour notre étude des accéléromètres Kistler de type 8732A500, à fréquence de coupure élevée (de l'ordre de 70 kHz). La plage d'utilisation pour la mesure de l'accélération est de $\pm 500g$ (g accélération gravitationnelle exprimée en N/kg ou $m.s^{-2}$) pour une sensibilité de 10 mV/g. Leur masse, d'environ 1 gramme, n'a qu'une très légère influence sur le comportement dynamique de la structure. Toutefois, nous verrons par expérience qu'il ne doit pas être systématiquement négligé, surtout pour des structures légères.

Plusieurs moyens existent pour fixer un accéléromètre sur une structure (colle, goujon, adhésif, aimant...). Dans le cadre de nos essais, nous obtenons de bons résultats en utilisant une

couche très fine de cire appliquée sur l'embase de l'accéléromètre. D'après [20], ce moyen de fixation possède un comportement linéaire jusqu'à une fréquence d'excitation de 8 kHz, mais cela dépend de la masse de l'accéléromètre. Sa mise en place est très rapide et permet un gain de temps non négligeable.

Les accéléromètres sont reliés à un amplificateur de charges qui permet de relever le signal de sortie à un niveau utile. Ce coupleur/amplificateur Kistler de type 5134 possède une deuxième fonction intéressante, celle de filtre pour les signaux d'entrée. Certains réglages peuvent être apportés directement à ce niveau pour limiter le bruit et fournir un signal de bonne qualité à la carte d'acquisition.

L'étape suivante représente l'acquisition des signaux par une carte National Instruments, type NI-4552. Cet analyseur de signaux dynamiques nous offre un échantillonnage simultané des filtres anti-repliements et surtout un traitement "temps réel matériel" des données. Le passage d'un signal temporel à un spectre fréquentiel se fait au moyen de chipsets intégrés dans la carte permettant le calcul direct de la transformée de Fourier discrète (TFD). De plus, cette carte est munie de quatre entrées, ce qui permet d'utiliser en simultané au maximum trois accéléromètres et un excitateur pour une même structure. Sa vitesse d'échantillonnage va de 5 à 204.8 kilo-échantillon par seconde, ce qui permet d'investiguer des temps courts ou des fréquences élevées.

Enfin, la dernière étape consiste à afficher et analyser les données enregistrées. Le logiciel VirtualBench, distribué par National Instruments, permet de visualiser un ensemble de courbes et d'apporter quelques réglages.

2.4.3.2 Mode d'excitation

La mesure d'une FRF sur une structure implique que la structure soit excitée par des forces dynamiques mesurables [20]. Pour l'étude dynamique des structures, nous avons à disposition deux moyens d'excitation : un marteau de choc et un pot vibrant.

Test d'impact - Marteau de choc

Le test d'impact a été développé vers la fin des années 70 et est devenu la méthode la plus populaire dans le domaine des analyses modales. Le test au marteau de choc est très utilisé aujourd'hui, il est pratique et permet de déterminer rapidement les paramètres modaux d'une structure. Le schéma du dispositif expérimental est représenté sur la *figure 2.27*. Il est possible de tester une grande variété de structures de différentes natures. Différentes tailles de marteaux sont alors requises pour fournir une force d'impact appropriée à la taille de la structure.

La sollicitation au marteau de choc est un événement de très courte durée. L'impact transfère son énergie à la structure et produit ainsi une onde, *figure 2.28*. La forme du spectre d'un impact est déterminée, par la masse et la raideur de la structure et par la nature de l'objet qui sert d'impacteur [20]. Le spectre de force, visible sur la *figure 2.29*, est continu et décroissant dans une première partie (avant le premier passage à 0). Son amplitude est maximale à la fréquence nulle.

Un contrôle du spectre de force va nous permettre de déterminer la bande fréquentielle valide pour l'analyse de la FRF. En effet, la gamme utile va de quelques Hertz à une fréquence

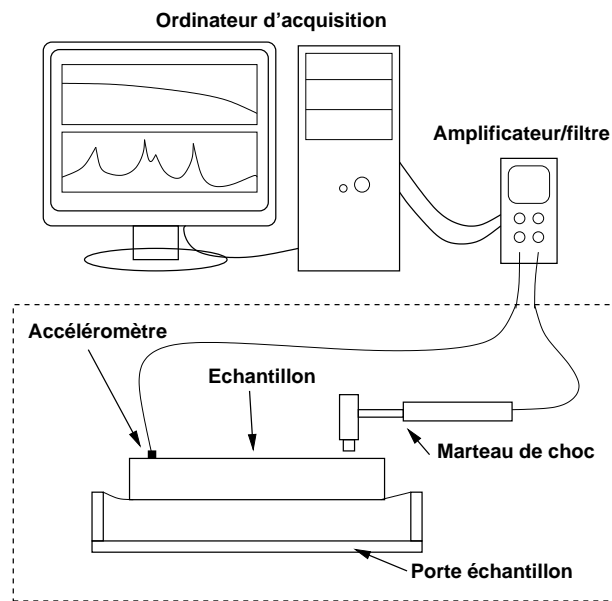


FIG. 2.27 – Dispositif expérimental d'un essai au marteau de choc

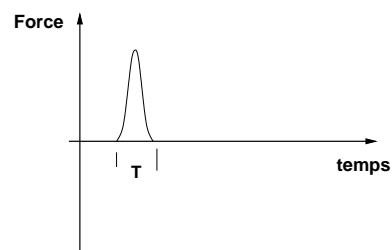


FIG. 2.28 – Amplitude du signal de force de l'impact

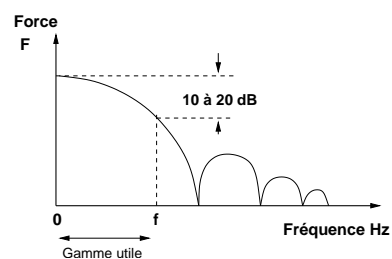


FIG. 2.29 – Amplitude du spectre de force de l'impact

de coupure f_c , fréquence pour laquelle l'amplitude du spectre a diminué de 10 à 20 dB, voir figure 2.29.

Un marteau est composé, en dehors du support (manche), de deux parties essentielles. L'extrémité du marteau, qui sera en contact direct avec la structure lors de l'impact, est composée

d'un élément de contrôle de raideur (embout). Nous détaillerons, dans les lignes qui suivent, la nature et la fonction de cet élément. Un capteur de force (accéléromètre), permettant de mesurer l'accélération de la force d'impact, est monté entre l'embout et le support du marteau. On peut aussi rajouter si nécessaire une masse additionnelle à celle du marteau (support+capteur+embout). La masse et la taille d'un marteau jouent sur la largeur de la plage de fréquence sollicitée, de 0 à quelques milliers de Hertz pour les plus petits et de 0 à quelques dizaines de Hertz pour les plus lourds.

Le marteau que nous utilisons pour nos essais est un marteau à impulsion 2000 *N*, modèle Kistler 9722A2000 d'une masse de 100 *g*. La plage de fréquence qu'il sollicite s'étend de 0 à 9300 *Hz*. La sensibilité du capteur de force est de 2 milli-Volts par Newton (*mV/N*).

Avant la réalisation d'essais, une procédure de configuration du marteau s'impose. Elle est indispensable pour déterminer le type d'embout à utiliser. Les embouts peuvent être de différentes natures, allant de l'acier au caoutchouc en passant par le plastique. Le *tableau 2.4* présente la gamme d'embouts à notre disposition. Les différents types d'embouts permettent de choisir la fréquence de coupure de l'impact et leurs raideurs déterminent le spectre de force. Les embouts agissent en quelque sorte comme un filtre mécanique passe-bas.

Type	Matériau	Masse (g)	Gamme de fréquence
9902A	Acier inoxydable	2.4	0 à 9000
9903A	Acier inoxydable	2.0	0 à 2600
9904A	PVC	2.2	0 à 1800

TAB. 2.4 – Caractéristiques des différents types d'embouts pour le marteau de choc

Avant chaque campagne d'essais, un calibrage de la chaîne d'acquisition est nécessaire et doit être réalisé pour vérifier la fiabilité du capteur de force ainsi que l'ensemble des câbles et connecteurs.

Nous avons donc vu qu'un des avantages majeurs des tests d'impact est sa rapidité d'exécution, car peu d'essais suffisent à obtenir des résultats satisfaisants. Cette méthode est intéressante pour l'étude de structures légères.

Les problèmes de fenêtrage ou d'échantillonnage imposent à l'utilisateur de configurer précisément la carte d'acquisition. Nous voyons apparaître des erreurs liées au traitement du signal et non pas à l'instrumentation. Une attention particulière sera portée sur le fenêtrage des voies d'entrées de la carte d'acquisition.

Les mêmes données peuvent être représentées, soit dans le domaine temporel, soit dans le domaine fréquentiel. Un événement court dans un domaine est long dans l'autre. C'est pour cela que des excitations courtes ont un spectre très large et qu'une sinusoïde continue ne compte qu'une seule ligne dans son spectre.

Dans notre cas, la carte d'acquisition enregistre un signal temporel qu'elle transforme dans le domaine fréquentiel au travers d'un chipset qui calcule la *TFD*. Si le temps d'observation est trop court, l'enregistrement est tronqué, et une fuite apparaît alors dans le domaine fréquentiel. Les fuites spectrales introduisent des erreurs non-linéaires liées à la longueur des enregistrements de la *TFD*.

On relève dans la bibliographie, essentiellement, l'utilisation de deux types de fenêtrages pour le test d'impact :

- *fenêtrage force* (ou *transitoire*) pour le signal d'excitation
- *fenêtrage exponentiel* pour le signal de réponse.

Ces deux fenêtrages sont appliqués aux signaux après qu'ils soient échantillonnés mais avant le calcul de la *TFD* dans l'analyseur.

L'utilisation du *fenêtrage force* permet, quand cela est nécessaire, de supprimer le bruit du signal d'excitation. Plus précisément, ce fenêtrage préserve les échantillons autour du pic d'excitation, et supprime le bruit sur les autres échantillons du signal. La fenêtre exponentielle permet d'éviter les effets de fuites pour les structures peu amorties et d'atténuer le bruit sur la réponse d'une structure très amortie.

Dans certains cas, il sera obligatoire d'apporter une correction sur l'amortissement final de la réponse car le fenêtrage ajoute un amortissement connu à la réponse.

Nous présentons rapidement le principe des essais au marteau de choc réalisés. L'échantillon repose sur des élastiques tendus afin de limiter l'influence des fixations et de s'affranchir d'une modélisation numérique des conditions limites. On fixe un ou plusieurs accéléromètres (présentés précédemment) sur la structure pour mesurer l'accélération des déplacements à sa surface. Nous venons exciter l'échantillon par un impact au marteau de choc. Les signaux sont mesurés puis traités pour obtenir une ou plusieurs *FRF*.

Pot vibrant

Toutes les structures ne peuvent pas être testées au marteau de choc, par exemple les structures de très petites tailles. Lorsque le test d'impact est inutilisable, la mesure de la *FRF* se fait au moyen d'une excitation artificielle, avec un ou plusieurs pots excitateurs. De la même manière, l'excitateur va permettre d'exciter les modes intéressants d'une structure, là où le test d'impact n'est pas suffisant.

Les types d'excitateurs les plus communs sont les excitateurs électrodynamiques ou hydrauliques. Pour notre étude, nous utilisons un excitateur électrodynamique dont le principe est le suivant.

L'excitateur (que l'on appelle aussi pot vibrant ou vibreur) génère des impulsions basses fréquences et fonctionne suivant un principe électromagnétique. Le mouvement qu'il engendre est provoqué par celui d'une bobine, traversée par un courant électrique et placée dans un champ magnétique. Le champ est généré par un aimant permanent dans le cas des petits excitateurs (jusqu'à 500 N de force nominale) ou par un électroaimant dans les cas les plus importants. La force de Laplace F résultant du passage du courant dans la bobine s'exprime par la relation $F = BIL$, dans laquelle B représente l'induction magnétique (en Teslas), I l'intensité du courant (en ampères) et L la longueur du conducteur constituant la bobine mobile (en mètres).

Le courant électrique destiné au pot vibrant peut être généré soit par un générateur de signal basse fréquence (GBF), soit par une carte PCI génératrice de signal. Le signal émis passe par un amplificateur de puissance et alimente la bobine de l'excitateur. Dans notre cas, les différents signaux sont principalement des sinus balayés (sweep sine) avec des fonctions de montée linéaire, quadratique ou logarithmique. Ces signaux sont transmis à l'amplificateur par la carte génératrice.

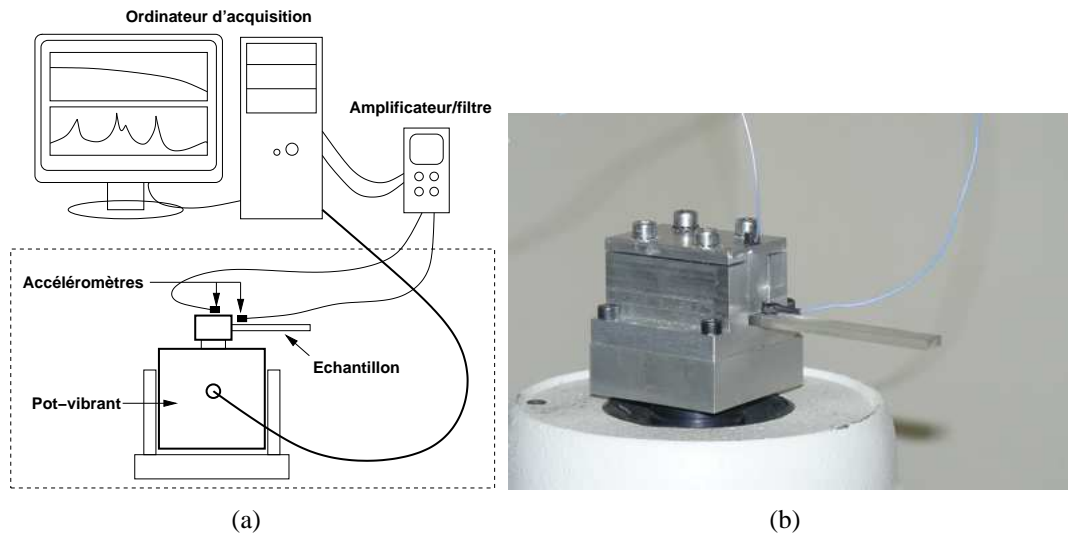


FIG. 2.30 – Dispositif expérimental d'un essai au pot-vibrant (a), et système d'encastrement fixé sur la partie mobile du pot-vibrant (b)

La force délivrée par le pot vibrant et l'accélération communiquée au capteur de force dépendent de ce courant. Il est important de savoir que la force appliquée est proportionnelle à la tension appliquée.

Notre banc d'essais (*figure 2.30*) est muni d'un exciteur LDS (Ling Dynamic Systems), de la série V406. C'est un transducteur électrodynamique à large bande fréquentielle, capable de fournir une force de 196 N. Sa gamme de fréquence utile s'étend de 35 à 9000 Hz, où 35 et 9000 Hz correspondent respectivement à la résonance de suspension (masse/ressort) et à la fréquence de résonance de la table (à vide). Ce pot vibrant est combiné avec un amplificateur LDS de type PA100E-CE.

Comme le présente le schéma de la *figure 2.30*, le montage est constitué d'un système d'encastrement (en aluminium) directement fixé sur la partie mobile du pot-vibrant, ne formant qu'une seule pièce. L'éprouvette est encastrée sur cette partie mobile par l'intermédiaire d'un mors de serrage (*figure 2.30*). Le serrage est contrôlé par une clé dynamométrique qui assure un serrage uniforme sur les quatre vis de maintien. Nous fixons deux accéléromètres, l'un sur la partie mobile et l'autre sur l'échantillon. A terme l'accéléromètre fixé sur l'éprouvette sera remplacé par un capteur laser de mesure de déplacement (mesure sans contact). Dans cette configuration, nous ne mesurons pas de force, seulement des accélérations pour ainsi obtenir une fonction de transfert.

L'utilisation d'un dispositif expérimental comportant un exciteur assure une bonne répétabilité des essais. En effet, les sollicitations imposées n'affectent pas directement la structure, et le signal dont elle est issue peut être répété de nombreuses fois. Le pot vibrant reçoit et reproduit plusieurs types de signaux différents. Les excitations les plus utilisées sont les excitations sinusoïdales et aléatoires (type "bruit blanc").

Sur un intervalle de temps donné, un signal aléatoire peut être assimilé à la somme de nombreuses composantes sinusoïdales dont l'amplitude et la phase sont aléatoires (mais à dis-

tribution contrôlée).

Nous sommes cependant confrontés à la présence de bruits de mesure lors de l'acquisition des signaux des réponses vibratoires. De manière à minimiser l'influence du bruit de mesure [20], l'estimation de la FRF a été effectuée à l'aide d'estimateurs $H_1(f)$ et $H_2(f)$ tels que :

$$H_1(f) = \frac{S_{FX}(f)}{S_{XX}(f)} \quad (2.47)$$

et

$$H_2(f) = \frac{S_{FF}(f)}{S_{XF}(f)} \quad (2.48)$$

où $S_{XX}(f)$ et $S_{FF}(f)$ sont respectivement les autospectres de la réponse et de l'excitation à la fréquence f , $S_{FX}(f)$ et $S_{XF}(f)$ sont les interspectres entre la réponse et l'excitation.

Les autospectres et les interspectres sont déterminés par les relations suivantes :

$$S_{FF}(f) = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (\bar{F}(f))_i (F(f))_i \quad (2.49)$$

$$S_{XX}(f) = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (\bar{X}(f))_i (X(f))_i \quad (2.50)$$

$$S_{FX}(f) = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (\bar{X}(f))_i (F(f))_i \quad (2.51)$$

$$S_{XF}(f) = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (\bar{F}(f))_i (X(f))_i \quad (2.52)$$

expressions dans lesquelles $\bar{X}(f)$ et $\bar{F}(f)$ sont respectivement les complexes conjugués des vecteurs sortie $X(f)$ et de d'entrée $F(f)$.

La fonction de cohérence exprime la linéarité entre les signaux d'entrée et de sortie, elle est donnée par la relation suivante :

$$\gamma^2(f) \equiv \frac{|S_{XF}(f)|^2}{S_{FF}(f) S_{XX}(f)} \quad (2.53)$$

où $0 \leq \gamma^2(f) \leq 1$.

Comme nous l'avons vu pour les tests d'impacts au moment de l'acquisition, certains signaux introduisent des fuites spectrales. De la même façon, les signaux d'excitation et de réponses sont soumis à des fenêtrages, ce qui limitent les effets de distorsion de la *FRF* dus aux fuites. Mais, les fenêtrages ne suppriment jamais totalement ces effets. Ils sont utilisés dans beaucoup de mesures lorsque cela est nécessaire. Les fenêtrages les plus utilisés sont Hanning, Flat Top ou encore exponentiel/force. Il est important de retenir que le fenêtrage, quel qu'il soit, a un effet sur la représentation fréquentielle des données et sur la mesure de l'amortissement en particulier. Selon certains auteurs, comme Peter Avitabile [3], le fenêtrage cause des pertes de précisions sur l'amplitude des pics et fait apparaître plus d'amortissements que ce qu'il en existe réellement. Ces erreurs sont toutefois plus acceptables que les effets de distorsion dus aux fuites.

2.4.4 Détermination des paramètres mécaniques dynamiques

Nous nous intéressons plus particulièrement à la détermination des propriétés mécaniques dynamiques telles que le module élastique et le taux d'amortissement modal. Plusieurs étapes successives sont nécessaires pour obtenir ces propriétés. Nous cherchons dans un premier temps à extraire les paramètres modaux à partir d'une *FRF* pour ensuite calculer les propriétés dynamiques intéressantes. La *figure 2.31* représente le protocole à suivre, partant d'une *FRF* expérimentale, pour déterminer les propriétés dynamiques.

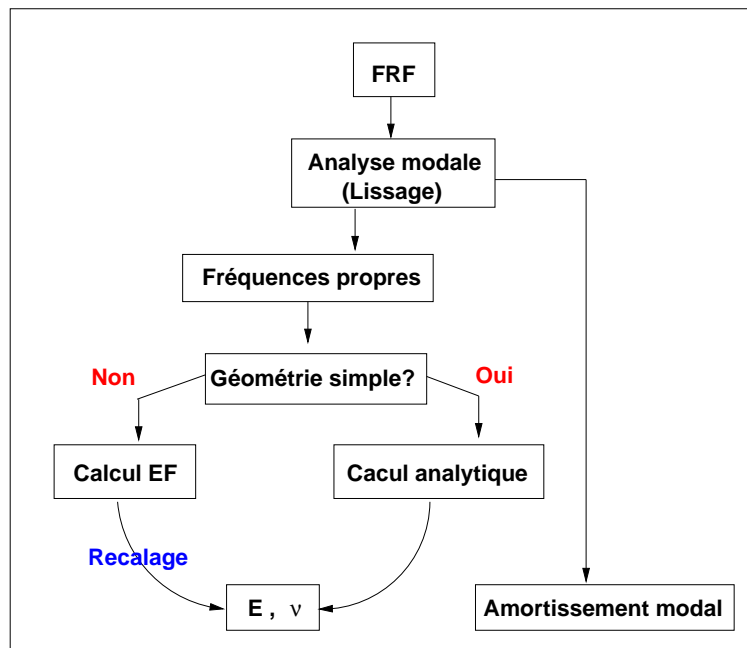


FIG. 2.31 – Principe d'identification des paramètres mécaniques

2.4.4.1 Extraction des paramètres modaux expérimentaux

Pour extraire les paramètres modaux expérimentaux, nous utilisons un logiciel d'analyse modale MODAN qui prend comme données d'entrée une ou plusieurs *FRF* expérimentales. La procédure d'extraction, développée par J. Piranda [62], est basée sur l'analyse des pics de résonance de l'amplitude de la *FRF*.

L'extraction des paramètres modaux sous MODAN est réalisée à partir d'une méthode de lissage de la *FRF* au voisinage d'un pic de résonance. Théoriquement, il est possible d'identifier simultanément un grand nombre de modes, mais pratiquement il est préférable de travailler par bandes de fréquences contenant un mode isolé ou plusieurs modes à fréquences propres voisines. Cette méthode de lissage est très bien présentée par J. Piranda dans le manuel d'utilisation de MODAN, [62].

L'utilisation de MODAN dans l'extraction des paramètres modaux permet de conduire une analyse modale sur des bandes de fréquences et de vérifier pas à pas la qualité des résultats.

2. Techniques expérimentales utilisées

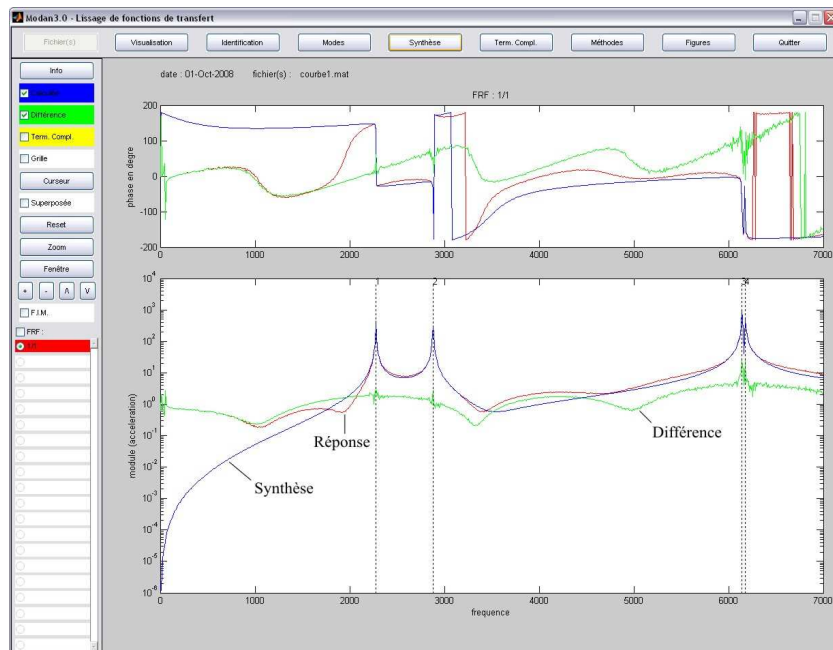


FIG. 2.32 – Interface graphique utilisateur du logiciel d'analyse modale MODAN

La procédure de lissage exige de la part de l'utilisateur de comptabiliser et localiser les modes dans la bande de fréquences d'analyse. Cette méthode est complétée par la méthode globale [62], qui permet de déterminer le nombre de modes effectifs à prendre en compte dans la bande de fréquences étudiée.

La procédure de lissage détermine par moindres carrés les numérateurs des fonctions de transfert à partir des valeurs des pulsations complexes identifiées.

A partir de la synthèse de la réponse effectuée en utilisant les paramètres modaux identifiés pour chacun des modes, nous pouvons visualiser la contribution de ces deux modes dans la réponse ainsi que la différence (figure 2.32). La différence peut faire apparaître de manière évidente la présence de modes alors que sur la réponse ces modes sont quasiment indétectables. A cet effet, il est possible d'identifier ces modes sur la différence calculée.

D'autre part, lorsque les modes ont été identifiés dans la bande de fréquences de mesure, nous pouvons observer une différence entre la réponse mesurée et la réponse synthétisée. Si cette différence ne fait plus apparaître de modes, cela signifie qu'elle doit être imputée à l'influence des modes extérieurs à la bande de fréquences étudiées.

2.4.4.2 Identification du module élastique

Nous présentons, dans les lignes qui suivent, une méthode rapide et simple pour extraire le module élastique à partir d'une fréquence propre mesurée lors d'un essai.

Considérons l'approche inverse. Connaissant la géométrie de la structure ainsi que les propriétés mécaniques du matériau (module élastique, coefficient de Poisson et densité), nous pouvons déterminer, d'un calcul analytique ou d'une simulation numérique en éléments finis (EF),

les valeurs des fréquences propres désirées.

Pour illustrer cette idée, prenons le cas d'un oscillateur linéaire à n ddl en régime libre par exemple, l'équation générale du mouvement s'écrit :

$$[M]\ddot{x} + [B]\dot{x} + [K]x = 0 \quad (2.54)$$

où $[M]$, $[B]$ et $[K]$ sont respectivement les matrices de masse, d'amortissement et de raideur. x est le vecteur déplacement.

Le système conservatif associé à cet oscillateur linéaire s'écrit :

$$[M]\ddot{x} + [K]x = 0 \quad (2.55)$$

Les valeurs propres λ_i sont les racines du polynôme caractéristique obtenu par :

$$\det([K] - \lambda_i[M]) = 0 \quad (2.56)$$

Nous pouvons écrire la matrice de raideur :

$$[K] = [D] E \quad (2.57)$$

où $[D]$, facteur du module élastique E , intègre les paramètres géométriques et le coefficient de Poisson ν .

Posons pour la pulsation propre :

$$\omega_i = 2\pi C_i \sqrt{E} \quad (2.58)$$

où $\omega_i^2 = \lambda_i$.

De l'équation 2.56 découle la relation suivante :

$$\det([D] - C_i^2[M]) = 0 \quad (2.59)$$

où C_i représente les racines du nouveau polynôme caractéristique.

Nous obtenons une valeur de C_i pour chaque mode propre quelque soit la valeur du module élastique E . Les coefficients dépendent de la géométrie de la structure, du coefficient de Poisson ν et de la densité du matériau ρ , et du rang du mode propre étudié.

Lorsque la géométrie de l'échantillon investigué est simple (disque, plaque, poutre...), nous utilisons les méthodes analytiques (voir *figure 2.31*). Pour une géométrie plus complexe, nous nous orientons vers l'utilisation d'une modélisation et un calcul en EF. Dans chaque cas, nous devons considérer les conditions aux limites correspondantes à l'essai réalisé.

Connaissant la géométrie et les fréquences propres d'une structure ainsi que ν et ρ , nous pouvons aisément déterminer le module élastique du matériau étudié.

Pour illustrer cette procédure d'identification de E , nous présentons des applications faisant intervenir des géométries simples. Nous considérons pour les exemples suivants que le coefficient de Poisson reste constant quelque soit la fréquence de sollicitation. Cette hypothèse sera conservée pour la totalité de l'étude.

Application à une poutre (1D)

Dans cet exemple, nous traitons le cas d'une poutre sous sollicitations harmoniques en flexion. Le matériau est élastique, homogène et isotrope. L'estimation des fréquences propres est basée sur le modèle Euler-Bernouilli, où le rapport *longueur de la poutre sur épaisseur de la poutre* (L/h) est suffisamment grand pour négliger le cisaillement (voir *Annexe C.2.1*). C'est à dire que l'on considère que la rotation des sections droites de la poutre est telle que celles-ci restent orthogonales à la fibre neutre. Les fréquences propres de la poutre s'écrivent :

$$f_i = \frac{\beta_i^2}{2\pi L^2} \sqrt{\frac{EI}{\rho A}} \quad (2.60)$$

faisant intervenir le module élastique E et ρ la densité volumique du matériau utilisé, le moment d'inertie I , la longueur de la poutre L et l'aire de sa section A . Le paramètre adimensionnel β_n est à déterminer en fonction des conditions limites (*Annexe C.2.1*).

L'équation 2.60 permet de déterminer l'ensemble des fréquences propres d'une poutre à partir d'un module élastique E constant. Nous abordons le problème de manière inverse puisque notre objectif est d'obtenir une valeur de E à partir des fréquences propres f_i .

L'écriture simplifiée de l'équation 2.60 relie directement la fréquence f_i au module élastique E , elle se présente sous la forme suivante :

$$f_i = C_i \sqrt{E} \quad (2.61)$$

Nous déterminons ainsi des coefficients C_i , pour chaque mode i , qui restent constants quelque soit le module élastique choisi. En effet, ces coefficients dépendent de la géométrie de l'échantillon (ici une poutre), de la densité et du coefficient de Poisson du matériau, du mode investigué (rang i) et des conditions limites (nécessaires dans le calcul de β).

Nous pouvons ainsi exprimer un module élastique résultant de l'équation 2.61, à partir des fréquences de résonance f_i , en fonction des C_i calculés analytiquement :

$$E = \frac{1}{C_i^2} (f_i)^2 \quad (2.62)$$

Prenons maintenant le cas d'un matériau viscoélastique, caractérisé par une évolution du module élastique avec la fréquence : on note E_i le module élastique observé et correspondant à la fréquence f_i . L'équation 2.61 s'écrit alors :

$$f_i = C_i \sqrt{E_i} \quad (2.63)$$

L'identification du module élastique E_i d'un matériau viscoélastique à partir de fréquences propres mesurées expérimentalement ($f_{i \text{ mes}}$) s'appuie sur la relation :

$$E_i = \frac{1}{C_i^2} (f_{i \text{ mes}})^2 \quad (2.64)$$

Application à un disque (2D)

Nous présentons l'exemple d'un disque pour lequel nous identifions le module élastique à partir d'une modélisation analytique, puis d'un calcul modal en élastodynamique linéaire en

EF. Il s'agit d'un disque de PMMA de rayon $a=150\text{ mm}$ et d'épaisseur $h=9.6\text{ mm}$. Le matériau est viscoélastique, linéaire, homogène et isotrope, de densité volumique $\rho=1190\text{ kg.m}^{-3}$. Le coefficient de Poisson ν est fixé à 0.3 selon la littérature.

Les résultats obtenus pour chacune des deux méthodes sont ensuite comparés.

Pour la méthode reposant sur la modélisation analytique, nous déduisons l'expression analytique de C_{ij} , directement de l'équation permettant de calculer les fréquences propres du disque (présentée en *Annexe C.2.2*) :

$$C_{ij} = \frac{\lambda_{ij}^2}{2\pi a^2} \sqrt{\frac{h^2}{12\rho(1-\nu^2)}} \quad (2.65)$$

Les indices i et j correspondent respectivement au nombre de diamètres nodaux et au nombre de cercles nodaux. λ_{ij} est un paramètre fréquentiel adimensionnel, déterminé pour chaque mode. Les valeurs de λ_{ij} , nécessaires pour la suite du calcul sont regroupées en *Annexe C.2.2*.

Pour le *mode 1* par exemple, nous comptons seulement deux diamètres nodaux. Ainsi la variable i se verra attribuer la valeur 2 et j la valeur 0. Pour le *mode 2*, i et j prennent respectivement les valeurs 0 et 1. Nous déterminons, de la même manière, i et j pour l'ensemble des modes souhaités.

Pour la simulation numérique en EF, nous fixons constant le module élastique E . Connaissant le module et les fréquences propres de la structure, les valeurs des coefficients C_{ij} découlent directement de l'équation 2.62.

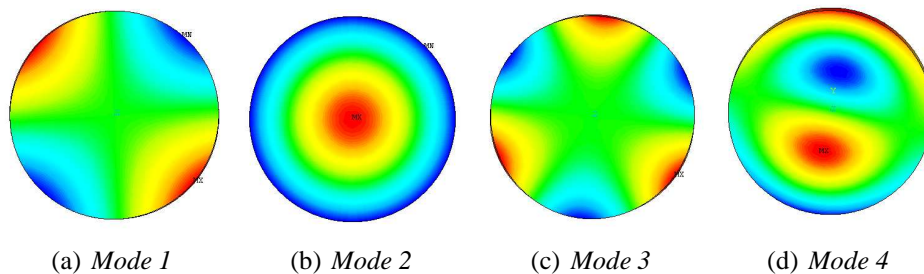


FIG. 2.33 – Représentation des quatre premiers modes propres d'un disque

La *figure 2.33* présente les quatre premiers modes propres du disque. Il s'agit d'une représentation numérique réalisée à partir du logiciel de calcul en EF, ANSYS. Les éléments utilisés sont de type volumique (hexaèdre à 20 noeuds). Nous pouvons clairement distinguer les diamètres et les cercles nodaux représentés en vert sur les *figures 2.33*. Les cercles et diamètres nodaux correspondent à des zones où les déplacements sont nuls ou très faibles. Les zones de couleurs rouge et bleu sont les zones où les déplacements sont respectivement maximal et minimal.

Le *tableau 2.5* représente les résultats pour C_{ij} obtenus par les deux méthodes. Quelque soit la méthode, ces résultats sont très proches. Les variations relatives sont inférieures à 1 %, ce qui a pour conséquence de faire varier au maximum le module élastique E_i de 2 %. La modélisation par éléments finis semble être beaucoup plus proche de la réalité car les EF volumiques utilisés ici n'intègrent aucune hypothèse cinématique particulière.

Mode	$C_{ij} (m^{\frac{1}{2}}.kg^{-\frac{1}{2}})$	
	Calcul analytique	Calcul numérique en EF
1	$3.14 \cdot 10^{-3}$	$3.17 \cdot 10^{-3}$
2	$5.42 \cdot 10^{-3}$	$5.47 \cdot 10^{-3}$
3	$7.30 \cdot 10^{-3}$	$7.33 \cdot 10^{-3}$
4	$12.25 \cdot 10^{-3}$	$12.26 \cdot 10^{-3}$

TAB. 2.5 – Comparaison de l'extraction de C_{ij} analytique et numérique

2.4.4.3 Calibration des essais utilisés en analyse modale

Essai au marteau de choc

La phase de calibration du système d'essai permet de vérifier la sensibilité du système à la mesure des paramètres modaux. Comme pour l'AMD, nous réalisons des mesures sur un matériau modèle dont les propriétés mécaniques sont connues. Le matériau utilisé est l'acier 35 NCD 16, dont les caractéristiques sont présentées à la *section 2.3*. Rappelons que cet acier est un matériau élastique, homogène et isotrope. Son amortissement est considéré comme nul ($\xi=0$) car il présente une faible viscosité par rapport à un polymère.

L'échantillon en acier est une plaque de dimensions $150 \times 70 \times 10 \text{ mm}$. L'analyse modale expérimentale a permis d'obtenir les fréquences de résonance des quatre premiers modes.

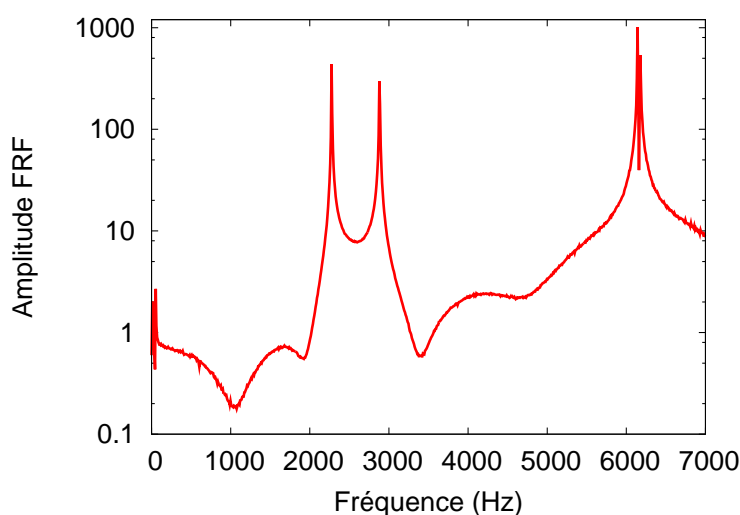


FIG. 2.34 – Amplitude d'une FRF (accélération) mesurée sur la plaque en acier 35 NCD 16 de dimensions $150 \times 70 \times 10 \text{ mm}$

L'extraction du module élastique E est réalisée à partir de la *FRF* mesurée dans MODAN, la *figure 2.34* présente l'amplitude de l'accélération pour la plaque en acier. La détermination du module élastique est basée sur le principe développé au *paragraphe 2.4.4*. Une modélisation

numérique en EF de l'échantillon suivie d'un calcul modal permet d'identifier les valeurs du coefficient C_i pour chaque mode. Pour un coefficient de Poisson fixé à 0.3 et à partir des C_i , nous déterminons les valeurs du module élastique (en GPa) pour les quatre premiers modes :

mode 1 : $E=198$

mode 2 : $E=199$

mode 3 : $E=198$

mode 4 : $E=198$

Les résultats de ce calcul se rapprochent des valeurs du module d'Young apparaissant dans la littérature, autour de $200 GPa$. L'amortissement modal mesuré ξ_i pour chaque mode est inférieur à $4 \cdot 10^{-4}$, ce qui confirme l'hypothèse émise précédemment. Le matériau étant très faiblement visqueux, l'amortissement modal reste négligeable.

Essai au pot vibrant

L'extraction du module élastique est basée sur une modélisation numérique en EF, respectant le plus fidèlement possible les conditions réelles de l'essai vibratoire. La poutre est encastrée sur la partie mobile du pot vibrant, elle est soumise à une excitation harmonique de force F non mesurée. Les conditions aux limites de l'éprouvette sont alors *guidée-libre* comme le présente le schéma de la *figure 2.35*.

Mais, les fréquences propres sont déterminées à partir d'une fonction de transfert H_{12} entre deux points de mesure du système *partie mobile du pot-vibrant/éprouvette*. H_{12} n'est autre que le rapport des déplacements mesurés X_1 sur X_2 . La démonstration exposée en *annexe C* montre que le problème se ramène à l'étude d'une poutre dont les conditions aux limites sont *encastrée-libre*.



FIG. 2.35 – Poutre *guidée-libre*

Nous avons réalisé des essais de reproductibilité sur différents échantillons d'une même formulation de composite, 2860T2. Les éprouvettes testées sont de dimensions $80 \times 10 \times 4 mm$. La variation observée sur les deux premiers modes de flexion dans le plan vertical ($\vec{x}\vec{z}$) n'excède pas 0.4 %. En revanche, la variation du facteur de perte se rapproche des 3 %, elle reste acceptable. Nous notons une bonne reproductibilité du protocole d'essais (du serrage de l'éprouvette dans l'encastrement, à l'extraction des paramètres modaux avec MODAN).

