Etude comparative du comportement composites à matrice thermoplastique ou thermodurcissable

Jérémie Aucher

▶ **To cite this version:**

Jérémie Aucher. Etude comparative du comportement composites à matrice thermoplastique ou thermodurcissable. Autre. INSA de Rouen, 2009. Français. NNT : 2009ISAM0012 . tel-00557897

HAL Id: tel-00557897
https://theses.hal.science/tel-00557897

Submitted on 20 Jan 2011

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.

Institut National des Sciences Appliquées de Rouen

Thèse

Soutenue le 8 décembre 2009

Jérémie AUCHER

Pour obtenir le grade de

Docteur de l'Institut National des Sciences Appliquées de Rouen

Discipline : Mécanique

Ecole Doctorale SPMII

ETUDE COMPARATIVE DU COMPORTEMENT DE COMPOSITES À MATRICE THERMOPLASTIQUE OU THERMODURCISSABLE

Membres du Jury :

M. BILLOËT J.-L.,	*Président*	Professeur des Universités à l'ENSAM Paris
M. RENARD J.,	*Rapporteur*	Professeur des Universités à l'ENSMP
M. THIEBAUD F.,	*Rapporteur*	Professeur des Universités à l'Université de Franche-Comté
M. BOUVET C.,	*Examinateur*	Maître de conférences – HDR à l'Université Paul Sabatier Toulouse
Mme SELLIER M.-E.,	*Examinateur*	Adjointe au Chef de Département Matériaux et Procédés, AIRCELLE
M. TALEB L.,	*Directeur de thèse*	Professeur des Universités à l'INSA de Rouen
M. VIEILLE B.,	*Co-encadrant*	Maître de conférences à l'INSA de Rouen

Groupe de Physique des Matériaux, Equipe ERMECA, UMR 6634 CNRS – INSA Rouen
Avenue de l'Université – 76801 Saint –Etienne du Rouvray

A mon Grand Père,

A mes Parents,

A mon Frère,

Remerciements

Pour commencer, je tiens à remercier la Société AIRCELLE ainsi que la Région Haute-Normandie pour le financement de cette thèse.

Cette thèse a été effectuée à l'Institut National des Sciences Appliquées de Rouen au sein de l'équipe ERMECA du Groupe de Physique des Matériaux, sous la direction de M. Lakhdar TALEB que je remercie pour son soutien et ses remarques enrichissantes.

Je tiens à exprimer ma très vive reconnaissance à M. Benoit VIEILLE pour son encadrement tout au long de ces trois années, ses nombreux conseils, son aide, sa disponibilité…

J'exprime ma profonde gratitude à M. Jean-Louis BILLOËT de m'avoir fait l'honneur de présider mon jury de thèse, à Messieurs Jacques RENARD et Frédéric THIEBAUD qui ont accepté d'être les rapporteurs de cette thèse. Je tiens également à remercier Mme. Marie-Elodie SELLIER et M. Christophe BOUVET qui m'ont honoré de leur présence dans mon jury.

J'adresse également mes remerciements aux personnes associées à ce travail dans le cadre du projet TOUPIE.

Je tiens aussi à remercier toutes les personnes de l'INSA qui m'ont apporté leur aide et leur soutien au cours de ces années. Tout d'abord, Danielle & Agnès pour leur gentillesse et leur efficacité dans l'exécution des tâches administratives. Franck & Yannick pour la résolution des problèmes informatiques et du "débogage" du MEB. Francis, David & Stéphane, pour leur sympathie et les petites choses usinées. Benjamin, pour le tournevis dynamométrique. Christophe pour les longues discussions et les remplacements de TP entre deux collages de jauges. Et bien évidemment Mike pour les promenades, les discussions et les coups de pouce en anglais autour d'un verre.