Nous nous sommes intéressés à l'influence que peut avoir l'accéléromètre en fonction de sa position sur la poutre. Les éprouvettes de composites (présentées *section 1.5*) qui sont testées

sur ce montage pèsent entre 4 et 8 g. Il est facile d’imaginer qu’un accéléromètre, d’une masse d’environ 2 g, ait une influence directe sur la mesure. Nous avons réalisé une simulation numérique sous ANSYS en modélisant l’accéléromètre comme une masse ponctuelle, à des positions différentes sur l’éprouvette. La position de l’accéléromètre est caractérisée par le rapport de sa distance à l’encastrement sur la longueur totale de l’éprouvette (hors encastrement), *figure 2.36* :

$$\Delta_L = \frac{d}{L} \quad (2.66)$$

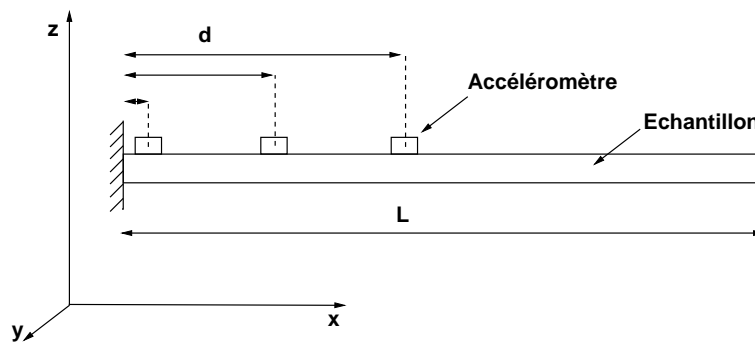


FIG. 2.36 – Position de l’accéléromètre sur la poutre lors de l’essai au pot-vibrant

L’étude de l’influence de l’accéléromètre est basée seulement sur les modes de flexion dans le plan vertical ($\vec{x}\vec{z}$) selon le schéma de la *figure 2.36*. Les dimensions de la géométrie modélisée dans cette simulation numérique sont identiques à celles des échantillons testés, c’est à dire $80 \times 10 \times 4 \text{ mm}$. Nous avons représenté, sous la forme de graphes (*figure 2.37*), les effets des différentes positions de l’accéléromètre sur les fréquences propres calculées numériquement sous ANSYS. Les variations relatives des fréquences propres de flexion sont données par la relation suivante :

$$\frac{\Delta f}{f} = \frac{f_{\Delta_L=x} - f_{\Delta_L=0}}{f_{\Delta_L=0}} \quad (2.67)$$

où x est la position relative de l’accéléromètre sur la poutre.

Ces résultats expérimentaux sur les variations relatives des fréquences propres de flexion sont présentées sur les graphes de la *figure 2.37*. Lorsque l’accéléromètre est proche de l’encastrement ($\Delta_L < 5 \%$), les variations relatives, prévues par la modélisation numérique, sur les fréquences propres de flexion dans le plan vertical ($\vec{x}\vec{z}$) sont très faibles, inférieures à 0.1 %. Ces courbes présentent des tendances identiques à celles issues de la modélisation numérique (*figure 2.37*).

La surestimation des valeurs obtenues par la simulation numérique vis à vis de celles mesurées découle directement de la modélisation de l’accéléromètre sur la poutre et du niveau d’excitation imposé.

Lorsque l’accéléromètre se situe près d’un noeud de vibration, il a peu d’influence sur la fréquence propre de l’échantillon. Lorsqu’on déplace l’accéléromètre, sa masse a un effet non négligeable sur les niveaux d’amplitude des déplacements de la poutre, quelque soit le mode étudié.

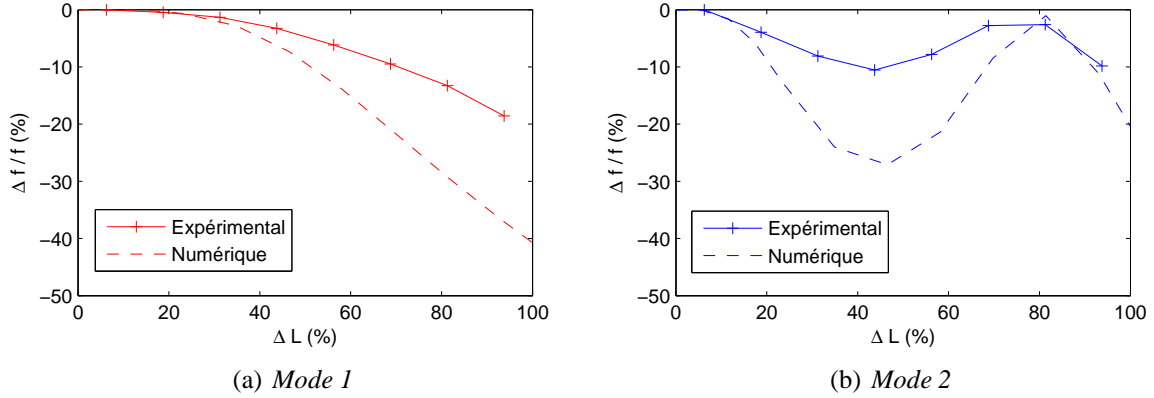


FIG. 2.37 – Représentation de l'influence de la position de l'accéléromètre sur les fréquences propres mesurées et modélisées pour les deux premiers modes de flexion

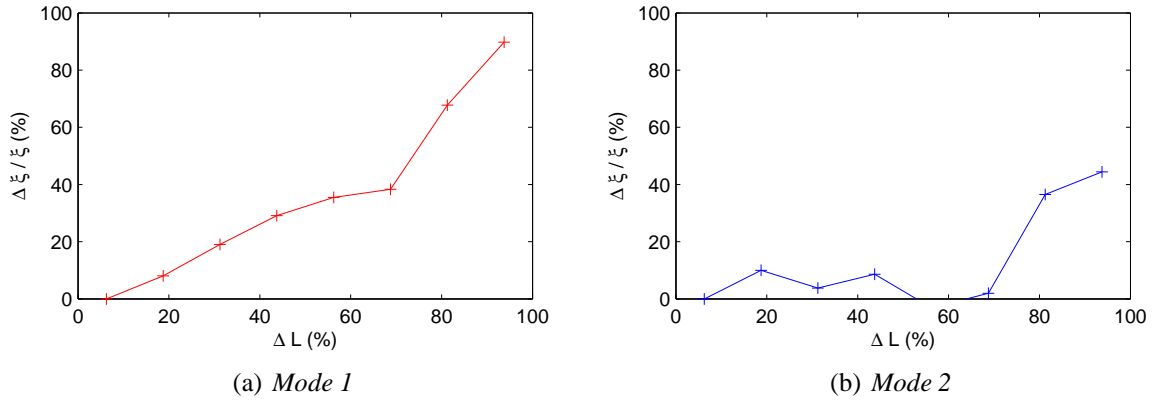


FIG. 2.38 – Représentation de l'influence de la position de l'accéléromètre sur le taux d'amortissement modal mesuré pour les deux premiers modes de flexion

Parallèlement, nous étudions l'effet de la position de l'accéléromètre sur le taux d'amortissement modal ξ . Les variations relatives du taux d'amortissement modal ξ sont données par la relation suivante :

$$\frac{\Delta \xi}{\xi} = \frac{\xi_{\Delta L=x} - \xi_{\Delta L=0}}{\xi_{\Delta L=0}} \quad (2.68)$$

où x est la position relative de l'accéléromètre sur la poutre.

Pour un niveau d'excitation constant, nous constatons une augmentation générale du taux d'amortissement modal dépendante de la position du capteur accélérométrique. Les évolutions mesurées des variations relatives de ξ , présentées sur la *figure 2.38*, dépendent directement des modes propres de flexion étudiés.

L'amplitude des déplacements de la structure varie en fonction de la position de l'accéléromètre et des niveaux d'excitation appliqués. Lorsque ces déplacements sont importants, ils sont à l'origine de l'apparition de frottements au niveau de l'encastrement. Une partie de cette dissipation d'énergie est mesurable par l'intermédiaire du facteur de perte, comme le montre la *figure 2.39*.

2. Techniques expérimentales utilisées

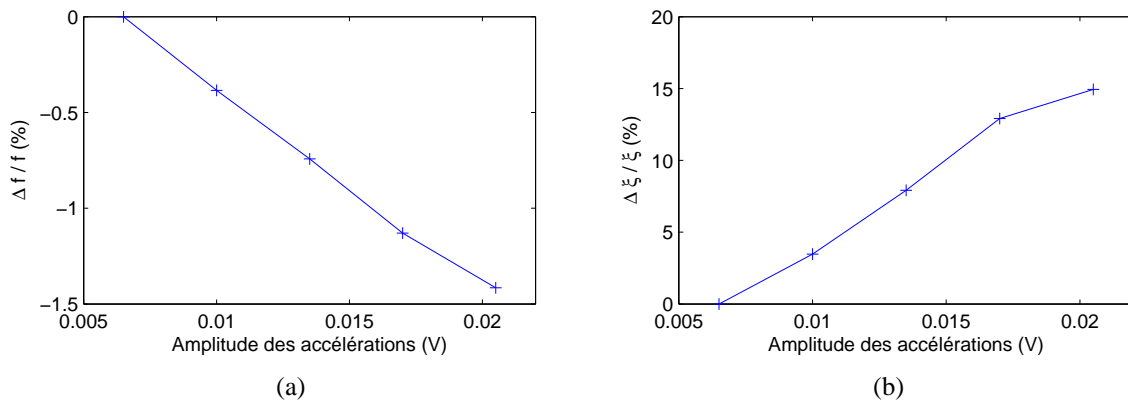


FIG. 2.39 – Influence de l'amplitude des accélérations d'excitation sur les fréquences propres (a) et le taux d'amortissement modal (b) mesurés pour le mode 2

Pour minimiser l'influence de la masse de l'accéléromètre sur l'ensemble des résultats, il est impératif de le positionner près de l'encastrement. En contre partie, les signaux de mesures accélérométrique, liés aux faibles niveaux d'amplitude des déplacements à la surface de la structure, sont entachés de bruit, rendant l'extraction des paramètres modaux très difficile.

L'augmentation de l'amplitude des accélérations de l'excitation du pot vibrant permet de limiter l'effet du bruit sur la FRF. Nous pouvons minimiser son influence lors de l'acquisition des signaux, par l'utilisation des estimateurs $H1$ et $H2$ (présentés *section 2.4.3.2*).

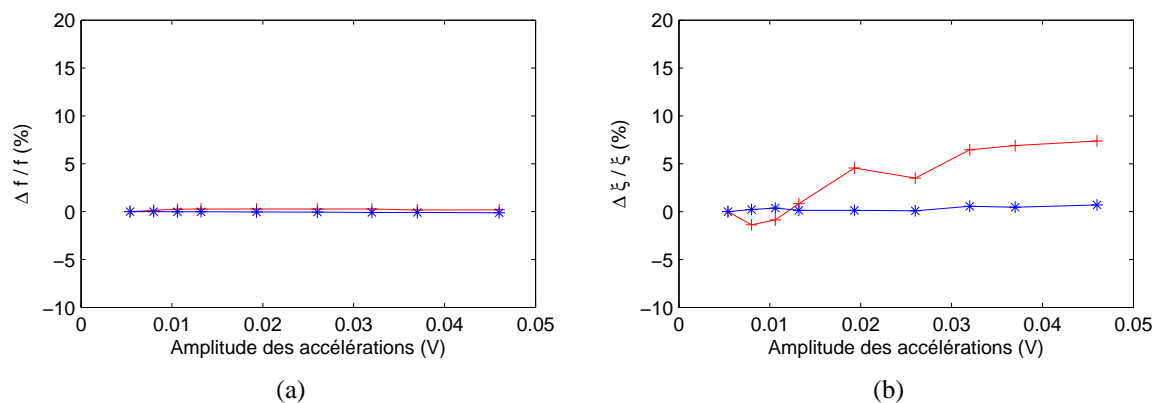


FIG. 2.40 – Influence de l'amplitude des accélérations d'excitation pour les deux premiers modes propres de flexion (mode 1 : + rouge, mode 3 : * bleue), sur les fréquences propres (a) et sur l'amortissement (b) pour un échantillon de PMMA

Nous nous sommes donc intéressés à étudier l'effet de l'amplitude des excitations sur les paramètres modaux f et ξ lorsque l'accéléromètre est fixé à $\Delta_L < 5\%$ de l'encastrement. Les variations relatives des fréquences propres f et du taux d'amortissement modal ξ sont données par les équations suivantes :

$$\frac{\Delta f}{f} = \frac{f_{Amp=x} - f_{Amp=0.005}}{f_{Amp=0.005}} \quad (2.69)$$

et

$$\frac{\Delta\xi}{\xi} = \frac{\xi_{Amp=x} - \xi_{Amp=0.005}}{\xi_{Amp=0.005}} \quad (2.70)$$

Les résultats, obtenus pour les deux premiers modes propres de flexion, sont représentés par les courbes de la *figure 2.40*. La réponse de la structure est linéaire dans cette gamme de niveau d'excitation. Les variations relatives de ξ , observables sur le mode 1, sont liées à la présence de bruit qui rend l'extraction de ξ difficile.

2.5 Analyse par ultrasons

Les techniques ultrasonores sont des outils privilégiés pour le contrôle et l'évaluation non destructifs des propriétés mécaniques des matériaux. Ces techniques sont adaptées à une très large gamme de matériaux, qu'ils soient composites ou non. Pour des matériaux composites, milieux hétérogènes à l'échelle microscopique, l'analyse ultrasonore autorise l'évaluation des propriétés mécaniques du milieu homogénéisé à l'échelle de la longueur d'onde.

L'analyse des matériaux par ultrasons repose sur un principe physique simple : le déplacement des ondes dans le matériau sera affecté par la traversée du milieu dans lequel il voyage. Ainsi, il est possible de noter des modifications d'un ou de plusieurs des quatre paramètres facilement mesurables associés au passage d'une onde ultrasonore : le temps de propagation, le contenu fréquentiel, l'atténuation et la diffusion de l'onde. Ces différents paramètres peuvent être directement corrélés aux changements des propriétés physiques et mécaniques comme la raideur, le module élastique, etc...

2.5.1 Principe de la méthode

Les ondes ultrasonores sont considérées comme des ondes élastiques qui se propagent dans les milieux élastiques à des fréquences supérieures à 20 000 kHz.

Considérons un cas simple, celui d'une onde plane dans un milieu isotrope et homogène. Au passage de l'onde, le tenseur des déformations, en négligeant les termes du second ordre du champ de déplacement \vec{u} , s'écrit (hypothèse des petites déformations) :

$$\varepsilon_{kl} = \frac{1}{2} \left(\frac{\partial u_k}{\partial x_l} + \frac{\partial u_l}{\partial x_k} \right) \quad (2.71)$$

Ce tenseur des déformations ε_{kl} est lié au tenseur des contraintes σ_{ij} par la loi de comportement élastique du milieu de propagation :

$$\sigma_{ij} = C_{ijkl} \varepsilon_{ij} \quad (2.72)$$

Notons C_{ijkl} les composantes du tenseur de rigidité (d'ordre quatre) du matériau.

Le principe fondamental de la dynamique appliqué à un petit élément de volume de masse volumique ρ s'écrit en négligeant l'action de la pesanteur ainsi que l'effet thermique :

$$\frac{\partial \sigma_{ij}}{\partial x_j} = \rho \frac{\partial^2 u_i}{\partial t^2} \quad (2.73)$$

En substituant l'équation 2.72 dans la relation fondamentale de la dynamique équation 2.73, nous obtenons l'équation de propagation suivante :

$$\rho \frac{\partial^2 u_i}{\partial t^2} = C_{ijkl} \frac{\partial^2 u_l}{\partial x_j \partial x_k} \quad (2.74)$$

La solution de l'équation de propagation est recherchée sous la forme d'une onde plane progressive, de vecteur de polarisation \vec{P} se propageant dans la direction \vec{v} (\vec{P} et \vec{v} vecteur unitaire) :

$$\vec{u}(\vec{x}, t) = A \vec{P} e^{i(\omega t - k^* \vec{v} \cdot \vec{x})} \quad (2.75)$$

avec $i^2 = -1$, t le temps, ω la pulsation, A l'amplitude de l'onde et \tilde{k} le nombre d'ondes qui peut être réel ou complexe selon la nature du matériau (élastique ou viscoélastique).

Dans le cas d'un milieu amortissant soumis à des sollicitations par ondes planes harmoniques, la relation du mouvement se traduit, après division par \tilde{k} , par ([17]) :

$$(\tilde{\Gamma}_{il}(\omega) - \tilde{\lambda} \delta_{il}) P_l = 0 \quad (2.76)$$

avec δ_{il} le symbole de Kronecker et :

$$\tilde{\lambda} = \frac{\rho \omega^2}{\tilde{k}^2} \quad (2.77)$$

$\tilde{\Gamma}_{il}(\omega)$ est un tenseur symétrique de rang 2 appelé tenseur acoustique ou tenseur de Cristofel. Il est défini par la relation suivante :

$$\tilde{\Gamma}_{il}(\omega) = \tilde{C}_{ijkl}(\omega) v_j v_k \quad (2.78)$$

avec \tilde{C}_{ijkl} composantes complexes du tenseur de Hooke telles que :

$$\tilde{C}_{ijkl}(\omega) = C'_{ijkl}(\omega) + i C''_{ijkl}(\omega) \quad (2.79)$$

L'amortissement dans le matériau composite a pour valeur :

$$\eta_{ijkl}(\omega) = \frac{C''_{ijkl}(\omega)}{C'_{ijkl}(\omega)} \quad (2.80)$$

L'analyse de la propagation d'ondes planes dans un matériau composite se ramène à la résolution d'un problème de valeurs propres $\tilde{\lambda}$ de matrice symétrique 3×3 , matrice complexe si le milieu est amortissant ([17]).

Pour le nombre d'ondes, on pose généralement :

$$\tilde{k} = k - i\alpha \quad (2.81)$$

La partie imaginaire de \tilde{k} , notée α , est positive et représente l'atténuation de l'onde qui est directement liée aux propriétés amortissantes du matériau ([17]).

La phase Φ est donnée par la relation :

$$\Phi = \omega t - k^* \vec{v} \cdot \vec{x} \quad (2.82)$$

Nous pouvons, à partir de la partie réelle k , définir la vitesse de phase de l'onde (ou célérité), par :

$$V_\phi = \frac{\omega}{k} \quad (2.83)$$

Le composite est perçu comme un matériau homogène, sa longueur d'onde λ est environ dix fois supérieure à la taille des inclusions. La longueur d'onde est donnée par la relation suivante :

$$\lambda = \frac{2\pi}{k} = \frac{V_\phi}{f} \quad (2.84)$$

Les plus fréquentes applications de mesure ultrasonique résident dans l'estimation de module élastique E et du coefficient de Poisson ν . Le comportement élastique d'un solide peut être déterminé à partir des vitesses d'ondes longitudinale V_l et transversale V_t [21].

Pour un matériau élastique et isotrope, le module élastique E et le coefficient de Poisson ν sont donnés par les relations suivantes :

$$E = \rho V_t^2 \frac{(3V_l^2 - 4V_t^2)}{V_l^2 - V_t^2} \quad (2.85)$$

et

$$\nu = \frac{V_l^2 - 2V_t^2}{2(V_l^2 - V_t^2)} \quad (2.86)$$

2.5.2 Dispositif expérimental

Le principe de base du contrôle ultrasonore consiste à envoyer une onde élastique par l'intermédiaire d'un transducteur dans le matériau à contrôler.

2.5.2.1 Banc d'essais à transmission

Dans le cadre de notre étude, nous utilisons un banc d'essais à contact direct comme le montre la *figure 2.41*. Ce dispositif se constitue d'un générateur d'impulsions, d'un émetteur et d'un récepteur piézoélectrique transformant un signal électrique en onde ultrasonore et vice-versa.

Un générateur piézoélectrique, excité par un générateur d'impulsions électriques, émet un train d'ondes à sa fréquence fondamentale. Ce générateur d'impulsions délivre à une cadence régulière des impulsions électriques qu'il transmet à l'excitateur. Dans notre étude, nous utilisons un excitateur dont la fréquence fondamentale se rapproche de 54 kHz . Ces ondes émises se propagent dans un milieu de couplage avec lequel le matériau est en contact. Un récepteur piézoélectrique reçoit le signal ultrasonore transmis au travers du matériau, ce signal est mesuré par une chaîne d'acquisition du signal de sortie et est analysé par un ordinateur.

Le banc à contact direct permet de générer des ondes longitudinales et/ou transversales selon le choix des capteurs. Dans notre étude, nous utilisons un excitateur, dont la fréquence fondamentale se rapproche de 54 kHz , générant une onde uniquement longitudinale. L'émetteur et le récepteur, associés à un agent de couplage (ici un gel de transmission ultrasonique), sont plaqués contre l'échantillon à analyser.

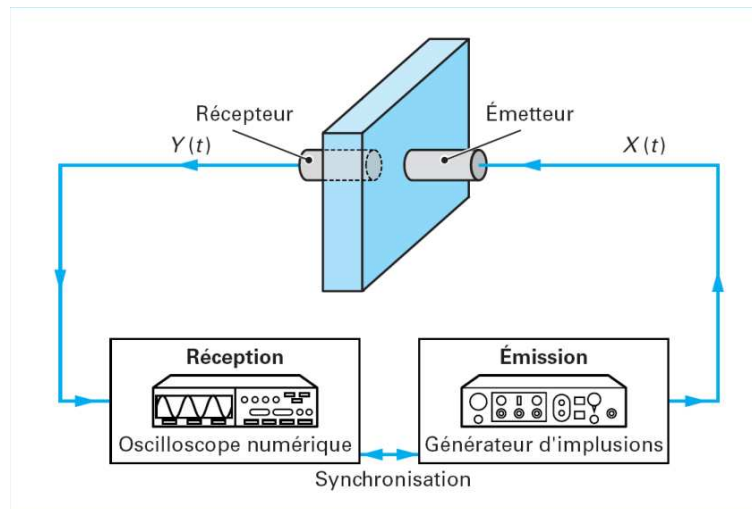


FIG. 2.41 – Schéma d'un banc à transmission et contact direct [17]

Le dépouillement des essais se fait sous l'hypothèse que l'épaisseur du couplant de part et d'autre de l'échantillon reste identique tout au long de l'essai. Cette hypothèse a peu d'influence sur la détermination de la vitesse de l'onde. En revanche, elle est prépondérante sur la détermination de l'atténuation. Selon Y. Chevalier [17], l'amplitude de l'onde dépend directement de la pression exercée par les capteurs sur l'éprouvette testée.

Ce dispositif d'essais est un outil fiable dans la mesure du temps de parcours de l'onde dans le matériau, mais reste inutilisable dans la mesure de l'atténuation de l'onde.

Selon Y. Chevalier [17], l'éprouvette à tester doit être infiniment grande par rapport à la longueur d'onde (4 à 6 fois plus grande en pratique). Par rapport à un échantillon de petite taille (10 mm environ) et à la vitesse de phase pour un composite (2 000 à 5 000 $m.s^{-1}$), les fréquences de travail sont de l'ordre du mégahertz.

2.5.2.2 Calibration

Nous avons réalisé une série de mesures de la vitesse de déplacement de l'onde ultrasonore longitudinale dans plusieurs échantillons de PMMA. A partir de ces vitesses, nous déduisons un module élastique pour chaque échantillon. La valeur moyenne du module élastique obtenue pour une fréquence d'excitation proche de 54 kHz est de 5.10 GPa avec un écart-type de 86 MPa. La variation de E ainsi obtenue n'excède pas les 2 %, ce qui rend ce type d'essais reproductible.

2.6 Classification des géométries d'éprouvettes en fonction du type d'essai

Le tableau 2.6 regroupe l'ensemble des géométries d'éprouvettes (PMMA ou composites), utilisées dans cette étude, en fonction du type d'essai.

Types ou matériels d'essais	Géométries d'éprouvettes
Traction Zwick	haltère ISO 527 (fût utile $80 \times 10 \times 4 \text{ mm}$)
Lâcher	Plaque $268.5 \times 73.5 \times 9.6 \text{ mm}$
ARES	Poutre $30 \times 10 \times 4 \text{ mm}$
VA2000	Poutre $50 \times 10 \times 9.6 \text{ mm}$
Pot-vibrant	Poutre de section $10 \times 4 \text{ mm}$, longueur 65 à 80 mm
Marteau de choc	Disque diamètre 300 mm et épaisseur 9.6 mm Poutre $300 \times 30 \times 9.6 \text{ mm}$ Poutre $400 \times 30 \times 9.6 \text{ mm}$ Plaque $3292.5 \times 75 \times 9.6 \text{ mm}$
Ultrasons	Poutre $80 \times 10 \times 4 \text{ mm}$

TAB. 2.6 – Classification des géométries d'éprouvettes en fonction du type d'essai

2.7 Conclusion

Ce chapitre a été consacré à la présentation des différentes méthodes expérimentales utilisées dans la caractérisation d'une part de la matrice polymère et d'autre part des matériaux composites modèles. Les études approfondies de la matrice puis des composites seront présentées dans les deux prochains chapitres.

Les essais quasi-statiques en traction, basés sur des normes, sont classiquement utilisés pour identifier les propriétés élastiques des matériaux pour de faibles vitesses de chargement. Ces essais permettent de caractériser le comportement à rupture des différents matériaux testés, propriétés pouvant être intéressantes dans certains cas pour rendre compte de la nature cohésive de ces matériaux.

Les essais de fluage, à travers une modélisation simple (modèle de Zener), sont en mesure de décrire le comportement viscoélastique des matériaux étudiés pour des vitesses de sollicitation d'une part très rapides, propriétés élastiques du matériau, et d'autre part très lentes, relaxation du matériau. D'une manière simple et rapide, nous pouvons prédire le comportement viscoélastique du matériau pour une large gamme de fréquences de sollicitation.

L'AMD constitue une méthode d'analyse largement utilisée en science des matériaux, pour l'étude des matériaux polymère et composite à matrice polymère. La complémentarité des différents modes des sollicitations permet d'investiguer les matériaux étudiés sur une gamme de fréquences de sollicitation assez large. Quoique normalisé, les essais d'AMD, notamment sous sollicitation en flexion, ont nécessité des phases de calibrations. Bien que très coûteux, ce moyen d'analyse « hors-résonances » reste intéressant pour l'étude de la viscoélasticité des composites dans les basses fréquences.

L'analyse modale expérimentale permet l'étude des propriétés mécaniques des matériaux pour des vitesses de sollicitations importantes, mais cette analyse se limite aux résonances. Contrairement à l'AMD, l'analyse modale constitue, par l'emploi de différents dispositifs d'essai, un outil adaptable à des géométries diverses et variées permettant ainsi de discrétiser la

2. Techniques expérimentales utilisées

gamme de fréquence étudiée. Cette méthode d'analyse reste très avantageuse car les moyens mis en jeu en termes de temps et d'équipements restent relativement faibles.

Ces différents essais pourront être complétés avec une analyse par ultrasons, validant ainsi le comportement élastique des matériaux testés vers les hautes fréquences de sollicitation.

Le chapitre suivant se consacre à l'étude détaillée de la matrice polymère, basée sur les différentes méthodes d'analyse présentées ici.

Chapitre 3

Etude mécanique de la matrice polymère utilisée

Dans ce chapitre, nous présentons une caractérisation de la matrice en PMMA utilisée dans la réalisation des différentes formulations de composites modèles. Les méthodes mises en avant dans ce travail reposent sur l'analyse mécanique vibratoire des structures étudiées. Combinées avec des résultats d'essais statiques tels que traction simple et fluage, les analyses vibratoires permettent effectivement d'estimer le comportement viscoélastique.

L'étude de la matrice PMMA présentée comprend une analyse moléculaire des différents échantillons testés ainsi qu'une analyse dynamique thermomécanique permettant d'obtenir les spectres isochrones du module conservatif et du facteur de perte. Une identification du module élastique, réalisée au travers d'essais de traction quasi-statique, rend compte du comportement non-linéaire du PMMA. Ces mesures sont complétées par des essais en analyses vibratoires du matériau : essais de fluage, AMD, analyse modale et analyse par ultrasons. Ces différents essais permettent d'étudier l'évolution du comportement viscoélastique du PMMA sur une large gamme de fréquences de sollicitation. D'autre part, nous présentons, à la fin de ce chapitre, les capacités de l'analyse modale à détecter la présence d'un endommagement volontairement introduit au sein de la structure par un simple suivi des propriétés mécaniques dynamiques.

3.1 Caractérisation de la matrice polymère utilisée

3.1.1 Analyse moléculaire du PMMA

Ne connaissant pas le procédé et les conditions de fabrication des plaques de PMMA utilisées (information non communiquée par le fabricant), nous nous intéressons à comparer les masses moléculaires viscosimétriques moyennes de l'ensemble des échantillons testés. La méthode de mesure de l'indice de viscosité du PMMA en solution nous permet de calculer les masses moléculaires moyennes viscosimétriques et de comparer les différentes formes de PMMA utilisées (granulés, plaques et haltères). Le PMMA est dissout dans du solvant, ici du chloroforme, pour donner une solution (PMMA + solvant).

Une augmentation de la viscosité caractérise une réticulation du polymère tandis qu'une diminution peut être justifiée par une dégradation chimique des chaînes. En déterminant cet

indice, nous pouvons suivre l'évolution de la structure macromoléculaire (état de réticulation et longueur des chaînes macromoléculaires) du PMMA.

Dans notre étude, la température d'essai est de 20 °C et le solvant utilisé est le chloroforme. Les constantes a et K valent respectivement 0.79 et $5.5 \cdot 10^{-3}$ ($dl.g^{-1}$).

Les résultats obtenus sur les différentes formes de PMMA sont regroupés dans le *tableau 3.1*. Nous remarquons une légère diminution des masses moléculaires moyennes viscosimétriques suite à la fabrication des plaques et des haltères. Le PMMA semble avoir subi une faible dégradation lors de la mise en forme des échantillons. Les résultats obtenus pour M_V entre les plaques et les haltères indiquent que le PMMA s'est dégradé de manière identique. Les échantillons réalisés ne sont pas différenciables au niveau de la microstructure, en d'autres termes le matériau pour l'ensemble des échantillons est identique.

Type de PMMA	Masse moléculaire ($kg.mol^{-1}$)
granulés	150
haltères	144
plaques	143

TAB. 3.1 – Masses moléculaires moyennes viscosimétriques M_V sur différents types de PMMA

3.1.2 Spectres isochrones

Pour une bonne compréhension de certains phénomènes se déroulant à des températures proches de la température ambiante (22 °C), il est intéressant d'avoir connaissance de l'évolution des différentes propriétés du polymère en fonction de la température.

La *figure 3.1* représente les spectres isochrones du PMMA, en termes de module conservatif E' et facteur de perte η . Ces résultats sont obtenus à partir du visco-analyseur ARES. L'étude des différents spectres montre la présence, sur cette gamme de températures, de deux relaxations facilement identifiables.

La température de relaxation α , correspondante au maximum de η , se situe aux environs de T_α de 105 °C. Nous retrouvons dans la littérature des valeurs proches de 100 °C pour le PMMA ([18]). Le matériau devient subitement très amortissant à l'approche de cette zone de transition. Les phénomènes de réorganisation moléculaire s'opèrent et les mouvements des unités constitutives évoluent rapidement à l'approche de l'état visqueux. Cette relaxation est précédée d'une chute considérable du module conservatif E' , due au passage d'un état solide à un état visqueux.

Nous sommes particulièrement attentifs à la seconde relaxation visible sur la *figure 3.1*. Le pic, correspondant à la relaxation β , est très évasé mais plus difficilement visible que celui de la relaxation α . Il apparaît selon [18] vers 30 °C. En étudiant plus précisément ces spectres, nous retrouvons une température de relaxation β aux environs de 0 °C. Cette relaxation s'étend sur une gamme de températures très importante, environ 100 °C. Les mouvements localisés de quelques unités constitutives des chaînes principales s'opèrent sur cette large gamme de températures car le polymère est dans un état solide.

Se basant sur le principe d'équivalence temps-température présenté *chapitre 1*, nous présentons, lors d'essais de spectrométrie isotherme (à température ambiante), l'apparition d'effets

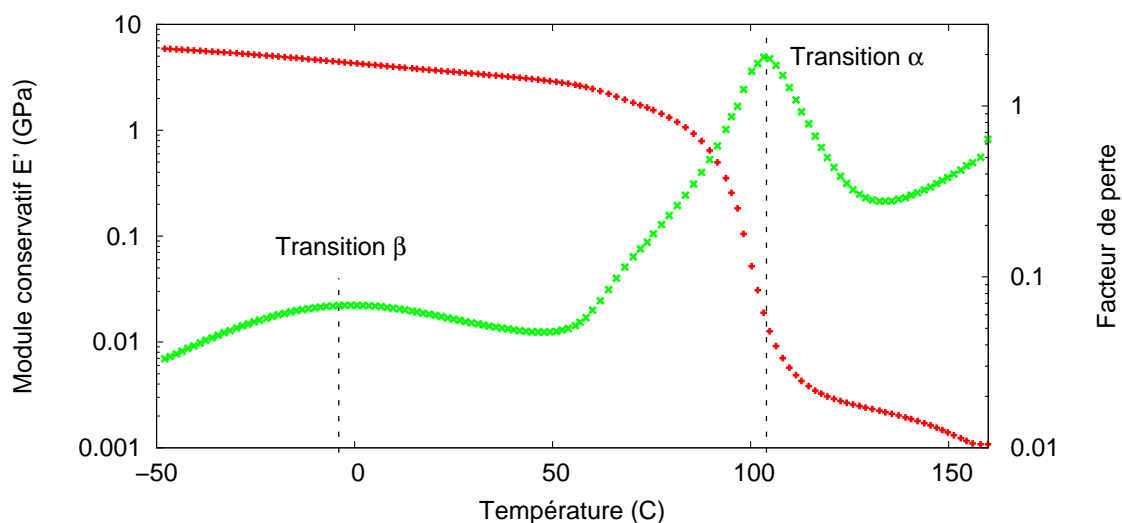


FIG. 3.1 – Module conservatif E' (+ rouge) et facteur de perte η (\times vert) en fonction de la température du PMMA pour une fréquence de sollicitation de 5 Hz

dus à la présence de la relaxation β . En d'autres termes, les évolutions des différents paramètres E' et η en fonction des fréquences de sollicitation seront directement affectées par la présence de la relaxation β à cette température.

3.1.3 Identification des propriétés mécaniques quasi-statiques

Nous avons réalisé pour le PMMA une série d'essais quasi-statiques de traction simple à température ambiante (présentés au *chapitre 2*), afin de confirmer les caractéristiques mécaniques fournies par le fabricant.

	Normes	Vitesses	Propriétés	Unités
Module de traction	ISO 527	1 mm/min	3.200	GPa
Contrainte à la rupture	ISO 527	5 mm/min	76	MPa
Déformation à la rupture	ISO 527	5 mm/min	5.5	%
Densité	ISO 1183		1.19	g/cm^3
Température de transition vitreuse	IEC 10006		112	C°

TAB. 3.2 – Caractéristiques du Plexiglas 7H données par la société Degussa

La valeur moyenne obtenue pour E est de $3.249 (\pm 0.05)\text{ GPa}$, ce qui est proche de celle annoncée par le fabricant (voir *tableau 3.2*).

La valeur de la contrainte moyenne à la rupture de l'échantillon pour ces essais de traction s'élève à $61.31 (\pm 4.14)\text{ MPa}$. Ce résultat est légèrement inférieur à celui annoncé par le fabricant, voir *tableau 3.2*. Le taux de déformation moyen à la rupture s'élève à $3.06 (\pm 0.45)\%$, elle est nettement inférieure (moins de 40 %) à celle donnée par la société Degussa proche de 5.5 %

(voir *tableau 3.2*). En suivant l'évolution de la contrainte en fonction du taux de déformation, nous constatons que le PMMA est un matériau fragile ne présentant pas de seuil d'écoulement, donc pas ou très peu de plasticité. Des essais séquencés permettraient d'analyser ce point plus en détails.

3.1.4 Complaisance de fluage en cisaillement par essais de lâcher

La réalisation d'essais de lâcher a pour objectif de prédire le comportement dynamique du PMMA. A partir des caractéristiques mécaniques obtenues par l'essai de lâcher, nous sommes en mesure de modéliser le comportement dynamique du polymère.

L'intérêt d'utiliser l'essai de lâcher est qu'il va permettre d'étudier le comportement du matériau pour des temps très courts (vitesses de sollicitation très rapides) et d'estimer un module dit *instantané*, soit exempt d'un effet quelconque lié à la viscosité du matériau.

3.1.4.1 Interprétation des résultats

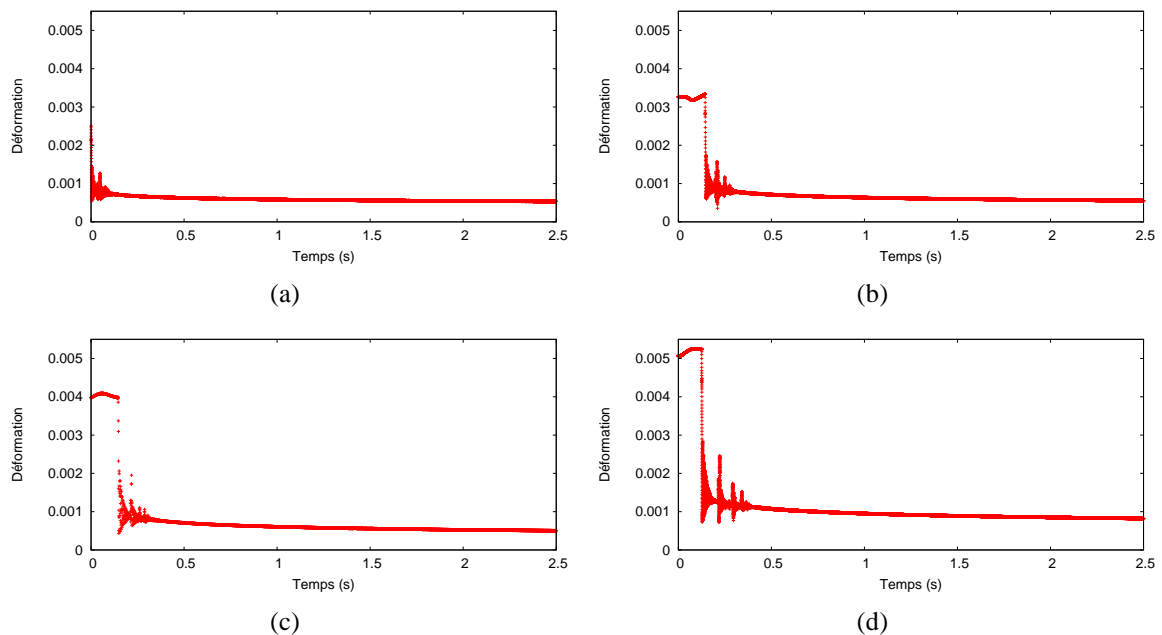


FIG. 3.2 – Evolution du taux de déformation lors d'un essai de lâcher pour des précontraintes de 7 (a), 10 (b), 13 (c) et 16 MPa (d)

Dans cette partie, nous présentons les résultats obtenus sur des plaques de PMMA lors d'un essai de lâcher, dont le principe est exposé au *chapitre 2*. Comme nous l'avons énoncé au *chapitre 1*, lors d'un essai de fluage classique l'évolution du comportement du matériau est introduit par une complaisance de fluage $J(t)$ dépendante du temps. Connaissant le niveau de précontrainte appliqué à la structure avant le lâcher, nous pouvons extraire un temps de relaxation τ_{σ} , une complaisance instantanée J_U et relaxée J_R . Dans notre cas, ces différentes grandeurs

sont obtenues à partir d'une interpolation des mesures de l'évolution de la déformation $\epsilon(t)$. Le modèle de Zener est utilisé ici pour sa simplicité et permet de décrire un comportement visco-élastique, voir *chapitre 1*. Nous en déduisons alors les modules relaxé E_∞ et instantané E_0 ainsi que le temps de relaxation de la déformation τ_σ (ou temps de fluage).

Les courbes de la *figure 3.2* représentent les taux de déformation mesurés lors des essais de lâcher pour différents niveaux de chargement, ou de précontrainte. Les précontraintes appliquées aux éprouvettes sont exercées par des masses de 12, 17, 22 et 27 Kg.

L'analyse des courbes de déformation de la *figure 3.2* rend compte de certains phénomènes se déroulant dans les premiers instants de l'essai. Aux vues des courbes, nous constatons que l'éprouvette adopte un régime oscillatoire autour d'une position déformée. Ces phénomènes observables nous amènent à compléter ces premiers résultats avec des mesures de contacts et d'accélération (présentées *chapitre 2*).

3.1.4.2 Analyse du phénomène oscillatoire

Les variations d'amplitude observables sur les courbes de déformation (voir *figure 3.2*) n'interviennent qu'une fois la déformation instantanée ϵ_0 atteinte (voir *chapitre 2*).

Nous nous intéressons seulement au moment du lâcher et aux quelques instants qui suivent. Comme le montrent les courbes de déformation des *figures 3.3* et *3.4* pour des précontraintes de 13 et 16 MPa, la déformation mesurée oscille à une certaine pulsation avant de s'amortir complètement. A ce stade de l'essai, le matériau continue à fluer, l'éprouvette se trouve dans une position semi-déformée oscillant donc autour de cette position en évolution.

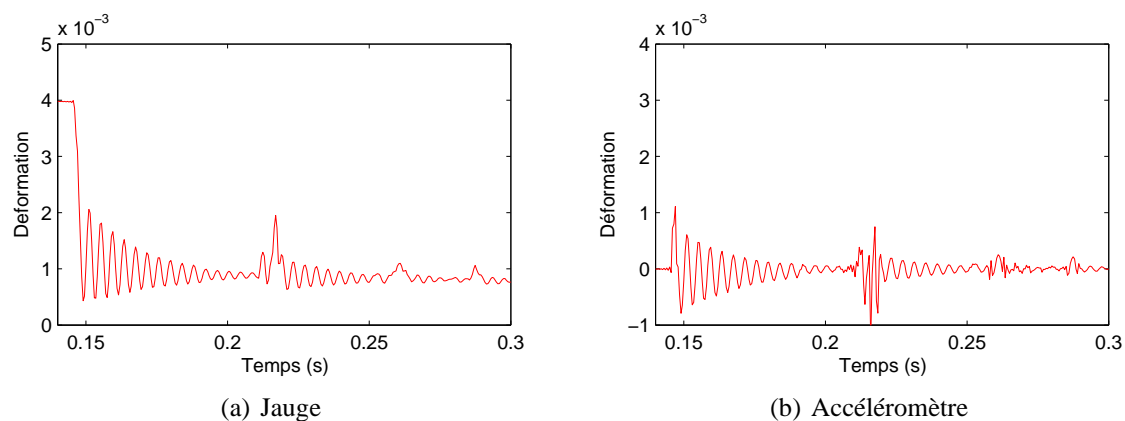


FIG. 3.3 – Déformation mesurée par la jauge (a) et déformation calculée à partir de l'accélération des déplacements (b) lors de l'essai de lâcher pour une précontrainte de 13 Mpa

L'accéléromètre (voir *chapitre 2*) mesure l'accélération des déplacements à la surface de l'éprouvette lors de l'essai. Nous pouvons déterminer, par un calcul analytique, un taux de déformation à partir de la mesure accélérométrique que nous comparons à celui mesuré par la jauge pendant les oscillation de l'éprouvette (*figure 3.3*). Nous retrouvons entre les deux moyens de mesure des résultats très proches.

Une mesure de contact est réalisée en simultanément, permettant d'observer un éventuel décollement de l'éprouvette par rapport à ses appuis. Lorsque l'éprouvette repose sur les appuis, le système d'acquisition enregistre une tension, celle délivrée par le générateur. Lorsque l'éprouvette décolle de ses appuis, le signal est interrompu et la tension enregistrée est nulle.

Le graphe de la *figure 3.4* présente l'évolution de la déformation lors de l'essai pour une précontrainte de 16 MPa ainsi que la mesure du contact de l'éprouvette sur ses appuis. Dans les quelques instants qui suivent le lâcher, l'éprouvette décolle à plusieurs reprises de ses appuis pour se mettre à osciller. Lorsque l'éprouvette décolle de ses appuis la tension de contact devient nulle. A chaque décollement, les conditions aux limites de l'éprouvette sont *libre-libre*. Comme le présente la *figure 3.4*, les oscillations libres de l'éprouvette s'amortissent très rapidement, sur un temps maximal de 0.06 s. Ces cycles de décollement se reproduisent jusqu'à ce que l'amplitude des oscillations devienne nulle.

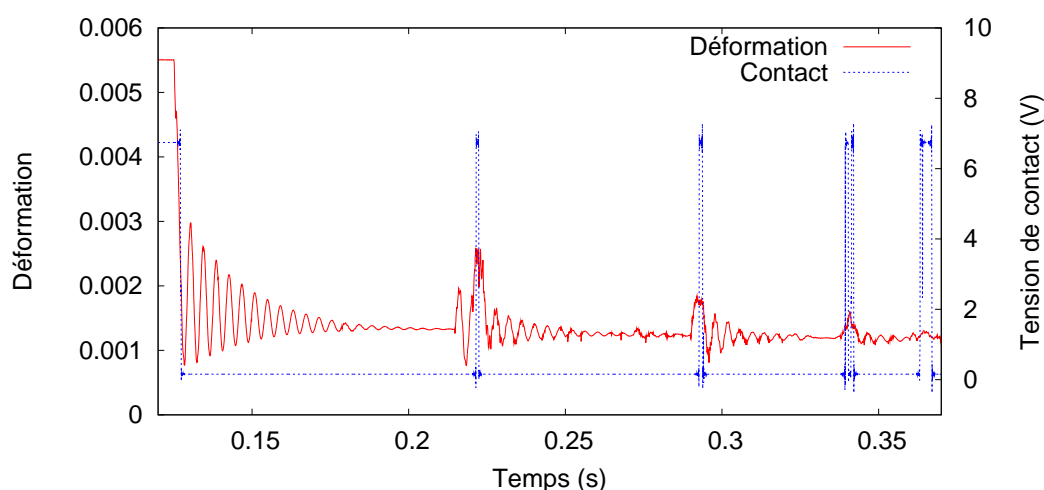


FIG. 3.4 – Evolution de la déformation et contact de l'éprouvette sur ses appuis (contact = 7 V) lors de l'essai de lâcher pour une précontrainte de 16 MPa

En étudiant les courbes de la *figure 3.3*, nous pouvons, par une transformée de Fourier discrète (TFD) avec Matlab, identifier la valeur de la fréquence d'oscillation. Cette opération est réalisée sur les quatre mesures de déformation et les quatre mesures d'accélération. Ce calcul permet d'identifier la valeur de la fréquence d'oscillation du mode fondamental, $f_0 = 242.4 \text{ Hz}$.

Un calcul modal en éléments finis (EF) sous ANSYS (éléments finis de type SOLID95) permet de valider l'estimation de la fréquence fondamentale. La simulation numérique considère une plaque de même dimension dont les conditions aux limites sont définies comme *libre-libre*. La fréquence propre calculée, du mode fondamental de la plaque, vaut 242.11 Hz. Elle est donc très proche de celle mesurée lors de l'essai. De plus, cette simulation confirme bien le fait que l'éprouvette n'est plus au contact des appuis pendant les oscillations.

Réellement, l'éprouvette de PMMA résonne à la fréquence fondamentale autour d'une position de pseudo-équilibre qui évolue avec le temps. En effet, lorsque la plaque commence à osciller, elle n'est pas encore revenue à sa position non déformée.

3.1.4.3 Analyse des résultats

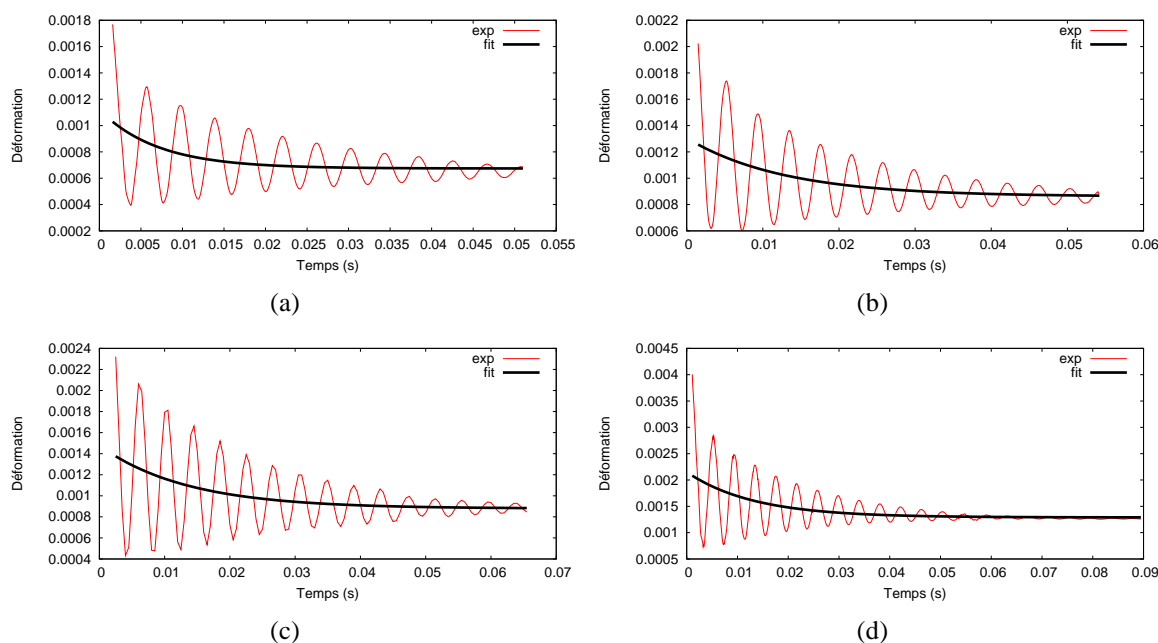
Détermination des modules instantanés E_0 et relaxés E_∞ 

FIG. 3.5 – Interpolation des courbes des essais de lâcher pour une précontrainte de 7 (a), 10 (b), 13 (c) et 16 MPa (d)

Nous pouvons, à partir des graphiques de la *figure 3.2*, estimer le module relaxé E_∞ pour chaque essai. Lorsque la déformation relaxée maximale est atteinte ($\varepsilon = J_R \sigma$), l'*équation 1.27* nous permet de déduire, de la complaisance relaxée J_R , la valeur de E_∞ . J_R étant connue, elle sera utilisée dans la suite de l'identification. Ces premiers résultats, regroupés dans le *tableau 3.3*, sont en accord avec ceux issus des essais de traction quasi-statique (*paragraphe 3.1.3*).

La déformation instantanée ε_0 est déterminée par une extrapolation des déformations mesurées durant un court instant après le lâcher. Le temps considéré après le lâcher se limite à la première série d'oscillations visible sur les courbes des déformations des *figures 3.2*. Nous rappelons la fonction utilisée pour l'interpolation, il s'agit de l'adaptation de l'*équation 2.2* pour des temps d'essai très courts :

$$J(t) = (J_R - J_U)e^{-\frac{t}{\tau_\sigma}} + c \quad (3.1)$$

où τ_σ représente le temps de relaxation de la déformation sous contrainte constante, J_U la complaisance instantanée et J_R la complaisance relaxée. Le temps de l'expérience est très court devant celui du fluage total du matériau. Pour cette raison, nous introduisons un paramètre c permettant d'interpoler au mieux les courbes de la *figure 3.5*. Ce paramètre c considère l'état déformé de l'éprouvette à l'instant étudié. Il n'a pas de signification physique mais permet l'interpolation pour des temps très courts.

Pour chaque essai, les paramètres (J_U et τ_σ) sont déterminés à partir de l'interpolation des courbes de la *figure 3.5*.

La déformation instantanée ε_0 représente la différence entre la déformation relaxée ε et la complaisance $J(t)$ extrapolée à $t = 0$:

$$\varepsilon_0 = \varepsilon - J(0)\sigma_0 \quad (3.2)$$

où ε représente la déformation relaxée en fonction du chargement et f la fonction d'interpolation pour l'essai en question.

Le module instantané E_0 est donné par la relation suivante :

$$E_0 = \frac{\sigma_0}{\varepsilon_0} \quad (3.3)$$

Les résultats obtenus pour l'identification des paramètres du modèle de Zener sont présentés dans le *tableau 3.3*.

Pour l'essai de lâcher pour une précontrainte de 7 MPa, l'interpolation des courbes de déformation surestime le module instantané E_0 et sous-estime le temps de relaxation τ_σ du matériau.

Pour les trois essais restants, nous retrouvons un module relaxé moyen égal à 3.09 (± 0.19) GPa inférieure au module de traction 3.249 (± 0.05) GPa.

Le module instantané est évalué pour des temps très courts, donc des vitesses très rapides, il se rapproche du module d'Young du matériau. La valeur moyenne de E_0 , obtenue à partir des trois essais (10, 13 et 16 MPa), est égale à 5.10 (± 0.05) GPa.

τ_σ est lié à la viscosité du matériau, il est estimé en moyenne à 13.16 10^{-3} (± 0.34) s.

Essais de lâcher pour une contrainte (MPa)	Module relaxé E_∞ (GPa)	Module instantané E_0 (GPa)	Temps de relaxation τ_σ (s)
7	2.977	5.714	7.03 10^{-3}
10	3.038	5.082	12.78 10^{-3}
13	3.221	5.136	13.45 10^{-3}
16	2.998	5.097	13.24 10^{-3}

TAB. 3.3 – Modules instantanés et relaxés ainsi que le temps de fluage pour les essais de lâcher

Une fois les paramètres mécaniques (E_∞ , E_0 et τ_σ) définis, nous pouvons les intégrer dans le modèle rhéologique de Zener pour prédire le comportement viscoélastique du PMMA.

3.1.4.4 Comportement dynamique du PMMA (modèle rhéologique de Zener)

Les paramètres identifiés par essais de lâcher (voir *tableau 3.3*) sont introduits dans le modèle rhéologique de Zener, afin d'estimer les évolutions du module conservatif E' et du facteur de perte η en fonction de la fréquence sous sollicitations vibratoires. Les équations dynamiques régissant le modèle de Zener sont présentées au *chapitre 1 (paragraphe 1.2.4.2)*.

Nous pouvons suivre l'évolution du module conservatif E' en fonction des fréquences de sollicitation ($\omega = 2\pi f$) sur le graphe de la *figure 3.6*.

3. Etude mécanique de la matrice polymère utilisée

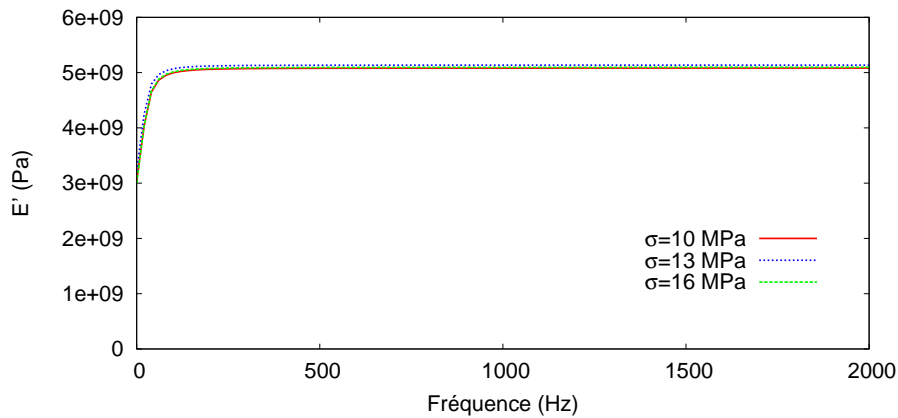


FIG. 3.6 – Module conservatif donné par le modèle rhéologique de Zener identifié sur la base des essais de lâcher

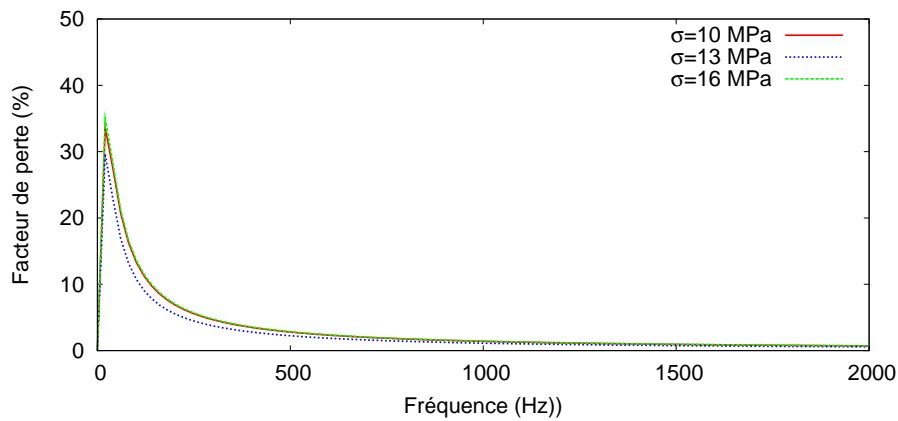


FIG. 3.7 – Facteur de perte donné par le modèle rhéologique de Zener identifié sur la base des essais de lâcher

De la même manière, le facteur de perte évolue en fonction des vitesses de sollicitation comme le montre le graphe de la *figure 3.7*. Le maximum d'amplitude du facteur de perte est obtenu pour une fréquence de sollicitation :

$$f = \frac{1}{2\pi \tau_{\sigma}} \sqrt{\frac{E_0}{E_{\infty}}} \quad (3.4)$$

En effet, pour une erreur relative de -50 % sur le temps de relaxation τ_{σ} par rapport à la valeur moyenne ($13.16 \cdot 10^{-3} \text{ s}$), l'erreur relative sur la fréquence correspondant au pic d'amplitude du facteur de perte est de 100 %, décalant le pic vers les hautes fréquences. L'erreur relative commise sur E_0 par rapport au module instantané moyen (5.10 GPa) est faible, elle vaut environ 12 %. Cette erreur a pour effet de décaler le pic d'amplitude du facteur de perte vers les basses fréquences (environ -6 %).

Comme le montrent les graphes de la *figure 3.8*, le temps de relaxation τ_σ est un élément prépondérant dans la localisation du maximum d'amplitude. Ce paramètre joue un rôle important sur l'inflexion du module conservatif.

La surestimation de τ_σ et de E_0 par l'interpolation pour le niveau de contrainte de 7 MPa est à l'origine de l'erreur commise sur le facteur de perte et le module élastique.

Cette modélisation nous permet de prédire le comportement du PMMA à partir de résultats obtenus par des essais de lâcher et des paramètres mécaniques de Zener (E_∞ , E_0 et τ_σ) régissant le modèle.

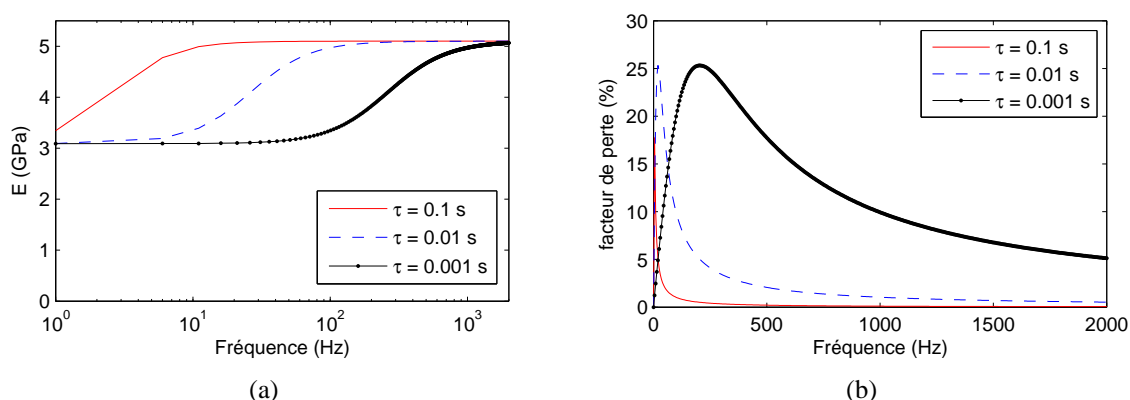


FIG. 3.8 – Influence du temps de relaxation sur l'évolution des paramètres mécaniques en fonction des fréquences de sollicitation (avec $E_\infty=3.09 \text{ GPa}$ et $E_0=5.10 \text{ GPa}$)

Nous allons voir dans la suite de cette étude que le modèle rhéologique de Zener ne fournit pas une modélisation complète du comportement viscoélastique du PMMA.

3.1.5 Etude du PMMA utilisé par analyses vibratoires

Par opposition aux essais de lâcher, où nous réalisons une étude dynamique par analyse temporelle, l'AMD et l'analyse modale font intervenir une analyse fréquentielle dans l'étude du comportement du PMMA.

Une analyse vibratoire de la matrice PMMA va permettre de connaître l'évolution des différents paramètres mécaniques pour des vitesses de sollicitation importantes. Nous suivons le comportement viscoélastique du matériau en fonction des fréquences d'excitation. L'analyse dynamique, à partir des différentes méthodes, couvre une large gamme de fréquences, de quelques centièmes à quelques milliers de Hertz.

Dans un premier temps, le PMMA est testé sur les deux visco-analyseurs permettant d'investiguer une gamme de fréquences de 0.01 à 500 Hz . Ensuite, des échantillons de PMMA sont étudiés par analyse modale sur une gamme de fréquences très large, d'une cinquantaine de Hertz à quelques milliers suivant le dispositif d'essai.

T. Pritz, dans ses travaux [67] et [68], montre que le coefficient de Poisson évolue très peu en fonction des fréquences et qu'il peut être considéré comme constant. Pour notre étude, nous fixons le coefficient de Poisson pour le PMMA à $\nu = 0.3$, valeur proposée dans la littérature.

3.1.5.1 Analyse harmonique (AMD)

Sollicitation du PMMA en torsion

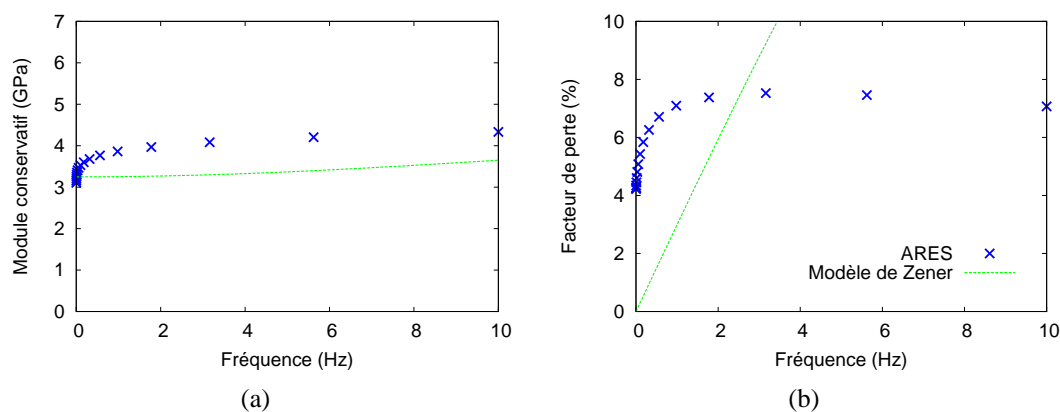


FIG. 3.9 – Module conservatif E' (a) et facteur de perte η (b) du PMMA mesurés avec le visco-analyseur ARES

Des échantillons de PMMA, de dimensions $33 \times 10 \times 4$ mm, sont analysés dans les basses fréquences avec le visco-analyseur ARES. La gamme de fréquence dépend de la raideur des échantillons (notion présentée au chapitre 2), elle s'étend de 0.01 à 10 Hz. Le taux de déformation appliqué est proche de 0.1 %.

Les graphes de la figure 3.9 présentent les résultats obtenus pour le module conservatif E' et le facteur de perte η sur un échantillon en PMMA. Nous retrouvons, pour chacun des deux paramètres, les évolutions attendues.

Dans les très basses fréquences, de l'ordre de 0.01 Hz, nous retrouvons un module conservatif E' proche du module élastique E mesuré par des essais quasi-statiques. Le module de cisaillement augmente rapidement dans cette gamme de fréquences montrant la présence d'une zone de transition. Le mouvement des chaînes moléculaires semble dépendre de la fréquence de sollicitation. Le matériau passe d'un état vitreux à un état sur-vitreux.

Nous pouvons suivre sur le graphe de la figure 3.9 (b) l'évolution du facteur de perte du PMMA en fonction des fréquences de sollicitation. Le facteur de perte augmente rapidement pour atteindre un maximum entre 3 et 4 Hz, puis il diminue progressivement dans les plus hautes fréquences. L'augmentation de η confirme la présence d'une relaxation du matériau à température ambiante. Cette zone de transition est due essentiellement à une réorganisation des chaînes moléculaires. Dans les plus hautes vitesses, les chaînes n'ont pas le temps de se réorganiser conduisant en la diminution du facteur de perte.

Sollicitation du PMMA en flexion

Nous nous intéressons maintenant à l'analyse du comportement dynamique du PMMA sur une gamme de fréquences plus importante (pouvant aller de 5 à 1000 Hz) à l'aide du visco-analyseur Metravib VA2000 pour compléter les résultats obtenus avec l'ARES. Cette analyse

dynamique associée des sollicitations harmoniques en flexion trois points sur des échantillons de PMMA de géométrie poutre.

Préalablement, nous devons définir une géométrie d'échantillon permettant de travailler sur une large gamme de fréquence, respectant la précision fixée sur la raideur dynamique. En effet, nous avons vu au *chapitre 2 paragraphe 2.3.1.5* que pour une précision inférieure à 0.7 % sur la raideur dynamique, nous devons nous limiter à une fréquence égale à 26 % de la fréquence fondamentale.

Nous avons mis en avant, dans la calibration du visco-analyseur Metravib (*chapitre 2*), la nécessité d'apporter des corrections sur les mesures. Dans un premier temps, la souplesse du dispositif d'essai doit être prise en compte dans les résultats, surtout pour des échantillons de raideurs importantes.

Dans un deuxième temps, nous devons considérer le cisaillement exercé par la sollicitation dans une poutre d'épaisseur importante. Dans notre cas, l'échantillon a une épaisseur importante, l'effet du cisaillement ne peut donc pas être négligé.

Les mesures, issues des essais au Metravib VA2000, obtenues après correction sont présentées sur les graphiques des *figures 3.10*. On constate une évolution croissante du module conservatif E' qui se ralentit aux plus hautes fréquences.

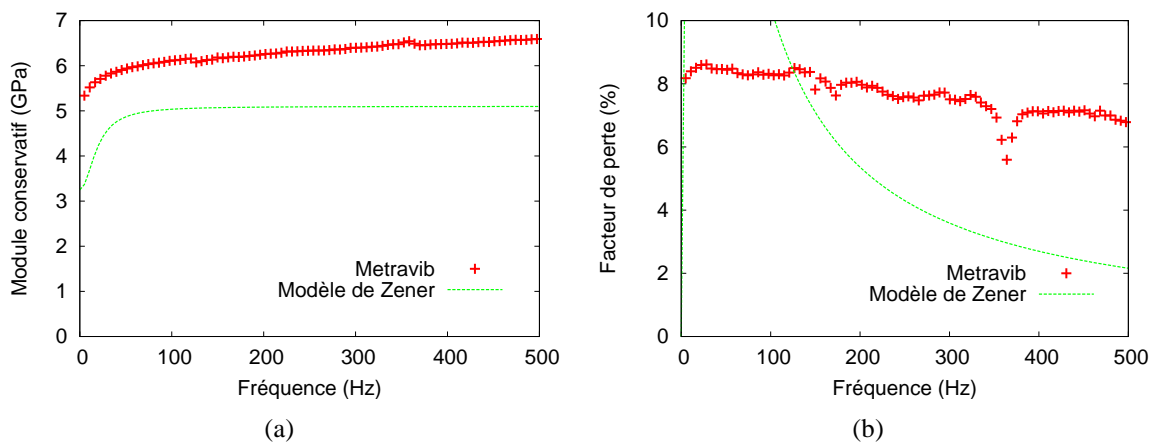


FIG. 3.10 – Module conservatif E' (a) et facteur de perte η (b) du PMMA mesurés avec le visco-analyseur VA2000

Le facteur de perte diminue progressivement, passant de 8 % à 6 % sur une gamme de fréquences allant de 0 à 500 Hz.

Nous pouvons noter la présence de quelques artefacts dus sans doute à des phénomènes de résonance du système complet. En effet, la localisation fréquentielle de ces phénomènes dépend en partie de la géométrie de l'éprouvette, notamment son épaisseur. Notons que les perturbations visibles pour des fréquences voisines de 125 Hz sont dues au changement de capteur de déplacements.

Comparaison des résultats obtenus pour le PMMA en AMD

3. Etude mécanique de la matrice polymère utilisée

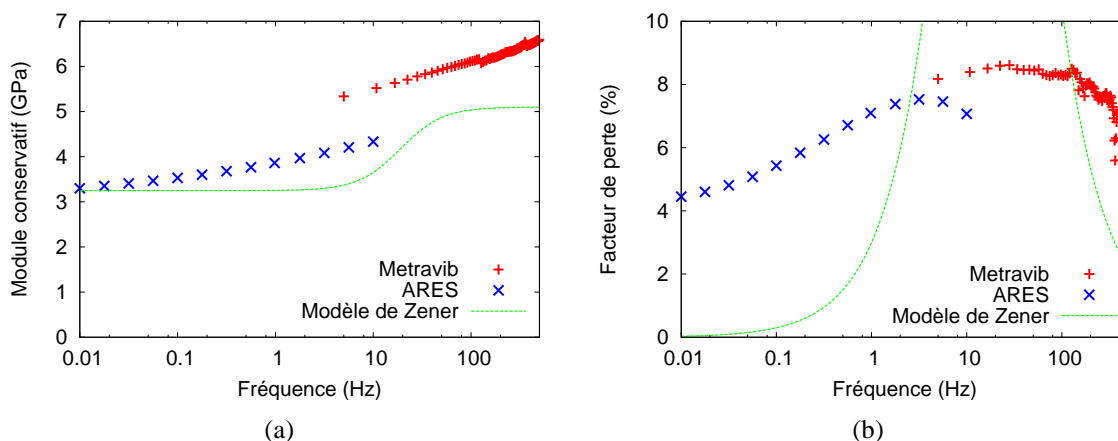


FIG. 3.11 – Module conservatif E' (ou élastique) (a) et facteur de perte kg (b) du PMMA mesurés sur les visco-analyseurs ARES et Metravib VA2000

Nous avons étudiés le PMMA en AMD par une sollicitation en torsion (basses fréquences $< 10 Hz$) puis en flexion pour les moyennes fréquences ($< 500 Hz$). Les évolutions de E' et η mesurées par les deux visco-analyseurs sont directement comparées sur les graphes de la *figure 3.11*.

Ces résultats sont qualitativement complémentaires vis à vis de la gamme fréquentielle employée. Nous constatons une différence importante entre les résultats qui est due à une mauvaise estimation de la compliance du visco-analyseur Metravib VA2000.

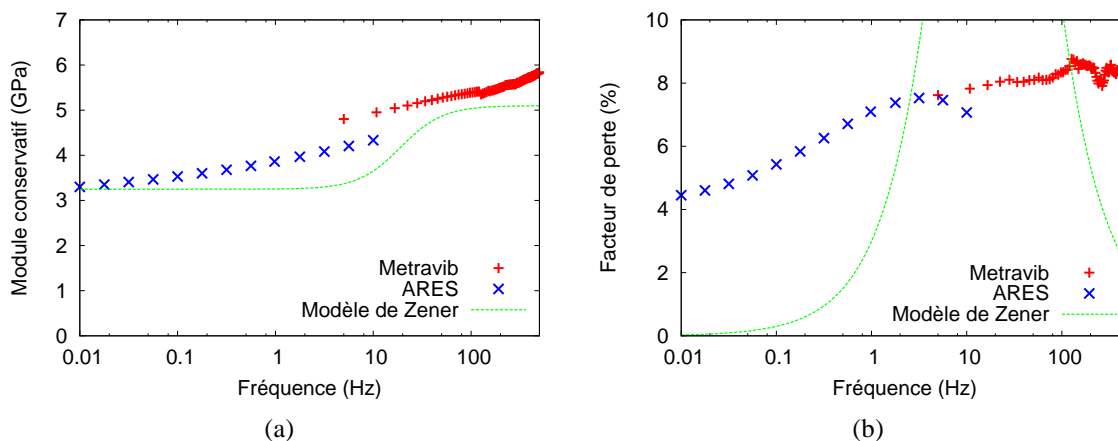


FIG. 3.12 – Evolution des propriétés mécaniques du PMMA mesurées en AMD, la compliance du visco-analyseur Metravib VA2000 est considérée infinie pour un déphasage nul

En effet, la compliance du visco-analyseur Metravib a été estimée au *chapitre 1 (paragraphe 2.3.1.6)* à partir d'un échantillon en acier. Si l'on fait tendre la raideur machine réelle vers une raideur infinie ($K_{ma} > 5K_{ma}$), le module conservatif diminue de 18 % quelle que soit la valeur du

déphasage. Le module conservatif complèterait approximativement celui mesuré avec l'Arès. En revanche, le facteur de perte deviendrait constant autour d'une valeur de 8 %. Les résultats obtenus sont représentés sur les graphes de la *figure 3.12*.

D'autres part, ces résultats sont intéressants puisqu'ils mettent en évidence un phénomène de relaxation du matériau pour des sollicitations mécaniques à température ambiante.

Ces résultats sont comparés avec les évolutions des propriétés mécaniques E et η estimées à partir du modèle rhéologique de Zener pour une sollicitation harmonique (*chapitre 1 paragraphe 1.2.4.2*). Cette modélisation utilise les paramètres moyennés, obtenus au *paragraphe 3.1.4.3* à partir des essais de lâcher.

La valeur des module relaxé E_∞ est proche des valeurs obtenues par l'analyse harmonique pour les basses fréquences (inférieure à 0.1 Hz). Le module élastique mesuré sur le Metravib est supérieur de 18 % de celui résultant du modèle de Zener. Cette variation semble être liée à l'estimation de la compliance du visco-analyseur Metravib.

Les résultats obtenus sur le facteur de perte sont intéressants. Bien que ce modèle ne soit pas représentatif des amplitudes de η obtenues expérimentalement, il permet de situer approximativement, en terme de fréquence, le maximum d'amplitude du facteur de perte. Expérimentalement, le pic d'amplitude est obtenu pour une fréquence proche de 3 Hz, tandis que pour le modèle rhéologique de Zener, il est donné pour une fréquence de 15.5 Hz. Le temps de relaxation donné par le modèle est faible ($13.16 \cdot 10^{-3}$ s) par rapport au temps de relaxation du matériau qui est estimé à 0.43 s. L'inflexion du module élastique donnée par le modèle de Zener se situerait alors pour des fréquences comprises entre 0.01 et 0.1 Hz. Plus le temps de relaxation est élevé, plus la pente de la tangente à la courbe d'évolution au point d'inflexion est importante.

Des essais vibratoires tels que ceux présentés en analyse modale vont permettre de confirmer les tendances des propriétés mécaniques du PMMA remarquées ici.

3.1.5.2 Analyse modale expérimentale

L'analyse modale, présentée au *chapitre 2 paragraphe 2.4*, permet d'obtenir expérimentalement les propriétés mécaniques dynamiques d'une structure, seulement à ces résonances. En jouant sur les géométries des éprouvettes, nous modifions les fréquences de résonance, ce moyen permet d'augmenter la distribution des résultats sur une plus large gamme de fréquences.

Essais au marteau de choc

Nous avons réalisé des essais au marteau de choc sur des poutres de dimensions de différentes tailles ainsi qu'un disque, extraits des plaques de PLEXIGLAS Degussa. Ces différentes géométries ont été obtenues par découpe au jet d'eau dans les plaques de PMMA et sont répertoriées dans le *tableau 2.6*.

La *figure 3.13 (a)* présente l'évolution du module élastique dynamique en fonction des fréquences de résonance. Ces résultats sont obtenus à partir d'une analyse des *FRF* expérimentales pour chaque géométrie, sur lesquelles ont été extraits les paramètres mécaniques dynamiques à l'aide du logiciel MODAN (*chapitre 2 paragraphe 2.4.4.1*).

L'inconvénient de cette méthode d'analyse est la difficulté d'investiguer les basses fréquences, inférieures à 100 Hz. Une solution est d'augmenter la taille des échantillons (augmentation de la souplesse) pour obtenir des fréquences propres plus basses. Mais en contrepartie,

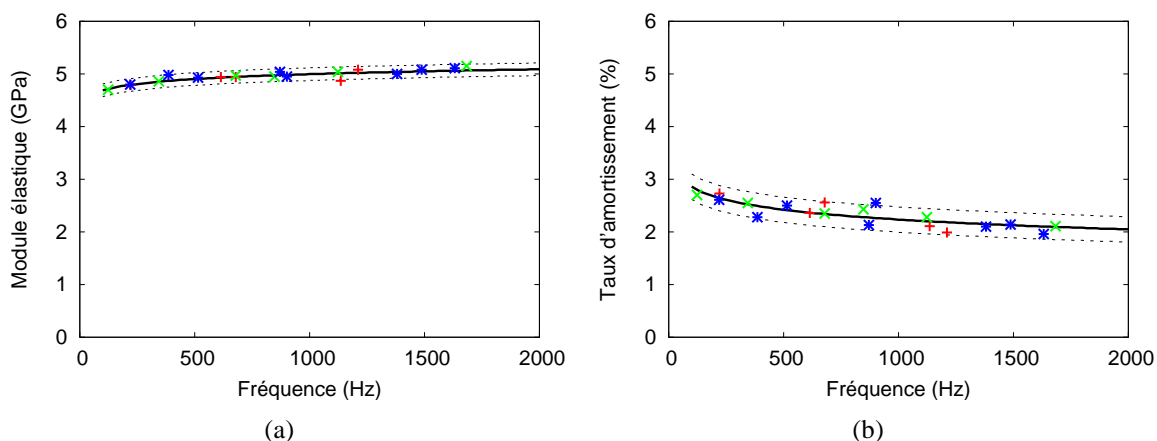


FIG. 3.13 – Module élastique (a) et facteur de perte (b) obtenus avec des essais au marteau de choc sur plusieurs géométries en PMMA, disque diam- 300 mm (* bleu), poutre 300×30 mm (+ rouge) et 400×30 mm (× vert)

l'importante géométrie des échantillons nécessiterait un banc d'essai adapté.

Dans le cas du PMMA, la fabrication de pièces de taille plus importante demande un équipement adapté ainsi qu'une bonne maîtrise des paramètres de conception (extrusion et injection).

Le module élastique mesuré dans les moyennes fréquences (100-2000 Hz) progresse avec la fréquence pour atteindre 5 GPa à 2000 Hz. Une approximation (avec un écart-type de 0,12 GPa), tracée à partir des points de mesure, montre bien la progression du module élastique en fonction des fréquences.

De la même manière, nous traçons l'évolution du taux d'amortissement modal pour le PMMA en fonction des fréquences de sollicitation (figure 3.13 (b)). Ce taux d'amortissement ξ , pour le PMMA, reste faible, de l'ordre de 2,5 %. L'analyse du graphique de la figure 3.13 (b) montre une légère diminution de ce taux sur la gamme de fréquences investiguées, passant de 3 % à 2%. La régression tracée sur le graphique de la figure 3.13 (b) donne une idée de la sensibilité (± 0.24 %) de cette méthode à déterminer un taux d'amortissement modal ξ .

Essais au pot-vibrant

Les essais au pot-vibrant sont réalisés directement sur la partie centrale des éprouvettes haltères. L'éprouvette étudiée se présente sous la forme d'une poutre de section 10×4 mm. Nous avons la possibilité de faire varier la longueur de l'éprouvette entre 65 et 80 mm, et ainsi balayer une gamme étendue de fréquences de résonance. Les résultats qui suivent sont obtenus sur les deux premiers modes de flexion de la poutre dans son plan souple.

Le protocole d'extraction des paramètres mécaniques dynamiques (schéma 2.31) est identique à celui utilisé pour les essais au marteau de choc. Les conditions aux limites utilisées dans la modélisation numérique pour l'identification du module élastique ont été présentées au chapitre 2 paragraphe 2.4.4.3.

Le graphe de la figure 3.14 (a) présente l'évolution du module élastique en fonction des fréquences de sollicitations. Le module élastique E atteint une valeur maximale d'environ 5

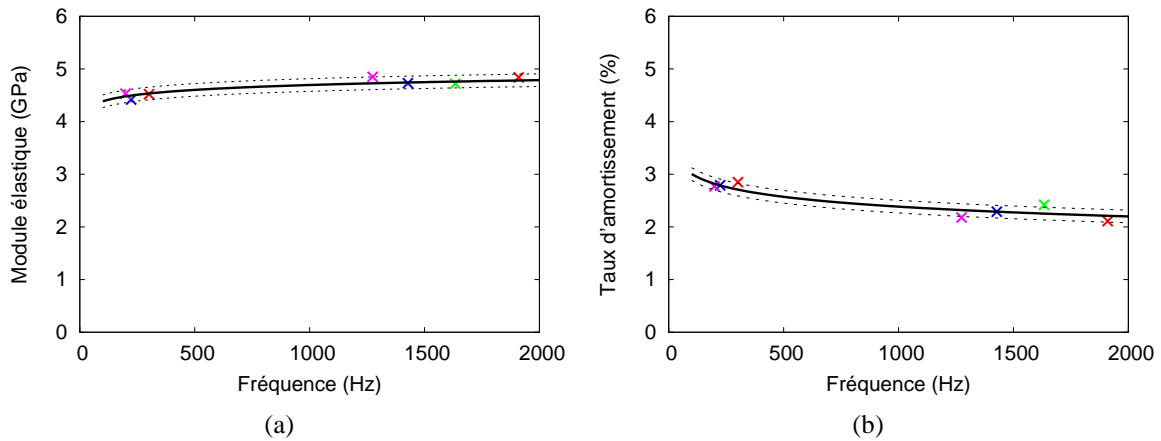


FIG. 3.14 – Module élastique (a) et facteur de perte (b) obtenus avec des essais au pot-vibrant sur plusieurs longueurs L d'éprouvette en PMMA de section $10 \times 4 \text{ mm}$, $L=65 \text{ mm}$ (\times rouge), $L=70 \text{ mm}$ (\times vert), $L=75 \text{ mm}$ (\times bleu) et $L=80 \text{ mm}$ (\times mauve)

GPa pour une fréquence de 2000 Hz .

Le facteur de perte, graphe de la *figure 3.14 (b)*, mesuré parallèlement au module élastique, suit la même tendance que pour des essais au marteau de choc.