Enfin, je remercie les "petits thésards" et amis pour leur soutien, les discussions enrichissantes et les bons moments passés ensemble…

Tables des matières

Introduction 1

Chapitre 1 : Position du problème 5
1.1. Les matériaux composites 5
1.1.1 Le renfort 6
1.1.2 La matrice 6
1.1.3. Composites à matrice organique : les polymères 7
1.2. Contexte de l'étude 15
1.3. Objectifs de l'étude 16
1.4. Quels matériaux pour l'application nacelle ? 18
1.4.1. Choix du renfort 19
1.4.2. Choix de la matrice 22
1.5. Coût de la matière 23
1.6. Conclusion 23

Chapitre 2 : Etat de l'art sur les études du comportement des composites thermoplastiques et thermodurcissables : Analyse comparative 25
2.1. Comparaison des mécanismes d'endommagement 25
2.1.1. Mécanismes d'endommagement des stratifiés à plis UD 27
2.1.2. Mécanismes d'endommagement des stratifiés à plis tissés 29
2.2. Bibliographie comparative du comportement des stratifiés thermodurcissables et thermoplastiques 35
2.2.1. Essais de traction 35
2.2.2. Essais de compression après impact 38
2.2.3. Essais de traction trouée 39
2.2.4. Essais de compression trouée 43
2.3. Influences des conditions environnementales sur le comportement de stratifiés thermodurcissable et thermoplastique . 45
2.3.1. Influence de la température 46
2.3.2. Influence du vieillissement humide 53

2.4. Conclusion 64

Chapitre 3 : Position du problème 65
3.1. Procédure de réalisation des essais 65
3.2. Propriétés des éléments constitutifs 67
3.2.1. Le renfort 67
3.2.2. La matrice 68
3.2.3. Le stratifié 71
3.3. Essais monotones classiques 73
3.3.1. Traction lisse 73
3.3.2. Traction trouée 79
3.3.3. Essai de traction hors-axes sur stratifié tissé $[45]_n$: essai de cisaillement plan 84
3.3.4. Essais de compression 97
3.3.5. Essai de flexion 3 points 104
3.3.6. Essai de Cisaillement Inter Laminaire (C.I.L.) 112
3.4. Comportements des assemblages boulonnés 120
3.4.1. Essais sur assemblages boulonnés composite stratifié/métal 120
3.4.2. Eléments de bibliographie sur le comportement des joints boulonnés 124
3.4.3. Essai de double recouvrement 132
3.4.4. Essai de simple recouvrement 144
3.5. Conclusion 154

Chapitre 4 : Critères de rupture et simulation du comportement de stratifiés tissés troués 157
4.1. Prédiction de la rupture des stratifiés lisses 157
4.1.1. Critères tensoriels quadratiques 158
4.1.2. Critères phénoménologiques 160
4.1.3. Application des critères de rupture aux stratifiés étudiés 161
4.2. Prédiction de la rupture des stratifiés troués 164
4.2.1. Critères de Whitney et Nuismer 164
4.2.2. Critère de Pipes 168
4.2.3. Volume Caractéristique de Rupture 169
4.2.4. Application du critère du Point Stress aux stratifiés étudiés 170
4.3. Comportement élasto-plastique orthotrope de stratifiés tissés à matrice thermoplastique à haute température 172
4.3.1. Modèle de plasticité anisotrope à un paramètre 172
4.3.2. Lois constitutives du modèle 173

Introduction

L'utilisation de matériaux innovants est un gage de compétitivité dans tous les domaines de l'industrie. Le problème qui se pose aujourd'hui, notamment en aéronautique, est de savoir répondre à la raréfaction des combustibles fossiles en allégeant le poids des avions tout en réduisant les coûts de fabrication et de maintenance, en optimisant les performances et en diminuant l'impact sur l'environnement via un recyclage potentiel… En somme une équation particulièrement difficile à résoudre. Inutile de dire que, dans cette équation paradoxale, le choix d'un matériau pèse lourd alors qu'il doit rester léger ! Ainsi, les matériaux composites se sont logiquement imposés dans certaines applications depuis une quarantaine d'années en raison de leurs propriétés mécaniques spécifiques (rapportées à leur masse volumique) exceptionnelles et de leur prédisposition à une conception sur mesure. Presque 40 années d'évolution et d'innovations se sont écoulées mais l'innovation ne se conjugue qu'au présent ou au futur. Les industriels se posent ainsi la question : quels matériaux composites pour aujourd'hui et pour demain ?