Nous retrouvons, en terme d'évolution de E et de η sur le PMMA, des résultats sensiblement identiques à ceux présentés dans les travaux de Y. Liao [46].

Comparaison des résultats sur le PMMA en analyse modale

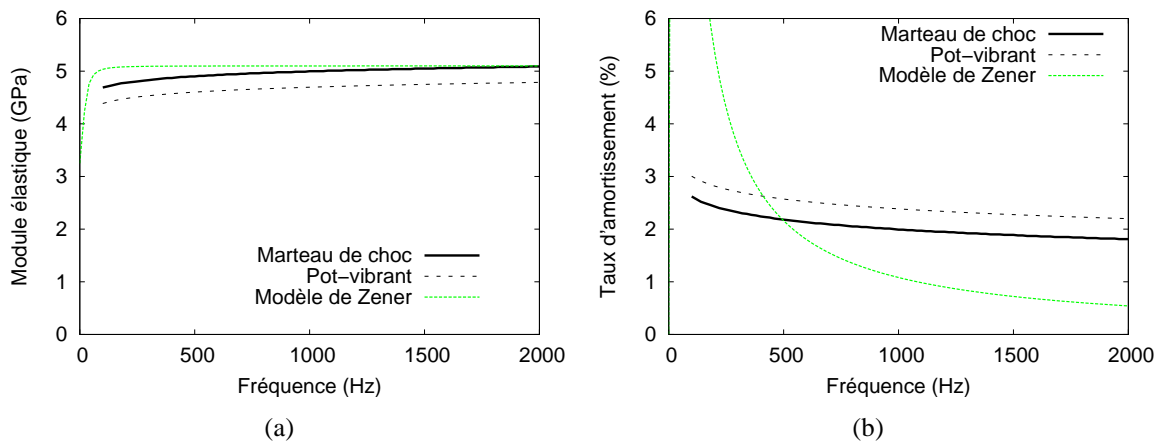


FIG. 3.15 – Comparaison des mesures issues des essais au pot-vibrant (trait pointillé noir) et des essais au marteau de choc (trait plein noir), pour le module élastique E (a) et le taux d'amortissement modal ξ (b)

Les résultats obtenus sur le PMMA par les deux dispositifs sont directement comparés. Les

résultats issus des essais au marteau de choc sont considérés comme référence, car nous nous affranchissons de la modélisation des conditions aux limites (*libre-libre*) de cet essai. Nous constatons que les essais au pot vibrant fournissent un module élastique légèrement inférieur et un facteur de perte supérieur. Nous justifions cet écart par une influence de l'encastrement dans les mors : lors de la sollicitation, le système de serrage assouplit localement la structure (poutre PMMA) au niveau de l'encastrement, ce qui a pour effet de diminuer les fréquences propres de la poutre, et donc de sous-estimer le module élastique. L'augmentation du facteur de perte est due aux frottements s'exerçant au niveau de l'encastrement lors de l'excitation.

Nous comparons ces résultats avec les évolutions des propriétés mécaniques obtenues à partir du modèle rhéologique de Zener. Il semble que le temps de relaxation utilisé dans la modélisation ne suffise pas pour suivre l'évolution du module élastique. En effet, la pente de l'inflexion du module élastique (modèle de Zener) semble être trop importante vis à vis des mesures expérimentales. Pour les hautes fréquences (2000 Hz), le module instantané issu du modèle de Zener atteint les valeurs expérimentales. Pour le facteur de perte, les niveaux d'amplitude ne sont pas représentatifs des résultats obtenus. En revanche, l'allure de la courbe du modèle de Zener annonce l'apparition du pic d'amplitude pour les basses fréquences, inférieures à 10 Hz.

3.1.5.3 Analyse par ultrasons

Le système d'analyse par ultrasons, utilisé dans l'identification du module élastique E du PMMA, a été présenté au *chapitre 2*. L'onde ultrasonore est transmise de l'excitateur piézo-électrique à l'échantillon par l'intermédiaire d'un gel de transmission, identique à celui utilisé dans l'imagerie par échographie. Un E moyen est estimé à partir de quelques échantillons de PMMA, de dimensions $80 \times 10 \times 4$ mm. Nous mesurons le temps de parcours de l'onde ultrasonore longitudinale, se déplaçant suivant la longueur de l'échantillon. Le système d'excitation ne permet pas de générer une onde ultrasonore transversale. Pour cette raison, nous fixons le coefficient de Poisson du PMMA, $\nu = 0.3$. Et, à partir du temps de parcours mesuré et des *équations 2.85* et *2.86*, nous déterminons une valeur du module élastique pour une fréquence de sollicitation de 54 kHz. Ce moyen nous permet de vérifier la tendance de E observée lors des essais en analyse modale expérimentale (voir *figure 3.13*).

Nous estimons, pour le PMMA, un module élastique E moyen de 5.11 (± 0.08) GPa. Ces résultats montrent que le comportement élastique du PMMA n'évolue plus dans les moyennes et hautes fréquences, et confirment la tendance asymptotique du module élastique vers les hautes fréquences.

3.1.6 Comparaison entre les différentes méthodes d'analyse

La combinaison des différentes méthodes d'analyse a permis de rendre compte du comportement viscoélastique de la matrice PMMA. Nous pouvons suivre l'évolution du module élastique (ou conservatif) ainsi que celle du facteur de perte en fonction des fréquences de sollicitation, *figures 3.16* et *3.17*.

Les essais de traction donnent un module élastique proche de celui mesuré par les essais avec le visco-analyseur ARES.

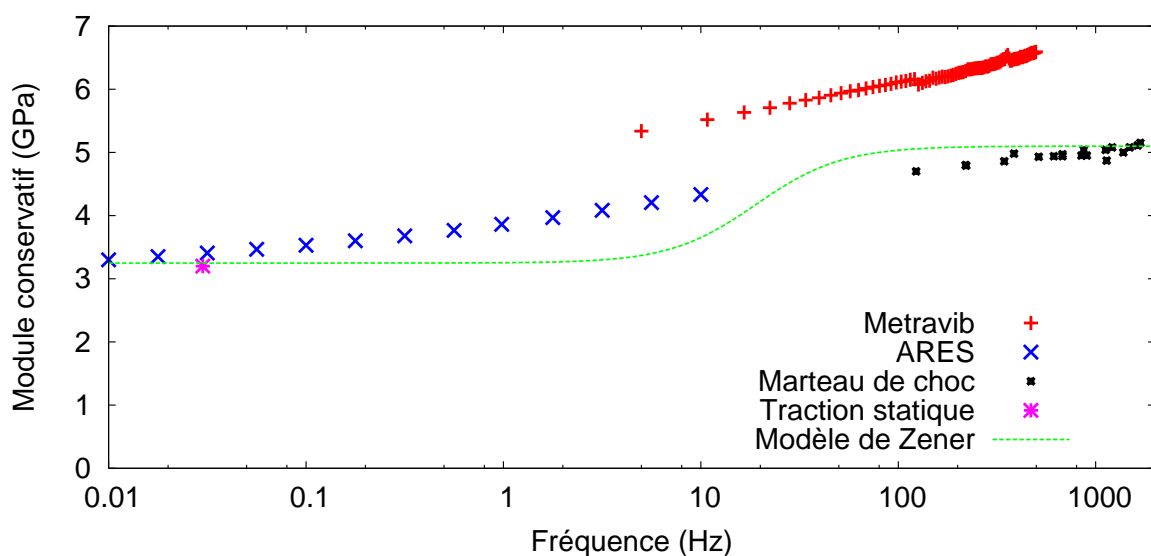


FIG. 3.16 – Comparaison des modules élastiques et conservatifs mesurés par les différentes méthodes d'analyse

L'AMD apporte des informations sur les propriétés élastiques ainsi que sur la dissipation d'énergie. Mais cette méthode reste limitée aux basses fréquences, du fait de l'influence de la résonance fondamentale des échantillons étudiés. Nous utilisons différents modes de sollicitation, torsion et flexion, donnant des résultats similaires et complémentaires. Nous notons une différence au niveau des amplitudes du module conservatif et du facteur de perte, qui est due à une mauvaise estimation de la souplesse du visco-analyseur Metravib. Cette méthode permet d'identifier la zone de transition β pour des sollicitations dynamiques à température ambiante.

Les résultats issus de l'AMD sont comparables à ceux issus de l'analyse modale pour des essais au marteau de choc (*figures 3.16 et 3.17*). Si nous comparons les évolutions des propriétés dynamiques (E et η) pour l'ARES et l'analyse modale, nous retrouvons une complémentarité reflétant le comportement intrinsèque du PMMA. Des essais d'analyse par ultrasons confirment les tendances des propriétés mécaniques du PMMA pour des hautes fréquences.

L'ensemble de ces méthodes d'analyse vibratoires a permis de mettre en évidence le comportement mécanique d'un matériau viscoélastique, et de déterminer les propriétés élastiques et dissipatives de la matrice PMMA. Ces méthodes semblent être des outils très intéressants dans l'investigation des propriétés d'un matériau composite, d'un point de vue non destructif.

Les modules instantané et relaxé, identifiés à partir des essais de lâcher, sont en accord avec ceux issus des différentes méthodes d'analyse vibratoire. Le modèle de Zener ne semble pas être approprié à l'étude du comportement viscoélastique du PMMA. En effet, le temps de relaxation identifié ne permet pas de modéliser fidèlement l'évolution du module élastique en fonction des fréquences de sollicitation. Le modèle de Zener fournit une approximation qualitative, mais en aucun cas quantitative pour le facteur de perte, de la zone de transition du PMMA sous sollicitations vibratoires à température constante.

Dans la suite du chapitre, nous nous attachons à présenter la sensibilité du facteur de perte

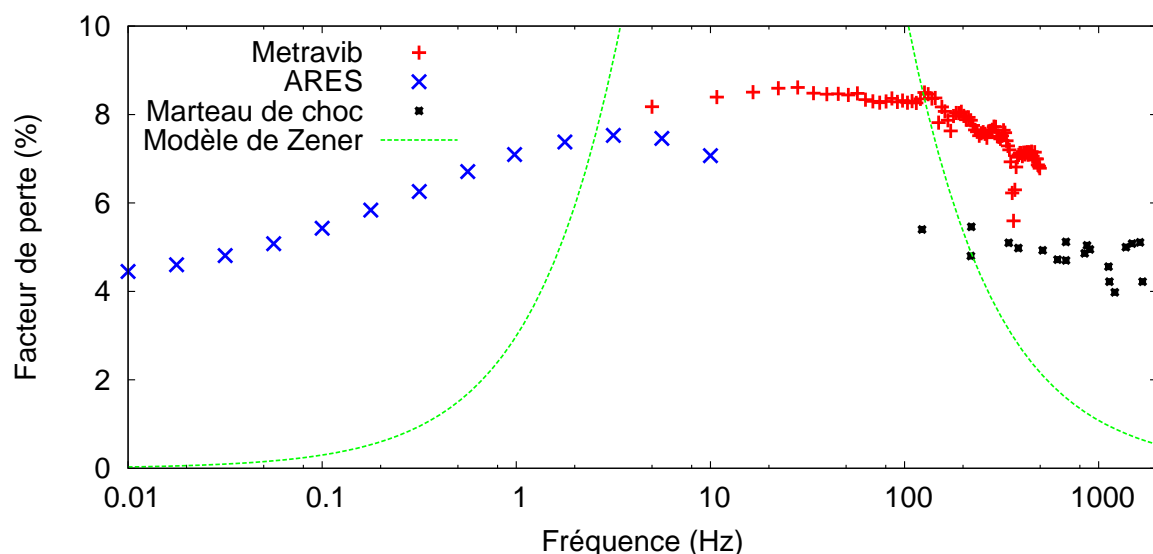


FIG. 3.17 – Comparaison des facteurs de perte η mesurés par les différentes méthodes d'analyse

à détecter un endommagement structural de type fissure.

3.2 Etude de plaques de PMMA fissurées

Relativement aux travaux de W. Gu [34], nous nous intéressons aux dissipations d'énergie (en terme en terme de facteur de perte) rendant compte de la nature cohésive d'un matériau composite polymère-billes de verre. Comme nous l'avons énoncé au *chapitre 1*, les propriétés mécaniques d'un matériau composite dépendent de trois paramètres essentiels qui sont la taille et la géométrie des charges, la proportion volumique et le traitement de surface des charges. Dans le cas de particules sphériques, la proportion volumique et la taille des charges contrôlent la surface totale de contact des interfaces charges/matrice. Lorsque le matériau est soumis à des sollicitations vibratoires, des frottements aux interfaces peuvent être à l'origine d'une dissipation additionnelle d'énergie.

Dans cette section, nous nous intéressons à étudier la sensibilité de l'analyse modale à détecter la présence d'un endommagement contrôlé au sein d'une structure en PMMA. Nous verrons que cette méthode reste un outil intéressant dans la détection de modifications structurales de type fissure.

La réalisation de cette étude se base sur une dégradation volontaire d'éprouvettes en PMMA qui sont ensuite analysées à partir d'essais au marteau de choc. L'intérêt d'une dégradation par fissuration est qu'elle met en avant des surfaces frottantes connues, pouvant être corrélées aux niveaux de dissipation mesurés.

Les différents paramètres étudiés (f et η) sont sensibles à la présence d'un défaut localisé, et dépendent des surfaces frottantes.

Dans les lignes qui suivent, nous exposerons le principe de dégradation des échantillons que

nous testerons. Puis nous présenterons les différents résultats obtenus ainsi qu'une interprétation.

3.2.1 Principe et mise en oeuvre

L'objectif ici consiste à suivre l'évolution du comportement mécanique dynamique d'échantillons en présence d'endommagements. La difficulté de ce travail réside dans le choix et la mise en oeuvre d'une dégradation contrôlable des échantillons à tester. En effet, pour relier les variations des paramètres mécaniques à des niveaux de dégradation, il est nécessaire que l'endommagement soit parfaitement contrôlé.

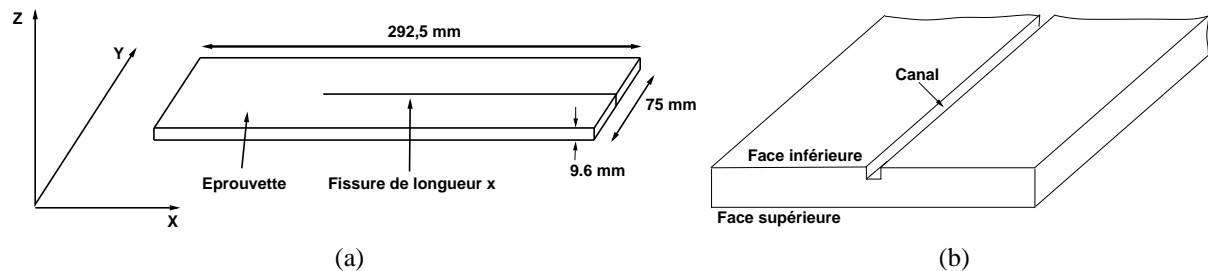


FIG. 3.18 – Plaque rectangulaire en PMMA de dimensions $292.5 \times 75 \times 9.6$ fissurée (a), canal réalisé au centre de la face inférieure de l'éprouvette sur toute la longueur (b)

Inspiré du travail de M. Boussuge [9], les échantillons à tester sont des plaques rectangulaires en PMMA de dimensions $292.5 \times 75 \times 9.6$ mm (figure 3.18 (a)) dégradées au moyen d'un essai de double-torsion (DT). Le principe de l'essai de DT est schématisé sur la figure 3.19. L'éprouvette repose sur quatre appuis et est sollicitée en flexion par l'appui supérieur sur une extrémité. La fissure s'amorce sous le point d'application de l'effort pour se propager le long de l'axe central de l'éprouvette. L'avantage de ce système de dégradation est qu'il est parfaitement contrôlable. Il est possible d'obtenir approximativement la longueur de fissures désirée. Les difficultés rencontrées se situent au niveau du matériau, nous avons vu que le PMMA est fragile et cassant. Pour des vitesses d'application de l'effort trop importantes, il devient difficile de contrôler la progression et l'orientation du front de fissure. Pour favoriser le profil rectiligne de la fissure, un canal (de dimensions 1×1 mm) est réalisé sur toute la longueur au centre de la face opposée à l'effort (figure 3.18 (b)).

3.2.2 Analyse modale d'une plaque fissurée

Pour comprendre les phénomènes de dissipation d'énergie sous forme de frottements au niveau de la fissure, il faut étudier la déformée modale pour chaque fréquence de résonance de la structure. La figure 3.20 présente les déformées modales des échantillons étudiées pour les huit premières fréquences propres. Les zones de couleur bleue correspondent aux lignes nodales (ensemble de noeuds de vibration), c'est à dire là où les déplacements sont nuls ou quasi-nuls.

Lorsque la structure est excitée à des fréquences de résonance correspondantes aux modes de flexion dans le plan $\vec{x}\vec{z}$, les deux faces de la fissure restent en contact ne générant aucun

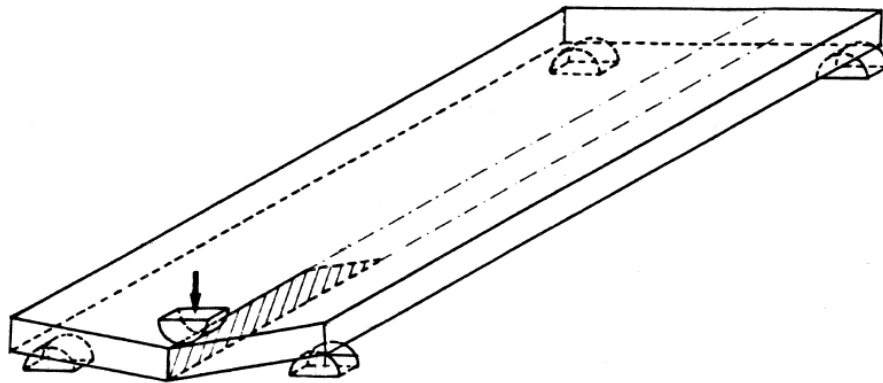


FIG. 3.19 – Principe de l'essai de double-torsion [9]

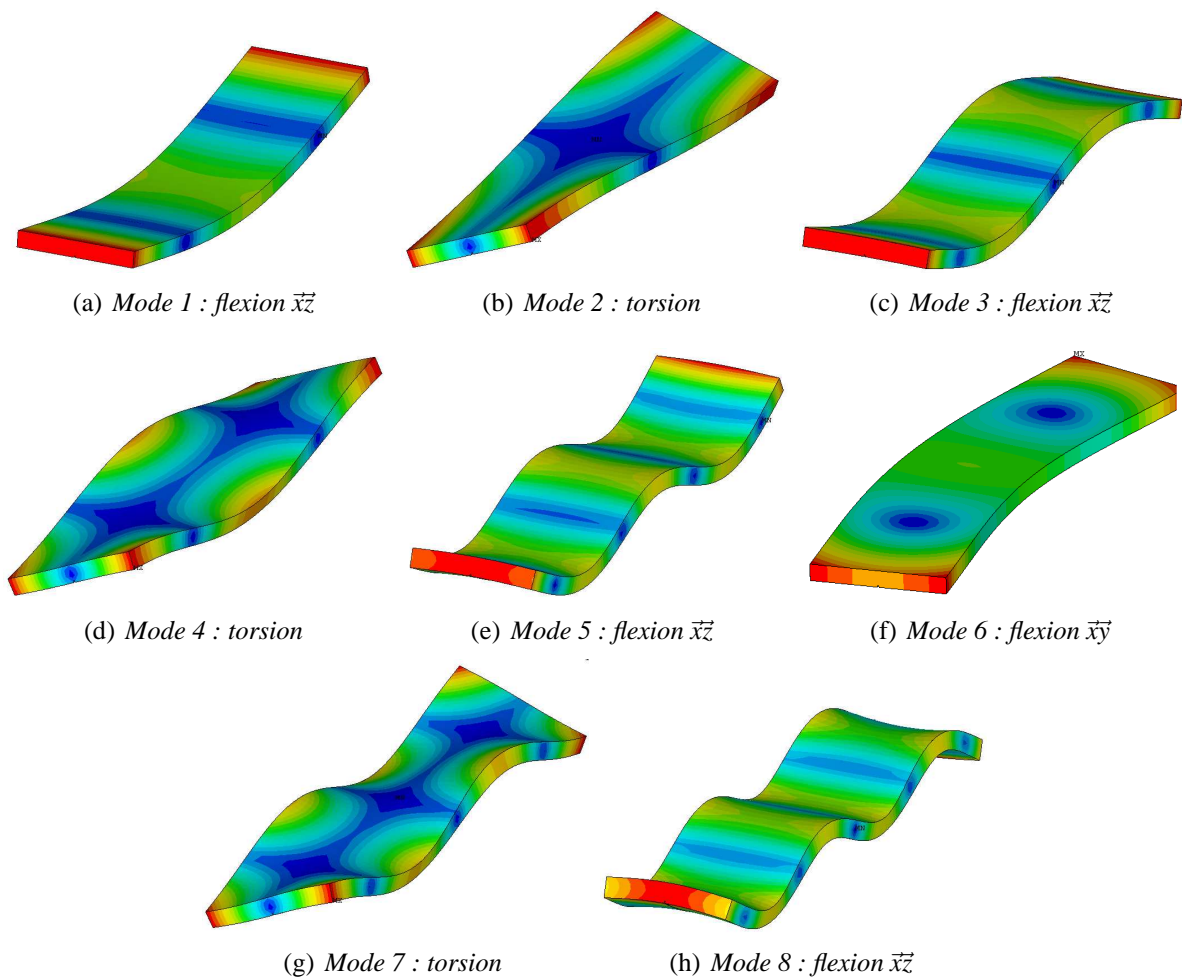


FIG. 3.20 – Premier mode propre de vibration de la plaque en PMMA de dimensions $292.5 \times 75 \times 9.6$ non endommagée

frottement. La structure conserve alors son intégrité en terme de rigidité expliquant de faibles modifications des fréquences de résonance pour ces modes (*tableau 3.4*). Cette insensibilité de ces modes propres peut s'expliquer par la position de la fissure par rapport aux noeuds de vibration. La fissure est perpendiculaire aux lignes nodales, ce qui a pour effet de ne pas activer son ouverture et ainsi conserver l'emplacement des noeuds de vibration.

Les déformées modales des modes propres sensibles permettent de prévoir les modes d'activation (ou d'ouverture) de la fissure (représentés *figure 3.21*). Lorsque l'échantillon dégradé oscille à la fréquence de résonance correspondante au mode de flexion dans le plan $\vec{x}\vec{y}$, certains noeuds de vibration sont centrés sur la fissure. Nous pouvons facilement penser que l'ouverture de la fissure s'active selon le schéma du mode de glissement dans le plan de la *figure 3.21 (a)*, générant du frottement au niveau des surfaces de contact. Pour les modes de torsion, l'ouverture de la fissure (suivant une des lignes nodales) semble être une combinaison des deux modes présentés sur la *figure 3.21*, mode de glissement dans le plan et antiplan. En effet, quel que soit le mode propre de torsion, la fissure suit l'une des lignes nodales.

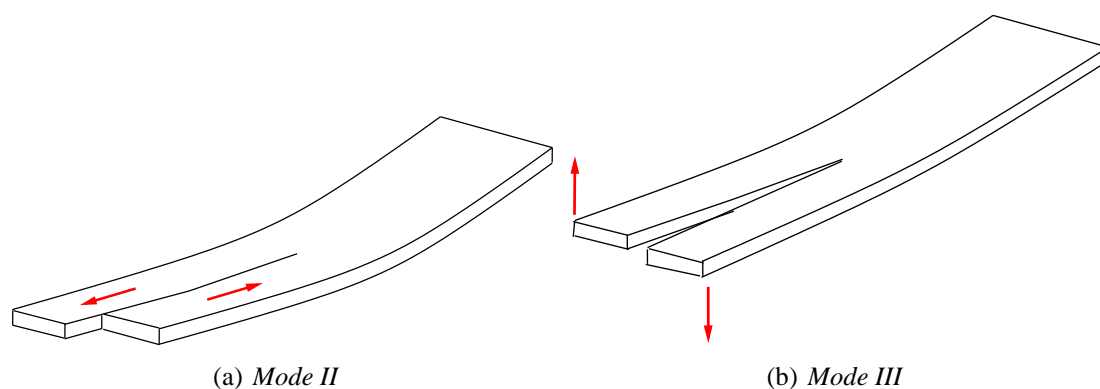


FIG. 3.21 – Mode d'ouverture de la fissure, mode II glissement dans le plan (a) et mode III glissement anti-plan (a)

Cette étude porte sur une comparaison de résultats des paramètres mécaniques dynamiques (f et η) obtenus sur un échantillon sain (*figure 3.18*) puis dégradé. Les résultats obtenus par des essais au marteau de choc, sur une plaque de PMMA saine puis fissurée (fissure de longueur 100 mm), sont présentés dans le *tableau 3.4*. A ce stade, nous remarquons que le facteur de perte semble sensible à la présence de la fissure contrairement aux fréquences de résonance. Nous constatons que certains modes propres, notamment les modes de torsion et de flexion dans le plan $\vec{x}\vec{y}$, dissipent beaucoup plus d'énergie (augmentation de η). Le niveau d'énergie dissipée dépend de la nature du mode sur lequel il est mesuré. Les variations sur les fréquences de résonance ne sont pas significatives pour rendre compte d'une modification structurelle de l'échantillon. L'éprouvette fissurée conserve les propriétés, en terme de raideur, de l'éprouvette saine.

Le *tableau 3.5* présente les résultats obtenus pour un échantillon de PMMA dont la longueur de fissure se rapproche de 140 mm . Les mesures de f et de η sont données seulement pour les modes sensibles, les modes de torsion et de flexion dans le plan $\vec{x}\vec{y}$. Ces modes propres de vibration sont très sensibles à la présence de l'endommagement. La fissure modifie nettement le comportement de la structure puisque les fréquences de résonance des modes sensibles dimi-

3. Etude mécanique de la matrice polymère utilisée

Mode	Nature	Echantillon sain		Echantillon fissuré		Variation relative	
		f (Hz)	η (%)	f (Hz)	η (%)	Δf (%)	$\Delta \eta$ (%)
1	flexion \vec{xz}	239.9	5.74	232.5	5.80	+ 0.17	+ 1.04
2	torsion	515.7	4.80	512.3	5.72	- 0.66	+ 19.17
3	flexion \vec{xz}	654.3	4.60	654.4	4.66	- 0.01	+ 1.30
4	torsion	1083	4.92	1072	5.20	- 1.11	+ 5.69
5	flexion \vec{xz}	1289	4.52	1292	4.64	- 0.23	+ 2.65
6	flexion \vec{xy}	1580	4.48	1557	4.94	- 1.46	+ 9.82
7	torsion	1721	4.58	1710	4.74	- 0.60	+ 3.49
8	flexion \vec{xz}	2133	4.24	2125	4.18	+ 0.37	- 1.41

TAB. 3.4 – Comparaison entre les fréquences de résonance et le facteur de perte d'une plaque de dimensions $292.5 \times 75 \times 9.6$ mm saine puis endommagée avec une fissure de longueur 100 mm

nient de manière importante. Ce phénomène peut s'expliquer par un assouplissement local de la structure, au niveau du front de fissure. De manière générale, l'énergie dissipée augmente avec la longueur de la fissure sauf pour le premier mode de torsion (mode 2). Cette augmentation de dissipation d'énergie semble être directement liée à la surface de contact au niveau de la fissure. Plus la surface de contact est importante, plus le frottement généré dissipe de l'énergie sous forme de chaleur. Le facteur de perte η détecte la dissipation d'énergie au niveau de la fissure, il représente un indicateur sensible à la présence de cet endommagement (de type fissure).

Mode	Nature	Echantillon sain		Echantillon fissuré		Variation relative	
		f (Hz)	η (%)	f (Hz)	η (%)	Δf (%)	$\Delta \eta$ (%)
2	torsion	523.2	4.44	500.6	4.76	- 4.32	+ 7.21
4	torsion	1094	4.62	999.7	5.22	- 8.61	+ 12.99
6	flexion \vec{xy}	1580	4.34	1298	5.40	- 17.85	+ 24.42
7	torsion	1739	4.24	1440	4.98	- 17.19	+ 17.45

TAB. 3.5 – Comparaison entre les fréquences de résonance et le facteur de perte d'une plaque de dimensions $292.5 \times 75 \times 9.6$ mm saine puis endommagée avec une fissure de longueur 140 mm

Les frottements ainsi générés par l'ouverture de la fissure, et plus exactement les énergies dissipées, vont dépendre essentiellement de l'amplitude des déplacements de la structure endommagée lorsqu'elle est excitée aux fréquences de résonance des modes sensibles. Les fréquences de résonance sont un bon indicateur de l'intégrité de la structure en terme de rigidité, conduisant à la détection d'endommagement en présence de dégradation importante. Le fac-

teur de perte nous permet, dans un premier temps, de considérer la présence d'une dégradation (dans notre cas un endommagement structural, fissure). L'étude des taux d'énergie dissipée semble nous apporter des informations intéressantes sur les niveaux de frottements générés par les surfaces en contact. Nous avons vu que, généralement, plus les surfaces de contact sont importantes plus l'énergie dissipée l'est aussi, d'où l'intérêt particulier de rapprocher cette dissipation d'énergie à une surface frottante.

Dans le cas d'un endommagement structural de type fissure (longitudinale et rectiligne), les surfaces frottantes et les niveaux d'énergie dissipée sont conditionnés essentiellement par le mode de sollicitation imposé. Dans le cas d'un endommagement microstructural, contrôlé par la surface de contact interfaciale (charges/matrice) et la nature des traitements de surface, l'utilisation de modes de sollicitation différents doit permettre de rendre compte d'une modification des propriétés mécaniques du matériau composite modèle.

3.3 Conclusion

Cette étude approfondie a permis de corréler différentes méthodes d'analyse du comportement mécanique quant à l'analyse d'un matériau polymère sur la base d'essais statiques et d'essais vibratoires ou dynamiques.

L'AMD, classiquement employée en Sciences des Matériaux, met en jeu des essais mécaniques de flexion et de torsion sur des éprouvettes, sous sollicitation harmonique « hors résonances ». Si ces essais, largement répandus, mettent généralement en jeu des géométries normalisées, ils restent assez longs et coûteux. De plus nous avons noté, pour l'AMD avec le visco-analyseur Metravib, des problèmes d'identification du module élastique et du facteur de perte, sans doute dus à une mauvaise estimation de la souplesse du système d'analyse.

La seconde méthode, l'analyse modale, repose sur l'utilisation de plusieurs dispositifs expérimentaux (marteau de chocs et pot-vibrant), et conduit à l'extraction des paramètres modaux à partir de l'analyse des *FRF* et des modes de résonance d'une structure. D'une mise en oeuvre simple, l'identification des paramètres élastiques du matériau peut toutefois nécessiter une modélisation en éléments finis lorsqu'il s'agit de structures de géométries plus complexes ne présentant pas de solution analytique au problème mécanique ainsi posé. Relativement aux essais en analyse modale, nous avons remarqué des modifications entre les deux dispositifs utilisés. Cette faible variation mesurée sur les propriétés mécaniques E et η montre une sensibilité de ces paramètres aux conditions aux limites. Une étude plus approfondie du système d'encastrement fixé sur le pot vibrant semble être nécessaire. Ces méthodes d'analyse ont donc permis de fournir une estimation, précise et acceptable, des propriétés viscoélastiques du PMMA. L'analyse modale semble être une bonne alternative dans l'estimation des paramètres mécaniques, du fait d'une mise en oeuvre rapide et peu coûteuse.

Comme nous pouvions nous y attendre, l'évolution des paramètres mécaniques avec la fréquence de sollicitation reflète correctement la nature du comportement viscoélastique du PMMA. Le module élastique E identifié pour des faibles vitesses de sollicitation se rapproche de la valeur de 3.2 GPa , valeur annoncée dans la littérature. Ce module augmente en fonction des fréquences de sollicitation pour atteindre une valeur d'environ 5 GPa pour la plus grande fréquence de sollicitation utilisée (2000 Hz). Le facteur de perte atteint un maximum d'ampli-

tude pour une fréquence de sollicitation entre 1 et 10 Hz , environ 8 %. Dans les basses et hautes fréquences de sollicitation, la valeur du facteur de perte se rapproche de 4 %. Les évolutions de E et de η montrent clairement la présence d'un phénomène de relaxation, s'opérant pour quelques hertz. Ces phénomènes de relaxation s'expliquent par une réorganisation des chaînes moléculaires dans le matériau. Sous l'effet de la vitesse, la mobilité des macromolécules ne s'opère pas, ce qui a pour conséquence directe de figer le matériau. Ces phénomènes de relaxation sont observables pour des basses températures, proches de la température de la transition β . Nous pouvons penser que l'analyse dynamique isotherme du PMMA ne permet pas d'identifier clairement les fréquences pour lesquelles s'opèrent les transitions γ et α . L'utilisation d'un modèle rhéologique de type Zener (faisant intervenir un seul temps de relaxation), ne permet pas une modélisation fiable du comportement viscoélastique du PMMA. La modélisation par un modèle de Zener ou Maxwell généralisé semblerait plus adaptée à ce type de comportement. Un nombre beaucoup plus important de temps de relaxation permettrait d'interpôler au mieux les points de mesures obtenus.

L'utilisation de l'analyse modale dans la détection d'endommagement par fissuration s'est révélée très intéressante. Cette méthode permet de mettre en évidence des modifications des propriétés mécaniques de la structure, en terme de rigidité et de dissipation d'énergie. Nous avons vu que les paramètres mécaniques E et η sont sensibles à la présence du défaut dans la structure. Ces paramètres semblent être des indicateurs reflétant le comportement général de la structure. La dissipation d'énergie liée aux frottements internes entre les surfaces libres d'une fissure peut être quantifiée en fonction de la surface frottante. Elle est directement liée aux modes d'ouverture de la fissure.

La notion de surface de contact frottante est intéressante dans le cadre des matériaux composites à charges particulières, car ils mettent en cause des surfaces de contact importantes.

Dans le prochain chapitre, nous nous intéresserons à l'utilisation de ces méthodes dans l'analyse de matériaux composites modèles.

Chapitre 4

Caractérisation mécanique des matériaux composites modèles

4.1 Introduction

Dans ce chapitre, nous proposons une caractérisation du comportement mécanique de matériaux modèles à l'aide des techniques d'analyse présentées au *chapitre 2*. Nous avons présenté, lors de l'étude des propriétés mécaniques de la matrice PMMA, les capacités des méthodes vibratoires à estimer les propriétés viscoélastiques du matériau. Le comportement viscoélastique du PMMA dépend fortement des vitesses de sollicitation.

Une étude sur les plaques de PMMA fissurées a montré la capacité de l'analyse modale à détecter, notamment au niveau du facteur de perte, un phénomène de dissipation corrélé à de l'endommagement par fissuration d'une structure. La dissipation d'énergie mesurable à travers le facteur de perte reflète d'une part, l'amortissement intrinsèque au matériau et d'autre part la présence d'une modification structurale. En s'appuyant sur les travaux de Panteliou [59], l'amortissement, mesuré par ces méthodes dynamiques, peut être un indicateur des phénomènes de dissipation se produisant à différentes échelles. En effet, pour un endommagement structural de type fissure, l'augmentation de la dissipation d'énergie mesurable provient des frottements engendrés par l'ouverture de la fissure. Cette dissipation peut être reliée à la surface totale de la fissure, comparable aux surfaces de contact aux interfaces charges-matrice.

Ce raisonnement peut être étendu aux matériaux composites modèles présentés au *chapitre 1*. Nous ne parlons plus d'endommagement structural localisé (fissure), mais d'un endommagement diffus dans le matériau. La proportion de charges présentes dans le matériau représente une surface de contact, pouvant générer des frottements lorsque la structure est sollicitée. Cette surface de contact dépend des modes de sollicitation appliqués, elle représente la surface frottante. La nature des traitements de surface doit avoir un impact sur la proportion de surface frottante.

Dans la suite de cette étude, nous présentons les résultats obtenus, lors de l'utilisation des différentes méthodes d'analyse, sur les matériaux modèles. Ces méthodes permettent de caractériser les propriétés mécaniques des matériaux composites en fonction, de la proportion de charges incluses, de la granulométrie des charges qui caractérisent une surface de contact, et de la nature des traitements de surface.

4.2 Caractérisation des matériaux modèles

Dans cette partie, nous nous intéressons à la caractérisation des matériaux composites modèles.

La conception des matériaux composites est basée sur le plan d'expérience exprimé au *chapitre 1 paragraphe 1.5*. L'utilisation de ces matériaux impose certaines vérifications telle que la proportion de charges incluses.

La caractérisation des matériaux composites se poursuit par une étude du comportement mécanique, avec la mesure du module de traction, de contrainte et de la déformation à rupture. D'après Beaudouin [4], l'estimation des propriétés à rupture permet une caractérisation des traitements de surface en termes de cohésion. Le module de traction évolue avec la fraction volumique de charges dans le matériau, mais n'apporte aucune information, ni sur la nature des traitements ni sur la taille des inclusions. L'évolution de E en fonction de la proportion volumique peut être représentée assez fidèlement par des modèles analytiques d'homogénéisation (énoncés au *chapitre 1 paragraphe 1.4*).

Une analyse approfondie de l'interface au microscope électronique à balayage (MEB) va permettre de mettre en évidence les types d'arrangements locaux entre la matrice selon les différents traitements de surface. L'analyse au MEB des faciès de rupture rend compte des effets des traitements sur les matériaux composites lorsqu'ils sont soumis à des niveaux de contraintes importants.

4.2.1 Contrainte locale et mise en forme

Lors du refroidissement de l'éprouvette de composite dans le moule, nous voyons apparaître des contraintes importantes dans la matrice polymère autour des inclusions. Lorsque le coefficient de dilatation thermique de la matrice est supérieur à celui de la particule, la matrice exerce une pression isostatique sur la particule lors de son refroidissement dans le moule. L'expression de cette pression est donnée pour le cas d'une particule sphérique, *chapitre 1 équation 1.1*. Connaissant les températures de mise en oeuvre, nous pouvons estimer les niveaux et la répartition des contraintes radiale et tangentielle dans la matrice à proximité de la particule.

Les coefficients de dilatation sont donnés à $9 \cdot 10^{-6} K^{-1}$ pour le verre et $10^{-4} K^{-1}$ pour le PMMA. Nous sommes dans le cas où $\alpha_{verre} < \alpha_{PMMA}$, les contraintes dans la matrice sont des contraintes de tension dans la direction tangentielle et de compression dans la direction radiale. Nous pouvons donc estimer la contrainte tangentielle σ_{θ} et la contrainte radiale σ_r à partir des modules élastiques de chaque constituant.

L'étude thermomécanique du PMMA a montré que le matériau adoptait un comportement plastique au delà d'une certaine température (voir graphe *figure 3.1*). Nous estimons à $75^\circ C$ la température limite qui garantit l'état solide de la matrice exerçant une pression sur la particule. Le matériau composite ainsi créé, est utilisé à une température constante de $25^\circ C$. Sur cette gamme de température (de 25 à $75^\circ C$), le module élastique du PMMA diminue légèrement, passant de 3.2 à $2.0 GPa$. Lors de ce refroidissement à l'état solide, le PMMA applique une pression statique à la particule que nous proposons d'estimer.

Le module élastique pour le verre est donné à $E_{verre} = 74 GPa$. Les coefficients de Poisson pour les deux constituants sont fixés à $\mu_{verre} = \mu_{PMMA} = 0.3$.

A partir de l'équation 1.1, nous pouvons fournir un encadrement de la contrainte radiale σ_θ et de la contrainte tangentielle σ_r . Rappelons que la pression isostatique exercée sur la particule est donnée par la relation suivante :

$$P = \sigma_r = -2\sigma_\theta \quad (4.1)$$

La valeur de la pression isostatique est comprise entre 21.8 MPa, pour un module du PMMA de 3.2 GPa, et 13.8 MPa pour un module $E_{PMMA}=2.0$ GPa.

La pression isostatique exercée par la matrice sur la particule, générée lors du refroidissement du composite, n'est pas négligeable, elle peut retarder l'activation des frottements aux interfaces charges-matrice lors d'une sollicitation mécanique.

4.2.2 Vérification des formulations de composites

Des tests réalisés par la société SOVITEC, fabricante des billes de verre, garantissent la présence des traitements de surface désirés dans les échantillons fabriqués. Les échantillons, en présence des traitements T1 et T2, ont correctement réagi aux tests de coloration. Ces informations apportées par SOVITEC nous assurent qu'aucun mélange n'a pu être opéré lors de la fabrication des échantillons et que le plan d'expérience est respecté en terme de traitement de surface.