A l'heure actuelle, dans un marché mondial, monopolisé par les composites à matrice thermodurcissable, les composites à matrice thermoplastique ne représentent que 20% des composites. Cependant, on considère que leur développement est deux fois supérieur à celui des composites à matrice thermodurcissable. La plupart des TP possèdent des propriétés mécaniques médiocres à haute température et 90% des applications des composites à matrice thermoplastique concernent des thermoplastiques renforcés de fibres courtes (PA, PP, PC, PET, PPO). Néanmoins, l'utilisation de thermoplastiques renforcés par des fibres n'est pas une nouveauté puisque dès les années 70, les GMT (Glass Mat Thermoplastics) ont émergés avec la mise au point d'un nouvelle technique de mise en forme par estampage (déjà !) pour l'industrie automobile. Dans les années 80, les résines TP hautes performances telles que le PEEK, le PES, le PI, le PEI et le PPS ont été associées à des fibres longues en carbone pour des applications de pointe en aéronautique, aérospatiale et dans le domaine militaire. Ainsi, ces matériaux ont été largement étudiés dans les années 90 comme en atteste la relative richesse de la littérature notamment sur le comportement des composites carbone à matrice PEEK. Une revue bibliographique détaillée sera proposée dans le chapitre 2. A cette même époque, plusieurs thèses ont proposé un bilan des performances mécaniques de composites carbone/PEEK pour l'aéronautique [VER88][COT91][VAU93][TOU94]. Après être retombées dans un relatif anonymat au début des années 2000, les résines TP reviennent sur le devant de la scène avec le développement de l'A380 qui intègre plusieurs pièces en composites TP avec notamment le bord d'attaque des ailes. Constitué d'un assemblage de 8 pièces de composite verre/TP faisant 26 mètres, l'utilisation de ce type de matériau permet un gain de poids de 400 kg. Le renouveau des composites est lancé si bien qu'en 2004, le journal Industrie et Technologies titrait : « Osez les composites thermoplastiques ! ».

Le travail réalisé lors de cette thèse s'inscrit dans le cadre du projet TOUPIE (maiTrise des cOmposites carbone/thermoplastique haUte Performance pour pIèces de structures aéronautiquEs), piloté par la société Aircelle (Groupe Safran) et financé dans le cadre du pôle de compétitivité MOV'EO. Le projet s'intéresse à la validation de l'intérêt technique (performances thermique, mécanique et sensibilité à l'environnement) ainsi qu'à l'identification des paramètres et des performances du procédé d'estampage. Le programme TOUPIE met en collaboration plusieurs partenaires académiques (Ecole des Mines de Paris, Université du Havre, ENSI Caen et INSA de Rouen) et industriels (Aircelle groupe SAFRAN, DEDIENNE MACHINING, AXS INGENIERIE). La région Haute Normandie participe à ce projet par le co-financement de cette thèse avec la société Aircelle (Bourse Régionale Industrielle).

Toutes les pièces d'un avion ne sont pas soumises aux mêmes contraintes thermomécaniques. Dans la phase de conception et selon la fonction visée, les matériaux sont choisis pour leurs propriétés physico-chimiques et mécaniques. Dans les nacelles, structures accueillant les moteurs d'avions, certaines pièces peuvent subir des températures en service importantes (environ 120°C). A ces niveaux de température, deux résines thermoplastiques hautes performances se distinguent par leurs excellentes propriétés mécaniques : le PEEK (Poly Ether Ether Keton) et le PPS (Poly Phenylene Sulfide). Les raisons du choix de ces matériaux pour des applications nacelles seront présentées dans le chapitre 1. Ainsi, le travail consistait essentiellement à étudier le comportement mécanique de matériaux composites carbone/thermoplastique hautes performances pour pièces de structures. Il visait notamment à comparer les performances mécaniques de composites à fibres de carbone différenciés par leur matrice (TD ou TP) à :

- iso-conditions de chargement,
- iso-design (à nuancer en fonction du taux de fibres),
- iso-exigences,
- iso-environnement (température, vieillissement humide),
- iso-défaut d'impact (perspective).

Le chapitre 3 propose ainsi une étude comparative des réponses mécaniques qualitatives/quantitatives et des mécanismes d'endommagement spécifiques aux stratifiés tissés C/PEEK, C/PPS et C/Epoxy. Les essais expérimentaux réalisés se décomposent en deux catégories : essais élémentaires et essais structures. D'une part, des essais élémentaires (traction, cisaillement plan, compression, flexion, C.I.L.) permettent d'accéder aux admissibles matériaux (rigidité, résistance, déformation à rupture) nécessaires aux bureaux d'étude pour la conception de structures. Et d'autre part, une piste de recherche prépondérante pour l'exploitation industrielle en aéronautique concerne le comportement de structures trouées. En effet, l'assemblage d'éléments structuraux est généralement réalisé au moyen de techniques d'assemblages mécaniques telles que le boulonnage ou le rivetage (simple ou double recouvrement). Ces techniques impliquant le perçage, les structures peuvent être considérablement affaiblies par les concentrations de contraintes autour des trous. Selon le composite choisi, cet abattement peut être plus ou moins important.

Du point de vue du dimensionnement des structures, cette information est essentielle et permet d'exploiter les critères de rupture des stratifiés troués tels que la méthode du Point Stress, largement utilisée en aéronautique. Dans le chapitre 4, cette règle de conception des structures trouées a été mise en œuvre pour les trois matériaux étudiés. Elle est basée sur le profil analytique des surcontraintes au bord des trous associé à un critère de rupture. C'est pourquoi il est intéressant d'éprouver les différents critères de rupture dans le cas des stratifiés tissés à matrice TP. Sur la base des résultats obtenus dans le chapitre 3, une étude numérique du comportement en température de stratifiés à matrice thermoplastique PPS renforcée par un tissu de fibres de carbone a été réalisée. Afin de mieux cerner les mécanismes de redistribution des contraintes s'opérant autour des trous dans ces matériaux composites à haute température, un modèle de plasticité anisotrope à un paramètre a été implémenté dans le code éléments finis Cast3m. Ce modèle élastoplastique orthotrope très simple fournit des informations quant à l'accommodation des contraintes dans les stratifiés troués avec des séquences d'empilement dont la réponse mécanique est plus ou moins dominée par le comportement viscoplastique des résines TP.

Enfin, la dernière partie de ce document présente une synthèse comparative des matériaux étudiés afin de dégager des tendances en termes d'abattement des propriétés mécaniques (rigidité et résistance) lié à des conditions sévères d'utilisation en service dans un environnement nacelle. Au-delà de cette analyse qualitative et quantitative, les perspectives offertes par ce travail sont nombreuses avec la prise en compte de l'influence du procédé d'estampage, la réalisation d'essais importants pour une qualification des composites à matrice TP pour des applications aéronautiques (compression après impact, compression trouée) mais aussi la caractérisation du comportement en fatigue.

Chapitre 1 :
Position du problème

Ce chapitre vise principalement à préciser les raisons du choix d'une nouvelle résine pour des composites aéronautiques dans un environnement nacelle et d'étudier les mécanismes de déformation spécifiques des thermoplastiques semi-cristallins. Dans une logique constante de comparaison entre les matériaux retenus pour les applications visées, il semble pertinent de redéfinir le rôle de la résine dans un matériau composite, de différencier les polymères thermodurcissables et thermoplastiques du point de vue structural, et enfin de comprendre l'influence de la phase cristalline dans les polymères thermoplastiques semi-cristallins pour expliquer leurs mécanismes de déformation.

1.1. Les matériaux composites

Avant de préciser les deux grandes familles de polymères, il est intéressant de rappeler la définition d'un matériau composite. Le terme « matériau composite » désigne un matériau solide et hétérogène, formé de plusieurs composants distincts, dont l'association confère à l'ensemble des propriétés qu'aucun des composants considéré ne possède séparément [JON75]. La réalisation d'un matériau composite nécessite donc l'association d'au moins deux composants : le renfort et la matrice, qui doivent être compatibles entre eux et se solidariser. Pour cela, un agent de liaison, appelé interface, est nécessaire (cf. Fig. 1.1). Des charges et des additifs peuvent être ajoutés au composite sous forme d'éléments fragmentaires, de poudres ou liquide, afin de modifier une propriété de la matière à laquelle on l'ajoute (par exemple la tenue aux chocs, la résistance aux UV, la résistance au feu…).

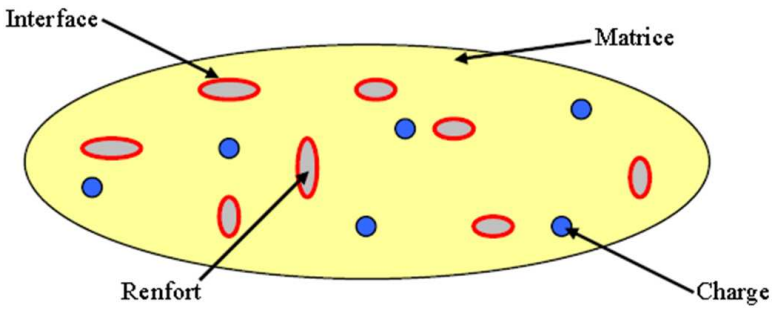


Fig. 1.1 – Représentation schématique d'un matériau composite [CAR04]

1.1.1 Le renfort

Les composites sont souvent désignés selon le type de renfort. Ainsi, il existe des composites à particules, des composites sandwichs, des composites à phases dispersées ou encore des composites fibreux (cf. Fig. 1.2).