Une deuxième vérification est apportée au niveau des proportions volumiques de verre dans chaque formulation de composite. Le dosage lors de la fabrication est réalisé en proportion massique au moyen d'une balance. Nous n'excluons pas la possibilité que certaines formulations soient plus ou moins dosées. Des mesures sont réalisées au picnomètre à eau pour déterminer le volume de chaque échantillon. Connaissant le volume et le poids d'un échantillon, nous déterminons aisément sa masse volumique ρ_{ech} . La proportion volumique de verre V_{verre} dans l'échantillon est déterminée, à partir des densités du verre ($\rho_{verre} = 2.46$) et du PMMA ($\rho_{PMMA} = 1.18$), de la manière suivante :

$$V_{verre} = \frac{\rho_{ech} - \rho_{PMMA}}{\rho_{verre} - \rho_{PMMA}} \quad (4.2)$$

Le *tableau 4.1* regroupe l'ensemble des résultats, sur les fractions volumiques mesurées, obtenus sur les différentes formulations de composites. La dernière colonne du *tableau 4.1* représente les variations relatives (en %) entre les fractions volumiques attendues et celles mesurées.

D'un point de vue général, les fractions volumiques mesurées sont différentes de celles attendues. Pour les formulations contenant moins de 5.10 % (dénomination 1060T2) de verre en volume, les fractions volumiques mesurées sont très éloignées de celles désirées. Cette constatation montre les difficultés rencontrées lors de la fabrication, pour les formulations faiblement chargées.

En revanche pour les formulations restantes (exceptée la 4620T1), les variations relatives entre les fractions volumiques attendues et celles voulues n'excèdent pas quelques pourcents (voir *tableau 4.1*).

Dans l'ensemble, l'analyse des écart-type met en évidence la mauvaise répartition des charges dans les mélanges lors de l'extrusion puis de l'injection. En effet, les échantillons issus des

Nom	Fraction volumique théorique (%)	Fraction volumique mesurée (%)	Variation relative (%)
0120T0	0.49	0.38 ±0.25	-22.5
0120T2	0.49	0.37 ±0.21	-24.5
0160T1	0.49	0.80 ±0.07	63.3
0220T0	1.19	1.28 ±0.21	7.5
0220T1	1.19	1.74 ±0.08	46.2
0220T2	1.19	1.67 ±0.91	40.3
0320T0	1.82	1.37 ±0.25	-24.7
1060T2	5.10	5.05 ±0.24	-1.0
1960T1	10.19	9.93 ±0.05	-2.6
2820T0	15.83	16.41 ±0.17	3.7
2820T1	15.83	16.07 ±0.24	1.5
2820T2	15.83	15.24 ±0.01	-3.7
2860T0	15.83	15.26 ±0.09	-3.6
2860T1	15.83	15.11 ±0.22	-4.6
2860T2	15.83	15.82 ±0.34	0.1
3720T2	22.12	21.19 ±0.42	-4.2
4160T1	25.55	24.54 ±0.14	-4.0
4620T1	29.18	24.05 ±2.24	-17.6
4660T0	29.18	27.35 ±0.66	-6.3
4660T2	29.18	28.63 ±0.28	-1.9

TAB. 4.1 – Fractions volumiques mesurées pour les différentes formulations de composites

mêmes lots de fabrication montrent, dans certains cas, une dispersion importante des fractions volumiques. En d'autres termes, la répartition spatiale des charges dans un même lot, ou dans un même échantillon, est remise en question et peut varier de manière importante.

Ces variations observées sur les fractions volumiques de charges pour les différentes formulations de composites sont à prendre en considération pour le reste de l'étude.

4.2.3 Etude statique des composites

4.2.3.1 Module élastique et comportement à rupture

Les résultats obtenus lors des essais de traction quasi-statique sur les différentes formulations de composites sont regroupés dans le *tableau 4.2*. Les mesures du module de traction sont reportées sur le graphique de la *figure 4.1* pour être représentées de manière plus explicite. Aux vues de ces résultats, nous pouvons rapidement dégager certaines tendances. Nous notons, en fonction de la proportion volumique de verre dans le composite, une augmentation du module élastique ainsi qu'une diminution de la contrainte et de la déformation à rupture. L'ajout de charges a donc pour effet d'augmenter considérablement E , et d'affecter les caractéristiques à rupture du matériau. Nous ne pouvons pas déterminer une influence significative vis à vis de la

4. Caractérisation mécanique des matériaux composites modèles

Nom	Module élastique E (GPa)	Contrainte à rupture σ_r (MPa)	Déformation à rupture ϵ_r (%)
PMMA	3.25 ±0.05	63.12 ±2.34	3.03 ±0.35
0120T0	3.22 ±0.01	61.31 ±4.14	3.06 ±0.45
0120T2	3.16 ±0.08	63.33 ±6.32	3.01 ±0.54
0160T1	3.13 ±0.56	62.66 ±3.82	2.87 ±0.32
0220T0	3.27 ±0.04	61.92 ±5.39	2.65 ±0.39
0220T1	3.29 ±0.03	61.86 ±2.45	3.00 ±0.30
0220T2	3.14 ±0.05	68.91 ±2.57	3.13 ±0.16
0320T0	3.33 ±0.06	63.78 ±0.78	2.71 ±0.06
1060T2	3.56 ±0.08	52.68 ±3.58	1.96 ±0.19
1960T1	4.00 ±0.11	64.74 ±1.67	2.68 ±0.22
2820T0	4.44 ±0.08	59.75 ±2.14	2.09 ±0.12
2820T1	4.35 ±0.04	62.05 ±1.50	2.13 ±0.07
2820T2	4.31 ±0.06	65.08 ±0.59	2.45 ±0.08
2860T0	4.81 ±0.12	62.99 ±0.79	2.34 ±0.11
2860T1	4.52 ±0.11	62.86 ±0.52	2.31 ±0.09
2860T2	4.47 ±0.11	59.03 ±0.66	2.39 ±0.11
3720T2	5.33 ±0.16	57.43 ±5.02	1.78 ±0.22
4160T1	5.67 ±0.06	58.92 ±0.90	1.70 ±0.10
4620T1	5.92 ±0.03	54.23 ±0.83	1.64 ±0.13
4660T0	5.98 ±0.05	56.20 ±1.45	1.62 ±0.13
4660T2	6.09 ±0.20	45.40 ±8.03	1.46 ±0.08

TAB. 4.2 – Caractéristiques mécaniques (module élastique, contrainte et déformation à rupture) des différentes formulations de composites

nature des traitements de surface et de la granulométrie de charges utilisées.

Nous nous intéressons au cas où les formulations de composites sont très proches (ceux dont la proportion volumique se rapproche de 15.83 %, pour avoir des éléments de comparaison), se différenciant par les traitements de surface et la taille des charges. Beaudoin [4] a étudié l'influence des traitements de surface sur le comportement mécanique du matériau composite (courbes contrainte-déformation), pour des proportions volumiques de charges Φ_i différentes. Ses résultats, qui sont présentés sur les graphes de la *figure 4.2*, sont obtenus à partir de composites polybutylène téréphtalate/billes de verre. La présence d'agents de couplage à la surface des charges modifie significativement le comportement contrainte-déformation des composites.

Dans notre cas, ces variations de comportement ne semblent pas être très significatives, et ne permettent pas de conclure sur l'effet des traitements de surface. Les faibles variations visibles sur la contrainte à rupture semblent être directement liées aux variations de proportion volumique de charges.

Les graphes des *figures 4.3* et *4.4* représentent l'évolution du comportement jusqu'à rupture pour les formulations 28XXTY, où XX et Y correspondent respectivement à la granulométrie des billes et au type de traitement utilisés. Cette comparaison graphique montre, dans le cas des

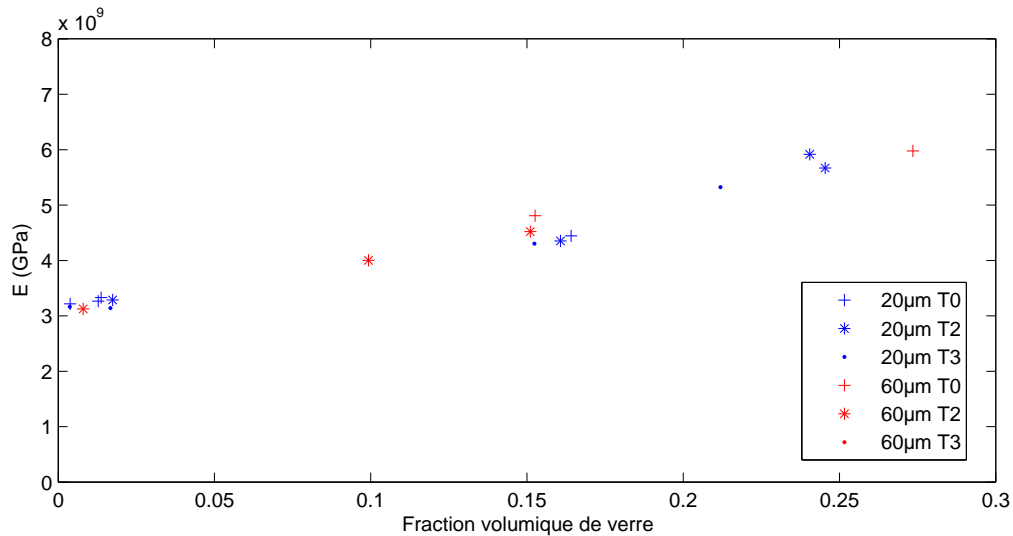


FIG. 4.1 – Module élastique mesuré en fonction des fractions volumiques de charges pour les essais de tractions sur les différentes formulations de composites

billes de verre de diamètre moyen $20 \mu m$, un effet du traitement de surface sur la contrainte à rupture et de manière plus significative sur la déformation à rupture. En revanche, pour le cas des billes de verre de diamètre moyen $60 \mu m$, nous ne distinguons aucune influence du traitement de surface sur les propriétés à rupture.

Le plan d'expérience donne une interprétation des résultats obtenus, en terme d'allongement et de contrainte à rupture. L'allongement et la contrainte à rupture dépendent essentiellement de la fraction volumique de verre dans le matériau composite. Selon la modélisation du plan d'expérience, le traitement T2 participe à une amélioration de l'allongement à la rupture, ce qui implique une mauvaise cohésion aux interfaces. D'autre part, cet allongement semble être légèrement plus marqué pour des billes de diamètre moyen $60 \mu m$.

Dans les faibles fractions volumiques de charges, le plan d'expérience met en avant un certain effet du traitement de surface sur la contrainte à rupture, qui est plus marqué pour des billes de diamètre moyen $60 \mu m$. Pour des fractions volumiques plus élevées, on ne distingue aucune influence des agents de couplage.

Ces résultats analytiques attestent d'une légère influence de la nature des traitements de surface sur le comportement à rupture des composites. Cette influence est beaucoup plus marquée par la fraction volumique et la granulométrie des charges, que par la nature des traitements de surface.

4.2.3.2 Modèle d'homogénéisation simple

Les résultats obtenus lors des essais quasi-statiques (présentés *tableau 4.2*) sont comparés avec ceux issus de modélisations analytiques du comportement mécanique de composites homogénéisés. Le graphe de la *figure 4.5* présente les modules élastiques pour les différentes formulations de composites étudiées, issus des essais expérimentaux, en fonction de la frac-

4. Caractérisation mécanique des matériaux composites modèles

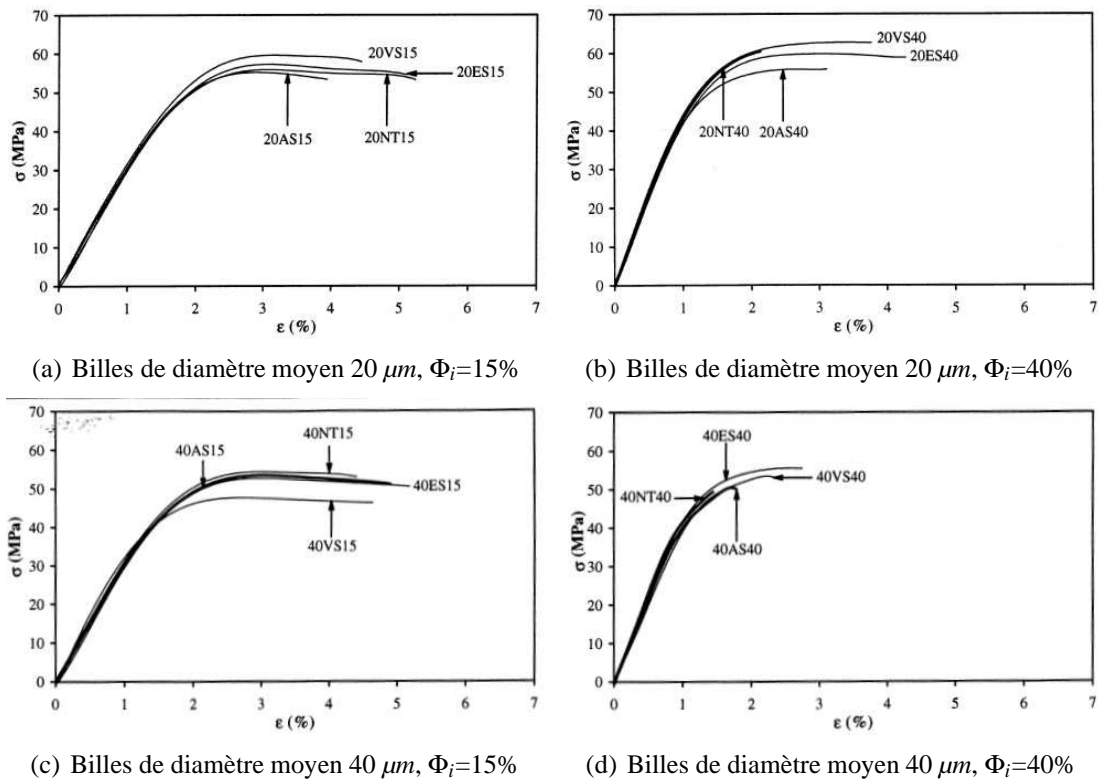


FIG. 4.2 – Influence de la nature du traitement de surface sur le comportement mécanique du matériau, en fonction de la proportion volumique de charges Φ_i et la taille des billes de verre [4]

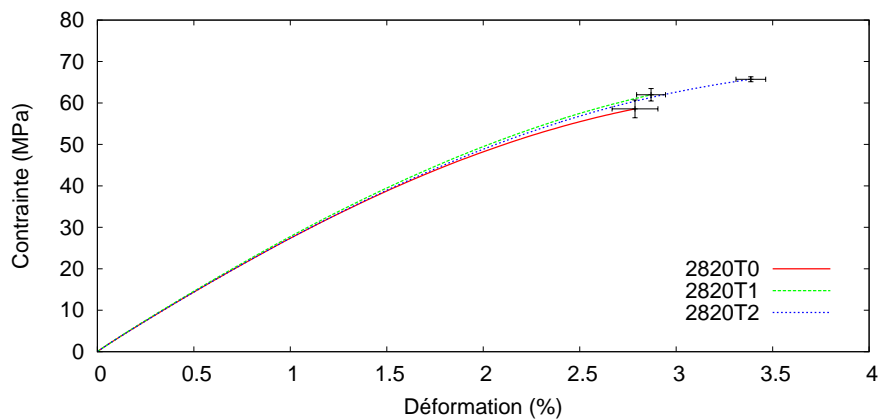


FIG. 4.3 – Evolution du comportement mécanique jusqu'à rupture pour les billes de verre de diamètre moyen $20 \mu\text{m}$

tion volumique de charges. Ces résultats sont directement confrontés aux modules élastiques déterminés à partir des modèles analytiques d'homogénéisation (modèles de Reuss, de Voigt,

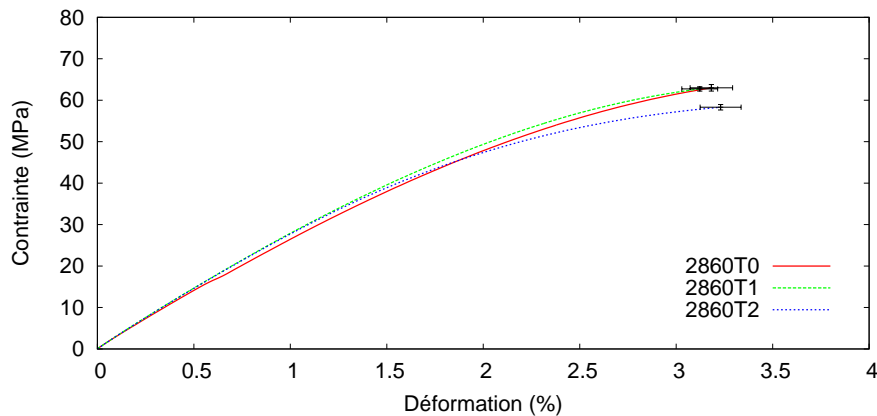


FIG. 4.4 – Evolution du comportement mécanique jusqu'à rupture pour les billes de verre de diamètre moyen $60 \mu m$

d'Hashin-Shtrikman, d'Eshelby, autocohérent et Mori-Tanaka), présentés au *chapitre 1 paragraphe 1.4*.

Aux vues des résultats, le modèle de Voigt et la borne supérieure du modèle d'Hashin-Shtrikman sont très nettement éloignés des mesures expérimentales. Ces deux modélisations ne seront plus utilisées pour la suite de l'étude.

En revanche, nous pouvons donner un bon encadrement des modules de traction des différents composites, supérieurement par le modèle autocohérent et inférieurement par celui de Reuss.

L'hypothèse de base du schéma autocohérent (*chapitre 1 paragraphe 1.4*) n'est pas complètement satisfaisante, car elle place la particule dans un milieu plus *raide* que le milieu réel. Elle ne permet pas de prendre en compte la déformation dans la zone de matrice entourant la particule. Cette zone est en effet plus souple que le milieu homogène équivalent.

La méthode de calcul d'Eshelby (*chapitre 1 paragraphe 1.4*) ainsi que la borne inférieure du modèle d'Hashin-Shtrikman semblent se rapprocher au mieux des modules de traction mesurés. Dans l'approche d'Eshelby, on considère l'élasticité du milieu qui entoure l'inclusion égale à celle de la matrice. Mais, de manière générale, le problème majeur de cette méthode est qu'elle néglige complètement les interactions entre particules en ne considérant qu'une seule particule dans un massif infini de matrice. Ceci est d'autant plus vrai que la fraction volumique V_i de particules est faible, c'est à dire les interactions entre particules sont plus faiblement marquées. Pourtant sur cette gamme de proportion volumique, le modèle d'Eshelby suit assez fidèlement l'évolution du module de traction.

L'estimation du module obtenue par l'approche de Mori-Tanaka est intéressante pour des fractions volumiques inférieures à 15 %, mais s'éloigne légèrement pour des taux d'incorporation volumique supérieurs.

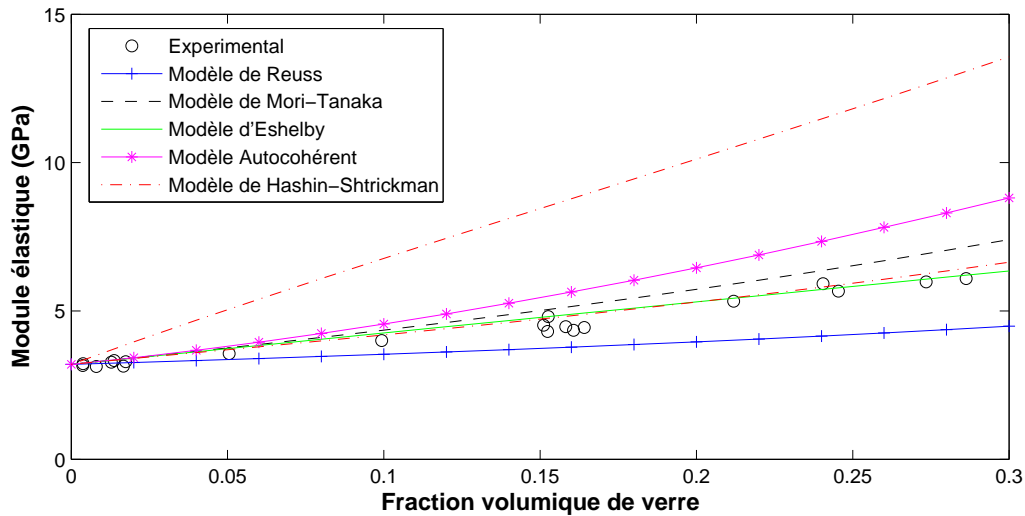


FIG. 4.5 – Module élastique en fonction des fractions volumiques de charges pour les essais de tractions sur les différentes formulations de composites, et des modèles analytiques d’homogénéisation

4.2.4 Analyse des faciès de rupture au MEB

Dans cette section, nous nous intéressons à l’étude des faciès de rupture de certaines formulations de composites, obtenus lors d’essais de traction. Le faciès de rupture est directement observé au moyen d’un microscope électronique à balayage environnemental (MEB) au Centre des Matériaux de Grande Diffusion de l’Ecole des Mines d’Alès.

Cette technologie d’analyse optique révèle à la fois un contraste de topographie (électrons secondaires) et un contraste de numéro atomique (électrons rétrodiffusés). Nous pouvons donc obtenir une vue en relief de la surface du faciès de rupture, ainsi qu’une cartographie des différents constituants (ici PMMA et verre) à la surface du faciès.

4.2.4.1 Etude des billes de diamètre moyen 20 μm

Nous présentons des séries de vues au MEB des faciès de rupture des formulations 2820T0 (figure 4.6), 2820T1 (figure 4.7) et 2820T2 (figure 4.8). Nous rappelons que les traitements T1 et T2 sont des traitements de surface à base, respectivement, de groupements aminosilanes et de groupements méthacryloxysilanes. Rappelons que pour T0, les billes sont totalement dépourvues de traitement de surface.

L’analyse des différentes vues prises au MEB pour les billes de diamètre moyen 20 μm met en évidence l’effet des traitements de surface sur la cohésion entre les charges et la matrice.

Lorsque les charges sont dépourvues de traitement de surfaces (cas T0), le verre et le PMMA n’ont théoriquement aucune affinité. L’analyse des photos de la figure 4.6 montre, contrairement à nos attentes, une certaine affinité entre les deux constituants. Nous constatons, suite aux importants efforts lors de l’essai de traction, que le PMMA reste fixé sur les billes de verre,

4. Caractérisation mécanique des matériaux composites modèles

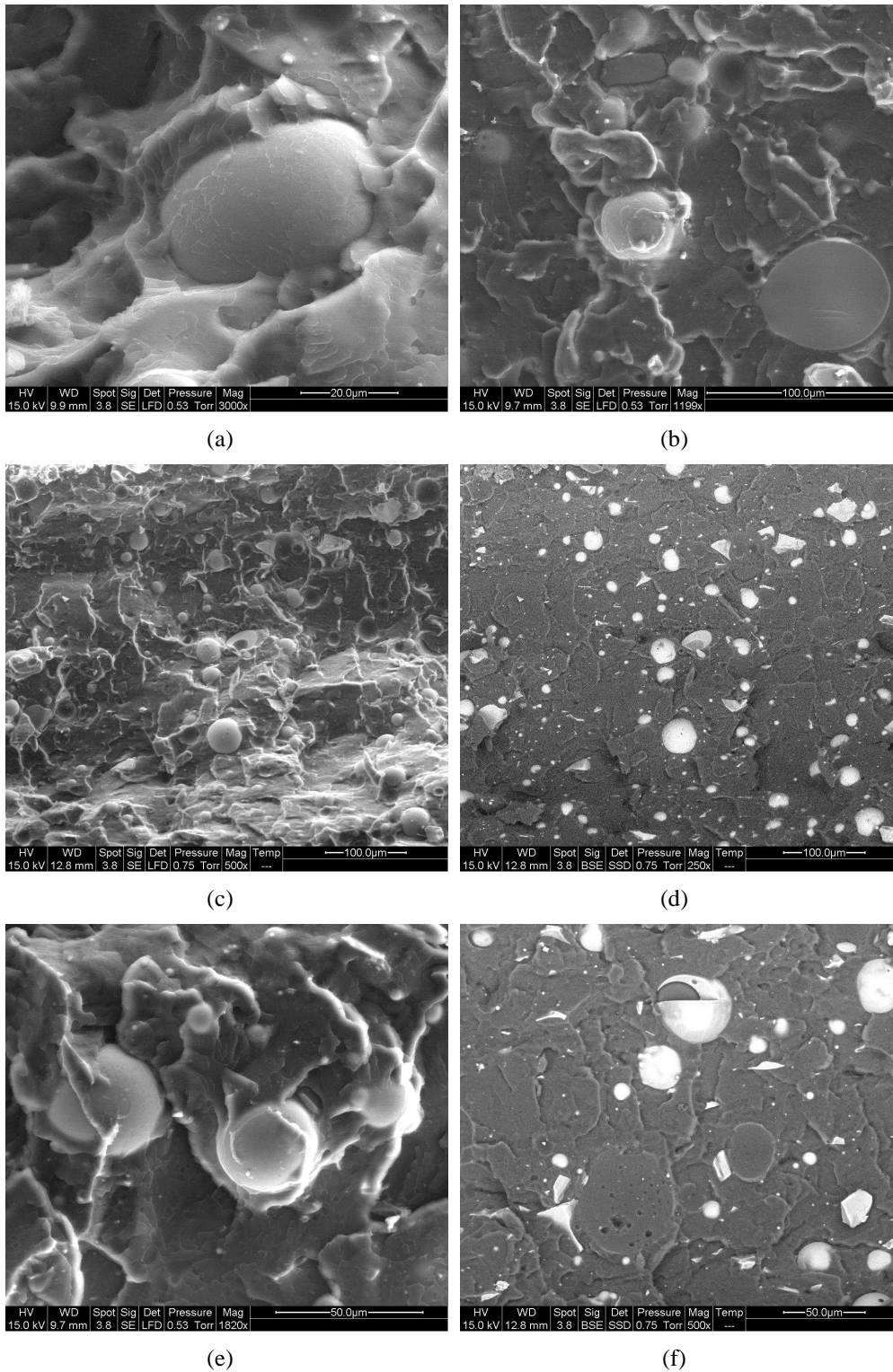


FIG. 4.6 – Vues au MEB des faciès de rupture d'un essai de traction pour le lot 2820T0

4. Caractérisation mécanique des matériaux composites modèles

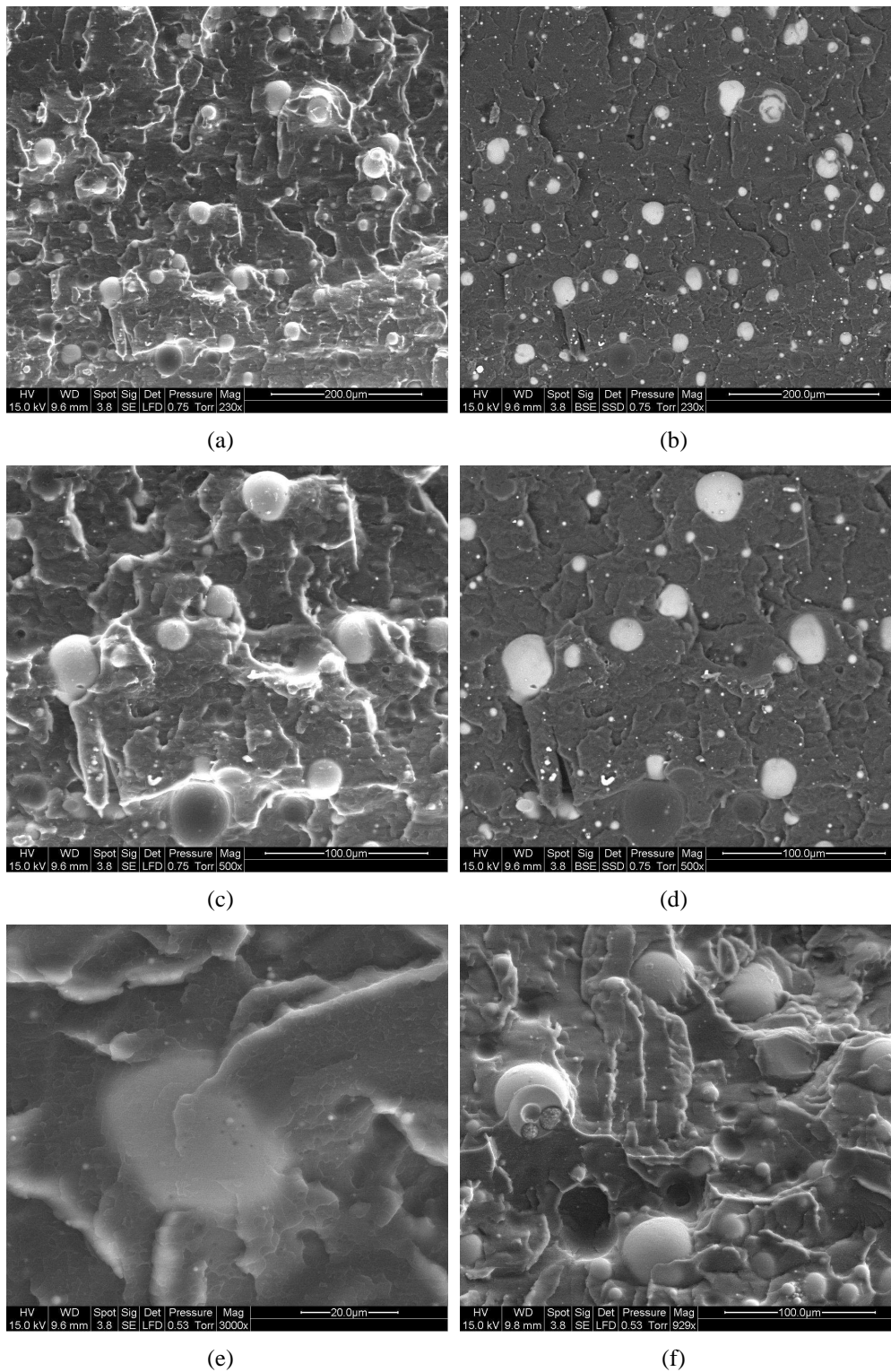


FIG. 4.7 – Vues au MEB des faciès de rupture d'un essai de traction pour le lot 2820T1

4. Caractérisation mécanique des matériaux composites modèles

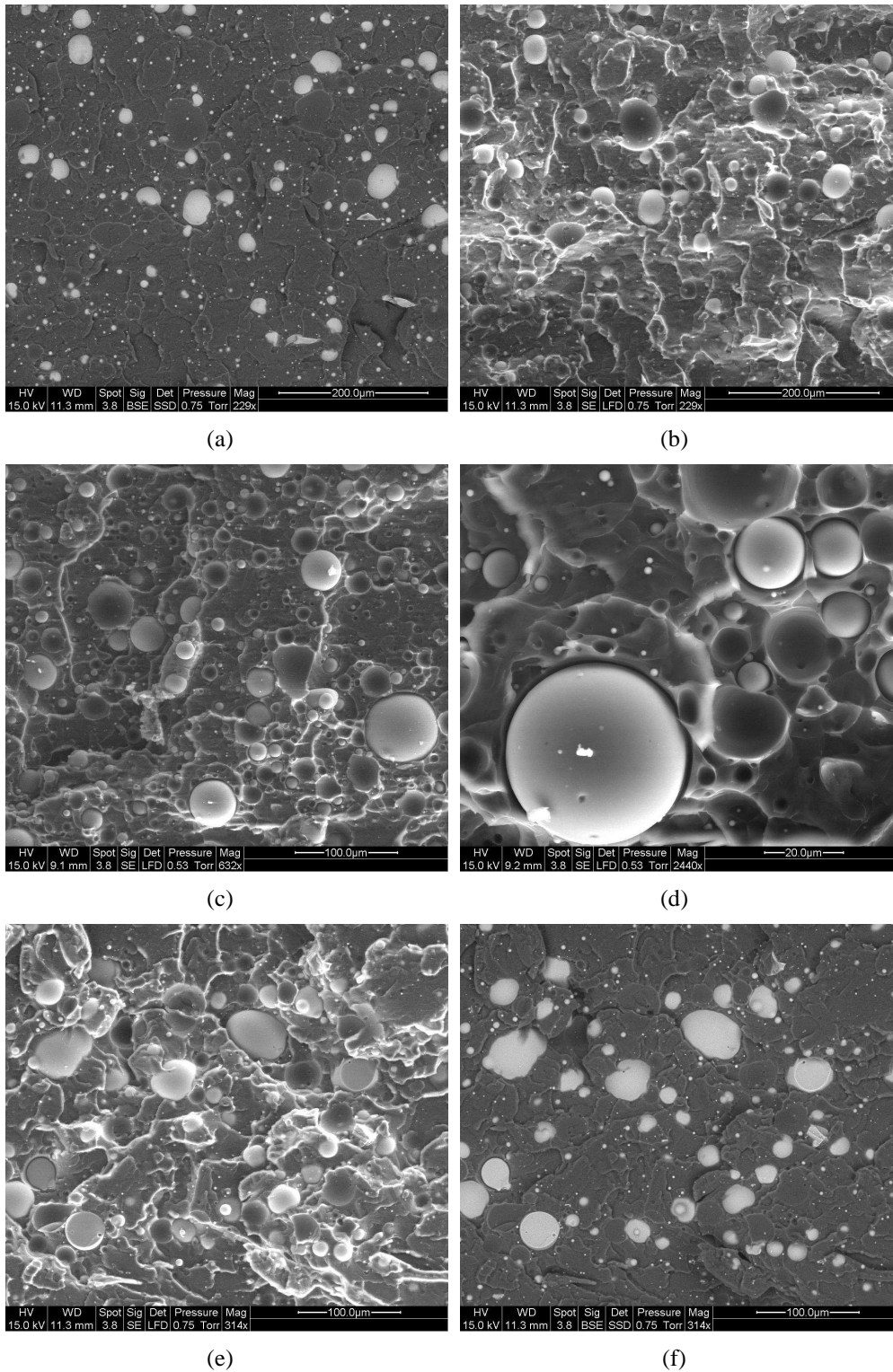


FIG. 4.8 – Vues au MEB des faciès de rupture d'un essai de traction pour le lot 2820T2

signifiant une cohésion importante à l'interface. Nous pouvons distinguer sur les *figures 4.6 (b) et (f)* la présence de billes sectionnées lors de l'essai de traction. Les charges sont soumises à des contraintes de cisaillement importantes qui les conduisent dans certains cas à leurs ruines. En effet, les contraintes de cisaillement issues de l'essai de traction se combinent à la pression isostatique autour de la bille. Cette vision confirme un niveau important de cohésion entre les charges dépourvues de traitements et la matrice PMMA.

Dans le cas de T0, des réactions chimiques, de type oxydation, peuvent être activées lors de la mise en oeuvre du composite. La présence de groupements -SI-OH- à la surface de la bille de verre induit une réaction avec le PMMA, ce qui a pour effet de lier le PMMA au verre.

Nous pouvons caractériser, de manière quantitative, la cohésion à l'interface en étudiant le nombre de billes arrachées sur le faciès de rupture par rapport au nombre restant. Lorsqu'une bille est arrachée du faciès, elle laisse son empreinte (contraste de topographie par électrons secondaires). L'analyse par électrons rétrodiffusés permet de constater l'arrachement ou non de la bille, la couleur claire confirme la présence de verre. Les *figures 4.6 (c)* (électrons secondaires) et *(d)* (électrons rétrodiffusés), représentant la même vue, rendent compte d'un taux important d'arrachement des billes. Dans le cas de la formulation 2820T0, nous estimons à moins 40 % le nombre de billes arrachées sur le faciès de rupture.

L'insertion de billes de verre, dépourvues de traitement de surface, a pour objectif de constituer un matériau modèle totalement décohésif. L'adhésion constatée ne semble pas correspondre à nos attentes.

Les photos de la *figure 4.7* (formulation 2820T1) rendent compte d'une meilleure adhésion entre la matrice et les charges. Comme le montre la *figure 4.7 (d)*, les billes de verre sont noyées dans le PMMA. Lors de l'essai de traction, la matrice reste solidement fixée à la surface des billes, l'arrachement s'opère au niveau du polymère. A la surface du faciès de rupture, nous visualisons un nombre très faible d'empreintes de billes de verre. Comme pour le traitement de surface T0, la *figure 4.7 (e)* présente une ruine des billes sous l'effet des contraintes de cisaillement appliquées par l'essai. Nous pouvons estimer le taux d'arrachement des charges à moins de 30%. Ce traitement de surface semble améliorer l'adhésion entre le verre et le PMMA.

L'analyse des vues au MEB (*figure 4.8*), prises sur les faciès de rupture des échantillons 2820T2, montre, de manière générale, une totale décohésion entre les deux constituants du composite. Le PMMA ne semble pas adhérer au verre comme le présentent les vues rapprochées des *figures 4.8 (a) et (b)*. La comparaison entre le contraste de topographie et le numéro atomique des éléments révèle un taux d'arrachement des billes de verre supérieur à 60 %.

Nous pouvons remarquer qu'en l'absence de traitement de surface, la proportion de billes de verre cassées lors de la mise en forme est très importante (voir *figures 4.6 (d) et (f)*). Les traitements de surfaces ont pour effet de limiter la ruine des billes en améliorant leurs écoulements dans les trémies et les fourreaux, lors de l'extrusion. Mais le taux de billes dégradées lors de la conception des composites reste faible (inférieur à 1 %), ce qui n'altère pas les résultats.

Dans l'ensemble, cette analyse permet de donner une première caractérisation de la cohésion interfaciale entre les charges et la matrice. Nous pouvons d'ores et déjà donner une première classification des différentes formulations en fonction du type de traitement utilisé. En revanche, cette analyse ne nous permet pas de prévoir le comportement global du matériau et des phénomènes pouvant s'opérer localement aux interfaces lors de sollicitations mécaniques.