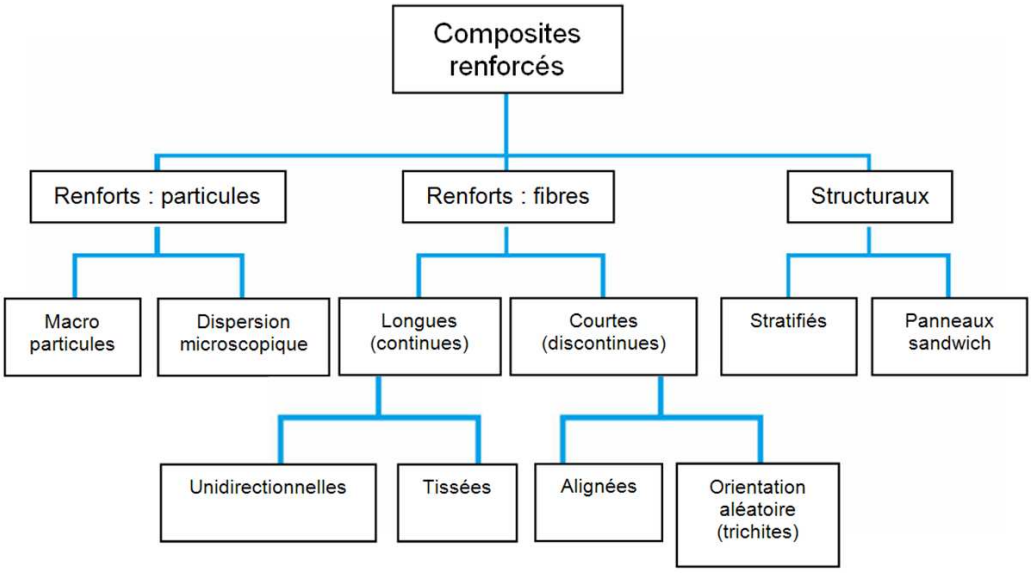


Fig. 1.2 – Organigramme des différents composites renforcés

1.1.2 La matrice

Dans un matériau composite, le terme matrice désigne la matière solide qui entoure les renforts pour former une masse compacte. Le premier rôle de la matrice est de maintenir les renforts dans une forme compacte et de donner la forme voulue au produit final. Elle sert également à protéger les fibres contre l'abrasion et un environnement agressif, contrôler le fini de surface et assurer le transfert de charges entre les fibres. Le solide formant la matrice peut être d'origine métallique, céramique ou polymère. A partir de la nature de la matrice les matériaux composites sont classés en trois catégories :

- Les composites à matrice polymère ou organique (CMO)
- Les composites à matrice métallique
- Les composites à matrice céramique

Pour les composites que nous allons étudier (CMO) les propriétés mécaniques de la matrice sont généralement très faibles devant celles des renforts (cas plus rare), et la performance générale du composite (matrice/renfort) est très dépendante du choix de la matrice (cf. Fig. 1.3). En effet, dans le cas où la déformation à la rupture de la matrice est inférieure à celle des fibres, pour une sollicitation en déplacement imposé, la matrice ne permet pas de bénéficier totalement du renfort des fibres. D'autre part pour une tenue à long terme (fatigue, fluage), le rôle de la matrice devient alors très important.