4.2.4.2 Etude des billes de diamètre moyen $60\ \mu\text{m}$

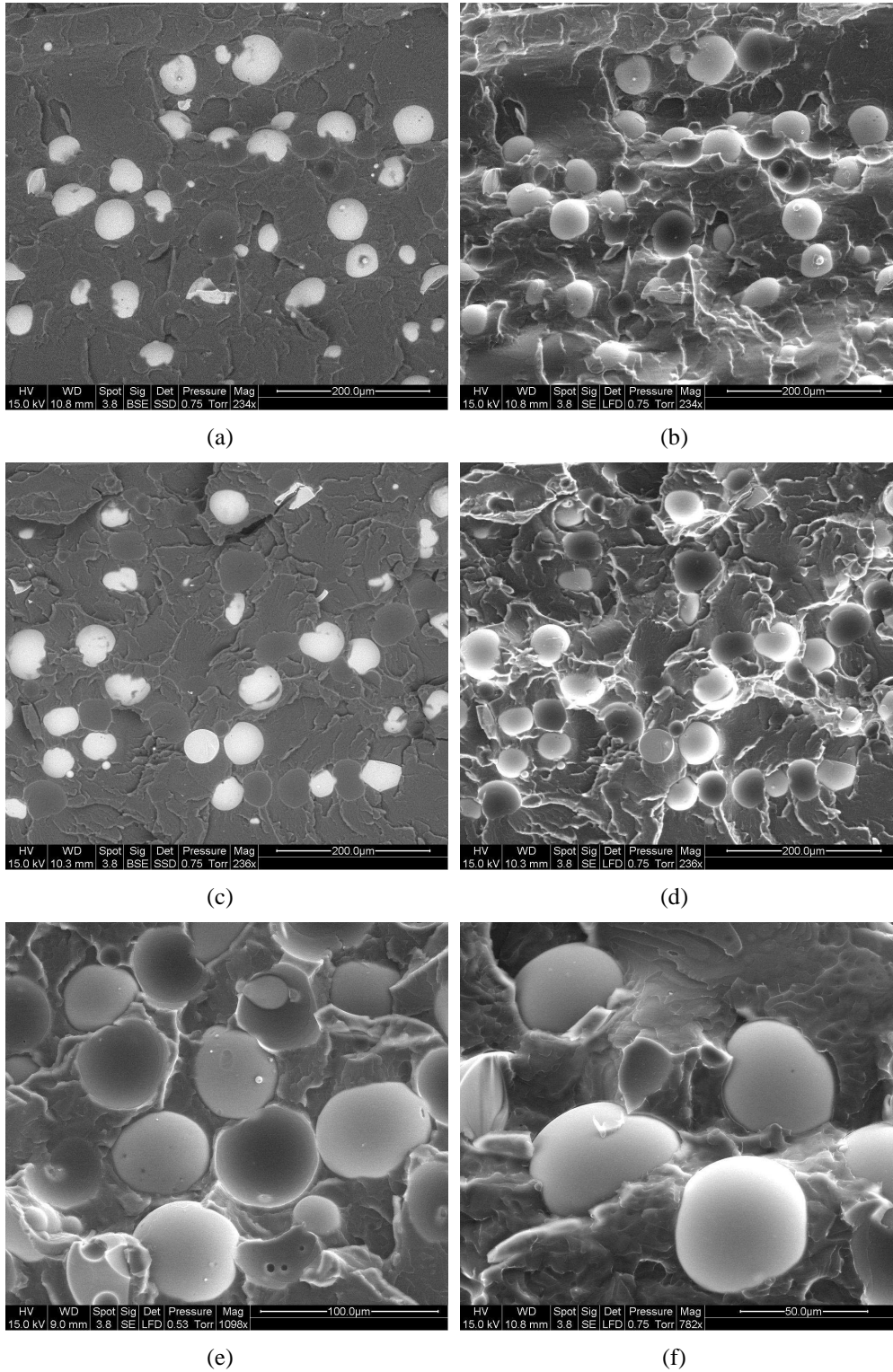


FIG. 4.9 – Vues au MEB des faciès de rupture d'un essai de traction pour le lot 2860T0

4. Caractérisation mécanique des matériaux composites modèles

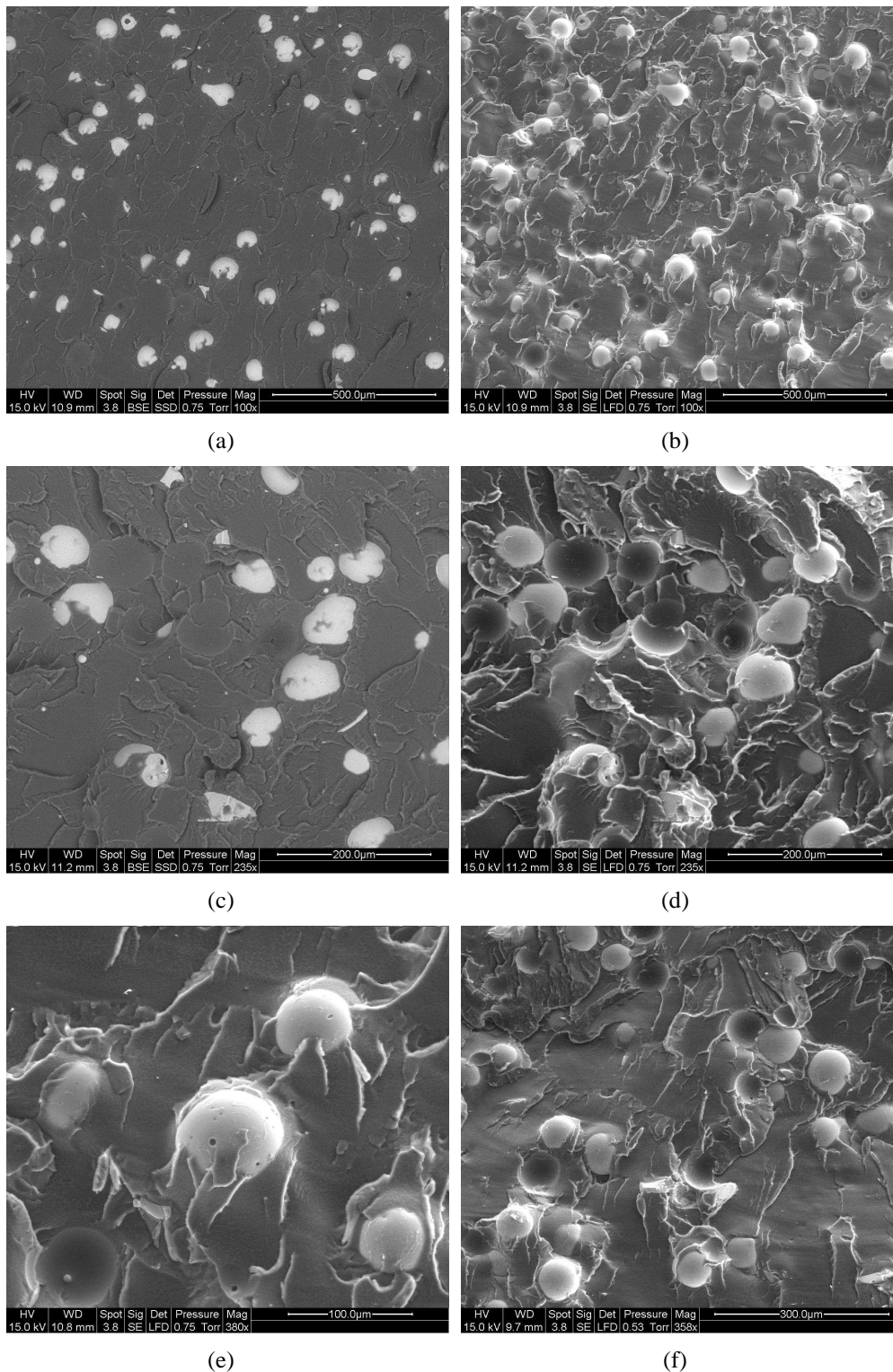


FIG. 4.10 – Vues au MEB des faciès de rupture d'un essai de traction pour le lot 2860T1

Les photographies réalisées au MEB sur les faciès de rupture sont regroupées par formulation sur les *figures 4.9, 4.10 et 4.11*.

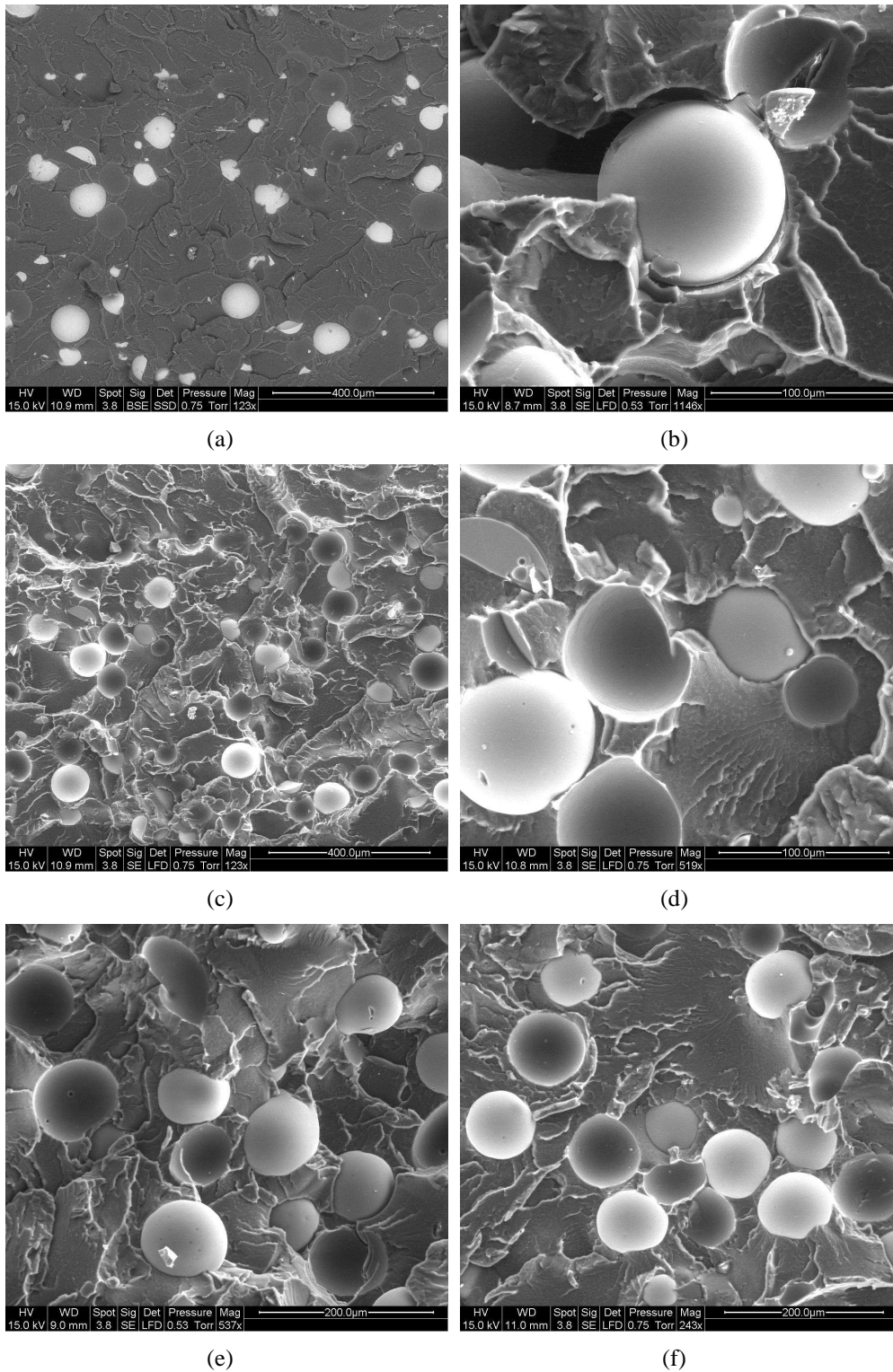


FIG. 4.11 – Vues au MEB des faciès de rupture d'un essai de traction pour le lot 2860T2

A la différence de la formulation 2820T0 (*figures 4.6*), la formulation 2860T0 ne présente aucune cohésion entre la matrice et les charges. Lors de la sollicitation, le polymère semble se décoller facilement au niveau des interfaces charges/matrice ne laissant aucun point de fixation sur les billes. Les empreintes ainsi que les surfaces des billes sont parfaitement lisses, dépourvues d'arrachements de polymère. Les faciès de rupture ne présente pas de dégradation ou de ruine au niveau des billes de verre sous l'effet des efforts de traction. Nous nous sommes intéressés à estimer le taux d'arrachement de billes pour cette formulation, qui s'élève à plus de 50 %. En conclusion, cette formulation ne semble pas présenter de cohésion aux interfaces charges/matrice contrairement à celle 2820T0.

L'observation des faciès de rupture pour la formulation 2060T1 confirme la présence de cohésion aux interfaces charges/matrice. Relativement aux analyses faites sur la formulation 2820T1, le niveau de cohésion ne semble pas être aussi important. L'estimation du taux d'arrachement (34 %) de billes de verre sous l'effort de traction confirme le rôle du traitement de surface à l'interface.

L'analyse des vues au MEB (*figure 4.11*), prises sur les faciès de rupture des échantillons 2820T2, montre une décohésion totale au niveau des interfaces. En effet, le traitement de surface T2, utilisé dans cette formulation, paraît totalement inefficace dans l'amélioration de l'adhésion entre les charges et la matrice. Il semble que ce traitement favorise les décohésions. Nous pouvons confirmer cette interprétation par un taux d'arrachement des billes élevé, environ 70 %.

La constatation est similaire à celle pour la granulométrie de diamètre moyen $20 \mu\text{m}$, la présence de traitements de surface améliore la circulation et le mélange des billes lors du compoundage. Ces agents de surface limitent la ruine des billes lors de l'extrusion, quelle que soit la granulométrie utilisée. Pour l'ensemble de ces formulations, il semblerait qu'il y ait un effet de la taille des billes de verre sur l'efficacité des traitements de surface utilisés. Plus la granulométrie des charges est importante moins les traitements de surface semblent être efficaces.

Nous rappelons que ces observations au MEB sont une interprétation visuelle des niveaux de cohésion du matériaux composite, mais ne reflètent en aucun cas les effets des traitements de surface sur les propriétés mécaniques du composite. Il s'agit seulement d'une approche optique permettant de caractériser visuellement les interfaces charges/matrice.

4.3 Réponse dynamique des matériaux modèles

Pour rappel, les charges minérales (verre), couplées avec des agents d'interface améliorant la cohésion, sont intégrées dans la matrice polymère (PMMA). Nous pouvons théoriquement considérer deux cas extrêmes que sont l'existence d'une cohésion à l'interface entre les charges et la matrice (T0 et T1) et le cas non cohésif lié à l'absence d'affinité entre le verre et le PMMA induit par le traitement T2.

Lors de sollicitations dynamiques, l'apparition de frottements est envisageable au niveau des interfaces, impliquant une dissipation d'énergie sous forme de chaleur. Cette dissipation d'énergie peut être détectée par une augmentation du facteur de perte comme cela a pu être montré sur des plaques fissurées [23] (*chapitre 3 paragraphe 3.2*).

Pour cette raison, nous comparons les résultats expérimentaux aux modèles parfaitement cohésif pour mettre en évidence l'action de l'interface sur les paramètres mécaniques (facteur

de perte et module élastique).

Afin de caractériser les phénomènes de dissipation dus à une mauvaise cohésion entre les charges et la matrice, nous pouvons nous appuyer sur les travaux de W. Gu ([33] et [34]). Selon lui, la différence, entre le facteur de perte mesuré sur le matériau composite et celui d'un composite parfaitement cohésif (estimé à partir d'un modèle d'homogénéisation), rend compte de la qualité de l'adhésion interfaciale, permettant d'estimer une dissipation d'énergie due aux frottements.

4.3.1 Etude du comportement mécanique dynamique

4.3.1.1 Modélisation des propriétés viscoélastiques

Dans notre cas, le composite est constitué d'une matrice viscoélastique et d'une charge minérale (verre) que nous considérerons comme élastique (amortissement nul). Cette hypothèse sur le caractère non amortissant du verre simplifie considérablement les calculs du module élastique (équation 1.68) et du facteur de perte (équation 1.69). Le comportement de chaque constituant reste linéaire pour de faibles déformations. Le coefficient de Poisson est identique pour les deux composants, il est fixé à 0.3.

Le principe de correspondance élasticité linéaire-viscoélasticité linéaire est présenté au *chapitre 1 paragraphe 1.4*. Nous pouvons appliquer ce principe aux modèles élastiques d'Hashin-Shtrikman, d'Eshelby, autocohérent et de Mori-Tanaka. A partir de la modélisation du comportement viscoélastique du matériau composite, nous prédisons le comportement mécanique, en termes de conservation et de dissipation d'énergie, des formulations de composites étudiées.

Nous nous intéressons à prédire l'évolution du module élastique et du facteur de perte dans les basses fréquences pour différentes formulations de composites. Ces estimations sont basées sur les résultats expérimentaux obtenus en AMD (avec l'ARES) sur des échantillons de PMMA, présentés au *chapitre 3*. Pour rappel, le module élastique et le facteur de perte du PMMA sont représentés sur les graphes de la *figure 3.9*.

Pour illustrer cette procédure, nous déterminons, pour deux fractions volumiques de charges bien différentes, les paramètres E_{Comp} et η_{Comp} à partir de chacun des modèles d'homogénéisation retenus. Ces résultats sont présentés sur les *figures 4.12 et 4.13*.

Les résultats analytiques obtenus par les différents modèles d'homogénéisation sont comparés aux mesures expérimentales issues d'échantillons de PMMA. Cette comparaison nous permet de situer quantitativement les différentes modélisations par rapport aux caractéristiques (E_{PMMA} et η_{PMMA}) de la matrice seule. Tous les modèles prédisent une augmentation du module élastique et une diminution du facteur de perte en fonction de la fraction volumique de charges. Nous allons comparer ces estimations analytiques avec les résultats expérimentaux issus des différentes formulations de composites.

4.3.1.2 Comparaison avec les résultats expérimentaux

Nous confrontons ces différentes modélisations avec quelques résultats expérimentaux obtenus sous sollicitations harmoniques en torsion, en AMD (ARES). Nous ne présentons pas cette comparaison pour les vingt formulations figurant dans le plan d'expérience, mais seulement

4. Caractérisation mécanique des matériaux composites modèles

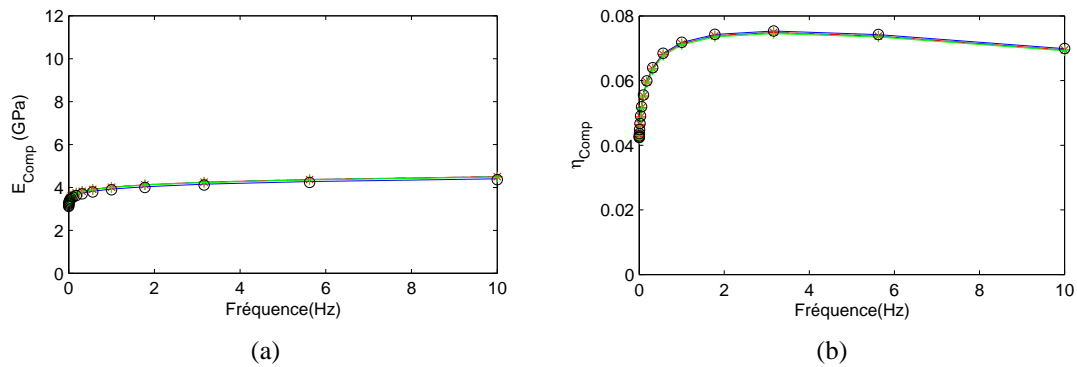


FIG. 4.12 – Comparaison des modules élastiques (a) et des facteurs de perte (b) pour un composite avec une fraction volumique de charges de 1 %, obtenus par homogénéisation avec les modèles de Reuss (trait plein bleu), de Hashin-Shtrikman (+- vert clair), d'Eshelby (- vert foncé), de Mori-Tanaka (*- rouge) et autocohérent (- bleu clair), avec E_{Comp} et η_{Comp} du PMMA mesurés expérimentalement (rond noir)

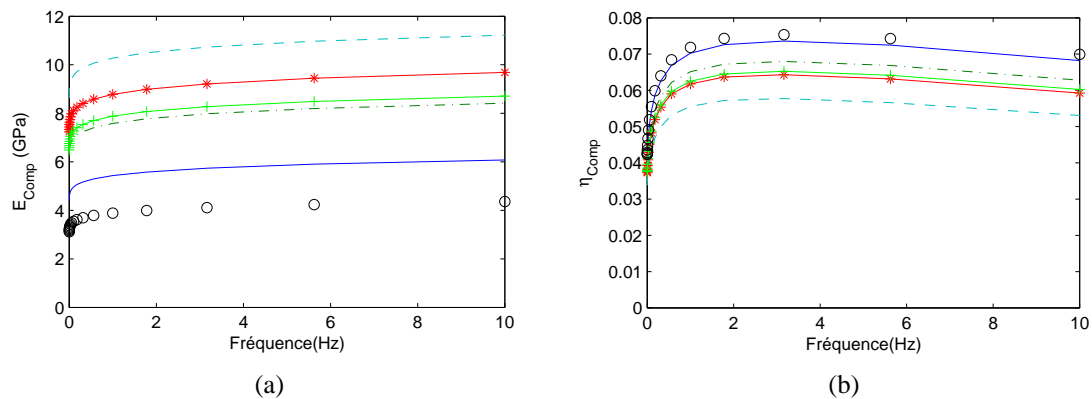


FIG. 4.13 – Comparaison des modules élastiques (a) et des facteurs de perte (b) pour un composite avec une fraction volumique de charges de 30 %, obtenus par homogénéisation avec les modèles de Reuss (trait plein bleu), de Hashin-Shtrikman (+- vert clair), d'Eshelby (- vert foncé), de Mori-Tanaka (*- rouge) et autocohérent (- bleu clair), avec E_{Comp} et η_{Comp} du PMMA mesurés expérimentalement (rond noir)

pour trois (0120T0, 2820T0 et 4660T0). La granulométrie n'ayant aucun effet sur les modélisations, nous nous intéressons à trois formulations dont les fractions volumiques de charges sont très différentes.

La figure 4.14 représente les modules élastiques et les facteurs de perte issus des modèles d'homogénéisation et ceux de mesures expérimentales pour le composite 0120T0 (fraction volumique : 0.38 %). Le module élastique est surestimé par l'ensemble des modèles. En revanche, les modèles utilisés semblent prédire assez bien le comportement amortissant du composite.

Nous avons vu pour les modules de traction, que lorsque la fraction volumique de charges

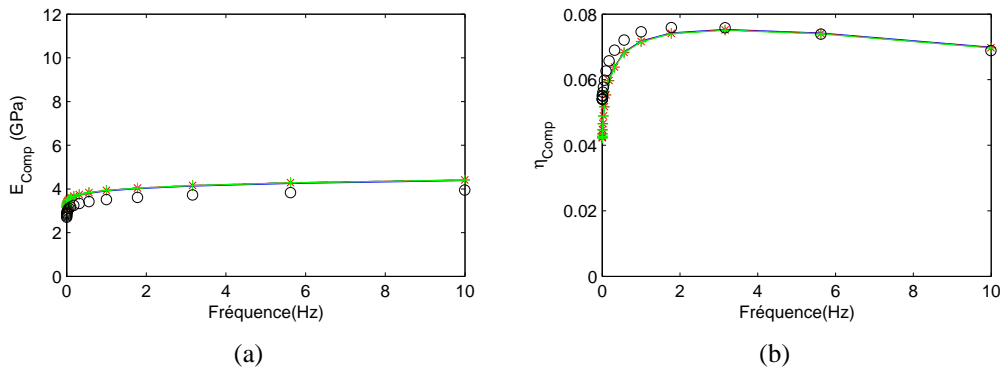


FIG. 4.14 – Comparaison des modules élastiques (a) et des facteurs de perte (b) pour un composite avec une fraction volumique de charges de 0.38 % (formulation 0120T0), obtenus par homogénéisation avec les modèles de Reuss (trait plein bleu), de Hashin-Shtrikman (+- vert clair), d'Eshelby (- vert foncé), de Mori-Tanaka (*- rouge) et autocohérent (- bleu clair), avec E_{Comp} et η_{Comp} du 120T0 mesurés expérimentalement (rond noir)

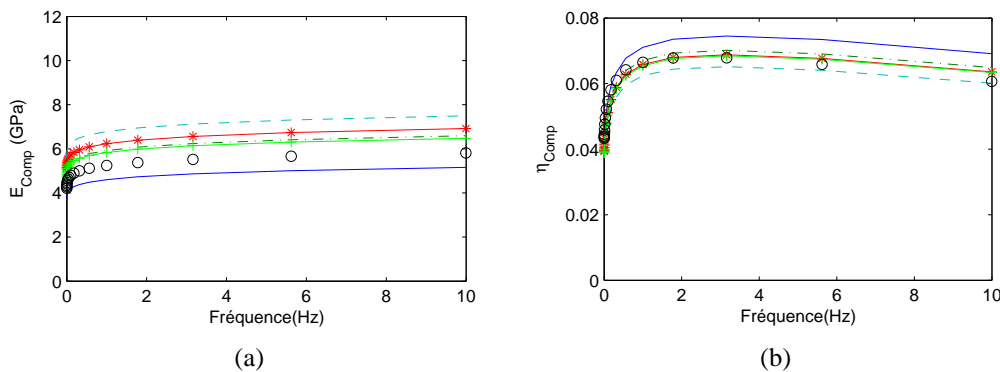


FIG. 4.15 – Comparaison des modules élastiques (a) et des facteurs de perte (b) pour un composite avec une fraction volumique de charges de 16.41 % (formulation 2820T0), obtenus par homogénéisation avec les modèles de Reuss (trait plein bleu), de Hashin-Shtrikman (+- vert clair), d'Eshelby (- vert foncé), de Mori-Tanaka (*- rouge) et autocohérent (- bleu clair), avec E_{Comp} et η_{Comp} du 2820T0 mesurés expérimentalement (rond noir)

augmente, les modèles d'homogénéisation divergent. Les résultats relatifs à cette constatation sont représentés sur le graphe de la *figure 4.5*, ainsi que sur ceux des *figures 4.15* et *4.16*. Nous pouvons donner un encadrement du comportement élastique des composites 2820T0 et 4660T0 par les modèles analytiques d'homogénéisation de Reuss, d'Hashin-Shtrikman ou d'Eshelby. Les autres modèles surestiment considérablement les modules élastiques. De la même manière, nous pouvons fournir un encadrement pour le facteur de perte à partir des modèles autocohérent et de Mori-Tanaka.

Pour l'ensemble des formulations étudiées, les modèles d'homogénéisation utilisés rendent

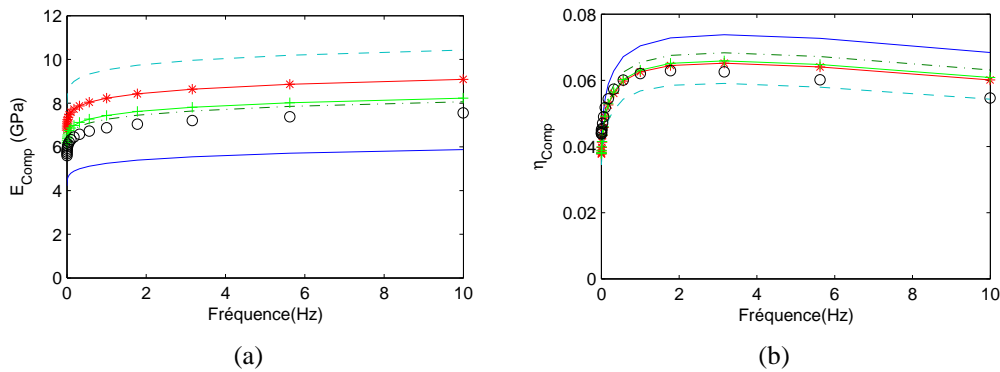


FIG. 4.16 – Comparaison des modules élastiques (a) et des facteurs de perte (b) pour un composite avec une fraction volumique de charges de 27.35 % (formulation 4660T0), obtenus par homogénéisation avec les modèles de Reuss (trait plein bleu), de Hashin-Shtrikman (+- vert clair), d'Eshelby (- vert foncé), de Mori-Tanaka (*- rouge) et autocohérent (- bleu clair), avec E_{Comp} et η_{Comp} du 4660T0 mesurés expérimentalement (rond noir)

compte de l'évolution des paramètres mécaniques dynamiques. Les allures des courbes déterminées analytiquement se rapprochent de celles mesurées expérimentalement.

4.3.2 Analyse du comportement élastique des composites

Les essais dynamiques en analyse modale ainsi qu'en AMD permettent de rendre compte de l'évolution du module élastique dynamique en fonction des fractions volumiques de verre.

Le graphique de la *figure 4.17* présente les évolutions des modules pour les différentes tailles de bille (20 et 60 μm) et les différents traitements (T0, T1 et T2) en fonction de la fraction volumique de verre. Pour une fréquence de sollicitation de 3.16 Hz en AMD, le module élastique (trait noir pointillé) semble présenter une évolution linéaire en fonction du taux d'incorporation volumique. Pour l'analyse modale (*figure 4.17*), nous représentons les valeurs des modules élastiques de chaque formulation identifiée. Cette identification est basée sur le même mode propre de flexion, dont la fréquence varie selon la composition du matériau (de 1250 à 1550 Hz pour l'échantillon le plus chargé).

De manière analogue aux essais quasi-statiques, nous ne notons pas de différence importante entre les traitements de surface. En revanche, nous remarquons que les pentes d'évolution des modules élastiques pour chaque méthode sont différentes. Pour les formulations les moins chargées, les modules élastiques mesurés tendent vers les valeurs des modules élastiques dynamiques du PMMA, correspondant à ces fréquences de sollicitations.

Les modules élastiques E_{Comp} issus des mesures dynamiques expérimentales sont représentés pour les essais en AMD (sollicitation en torsion) *figure 4.18* et pour les essais en analyse modale *figure 4.19*. Les modèles d'homogénéisation sont utilisés pour prédire le module élastique en fonction de la fraction volumique de verre dans le composite. Le calcul analytique de E_{Comp} est basé sur les mesures du module élastique et le facteur de perte du PMMA pour chaque type d'essais.

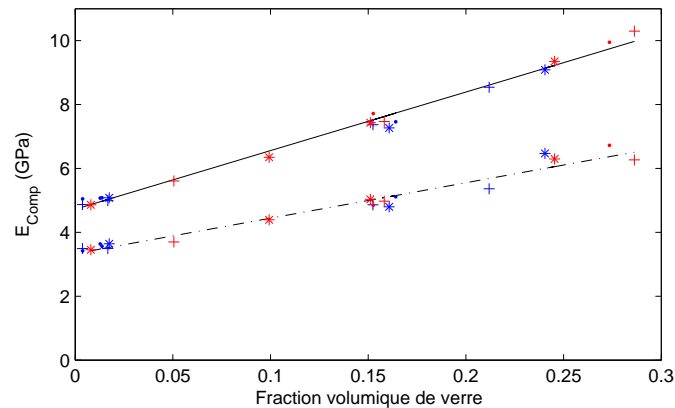


FIG. 4.17 – Modules élastiques mesurés par essais dynamiques sur les différents composites en fonction de la fraction volumique de verre, en bleu granulométrie $20 \mu m$ et en rouge granulométrie $60 \mu m$ (+ T0, * T1 et . T2), en analyse modale (mode 2) pour des fréquences de 1200 à 1550 Hz (trait plein noir) en AMD pour une fréquence de 3.16 Hz (pointillés noirs)

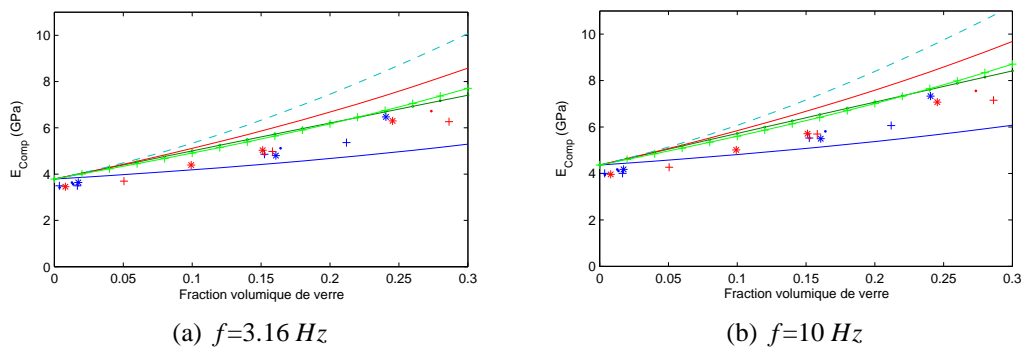


FIG. 4.18 – Modules élastiques en fonction de la fraction volumique de charges, mesurés en AMD avec l'ARES pour une fréquence donnée, en bleu granulométrie $20 \mu m$ et en rouge granulométrie $60 \mu m$ (+ T0, * T1 et . T2), et obtenus par homogénéisation avec les modèles de Reuss (trait plein bleu), de Hashin-Shtrikman (+- vert clair), d'Eshelby (- vert foncé), de Mori-Tanaka (- rouge) et autocohérent (- bleu clair)

Pour les mesures réalisées en AMD (ARES), nous choisissons d'étudier la fréquence 3.16 Hz , correspondant au maximum du pic d'amplitude du facteur de perte pour chaque formulation, ainsi que la fréquence de 10 Hz correspondant au maximum du module élastique. Ce choix sera conservé pour le reste de l'étude. Les résultats obtenus pour ces fréquences sont opposés aux estimations des différents modèles, voir *figure 4.18*. En écartant le saut entre les modélisations et les mesures expérimentales pour les deux fréquences, nous pouvons modéliser le comportement élastique des composites par les modèles d'Hashin-Shtrikman ou d'Eshelby. Les autres méthodes d'homogénéisation sont trop éloignées des résultats expérimentaux.

La *figure 4.19* présente les résultats issus des essais expérimentaux en analyse modale sur

4. Caractérisation mécanique des matériaux composites modèles

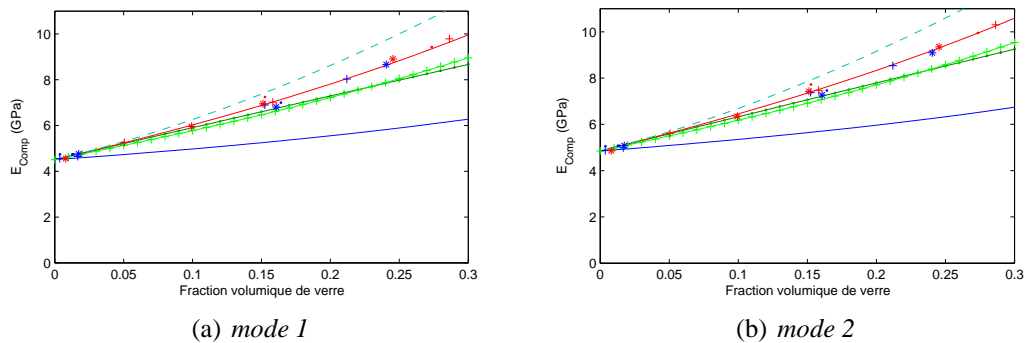


FIG. 4.19 – Modules élastiques en fonction de la fraction volumique de charges, mesurés en analyse modale pour un mode propre donné, en bleu granulométrie $20 \mu m$ et en rouge granulométrie $60 \mu m$ (+ T0, * T1 et . T2), et obtenus par homogénéisation avec les modèles de Reuss (trait plein bleu), de Hashin-Shtrikman (+- vert clair), d'Eshelby (-. vert foncé), de Mori-Tanaka (- rouge) et autocohérent (- bleu clair)

les poutres de dimensions $80 \times 10 \times 4 \text{ mm}$. La méthode de Mori-Tanaka semble se corrélérer assez fidèlement à l'évolution expérimentale du module élastique des composites en fonction des fractions volumiques de verre.

Quel que soit le mode d'investigation utilisé, nous ne distinguons pas d'effet des différents traitements de surface sur le module élastique, mesuré sur l'ensemble des formulations de composite. Nous ne pouvons pas non plus dégager d'influence de la granulométrie sur ce paramètre.

Le plan d'expérience rend compte de l'évolution de E en fonction de la fraction volumique de charges, mais ne permet pas différencier les actions de la granulométrie et des traitements sur le module élastique.

4.3.3 Analyse du comportement dissipatif des composites

De la même manière que pour le module élastique, nous étudions l'évolution du facteur de perte des composites en fonction de la fraction volumique de charges.

Les graphes de la *figure 4.20* représentent les résultats obtenus, sur le facteur de perte, lors des essais en AMD, ainsi que ceux issus des différentes méthodes d'homogénéisation. Quelle que soit la fréquence étudiée, nous notons une dispersion importante des mesures. Nous ne pouvons pas différencier une évolution du facteur de perte en fonction de la nature des traitements de surface utilisés. En revanche, nous visualisons une évolution générale du comportement amortissant des composites, qui peut être modélisée à partir des différentes méthodes d'homogénéisation. Nous pouvons donner un encadrement de cette évolution, ayant comme borne supérieure le modèle de Reuss et comme borne inférieure la méthode autocohérente. Nous caractérisons cette évolution à partir des modèles d'Hashin-Shtrikman et Mori-Tanaka, qui donnent des résultats très proches.

L'analyse modale, dont les résultats sont présentés *figure 4.21*, permet d'étudier les composites pour des fréquences de sollicitations élevées. Le premier mode de flexion s'étend d'une fréquence de 200 Hz , pour les échantillons les moins chargés, à une fréquence de 250 Hz , pour

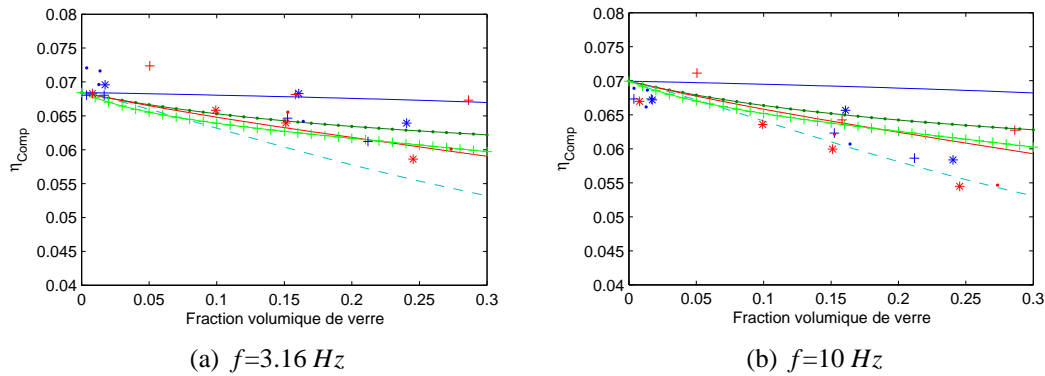


FIG. 4.20 – Facteurs de perte en fonction de la fraction volumique de charges, mesurés en AMD avec l’ARES pour une fréquence donnée, en bleu granulométrie $20 \mu\text{m}$ et en rouge granulométrie $60 \mu\text{m}$ (+ T0, * T1 et . T2), et obtenus par homogénéisation avec les modèles de Reuss (trait plein bleu), d’Hashin-Shtrikman (+- vert clair), d’Eshelby (-/- vert foncé), de Mori-Tanaka (- rouge) et autocoherent (– bleu clair)

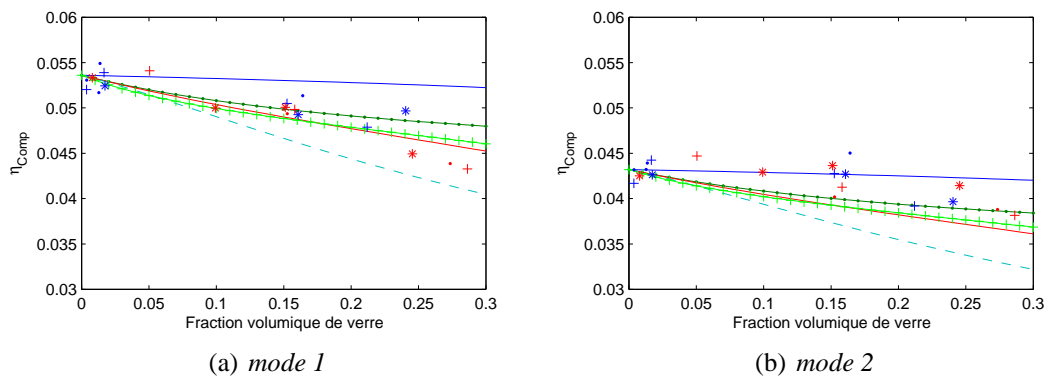


FIG. 4.21 – Facteurs de perte en fonction de la fraction volumique de charges, mesurés en analyse modale pour un mode propre donné, en bleu granulométrie $20 \mu\text{m}$ et en rouge granulométrie $60 \mu\text{m}$ (+ T0, * T1 et . T2), et obtenus par homogénéisation avec les modèles de Reuss (trait plein bleu), d’Hashin-Shtrikman (+- vert clair), d’Eshelby (-/- vert foncé), de Mori-Tanaka (- rouge) et autocoherent (– bleu clair)

les plus chargés. Le deuxième mode de flexion s’étend sur une plus large gamme de fréquences, allant de 1200 à 1550 Hz en fonction des formulations de composites. Pour ces deux modes propres, les évolutions du module élastique et du facteur de perte du PMMA en fonction des fréquences, utilisées dans le calcul de E_{Comp} et η_{Comp} , ne sont pas négligeables. Une augmentation de 5% sur le module élastique E_{PMMA} donne une erreur relative n’excédant pas 2% sur le module élastique homogénéisé du composite et de 5% sur le facteur de perte homogénéisé. Pour les deux premiers modes de flexion, nous prenons compte de l’évolution des propriétés mécaniques dynamiques de la matrice PMMA. A partir des résultats présentés *chapitre 3*, nous

déterminons par interpolation les valeurs du module élastique et du facteur de perte pour chaque fréquence.

4.3.3.1 Effet de la fraction volumique

Les modèles d'Hashin-Shtrikman ou de Mori-Tanaka ont permis de caractériser le comportement élastique des matériaux composites en fonction de la fraction volumique de charges et de la méthode utilisée. Ces modèles s'avèrent être intéressants pour caractériser l'évolution générale du facteur de perte en fonction du taux de charges dans le composite. En comparant les résultats expérimentaux aux prédictions de ces méthodes d'homogénéisation (modèles cohésifs), il est possible d'identifier une dissipation d'énergie additionnelle due aux frottements aux interfaces lors de la sollicitation.

La variation relative des facteurs de perte de chaque formulation par rapport à celui du PMMA, à la fréquence considérée, est donnée par la relation suivante :

$$\frac{\Delta\eta}{\eta_{PMMA}} = \frac{\eta_{PMMA} - \eta_{Comp}}{\eta_{PMMA}} \quad (4.3)$$

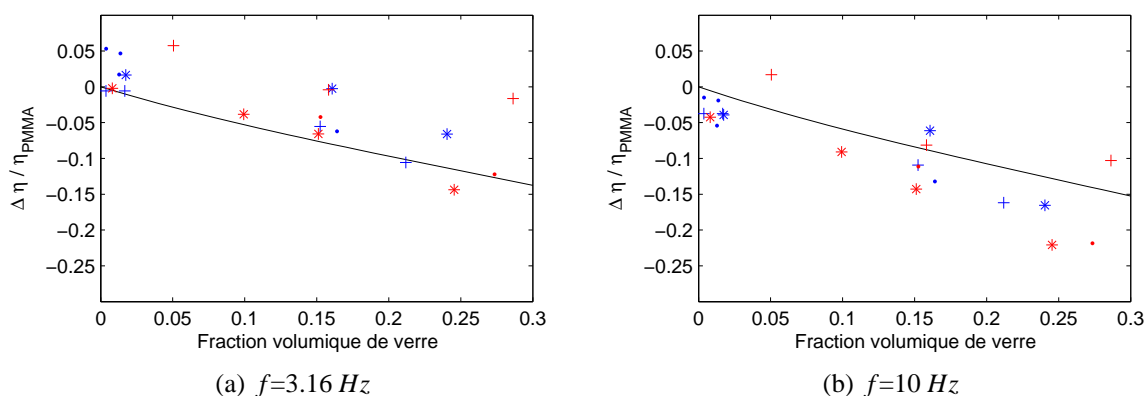


FIG. 4.22 – Variation relative des facteurs de perte en fonction de la fraction volumique de charges, mesurés en AMD avec l'ARES pour une fréquence donnée, en bleu granulométrie 20 μm et en rouge granulométrie 60 μm (+ T0, * T1 et . T2), et obtenu par homogénéisation avec le modèle de Mori-Tanaka

Les graphes de la *figure 4.22* présentent les variations relatives obtenues pour les fréquences de sollicitation (ARES) de 3.16 et 10 Hz. Ces résultats sont comparés à ceux obtenus par le modèle de Mori-Tanaka qui donne des résultats très proches de celui de Hashin-Shtikman (voir *figure 4.20*). Cette confrontation ne nous permet pas de conclure sur la validité de la dissipation additionnelle constatée. Nous ne pouvons pas justifier le fait qu'à de faibles proportions volumiques de charges, le composite soit nettement plus amortissant (5 % dans certains cas) que la matrice seule. Pour ce mode de sollicitation, le niveau de contrainte imposé peut ne pas être suffisant pour activer des frottements aux interfaces, ou que la surface frottante soit trop faible pour que la dissipation d'énergie générée soit perceptible. Nous n'écartons pas l'éventualité

que la méthode ne puisse pas rendre compte d'une dissipation d'énergie supplémentaire due aux frottements lors des sollicitations en torsion. Le facteur de perte mesuré sur ces différentes formulations correspond à celui de la matrice, il diminue en fonction de la fraction volumique de verre dans le composite.

En revanche, les résultats obtenus pour ces mêmes matériaux composites lors d'essais en analyse modale, se révèlent très intéressants. Les graphes de la *figure 4.23* présentent les variations relatives pour les deux premiers modes de flexion, ainsi qu'une comparaison avec le modèle de Mori-Tanaka. Pour le premier mode propre de flexion, le modèle d'homogénéisation cohésif donne une assez bonne interpolation de l'évolution générale de la variation relative du facteur de perte, mais ne nous permet pas de distinguer un éventuel surplus d'amortissement. Les niveaux de contraintes générés par le *mode 1* de flexion sont soit trop faibles pour activer les frottements aux interfaces charges-matrice, soit insuffisants pour que la méthode puisse détecter une dissipation.

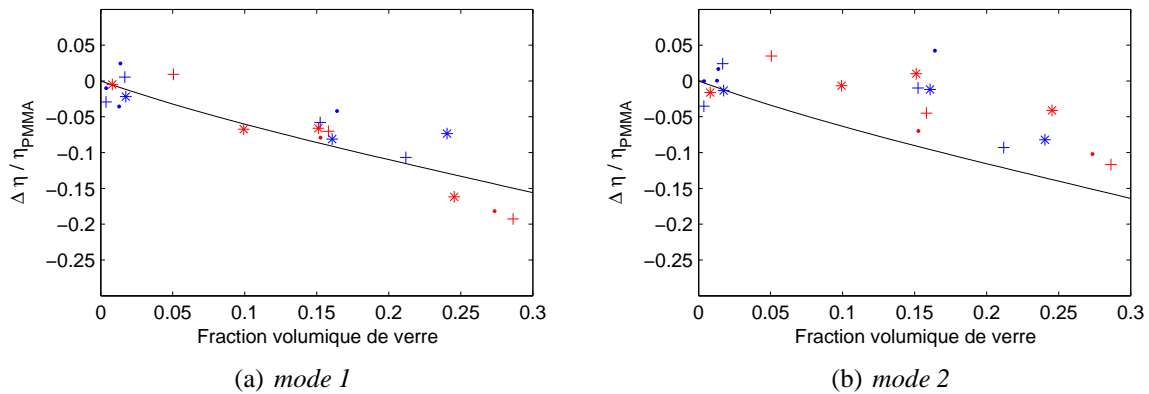


FIG. 4.23 – Variation relative des facteurs de perte en fonction de la fraction volumique de charges, mesurés en analyse modale pour un mode propre donné, en bleu granulométrie $20 \mu\text{m}$ et en rouge granulométrie $60 \mu\text{m}$ (+ T0, * T1 et . T2), et obtenu par homogénéisation avec le modèle de Mori-Tanaka

Le *mode 2* de flexion présente une dissipation d'énergie supérieure à celle annoncée par le modèle Mori-Tanaka. En comparaison avec le *mode 1*, nous pouvons distinguer une augmentation du facteur de perte, relative au taux de charges incluses dans le composite. En effet, les résultats expérimentaux montrent des valeurs supérieures aux prédictions du modèle cohésif. Cette augmentation d'amortissement, perceptible par la méthode, semble être due à une activation des frottements aux interfaces par le deuxième mode propre de flexion. Elle est directement liée à la fraction volumique de charges. Il semble que le *mode 2* permette, du fait de sa déformée modale ou de ses vitesses de sollicitation, d'activer un niveau suffisamment important de frottements aux interfaces pour être perceptible par la méthode.

Bien qu'une différence entre le modèle cohésif et les résultats expérimentaux soit constatée pour cette gamme de fréquences, cette dissipation ne semble dépendre ni de la nature des agents de couplage utilisés ni de la taille moyenne des billes de verre.

L'interprétation apportée par le plan d'expérience confirme le fait qu'il n'y a pas d'effet du

traitement sur le facteur de perte. Mais en revanche, il montre que ce facteur de perte est lié à la proportion volumique de verre dans le composite, quelle que soit la méthode.

Ces résultats peuvent être comparés à ceux présentés par W. Gu [33], qui étudie l'influence de la proportion volumique de fibre sur la dissipation d'énergie totale du matériau composite fibres de verre/époxy. Dans ces travaux, W. Gu estime un facteur de perte η_{in} ($=\tan\delta_{in}$), correspondant à la dissipation d'énergie à l'interface, par la différence entre le facteur de perte mesuré et le facteur de perte estimé par le modèle cohésif de Reuss pour des matériaux viscoélastiques. Les graphes de la *figure 4.24* présentent une évolution du facteur de perte η_{in} en fonction de la fraction volumique de fibres de verre. L'augmentation de η_{in} caractérise un accroissement de dissipation d'énergie pouvant être corrélé avec la surface de contact frottante. Cette dissipation ainsi mesurée reste relativement faible.

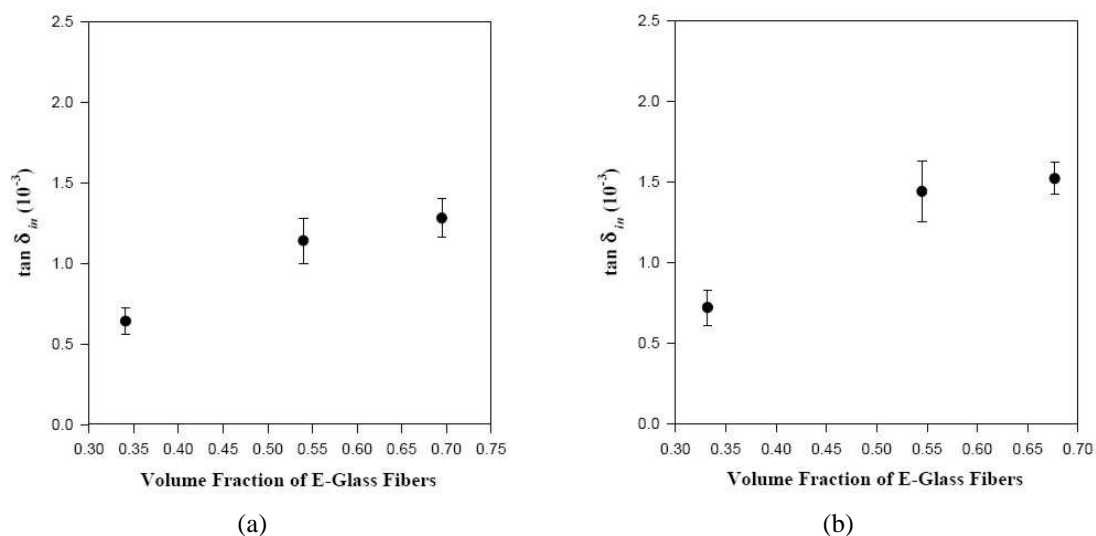


FIG. 4.24 – Facteur de perte provenant d'une dissipation d'énergie à l'interface en fonction des fraction volumique de fibres de verre, pour deux types de fibres [33]

Nous nous intéressons, maintenant, à rapporter ces résultats aux surfaces de contact totales pour chaque échantillon testé, afin de constater une éventuelle influence de ces surfaces sur la dissipation d'énergie.

4.3.3.2 Effet de la surface de contact aux interfaces

De manière à noter une influence de la surface de contact sur la dissipation d'énergie, nous présentons les résultats obtenus en fonction de la surface de contact totale pour chaque géométrie d'échantillon testée.

Les graphes de la *figure 4.25* présentent les mesures obtenues en AMD avec l'ARES, pour des sollicitations harmoniques de 3.16 et 10 Hz. Les variations relatives issues de chaque formulation suivent celles prédites par le modèle cohésif de Mori-Tanaka. Quelle que soit la nature du traitement de surface utilisé, ces résultats ne nous permettent pas de différencier l'influence de la granulométrie des billes (surface frottante) sur les variations du facteur de perte.

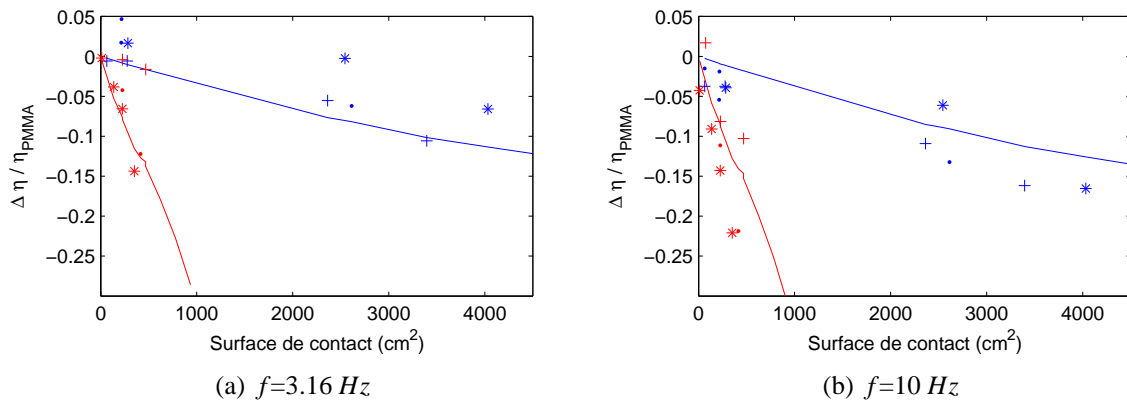


FIG. 4.25 – Variation relative des facteurs de perte en fonction de la surface de contact pour la géométrie considérée, mesurés en AMD avec l’ARES pour une fréquence donnée, en bleu granulométrie $20 \mu\text{m}$ et en rouge granulométrie $60 \mu\text{m}$ (+ T0, * T1 et . T2), et obtenu par homogénéisation avec le modèle de Mori-Tanaka

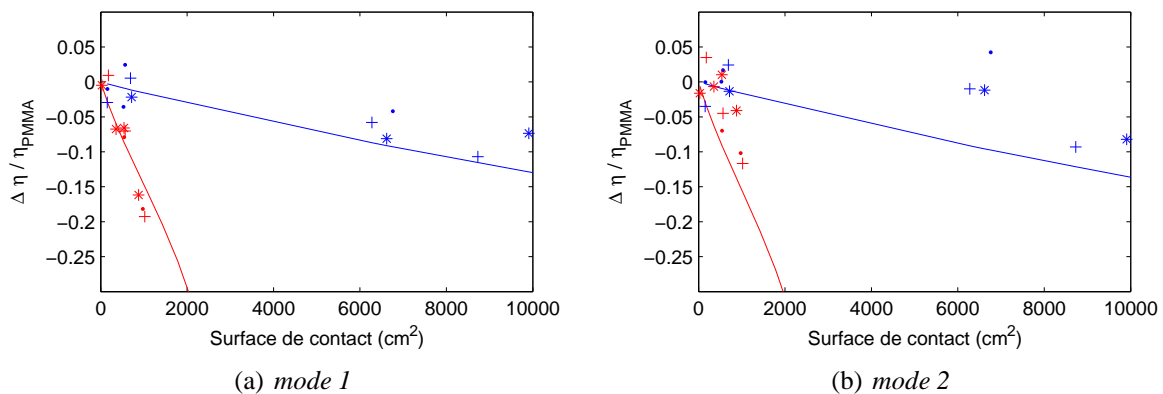


FIG. 4.26 – Variation relative des facteurs de perte en fonction de la surface de contact pour la géométrie considérée, mesurés en analyse modale pour un mode propre donné, en bleu granulométrie $20 \mu\text{m}$ et en rouge granulométrie $60 \mu\text{m}$ (+ T0, * T1 et . T2), et obtenu par homogénéisation avec le modèle de Mori-Tanaka

Les mesures obtenues en analyse modale sur le *mode 2* présentent une augmentation, par rapport au modèle cohésif de Mori-Tanaka, de la dissipation d’énergie en fonction de la surface de contact totale. Ces résultats sont obtenus quelle que soit la granulométrie étudiée et quel que soit le traitement de surface utilisé. Les contraintes générées par ce mode de flexion semble être suffisantes, dans un premier temps, pour s’opposer à la contrainte isostatique appliquée sur la particule, et dans un deuxième temps, pour activer les frottements sur l’interface. L’analyse des modes de rang plus élevés confirmerait cette hypothèse, du fait d’une élévation des contraintes dans la structure lors des sollicitations.

Une étude thermomécanique des composites conduit à une différenciation des traitements de

surface en fonction de leurs influences sur le facteur de perte du composite, que nous détaillons à présent.

4.3.3.3 Etude thermomécanique des traitements de surface pour la formulation 2820TX

La *figure 4.27* montre les variations du facteur de perte à 5 Hz pour les composites renforcés par 15.80 % en volume de billes de verre de diamètre moyen 20 μm et ayant subi les trois traitements de surface (T0, T1 et T2). L'examen de ces résultats nous présente les effets des différents traitements. Pour les traitements T0 et T1, nous obtenons des amplitudes identiques pour le facteur de perte, caractérisant un comportement amortissant similaire. Pour le pic de la relaxation α (T_g) correspondant au traitement T2, nous notons un léger décalage vers les hautes températures et une amplitude plus importante.

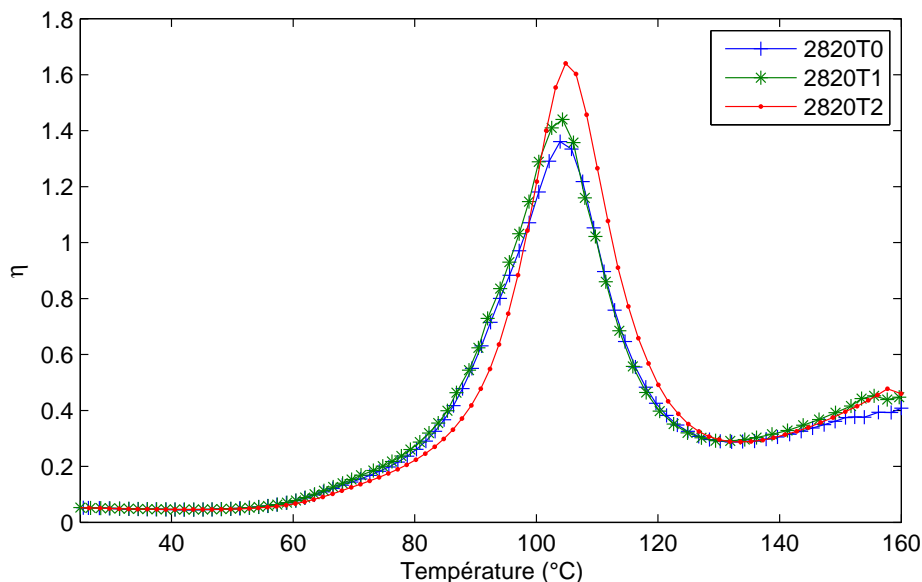


FIG. 4.27 – Evolution du facteur de perte en fonction de la température (à 5 Hz) pour les formulations 2820TZ (Z=0,1,2)

La *figure 4.28* présente les mesures obtenues sur des échantillons de composite constitués de 15.80 % en volume de billes de verre de diamètre moyen 60 μm , pour les trois types de traitements de surface. Ces résultats ne permettent pas de noter une influence significative des agents de couplage sur le facteur de perte du matériau à l'état visqueux. En effet, les surfaces de contact mises en jeu par la granulométrie de billes de diamètre moyen 60 μm semblent être insuffisantes pour être à l'origine d'une modification du comportement amortissant des composites à la transition α .

Ces premiers résultats laissent supposer que la mobilité moléculaire des chaînes macromoléculaires de la matrice environnante serait affectée de façon différente selon la nature des traitements de surface et la surface de contact totale. Les variations entre les différents traitements sont sensibles aux surfaces de contact mises en oeuvre dans le matériau composite. Il

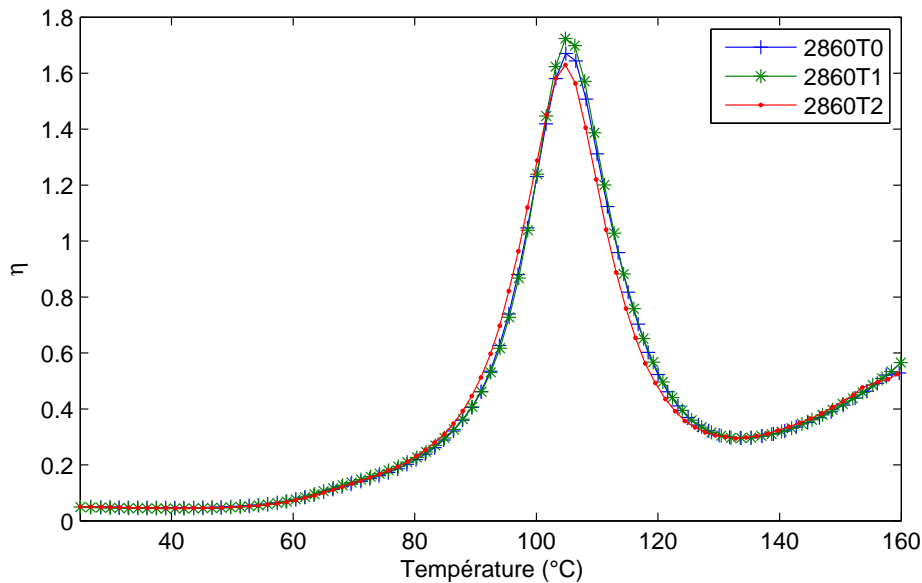


FIG. 4.28 – Evolution du facteur de perte en fonction de la température (à 5 Hz) pour les formulations 2860TZ (Z=0,1,2)

semble que plus la surface de contact est importante plus les variations, sur le facteur de perte, entre les traitements de surface, sont visibles. Cette étude isochrone permet de dégager des hypothèses sur la nature des phénomènes mis en jeu au niveau de l'interface. Selon A. Berge-ret [5], la diminution de la hauteur du pic de relaxation α est le résultat d'une réduction de la mobilité des segments de chaînes macromoléculaires par adhésion. Quand ces fortes interactions polymère-charges sont couplées avec des surfaces de contact importantes, nous pouvons attendre une amplification des caractéristiques de la transition vitreuse.

La classification des traitements de surface, résultant de l'interprétation de ces résultats, se rapproche de celle faite à partir de l'étude au MEB. C'est à dire que T0 et T1 apportent une amélioration sur la cohésion à l'interface, contrairement à l'agent d'interface T2.

4.4 Conclusion

Ce chapitre a permis d'établir une caractérisation des différents matériaux modèles élaborés pour cette étude.

L'état de contrainte dans la matrice au voisinage de la particule constitue un paramètre important qui doit être considéré dans la caractérisation des matériaux composites. Nous avons vu que dans le cas d'une bille de verre noyée dans du PMMA, la matrice pourrait exercer une pression isostatique importante sur la particule à la suite de la mise en oeuvre à haute température des éprouvettes en composites.

L'étude du comportement mécanique des matériaux composites modèles montre une dépendance des propriétés élastiques à la fraction volumique de charges dans le matériau. Les

modules de traction ainsi mesurés sont insensibles à la taille des billes de verre et à la nature des traitements de surface.

Cette constatation est retrouvée par l'interprétation du plan d'expérience. Les propriétés à rupture (contrainte et déformation) sont essentiellement dépendantes de la fraction volumique de verre. Le plan d'expérience révèle tout de même une légère influence du traitement T2, qui favorise l'allongement à la rupture. Cet allongement semble plus marqué pour des billes de 60 μm . En d'autres termes, l'allongement est favorisé par une décohésion à l'interface ainsi qu'une réduction de la surface de contact totale. La diminution de la contrainte à rupture dépend de la fraction volumique d'inclusions, elle est la conséquence de la pression isostatique importante exercée par la matrice sur la particule lors de l'essai de traction.

Cette première caractérisation est complétée par une analyse au MEB, qui permet d'établir une première classification des agents d'interface. Contrairement au traitement T2, les traitements T0 et T1 semblent améliorer la cohésion au niveau des interfaces charges-matrice. Les essais thermomécaniques réalisés sur les composites renforcés par 15.83 % en volume de billes de diamètre moyen 20 μm , confirment la plus grande efficacité des traitements T0 et T1 au niveau de la cohésion à l'interface. En revanche les essais thermomécaniques, réalisés sur les formulations de composites renforcés par 15.83 % en volume de billes de diamètre moyen 60 μm , ne permettent pas de distinguer l'influence de la nature des agents de couplage sur les propriétés amortissantes des composites en question. En effet, les surfaces de contact, mises en cause par la granulométrie de billes de diamètre moyen 20 μm , amplifient les différences entre les caractéristiques amortissantes des composites à la transition vitreuse.

Si des frottements sont générés aux interfaces, ils doivent dépendre des modes de sollicitation utilisés et surtout des niveaux de déformation appliqués. L'activation des frottements résulte d'un dépassement d'une contrainte seuil qui peut ne pas être atteinte lors de la sollicitation. Certains essais confèrent un état de contrainte non homogène avec des gradients (flexion, torsion ...) qui conduisent à limiter le volume effectivement soumis à des frottements. Ces frottements peuvent être activés dans certaines zones de la structure, mais la dissipation d'énergie reste trop faible pour être perceptible par la méthode.

L'AMD, pour des sollicitations en torsion en basses fréquences, détecte une diminution du facteur de perte en fonction de la fraction volumique de verre mais ne permet pas de distinguer de relation de proportionnalité entre la dissipation et la surface de contact totale.

Le modèle de Mori-Tanaka a permis de caractériser fidèlement l'évolution du module élastique issue des essais de traction pour les différentes formulations de composites. D'un point de vue de l'analyse vibratoire, ce modèle d'homogénéisation se rapproche des mesures expérimentales réalisées au AMD et en analyse modale sur l'ensemble des échantillons de composites modèles.

L'étude vibratoire, basée sur l'analyse modale expérimentale, fait intervenir des sollicitations en flexion spécifiques aux modes propres de résonance. Essentiellement pour le mode 2 de flexion, la comparaison des résultats au modèle cohésif d'homogénéisation de Mori-Tanaka présente une augmentation de la dissipation d'énergie pouvant être liée à une surface de contact totale des échantillons testés. En d'autres termes, il semble que l'énergie dissipée par des frottements aux interfaces soit liée à l'augmentation de la surface de contact.

La génération de frottements à l'interface résulte d'une opposition des contraintes produites par la sollicitation à la pression isostatique exercée par la matrice sur la particule. Lors de la

mise en oeuvre des échantillons de composites et plus précisément pendant le refroidissement, la différence entre les coefficients de dilation thermique des deux matériaux est à l'origine est à l'origine de la pression isostatique exercée par la matrice sur la charge.

Contrairement à l'analyse thermomécanique, les méthodes dynamiques utilisées ne rendent pas compte des effets des traitements de surface sur les paramètres mécaniques étudiés, ce que confirme l'interprétation faite à partir du plan d'expérience. En effet, le plan d'expérience ne permet pas de distinguer l'influence des agents de couplage sur les propriétés mécaniques des matériaux composites modèles.

Conclusion générale

Ce travail visait à mettre en place des méthodes d'analyse rapides et non-destructives permettant de caractériser un niveau de cohésion aux interfaces charges-matrice dans des matériaux composites particuliers. Indépendamment de l'approche mécanique, cette étude a nécessité la mise en oeuvre de matériaux composites modèles, définis et paramétrés de manière à obtenir des niveaux de cohésion variables et contrôlés. Le choix de matériaux modèles de type particulière permettait de simuler par la présence d'une décohésion interfaciale, un endommagement de type fissure, faisant intervenir des surfaces de contact frottantes importantes. La synthèse bibliographique a permis de présenter un état de l'art sur les matériaux composites particuliers à matrice polymère, et sur les différentes méthodes permettant de les caractériser. Ainsi les propriétés mécaniques de ces matériaux composites dépendent du comportement viscoélastique de la matrice, de la nature (taille, granulométrie) des charges et du type de traitements de surface utilisé. Ces propriétés viscoélastiques, qui ont fait l'état d'une attention particulière dans notre travail, sont la conséquence d'une organisation des macromolécules du polymère lui conférant une grande part de phase amorphe. Cet ensemble d'informations a permis de nous positionner vis-à-vis de la problématique et de nous orienter vers l'utilisation et le développement de méthodes d'analyse permettant de caractériser les matériaux polymères et composites particuliers à matrice polymère.

Outre les essais de traction normalisés qui ont permis d'estimer le module élastique des matériaux analysés, nous avons mis en place différents dispositifs expérimentaux pour étudier les propriétés mécaniques de la matrice polymère et des matériaux composites modèles. L'analyse des propriétés mécaniques de la matrice polymère, en module élastique et facteur de perte, s'est étalée sur une gamme de vitesses de sollicitation très larges.

Nous avons développé un dispositif d'essai de fluage par lâcher permettant d'estimer les propriétés viscoélastiques des matériaux pour des vitesses de sollicitation en déchargement importantes. Cette méthode d'analyse, simple à mettre en oeuvre, présente, par rapport à des essais de fluage/relaxation classiquement employés, l'avantage d'une sollicitation quasi-instantanée. Cette particularité permet d'étudier les temps courts de relaxation. Parallèlement, le comportement instantané du matériau peut aussi être étudié dans la phase de sollicitation en déchargement. L'intérêt de l'utilisation d'un essai de lâcher réside dans l'activation de vitesses importantes de déchargement qui ne sont jamais atteintes lors d'essais de fluage conventionnels (pour un chargement).

L'AMD, très largement utilisée dans les études thermomécaniques des polymères, constitue un outil intéressant pour l'analyse à basses fréquences des matériaux composites modèles. Cette méthode d'analyse vibratoire « hors-résonance », coûteuse en temps, demande une étude précise de la compliance des appareillages de mesure. Son utilisation, sur une gamme de vitesses

de sollicitation, a permis de mettre en évidence la présence d'un phénomène de relaxation du polymère (phase de transition moléculaire) pour des températures constantes (autour d'une température ambiante de 22°C). L'étude menée sur les matériaux composites modèles montre que l'AMD est sensible à la proportion volumique de charges. En revanche, cette méthode, de part ses modes et ses niveaux de sollicitation, n'est pas en mesure de distinguer un quelconque effet sur les paramètres mécaniques, de la taille des charges et de la nature des traitements de surfaces. Quel que soit le mode de sollicitation, l'AMD se limite aux capacités du visco-analyseur utilisé, en termes de niveaux de déformation imposés et de spectre de fréquences analysé. Son utilisation se limite d'une part à des géométries d'échantillons normalisées (de type poutre) et d'autre part à l'analyse des basses fréquences (inférieures à quelques centaines de Hertz).

L'analyse modale expérimentale a permis de rendre compte d'une évolution des propriétés mécaniques des matériaux polymères et composites en fonction des fréquences de sollicitation. Cette méthode d'analyse vibratoire en « résonance » reste rapide et surtout non-destructive. Le développement de dispositifs expérimentaux a permis une étude d'échantillons de géométries variables, dans la limite des moyennes fréquences. Son utilisation à la détection d'endommagements structuraux, dans le cas de plaques fissurées, s'est révélée intéressante, elle a mis en évidence une évolution des propriétés mécaniques de la structure en fonction du niveau de dégradation (longueur de fissure). L'extension de cette méthode, au cas des composites modèles, n'a pas permis de distinguer une dépendance des propriétés mécaniques aux différents types de traitements de surface utilisés. Comme pour l'AMD, l'analyse modale a été capable de noter une influence de la proportion volumique de charges sur les propriétés mécaniques des différents composites. L'estimation des propriétés mécaniques des matériaux composites par homogénéisation se base sur une extension des modèles cohésifs en élasticité à des modèles viscoélastiques cohésifs. Pour des niveaux de sollicitation importants (mode propre de rang élevé), l'analyse modale expérimentale a été en mesure de détecter une dissipation d'énergie additionnelle, par rapport à un modèle d'homogénéisation adapté. Cette dissipation d'énergie est induite par les frottements aux interfaces charges/matrice lors de la sollicitation.

Au vue des résultats obtenus par les différentes méthodes sur la matrice polymère, le modèle de Zener n'est pas en mesure de caractériser fidèlement le comportement du polymère. Le seul temps de relaxation pris en considération par le modèle ne suffit pas à rendre compte de l'évolution des paramètres mécaniques en fonction des fréquences de sollicitation. La généralisation du modèle de Zener pourrait permettre, par l'intégration de plusieurs temps de relaxation, la corrélation avec les résultats expérimentaux.

Le plan d'expérience, mis en place dans notre étude, s'est révélé être un point positif. Il a permis de confirmer les interprétations des résultats expérimentaux sur les composites modèles. Ce plan d'expérience a été en mesure de noter une influence de la proportion volumique de charges sur les propriétés mécaniques des composites, et ainsi de prédire une évolution de ces propriétés en fonction du volume de charges incluses. Par contre, il n'a pas permis de distinguer les influences de la taille des charges et de la nature des agents de couplages utilisés, sur les propriétés mécaniques.

Sur le plan de l'expérimentation, le travail doit se poursuivre sur une étude vibratoire en hautes fréquences des matériaux composites modèles. En effet, les niveaux de contraintes générés dans la structure sont fonction du mode de déformation imposé. L'analyse modale des matériaux modèles doit être étendue aux modes propres de flexion de rang plus élevé. Une

adaptation du dispositif expérimental pourrait ainsi permettre d'étendre l'étude à l'ensemble des modes propres de la poutre, intégrant des déformées modales de torsion.

Un point reste à aborder, celui de l'utilisation de l'analyse par ultrasons. L'utilisation de cette méthode a confirmé les tendances, données par l'analyse modale, sur l'évolution des propriétés mécaniques vers les hautes fréquences. Son application aux matériaux composites modèles nécessiterait l'élaboration d'un dispositif expérimental, et le développement d'indicateurs adaptés pour quantifier les niveaux d'endommagement. A l'instar d'études déjà réalisées par d'autres auteurs, l'analyse par ultrasons reposerait sur la sensibilité de l'énergie d'absorption fréquentielle de l'onde sur la microstructure d'un composite.

Bibliographie

- [1] A. ALVANDI : *Contribution à l'utilisation pratique de l'évaluation dynamique pour la detection d'endommagement dans les ponts*. Thèse de doctorat, Ecole nationale des ponts et chaussées Paris, 2003.
- [2] N. AMDOUNI : *Caractérisation et rôle d'une interphase élastomère au sein de matériaux composites polyépoxyde/renfort de verre (particulaire ou fibreux)*. Thèse de doctorat, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 1989.
- [3] P. AVITABILE : Experimental modal analysis (a simple non-mathematical presentation). *Sound and Vibration Magazine*, 2000.
- [4] O. BEAUDOUIN : *Contribution à l'étude des relations microstructure-propriétés mécaniques d'une matrice polybutylène téréphthalate (PBT) renforcée de billes ou de fibres de verre*. Thèse de doctorat, Université Montpellier 2, Sciences et Techniques du Languedoc, 1998.
- [5] A. BERGERET : *Mobilité moléculaire dans des composites thermoplastiques amorphes à base styrène-billes de verre. Application : construction d'outils d'analyse de l'interface/interphase*. Thèse de doctorat, Université Claude Bernard, Lyon 1, 1992.
- [6] J. M. BERTHELOT : *Matériaux composites : Comportement mécanique des structures*. Edition Masson, 1992.
- [7] J. J. BIKERMAN : *The science adhesive joints*. Academic Press, Inc., New York and London, 1968.
- [8] R. D. BLEWINS : *Formulas for natural frequency and mode shape*. Van Nostrand Reinhold, 1979.
- [9] M. BOUSSUGE : *Contribution à l'étude du comportement mécanique à haute température du nitrure et du carbure de silicium : utilisation critique de l'essai de double-torsion*. Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 1985.
- [10] R. CARACCILO, A. GASPARETTO et M. GIOVAGNONI : An experimental technique for complete dynamic characterization of a viscoelastic material. *Journal of Sound and Vibration*, 272:1013–1032, 2003.
- [11] R. J. CARDOSO, A. SHUKLA et A. BOSE : Effect of particle size and surface treatment on constitutive properties of polyester-cenosphere composites. *Journal of Materials Science*, 37:603–613, 2002.
- [12] C. CARROT et J. GUILLET : *Viscoélasticité linéaire des polymères fondus*. Plastiques et composites, Techniques de l'Ingénieur, 1990.

- [13] P. CASTAING, N. TSOVALIS et L. LEMOINE : Evaluation des propriétés mécaniques de matériaux composites verre/polyester gelcoates en milieu marin. *15^{ème} colloque IFREMER, La construction navale en composites, Paris*, p. 355–364, 1992.
- [14] J. CAVAILLÉ, J. PEREZ et G. JOHARI : A comparison of a point defects theory with mechanical relaxation in polymers. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 131:935–941, 1991.
- [15] M. CHATAIN : *Comportements physique et thermomécanique des plastiques*. Plastiques et composites, Techniques de l'Ingénieur, 1990.
- [16] K. K. CHAWLA : *Ceramic Matrix Composites*. Chapman & Hall, 1993.
- [17] Y. CHEVALIER : Essais dynamiques sur composites, caractérisation aux hautes fréquences. *Techniques de l'Ingénieur*, 5401:1–19, 2003.
- [18] P. COMBETTE et I. ERNOULT : *Physiques des polymères. 1. Structure, fabrication, emploi 2. Propriétés*. Herman Editeurs, 2005.
- [19] S. CORN : *Simplification de modèles éléments finis de structures à comportement dynamique de poutre*. Thèse de doctorat, U.F.R. Des Sciences et Techniques de l'université de Franche-Comté, 1998.
- [20] O. DOSSING : *Essais Structurel Partie 1 : Mesures de modbilité*. Bruel & Kjaer, Denmark, 1988.
- [21] J. C. DRURY : Ndt fundamentals : Ultrasonics, part 1. *Basic principles of sound*, 46:650–652, 2004.
- [22] D. DUCRET : *Elasticité anisotrope et endommagement des matériaux composites : caractérisation ultrasonore et modélisation micromécanique*. Thèse de doctorat, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 2000.
- [23] J. DUPUY, S. CORN, P. IENNY et L. DARIDON : Comparaison de méthodes dynamiques d'analyse du comportement mécanique de matériaux. *18^{ème} Congrès Français de Mécanique, Grenoble*, 2007.
- [24] J. ESHELBY : The determination of the elastic field of an ellipsoidal inclusion and related problem. *Proceedings of the Royal Society of London*, A241:376–396, 1957.
- [25] J.-P. FAVRE : *Interface dans les composites fibreux*. Plastiques et composites, Techniques de l'ingénieur, 1992.
- [26] J. FERRY : *Viscoelastic properties of polymers*. Wiley, 1973.
- [27] A. GARBACZ et E. J. GARBOCZI : Ultrasonic evaluation methods applicable to polymer concrete composites. *Rap. tech.*, 2003.
- [28] V. GARNIER, J. F. CHAIX et G. CORNELOUP : Caractérisation non destructive du béton par analyse d'ondes ultrasonores. *Bulletin des laboratoires des Ponts et Chaussées*, 239: 105–118, 2002.
- [29] D. GAY : *Matériaux composites*. Edition Hermès, 1987.
- [30] R. F. GIBSON : Modal vibration response measurements for caractérisation of composite matériaux and structures. *Composites science and technology*, p. 2769–2780, 2000.
- [31] J. GOODIER : Concentration of stress around spherical and cylindrical inclusions and flaws. *Journal of Applied Mechanics*, 1:39–44, 1933.

- [32] C. G'SELL et J.-M. HAUDIN : *Introduction à la mécanique des polymères*. Institut National Polytechnique de Lorraine, 1995.
- [33] W. GU : Interfacial adhesion evaluation of uniaxial fiber-reinforced-polymer composites by vibration damping of cantilever beam. 1997.
- [34] W. GU, H. F. WU, S. L. KAMPE et G. Q. LU : Volume fraction effects on interfacial adhesion strength of glass-fiber-reinforced polymer composites. *Materials Science and Engineering A*, 227:237–243, 2000.
- [35] Z. HASHIN : Viscoelastic behavior of heterogeneous media. *Journal of Applied Mechanics*, 32:630–636, 1965.
- [36] Z. HASHIN et S. SHTRICKMAN : A variational approach to the theory of the elastic behaviour of multiphase materials. *Journal of Mechanics, Physics of solids*, 11:127–140, 1963.
- [37] R. HILL : A self-consistent mechanics of composite materials. *Journal of Mechanics, Physics of solids*, 13:213–222, 1965.
- [38] H. HU, B. WANG, C. LEE et J. SU : Damage detection of surface cracks en composite laminates using modal analysis and energy strain method. *Composites Structures*, 74:399–405, 2005.
- [39] H. Y. HWANG et C. KIM : Damage detection in structures using a few frequency response measurements. *Journal of Sound and Vibration*, 270:1–14, 2003.
- [40] G. KERGOURLAY : *Mesure et prédiction vibroacoustique de structure viscoélastique - Application à une enceinte acoustique*. Thèse de doctorat, Ecole Centrale de Paris, 2004.
- [41] S. S. KESSLER, S. M. SPEARING, M. J. ATALLA, C. E. CESNIK et C. SOUTIS : Damage detection in composite materials using frequency response methods. *Composites, Part B : engineering*, 33:87–95, 2001.
- [42] S. KEUSCH et R. HAESSLER : Influence of surface treatment of glass fibres on dynamic mechanical properties of epoxy resin composites. *Composites, Part A : Applied science and manufacturing*, 30:997–1002, 1999.
- [43] E. KRÖNER : Linear properties of random media : the systematic theory. *15^{ème} colloque du Groupe Français de Rhéologie, Paris*, 1980.
- [44] S. LAROZE : *Mécanique des structures, Tome 2, Poutres*. Edition Eyrolles Masson, 1988.
- [45] D. M. LAURA, H. KESKKULA, J. W. BARLOW et D. PAUL : Effect of glass fiber surface chemistry on mechanical properties of glass fiber reinforced, rubber-toughened nylon 6. *Polymer*, 43:4673–4687, 1991.
- [46] Y. LIAO et V. WELLS : Estimation of complex modulus using wave coefficients. *Journal of Sound and Vibration*, 295:165–193, 2006.
- [47] B. LUNDBERG et R. H. BLANC : Determination of material properties from the two-point response of an impacted linearly viscoelastic rod specimen. *Journal of Sound and Vibration*, 126:97–108, 1988.
- [48] P. MACIOCE : Viscoelastic damping 101. *Sound and Vibration*, 2003.

-
- [49] J.-J. MARTINEZ-VEGA et A. RIVIÈRE : *Mesure de frottement interne*. Techniques d'analyse, Techniques de l'Ingénieur, 2004.
- [50] D. MATHIEU et R. T. LUU : *NemrodW*. Laboratoire de Méthodologie de la Recherche Expérimentale, Université Aix-Marseille III, 1980.
- [51] T. MORI et K. TANAKA : Average stress in matrix and average elastic energy of materials with misfitting inclusions. *Acta Metallurgica*, 21:571–574, 1973.
- [52] D. H. MORTON : *Polymer processing*. Chapman & Hall, 1989.
- [53] P. MOUSSEAU, A. SARDA et R. DETERRE : *Thermique de l'injection des thermoplastiques. Fondements*. Plastiques et composites, Techniques de l'Ingénieur, 2005.
- [54] H. NECHAD : *Evaluation de l'endommagement et de la rupture de matériaux hétérogènes par ultrasons et émission acoustique : estimation de la durée de vie restante*. Thèse de doctorat, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 2004.
- [55] L. E. NIELSEN : Generalized equation for the elastic moduli of composite materials. *Journal of Applied Physics*, 41:4626, 1970.
- [56] S. ODEEN et B. LUNDBERG : Determination of complex modulus from measured end-point acceleration of impacted rod specimen. *Journal of Sound and Vibration*, 165:1–8, 1993.
- [57] G. M. OWOLABI, A. S. J. SWAMIDAS et R. SESHADRI : Crack detection in beams using changes in frequencies and amplitude of frequency response functions. *Journal of Sound and Vibration*, 265:1–22, 2002.
- [58] S. O. OYADIJI et G. R. TOMLINSON : Determination of the complex moduli of viscoelastic structural element by resonance and non-resonance methods. *Journal of Sound and Vibration*, 101:277–298, 1985.
- [59] A. D. PANTELIOU, T. G. CHONDROS et V. C. ARGYRAKIS : Damping factor as an indicator of crack severity. *Journal of Sound and Vibration*, 241:235–245, 2000.
- [60] R. PINTELON, P. GUILLAUME, S. VANLANDUIT, K. D. BELDER et Y. ROLAIN : Identification of young's modulus from broadband modal analysis experiments. *Mechanical systems and signal processing*, 18:699–726, 2003.
- [61] J. PIRANDA : *Cours des Dynamiques des structure*. ENSMM, Besançon, 1993.
- [62] J. PIRANDA : *Analyse modale expérimentale*. Mesures et Contrôle, Techniques de l'ingénieur, 2001.
- [63] E. P. PLUEDDEMANN : Present status and research needs in silane coupling interface in polymer, ceramic and metal matrix composites. *Elsevier Science*, 1988.
- [64] E. P. PLUEDDEMANN : Silane coupling agents. *Plenum Press*, 1991.
- [65] F. PMIES, L. A. CARLSSON, D. CHOQUEUSE et P. DAVIES : Dégradation de matériaux composites dans environnement marin : nouveaux matériaux et méthodes d'essais. *15^{ème} colloque IFREMER, La construction navale en composites, Paris*, p. 384–396, 1992.
- [66] T. PRITZ : Apparent complex young's modulus of a longitudinally vibrating viscoelastic rod. *Journal of Sound and Vibration*, 77:93–100, 1981.

BIBLIOGRAPHIE

- [67] T. PRITZ : Measurement methods of complex poisson's ratio of viscoelastic materials. *Applied Acoustics*, 60:279–292, 2000.
- [68] T. PRITZ : The poisson's loss factor of solid viscoelastic materials. *Journal of Sound and Vibration*, 306:790–802, 2007.
- [69] R. S. RAGHAVA : Role of matrix-particle interface adhesion on fracture toughness of dual phase epoxy-polyethersulfone blend. *Journal of Polymer Science*, 1987.
- [70] Rheometric Scientific. *ARES instrument manual*, 1997.
- [71] P. SAAD : *Modélisation et identification du comportement non linéaire des câbles en caoutchouc*. Thèse de doctorat, Ecole Centrale de Lyon, 2003.
- [72] M. SOULA, T. VINH, Y. CHEVALIER, T. BEDA et C. ESTEOULE : Measurement of isothermal complex moduli of viscoelastic materials over a large range of frequencies. *Journal of Sound and Vibration*, 205:167–184, 1997.
- [73] S. K. THYAGARAJAN, M. J. SCHULZ et P. F. PAI : Detecting structural damage using frequency response functions. *Journal of Sound and Vibration*, 210:162–170, 1997.
- [74] S. TIMOSHENKO et D. H. YOUNG : *Dynamique Supérieure*. Librairie Polytechnique Ch. Bérenger, 1969.
- [75] C. F. ZOROWSKI et T. MURAYAMA : Proceedings of the 1st international conference on mechanical behaviour of materials. *Society of material science*, 5, 1972.

Annexe A

A.1 Fractions volumiques et massiques

Lors de l'élaboration des différents matériaux, nous utilisons la notion de fraction massique. En revanche, les fractions volumiques correspondantes seront intégrées directement dans les modèles théoriques décrivant les comportements thermomécaniques des matériaux composites.

Fraction massique

Notons m_c la masse du matériau composite, m_m et m_p les masses respectives de la matrice et des particules. Ainsi, les fractions massiques des particules et de la matrice s'écrivent :

$$\Psi_p = \frac{m_p}{m_c} \quad (\text{A.1})$$

et

$$\Psi_m = \frac{m_m}{m_c} \quad (\text{A.2})$$

Nous avons alors :

$$\Psi_m + \Psi_p = 1 \quad (\text{A.3})$$

et

$$m_c = m_m + m_p \quad (\text{A.4})$$

Fraction volumique

Considérons le volume du matériau composite V_c , composé d'un volume de particules V_p et d'un volume de matrice V_m , dont la fraction volumique des particules est définie comme :

$$\Phi_p = \frac{V_p}{V_c} \quad (\text{A.5})$$

La fraction volumique de la matrice est :

$$\Phi_m = \frac{V_m}{V_c} \quad (\text{A.6})$$

Nous avons alors :

$$\Phi_m + \Phi_p = 1 \quad (\text{A.7})$$

et

$$V_c = V_m + V_p \quad (\text{A.8})$$

Relation entre fractions volumiques et massiques

Les relations entre les fractions volumiques et les fractions massiques font intervenir les masses volumiques ρ_m et ρ_p . Tenant compte des équations précédentes, nous pouvons alors établir une relation entre fractions volumiques et fractions massiques :

$$\Psi_p = \frac{\Phi_p \rho_p}{\rho_m + \Phi_p (\rho_p - \rho_m)} \quad (\text{A.9})$$

A.2 Détermination de la masse moléculaire moyenne viscosimétrique M_v

La méthode de mesure de l'indice de viscosité d'un polymère en solution (basée sur la norme ISO 1628-6) nous permet de calculer cette masse moléculaire moyenne viscosimétrique M_v . Cette méthode utilise un viscosimètre de Ubbelohde. Préalablement, le polymère est dissout dans un solvant adapté pour donner une solution visqueuse.

L'indice de viscosité du polymère, donné en $mol.g^{-1}$, est déterminé par la relation suivante :

$$IV = \left(\frac{t_p}{t_0} - 1 \right) \frac{1}{\mu_p} \quad (\text{A.10})$$

où t_p et t_0 sont respectivement les temps d'écoulement de la solution (polymère + solvant) et le temps d'écoulement du solvant seul, la concentration du polymère dans la solution étant exprimée par μ_p (en $g.mol^{-1}$).

Une fois l'indice de viscosité calculé, nous déterminons la viscosité de la solution μ_p (polymères + solvant) à partir de la relation suivante, connaissant la viscosité du solvant μ_0 :

$$\mu_p = \mu_0 \frac{t_p}{t_0} \quad (\text{A.11})$$

Une augmentation de la viscosité caractérise une réticulation du polymère et une diminution caractérise une dégradation chimique des chaînes. En déterminant cet indice, nous pouvons suivre l'évolution de la structure macromoléculaire (état de réticulation et longueur des chaînes macromoléculaires) du polymère.

La relation entre la viscosité intrinsèque μ_p et la masse moléculaire M_v est donnée par la formule de Mark-Houwink :

$$\mu_p = K(M_v)^a \quad (\text{A.12})$$

où a et K sont des constantes caractéristiques d'un système solvant à une température donnée.

La nature du solvant et les constantes caractéristiques dépendent de la nature du polymère étudié, elles sont généralement classées dans des manuels dédiés à cet effet.

Annexe B

B.1 Matériel utilisé à l'élaboration d'échantillon en composite

B.1.1 Mélange des constituants d'un composite par extrusion

Le mélange des différents constituants d'un composite est réalisé par compoundage au moyen d'une extrudeuse. Le compoundage est un procédé technologique continu de transformation des matières thermoplastiques qui permet d'obtenir un mélange (exemple polymère et billes de verre), dont la composition pondérale est parfaitement contrôlable.

L'extrudeuse, quant à elle, se compose d'une ou deux vis d'Archimède en rotation à l'intérieur d'un fourreau cylindrique chauffé par l'extérieur et régulé thermiquement.

L'extrusion d'un polymère se décompose en trois étapes principales. Dans un premier temps, les constituants sont convoyés et compactés vers la filière. Ils sont ensuite chauffés jusqu'à la fusion de la matrice polymère. La vis exerce alors un cisaillement et malaxe la matière. Pour que le mélange puisse s'écouler à travers la filière, la pression intérieure augmente. Plus le débit de matière est élevé, plus les pertes de charges sont importantes. Il est donc nécessaire d'augmenter la pression à l'entrée de la filière.

La *figure B.1* représente le schéma d'une extrudeuse ainsi que le chemin suivi par les constituants lors de l'extrusion.

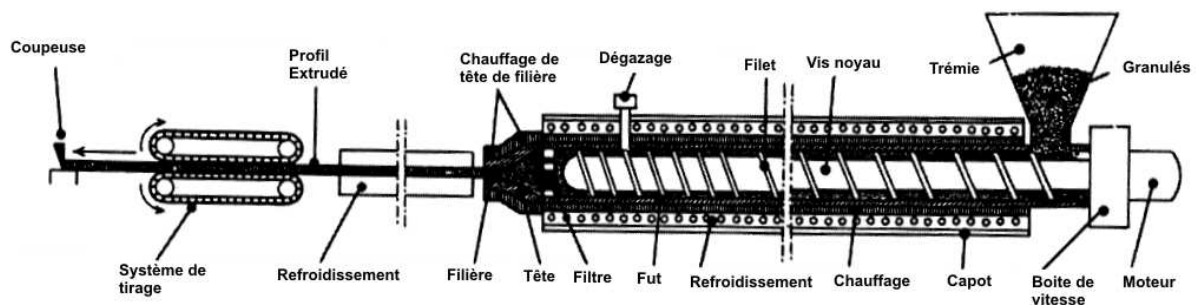


FIG. B.1 – Schéma d'une extrudeuse

B.1.2 Moulage des échantillons par injection

La mise en oeuvre par injection permet d'obtenir des géométries d'éprouvettes particulières, notamment celle en forme d'haltère (utilisée dans cette étude) respectant la norme ISO 527.

La *figure B.2* présente un schéma des différentes opérations lors de l'injection d'une pièce. Ce procédé de mise en oeuvre se décompose en quatre étapes principales :

- dosage de la matière
- remplissage du moule
- refroidissement de la pièce
- éjection de la pièce

De la même manière que pour l'extrusion, l'injection demande un contrôle des différents paramètres, tels que les températures (chauffage et refroidissement), les pressions (dans le fourreau et le moule) ainsi que les vitesses. En effet, si ces différents paramètres ne sont pas optimisés, nous pouvons constater certains défauts sur les éprouvettes, tels que du retrait important, une concavité sur les faces supérieure et inférieure ou la formation de bulles d'air (ou de gaz) à coeur.

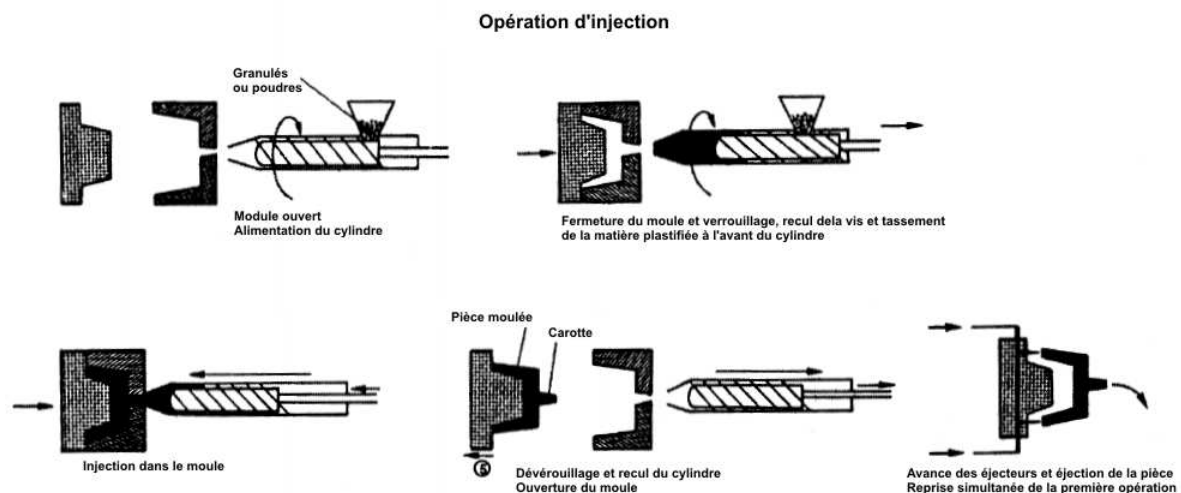


FIG. B.2 – Schéma des étapes d'un cycle d'injection

B.2 Paramètres d'extrusion et d'injection utilisés

B.

Type d'extrudeuse bi-vis	CLEXTRAL BC21
Profil de vis	standard
Longueur de vis (<i>mm</i>)	900
Débit de l'extrudeuse (<i>kg/h</i>)	5
Température d'alimentation (<i>°C</i>)	140
Température du fourreau (<i>°C</i>)	240
Vitesse de rotation de la vis (<i>tr/min</i>)	220
Couple (<i>N/m</i>)	90 - 110

TAB. B.1 – Caractéristiques d'extrusion du PMMA et des composites

Presse à injecter	Sandretto série-8 95 tonnes
Diamètre de vis (<i>mm</i>)	40
Température du moule (<i>°C</i>)	40
Température de la buse (<i>°C</i>)	255 - 260
Contre pression de plastification (<i>bars</i>)	3
Vitesse de remplissage (<i>cm³/s</i>)	72
Vitesse de rotation de la vis (<i>tr/min</i>)	60
Durée de maintien (<i>s</i>)	25
Pression de maintien (<i>bars</i>)	45
Durée refroidissement (<i>s</i>)	7

TAB. B.2 – Caractéristiques d'injection du PMMA et des composites sous forme d'haltère

Annexe C

C.1 Calcul de la raideur réelle d'un échantillon à partir de modèles analytiques

La souplesse statique théorique d'un échantillon peut être déterminée par un calcul de Résistance Des Matériaux (RDM) en utilisant le modèle de poutre de Bernoulli ou de Timoshenko, présentés *tableau C.1*. De la même manière, nous pouvons utiliser un modèle basé sur la déformée dynamique ([19]) avec prise en compte ou non des effets de cisaillement.

Bernoulli	Timoshenko
$\frac{1}{K_e} = \frac{L^3}{48EI}$	$\frac{1}{K_e} = \frac{L^3}{48EI} + \frac{L}{4kAG}$

TAB. C.1 – Compliances statiques issues des modèles analytiques usuels

L est la longueur entre appuis, A l'aire de la section droite, E et G sont respectivement le module élastique et le module de cisaillement ($\frac{E}{2(1+\nu)}$), I le moment quadratique d'inertie (section rectangulaire $\frac{bh^3}{12}$) et k le coefficient de cisaillement dépendant de la géométrie de la section (ici pour une section rectangulaire $k = \frac{5}{6}$).

Il est facile d'écrire la compliance issue du modèle analytique de Timoshenko ([74]) en fonction de celle de Bernoulli :

$$\frac{1}{K_e} = \frac{L^3}{48EI}(1 + \phi) \quad (\text{C.1})$$

avec

$$\phi = \frac{24(1 + \nu)I}{kAL^2} \quad (\text{C.2})$$

Nous introduisons un terme correctif ϕ pour prendre en considération les effets du cisaillement dépendant de la géométrie de la structure et du coefficient de Poisson ν . Bien évidemment, nous retrouvons $\phi=0$ dans le cas d'une poutre infiniment élancée.

D'un point de vue dynamique, nous pouvons exprimer, à partir d'une déformée dynamique, une compliance dynamique qui peut être associée à celle statique pour des vitesses de sollicitation nulles. Au même titre que pour le modèle analytique de Bernoulli, nous pouvons considérer

les effets de cisaillement en prenant en compte l'élément correctif ϕ . Le *tableau C.2* rassemble les expressions des souplesses issues des déformées dynamiques (voir *Annexe C.3*) considérant ou non les déformations en cisaillement.

Souplesses statiques issues des déformées dynamiques	
Sans prise en compte du cisaillement	Avec prise en compte du cisaillement
$\frac{1}{K_e} = \frac{2L^3}{\pi^4 EI}$	$\frac{1}{K_e} = \frac{2L^3}{\pi^4 EI} (1 + \phi)$

TAB. C.2 – Souplesses statiques déterminées à partir de l'expression de la déformée dynamique en considérant ou non la déformation en cisaillement

C.2 Calcul analytique de fréquences propres d'une géométrie simple

C.2.1 Flexion des poutres - Modèle de Euler-Bernoulli

On étudie le comportement dynamique des poutres élancées en utilisant le modèle d'Euler-Bernoulli. Lorsque l'élancement, rapport *longueur de la poutre sur épaisseur de la poutre* (L/h), est grand, la déformation de la poutre due au cisaillement est généralement négligeable devant celle due à la flexion pure. On considère alors que les sections droites restent orthogonales à la fibre neutre.

L'équation du mouvement, initialement proposée par Lord Rayleigh, s'écrit sous la forme suivante :

$$EI \frac{\partial^4 v}{\partial x^4} + \frac{\rho I^2}{A} \frac{\partial^4 v}{\partial x^2 \partial t^2} + \rho A \frac{\partial^2 v}{\partial t^2} = 0 \quad (\text{C.3})$$

En négligeant l'inertie rotatoire des sections droites (poutres élancée), l'équation du mouvement devient :

$$EI \frac{\partial^4 v}{\partial x^4} + \rho A \frac{\partial^2 v}{\partial t^2} = 0 \quad (\text{C.4})$$

où E et I sont respectivement le module élastique et le moment d'inertie, A la section de la poutre et ρ la densité du matériau.

La déformée dynamique, par séparation des variables d'espace et de temps, s'écrit sous la forme suivante :

$$v(x, t) = v(x)v(t) \quad (\text{C.5})$$

L'équation des vibrations s'écrit alors :

$$EI \frac{\partial^4 v}{\partial x^4} + \rho A \omega^2 v = 0 \quad (\text{C.6})$$

La déformée modale de la poutre $v(x)$, solution de l'équation C.6, s'écrit sous la forme suivante :

$$v(x) = A_1 \sin\left(\beta \frac{x}{L}\right) + A_2 \cos\left(\beta \frac{x}{L}\right) + A_3 \sinh\left(\beta \frac{x}{L}\right) + A_4 \cosh\left(\beta \frac{x}{L}\right) \quad (\text{C.7})$$

où A_1, A_2, A_3, A_4 et k sont des constantes d'intégration déterminées grâce aux conditions limites.

On introduit le paramètre fréquentiel adimensionnel β défini par :

$$\beta^4 = \frac{\omega^2 \rho A I^4}{EI} \quad (\text{C.8})$$

Les fréquences propres de la poutre s'écrivent alors :

$$f_n = \frac{\beta_n^2}{2\pi l^2} \sqrt{\frac{EI}{\rho A}} \quad (\text{C.9})$$

β_n est un paramètre fréquentiel adimensionnel déterminé pour la $n^{\text{ième}}$ fréquence propre. Il dépend des conditions aux limites de la poutre. Voici le *tableau C.3* récapitulatif des valeurs de β_n pour quelques conditions aux limites classiques ([19]).

Conditions aux limites	β_1	β_2	β_3	$\dots \beta_n$
Encastrée-Libre	1.8751	4.7124	4.8540	$(2n-1)\frac{\pi}{2}$
Appuyée-Appuyée	3.1416	6.2832	9.4228	$n\pi$
Libre-Libre	4.7300	7.8532	10.996	$(2n+1)\frac{\pi}{2}$

TAB. C.3 – Valeurs de β pour différentes conditions limites

Une présentation plus détaillée du calcul des fréquences propres des poutres rectilignes est proposée par Corn [19].

C.2.2 Vibrations des plaques circulaires

L'équation analytique permettant de calculer les fréquences propres d'un disque s'écrit de la manière suivante ([8]) :

$$f_{ij} = \frac{\lambda_{ij}^2}{2\pi a^2} \sqrt{\frac{E_{ij} h^2}{12\rho(1-\nu^2)}} \quad (\text{C.10})$$

avec a et h respectivement le rayon et l'épaisseur du disque, E_{ij} le module élastique dépendant du mode ij , ν le coefficient de Poisson et ρ la densité du matériau utilisé, λ_{ij} le paramètre fréquentiel adimensionnel. Les indices i et j correspondent respectivement au nombre de diamètres nodaux et au nombre de cercles nodaux.

Dans le cas où le disque est libre de toutes conditions limites, les valeurs de λ_{ij}^2 sont :

$$\text{mode 1 : } \lambda_{20}^2 = 5.253$$

$$\text{mode 2 : } \lambda_{01}^2 = 9.084$$

$$\text{mode 3 : } \lambda_{30}^2 = 12.23$$

$$\text{mode 4 : } \lambda_{11}^2 = 20.52$$

...

C.3 Poutre en flexion sous sollicitations harmoniques

Dans l'étude des vibrations transversales, on se place dans le cadre du modèle de flexion d'Euler-Bernouilli pour une poutre élancée. Les sections droites, normales à la fibre neutre avant déformation, le demeurent après. Les termes d'inertie de rotation des sections droites sont négligés (poutre élancée). On cherche donc à étudier les mouvements vibratoires se produisant en l'absence de forces extérieures imposées. Ces mouvements libres sont les solutions de l'équation homogène (équation C.6).

Dans le cas où les extrémités sont appuyées, les conditions limites sont :

$$(v)_{x=0} = 0 \quad ; \quad \left(\frac{\partial^2 v}{\partial x^2} \right)_{x=0} = 0 \quad (\text{C.11})$$

et

$$(v)_{x=L} = 0 \quad ; \quad \left(\frac{\partial^2 v}{\partial x^2} \right)_{x=L} = 0 \quad (\text{C.12})$$

Il vient donc, compte tenu de l'expression de v :

$$\begin{cases} A_1 \sin(0) + A_2 \cos(0) + A_3 \sinh(0) + A_4 \cosh(0) = 0 \\ -A_1 \sin(0) - A_2 \cos(0) + A_3 \sinh(0) + A_4 \cosh(0) = 0 \\ A_1 \sin(kL) + A_2 \cos(kL) + A_3 \sinh(kL) + A_4 \cosh(kL) = 0 \\ -A_1 \sin(kL) - A_2 \cos(kL) + A_3 \sinh(kL) + A_4 \cosh(kL) = 0 \end{cases}$$

où sous forme matricielle :

$$\begin{pmatrix} 0 & 1 & 0 & 1 \\ 0 & -1 & 0 & 1 \\ \sin(kL) & \cos(kL) & \sinh(kL) & \cosh(kL) \\ -\sin(kL) & -\cos(kL) & \sinh(kL) & \cosh(kL) \end{pmatrix} \begin{pmatrix} A_1 \\ A_2 \\ A_3 \\ A_4 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \end{pmatrix}$$

La solution non triviale de ce système s'obtient en annulant le déterminant, ce qui conduit à l'équation transcendante suivante :

$$\sin(kL) \sinh(kL) = 0 \quad \text{donc} \quad \sin(kL) = 0 \quad (\text{C.13})$$

d'où

$$kL = i\pi \quad \text{avec} \quad i = 1 \dots n \quad (\text{C.14})$$

L'expression de la déformée modale s'écrit par superposition des solutions propres sous la forme suivante (en remplaçant k) :

$$v(x) = \sum_{i=1}^n D_i \sin\left(\frac{i\pi x}{L}\right) \quad (\text{C.15})$$

Lorsqu'une poutre vibre suivant un mode propre de vibration, la flexion en chaque point varie harmoniquement avec le temps. Dans le cas d'une poutre, simplement supportée sur appuis, l'expression générale de la vibration de flexion est :

$$y = \sum_{i=1}^n \sin\left(\frac{i\pi x}{L}\right) q_i \quad (\text{C.16})$$

où les q_i sont les coordonnées généralisées définissant à chaque instant la forme de la poutre vibrante.

L'énergie potentielle totale de la poutre déformée (en flexion) est :

$$V = \frac{EI}{2} \int_0^L \frac{d^2 y}{dx^2}^2 dx = \frac{EI\pi^4}{4L^3} \sum_{i=1}^{\infty} i^4 q_i^2 \quad (\text{C.17})$$

Et l'énergie cinétique, de la vibration, est :

$$T = \frac{\rho A}{2} \int_0^L \dot{y}^2 dx = \frac{\rho A L}{4} \sum_{i=1}^{\infty} \dot{q}_i^2 \quad (\text{C.18})$$

où A représente la surface de la section droite de la poutre et ρ sa densité, $\rho A L = m$.

Lorsque les forces données dérivent d'un potentiel, les équations de Lagrange deviennent :

$$\frac{d}{dt} \left(\frac{\partial T}{\partial \dot{q}_s} \right) - \frac{\partial T}{\partial q_s} + \frac{\partial V}{\partial q_s} = 0 \quad (\text{C.19})$$

S'il existe deux catégories de forces, l'une dérivant d'un potentiel et l'autre non, on peut écrire les équations de Lagrange sous la forme suivante :

$$\frac{d}{dt} \left(\frac{\partial T}{\partial \dot{q}_s} \right) - \frac{\partial T}{\partial q_s} + \frac{\partial V}{\partial q_s} = Q_s \quad (\text{C.20})$$

où Q_s désigne la force généralisée correspondante à la partie des forces données qui ne dérivent pas d'un potentiel.

Dans le cadre de l'étude de la flexion d'une poutre, sur deux appuis, soumise à l'action de forces perturbatrices Q_i (dans le cas de vibrations forcées), l'équation de Lagrange, pour chaque coordonnée, s'écrit :

$$\frac{m}{2} \ddot{q}_i + \frac{EI\pi^4 i^4}{2L^3} q_i = Q_i \quad (\text{C.21})$$

où Q_i représente la force généralisée correspondante à la coordonnée q_i , m la masse et L la longueur de la poutre.

La solution générale de l'équation précédente est :

$$q_i = A_1 \cos\left(\frac{i^2 \pi^2 a t}{L^2}\right) + B_1 \sin\left(\frac{i^2 \pi^2 a t}{L^2}\right) + \frac{2L^2}{i^2 m \pi^2 a t} \int_0^t Q_i \sin\left(\frac{i^2 \pi^2 a (t - t_i)}{L^2}\right) dt_i \quad (\text{C.22})$$

où $a^2 = \frac{EIL}{m}$.

Posons $\omega_i = \frac{i^2 \pi^2 a}{L^2}$ qui représente la pulsation des vibrations principales (pulsation propre ou naturelle). Nous obtenons une nouvelle expression simplifiée :

$$q_i = A_1 \cos(\omega_i t) + B_1 \sin(\omega_i t) + \frac{2}{m \omega_i} \int_0^t Q_i \sin(\omega_i (t - t_i)) dt_i \quad (\text{C.23})$$

On ne conserve de cette équation que le troisième et dernier terme qui représente les vibrations forcées. En effet, en régime stationnaire, les deux premiers termes correspondant aux vibrations libres, disparaissent.

Timoshenko [74] a traité le cas d'une poutre sur deux appuis, sur laquelle est appliquée une force harmonique $F = F_0 \sin(\omega t)$ (amplitude F_0 constante) à une distance c de l'un des appuis utilisé comme origine. Nous cherchons à déterminer la force généralisée Q_i correspondant à la coordonnée q_i .

Donnons à cette coordonnée un accroissement δq_i , l'accroissement de flèche correspondant sera alors égal à $\delta q_i \sin\left(\frac{i\pi c}{L}\right)$. Le travail réalisé par la force F sur ce déplacement vaudra :

$$W = F \delta q_i \sin\left(\frac{i\pi c}{L}\right) \quad (\text{C.24})$$

Par conséquent :

$$Q_i = F \sin\left(\frac{i\pi c}{L}\right) = F_0 \sin(\omega t) \sin\left(\frac{i\pi c}{L}\right) \quad (\text{C.25})$$

Nous pouvons réécrire l'expression de q_i (équation C.23) en considérant seulement les vibrations imposées (forcées) par la force harmonique et nous obtenons alors :

$$q_i = \frac{2F_0}{m \omega_i} \sin\left(\frac{i\pi c}{L}\right) \int_0^t \sin(\omega t_i) \sin(\omega_i (t - t_i)) dt_i \quad (\text{C.26})$$

où encore

$$q_i = \frac{2F_0}{m} \sin\left(\frac{i\pi c}{L}\right) \left[\frac{1}{\omega_i^2 - \omega^2} \sin(\omega t) - \frac{\omega}{\omega_i (\omega_i^2 - \omega^2)} \sin(\omega_i t) \right] \quad (\text{C.27})$$

La force harmonique imposée F engendre des vibrations forcées de mêmes fréquences ainsi que des vibrations libres. En réalité, nous voyons apparaître des résistances de natures différentes qui sont responsables de l'amortissement progressif des vibrations libres (seules les vibrations forcées restent). Nous pouvons écrire :

$$q_i = \frac{2F_0}{m(\omega_i^2 - \omega^2)} \sin\left(\frac{i\pi c}{L}\right) \sin(\omega t) \quad (\text{C.28})$$

L'équation des vibrations forcées, [74], s'écrit sous la forme :

$$y(x, t) = \frac{2F_0}{m} \sin(\omega t) \sum_{i=1}^{\infty} \frac{1}{\omega_i^2 - \omega^2} \sin\left(\frac{i\pi c}{L}\right) \sin\left(\frac{i\pi x}{L}\right) \quad (\text{C.29})$$

où les ω_i correspondent aux pulsations des vibrations principales, ω est la pulsation de la force appliquée et c est la distance entre l'extrémité de la poutre et le point d'application de la force.

La force harmonique F engendre une vibration résultante de la superposition de modes propres de vibration.

Nous nous intéressons au cas où la force est appliquée au centre de la poutre ($c = \frac{L}{2}$). L'équation C.29 se simplifie pour donner :

$$y = \frac{2F_0}{m} \sin(\omega t) \sum_{i=1}^{\infty} \frac{1}{p_i^2 - \omega^2} \sin\left(\frac{i\pi x}{L}\right) \quad (\text{C.30})$$

L'équation C.30 est développée jusqu'au rang $i = 5$ correspondant aux cinq premiers modes propres. Nous obtenons une écriture approximée de la déformée :

$$y = \frac{2F_0 L^3}{EI\pi^4} \sin(\omega t) \left[\frac{\sin\left(\frac{\pi x}{L}\right)}{(1^4 - \alpha^2)} - \frac{\sin\left(\frac{3\pi x}{L}\right)}{(3^4 - \alpha^2)} + \frac{\sin\left(\frac{5\pi x}{L}\right)}{(5^4 - \alpha^2)} \right] \quad (\text{C.31})$$

avec $\alpha = \frac{\omega L^3 m}{\pi^4 EI}$. Comme la force est appliquée au centre de l'échantillon, nous ne conservons que les modes propres impairs (1, 3 et 5 dans notre cas). En effet pour les modes propres impairs, la force est appliquée sur un noeud de vibration et donc les déformées propres de ces modes sont nulles.

Pour l'étude des basses fréquences, on se limite au domaine fréquentiel du premier mode. En d'autre terme, on considère seulement la bande fréquentielle pour laquelle le premier mode propre est visible et où les modes suivants n'ont que très peu d'influence. Dans ce cas, on ne conserve que le premier rang de l'équation C.31, négligeant volontairement l'influence des modes propres supérieurs. Cette troncature est valide, si et seulement si on se limite en fréquence.

Finalement, l'équation de la flèche s'écrit :

$$y = \frac{2FL^3}{EI\pi^4} \frac{1}{(1 - \alpha^2)} \quad (\text{C.32})$$

Nous pouvons en déduire facilement la raideur dynamique réelle d'un échantillon qui s'écrit sous la forme suivante :

$$\tilde{K}_e = \frac{F}{y} = \frac{EI\pi^4}{2L^3} - \frac{m_e}{2}\omega^2 \quad (\text{C.33})$$

avec m_e la masse de l'échantillon.

Dans le cas d'un matériau viscoélastique, nous considérons que le module $E^* = E'(1 + i\eta)$ est complexe. La force imposée sera en avance sur le déplacement mesuré d'un angle δ_e . La raideur complexe est donnée par l'équation suivante :

$$K_e^* = \left(\frac{E'I\pi^4}{2L^3} - \frac{m}{2}\omega^2 \right) + i \left(\frac{\eta E'I\pi^4}{2L^3} \right) = \left(K_e - \frac{m}{2}\omega^2 \right) + iK_e'' \quad (\text{C.34})$$

A partir de cette raideur complexe donnée par l'équation C.34, nous en déduisons un module et un argument :

$$\|K_e^*\| = \sqrt{\left(\frac{E'I\pi^4}{2L^3} - \frac{m}{2}\omega^2\right)^2 + \left(\frac{\eta E'I\pi^4}{2L^3}\right)^2} \quad (\text{C.35})$$

et

$$\text{Arg}(K_e^*) = \frac{\frac{\eta E'I\pi^4}{2L^3}}{\frac{E'I\pi^4}{2L^3} - \frac{m}{2}\omega^2} \quad (\text{C.36})$$

A partir de l'équation C.35 et l'équation C.36, nous pouvons remonter à l'écriture analytique du module conservatif E' (N/m^2) et du facteur de perte η qui s'écrivent sous les formes simplifiées suivantes :

$$E' = \left[\|K^*\| \cos(\delta_e) + 4\pi^2 f^2 \frac{m}{2} \right] \left(\frac{24L^3}{bh^3\pi^4} \right) \quad (\text{C.37})$$

et

$$E'' = \left[\|K^*\| \sin(\delta_e) \right] \left(\frac{24L^3}{bh^3\pi^4} \right) \quad (\text{C.38})$$

avec $\omega = 2\pi f$.

Notons que ce module conservatif est directement comparable au module élastique que nous pouvons mesurer en analyse modale. Mais une correction importante, due aux effets de cisaillement, est à prendre en compte pour des épaisseurs considérables d'échantillons ou des faibles rapports d'élancements.

A partir de l'équation C.34, nous écrivons la fonction de transfert du mode fondamental (réceptance) pour un amortissement structural :

$$H(\omega) = \frac{1}{\left(\frac{E'I\pi^4}{2L^3} - \frac{m}{2}\omega^2\right) + i\left(\frac{\eta E'I\pi^4}{2L^3}\right)} \quad (\text{C.39})$$

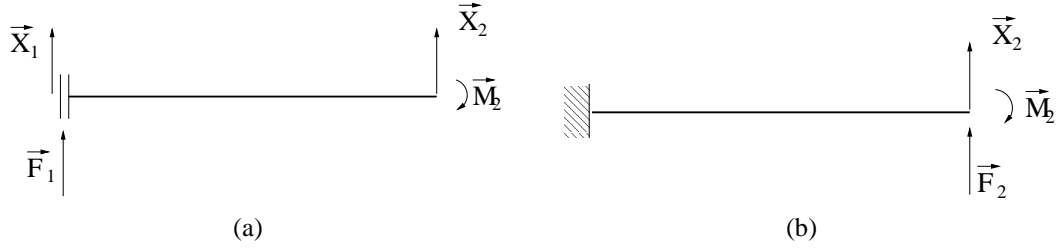
La fonction de transfert correspondante, pour un amortissement structural, s'écrira :

$$H(\omega) = \frac{1}{(K - \omega^2 M) + i\eta K} \quad (\text{C.40})$$

où $K = \frac{E'I\pi^4}{2L^3}$ et $M = \frac{m}{2}$.

C.4 Réponse harmonique - Poutre sur pot-vibrant

Considérons le cas d'une poutre de longueur L , de largeur b et d'épaisseur h , pour des conditions aux limites *guidée-libre* (voir figure C.1). Le matériau est considéré comme élastique, linéaire, homogène et isotrope, de module élastique E et de coefficient de Poisson ν .

FIG. C.1 – Poutre *guidée-libre* (a) et *encastrée-libre* (b)

La relation matricielle de la souplesse dynamique entre les forces généralisées F_i et les déplacements généralisés X_i de la poutre s'écrit [61] :

$$\begin{bmatrix} X_2 \\ \phi_2 \\ X_1 \end{bmatrix} = \frac{-1}{EL\alpha^3(cS + sC)} \begin{bmatrix} 2cC & \alpha(cS - sC) & C + c \\ \alpha(cS - sC) & -2\alpha^2 sS & \alpha(S - s) \\ C + c & \alpha(S - s) & 1 + cC \end{bmatrix} \begin{bmatrix} F_2 \\ M_2 \\ F_1 \end{bmatrix} \quad (\text{C.41})$$

où $C = \cosh(\lambda)$, $c = \cos(\lambda)$, $S = \sinh(\lambda)$, $s = \sin(\lambda)$, $\lambda = \alpha L$ et $\alpha^4 = \frac{12\rho}{Eh^2}\omega^2$.

A partir des conditions aux limites et des forces appliquées au système, nous pouvons écrire les relations de souplesse dynamique suivantes :

$$H_1 = \frac{X_1}{F_1} = \frac{-(1 + cC)}{EL\alpha^3(cS + sC)} \quad (\text{C.42})$$

et

$$H_2 = \frac{X_2}{F_1} = \frac{-(c + C)}{EL\alpha^3(cS + sC)} \quad (\text{C.43})$$

Les pulsations de résonance de H_1 ou H_2 sont les racines du dénominateur :

$$cS + sC = 0 \quad (\text{C.44})$$

Elles correspondent aux pulsations propres de la poutre *guidée-libre* définie à partir des conditions aux limites de l'essai.

En revanche, si nous nous intéressons à la fonction de transfert (transmission d'un point de mesure à un autre) :

$$H_{12} = \frac{X_2}{X_1} = \frac{C + c}{1 + cC} \quad (\text{C.45})$$

Les pulsations de résonance de H_{12} sont les racines du dénominateur :

$$1 + cC = 0 \quad (\text{C.46})$$

Elles correspondent ainsi aux pulsations propres d'une poutre dont les conditions aux limites sont *encastrée-libre*. L'identification du module élastique, à partir des fréquences propres extraites en analyse modale, a donc été réalisée sur la base d'un calcul numérique de poutre *encastrée-libre*.

RÉSUMÉ

Les performances mécaniques des matériaux composites dépendent non seulement des caractéristiques des charges et matrice utilisées, mais aussi de la qualité de l'interface entre constituants. Ainsi, une mauvaise adhésion interfaciale entraîne généralement une dégradation du comportement du composite, qui peut être assimilée à un endommagement global pour le matériau. Le but de cette étude est de proposer un moyen de caractérisation rapide de l'endommagement de matériaux à partir d'analyses mécaniques vibratoires. En effet, une mauvaise cohésion au sein du matériau peut conduire à des phénomènes de friction qui tendent à augmenter le niveau d'amortissement de sa réponse dynamique. Plusieurs techniques expérimentales, dont certaines reposent sur l'analyse des fréquences de résonance de la structure, sont présentées dans cette étude. Les propriétés viscoélastiques de matériaux composites particulières à matrice polymère sont ainsi analysées. Certains paramètres d'élaboration de ces matériaux modèles ont été ajustés afin de créer des niveaux d'endommagement différents mais contrôlable. Les résultats obtenus, en particulier en ce qui concerne le facteur de perte, sont interprétés sur la base d'une comparaison avec des modèles analytiques simples d'homogénéisation.

MOTS-CLÉS : Endommagement, Composites, Interface, Vibrations, Analyse modale, Amortissement, Facteur de perte, Cohésion, Comportement viscoélastique

Identification of mechanical properties of composite materials by vibration analysis

ABSTRACT

The mechanical performance of composites depends not only on the characteristics of fillers and matrix used, but also on the quality of interface between these constituents. Thus, poor interfacial adhesion generally results in a decrease of the behavior of composite, which may be likened to an overall damage of the material. The purpose of this study is to propose a means of quick characterization of materials damage from mechanical vibrations analyses. Indeed, bad cohesion within the material can lead to friction phenomena, which tend to increase the damping level of its dynamic response. Several experimental techniques, some of which based on the analysis of the structural resonant frequencies, are presented in this study. The viscoelastic properties of particulate composites with polymer matrix are analyzed. Some design parameters of these model materials have been tuned, in order to create different damage levels. The results, particularly in regard to the loss factor, are interpreted from a comparison with simple analytical homogenization models.

KEY WORDS : Damage, Composites, Interface, Vibrations, Modal analysis, Damping, Loss factor, Adhesion, Viscoelastic behaviour

DISCIPLINE : Mécanique et génie civil

Université Montpellier II - U.F.R. des Sciences et Techniques du Languedoc
Centre des Matériaux de Grande Diffusion de L'Ecole des Mines d'Alès
6, avenue de Clavières, 30319 Alès Cedex