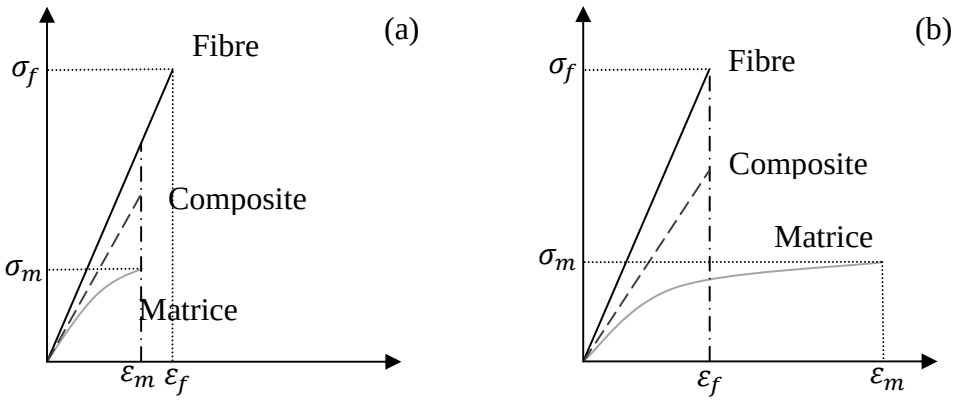


Fig. 1.3 – Courbes schématiques contrainte-déformation des différents constituants d'un composite unidirectionnel sollicité en traction longitudinale : (a) $\varepsilon_f > \varepsilon_m$ - (b) $\varepsilon_f < \varepsilon_m$

1.1.3. Composites à matrice organique : les polymères

Un monomère est une molécule composée principalement de carbone et d'hydrogène. Le terme macromolécule, désignant de grandes molécules, est souvent utilisé pour désigner un enchaînement de monomères. Ainsi, un polymère peut être défini comme un enchaînement d'unités structurales répétitives, l'unité de répétition dans le polymère étant le monomère.

Les polymères réticulés sont obtenus à partir de prépolymères linéaires ou ramifiés de faible poids moléculaire (cf. Fig. 1.4). Ils sont réticulés sous l'effet de la chaleur en présence de catalyseur. Leur structure est tridimensionnelle et dans ce cas, la mobilité des molécules est limitée d'où des résines quasi infusibles et insolubles. Cette structure est caractéristique des polymères thermodurcissables.

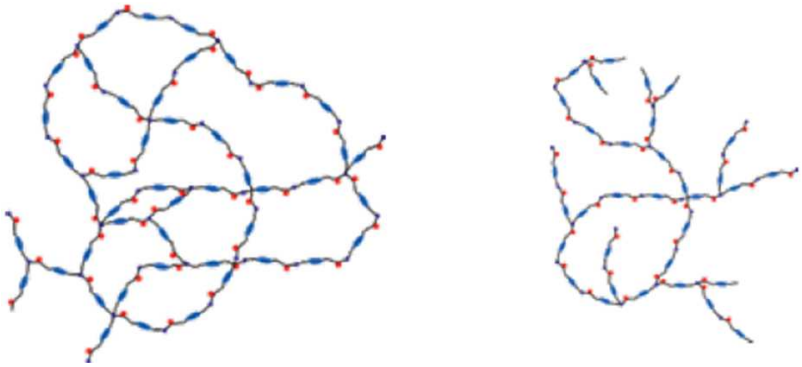


Fig. 1.4 – Polymères à structure : (a) réticulée – (b) ramifiée

La polymérisation désigne une réaction chimique, fonction du temps et de la température, conduisant à la solidification de la résine de manière irréversible (valable uniquement pour les thermodurcissables). La taille de la macromolécule d'un polymère est caractérisée soit par sa masse moléculaire, soit par son degré de polymérisation (nombre de molécules de monomère formant la macromolécule). De nombreuses propriétés de polymères dépendent de ces caractéristiques et notamment la rigidité moléculaire qui traduit le mouvement de certaines liaisons ou groupements d'atomes. Ainsi, la structure moléculaire peut favoriser ou restreindre la libre rotation des segments de molécule, modifiant les propriétés mécaniques, en particulier la rigidité.

Comme pour les matériaux métalliques, les polymères ne sont pas utilisables à l'état pur. Pour les rendre utilisables comme matériaux industriels, certains additifs sont rajoutés aux polymères et le semi-produit obtenu est appelé plastique.

Dans le domaine des composites à matrice organique, on considère généralement deux grandes catégories de polymères : les thermoplastiques (TP) et les thermodurcissables (TD). La plupart des composites à matrice organique sont fabriqués à partir de résines thermodurcissables sous toutes leurs formes, mais la forme liquide a été souvent choisie car elle favorise l'imprégnation des fibres à la température ambiante. On peut probablement expliquer de cette façon le choix initial de matières thermodurcissables plutôt que celui des matières thermoplastiques. Celles-ci possèdent pourtant les caractéristiques mécaniques nécessaires pour constituer des matrices intéressantes pour les composites, comme le montrent les études et les développements industriels actuels [CHA]. Aussi, il est important de bien situer les différences fondamentales de ces deux types de matrices afin de bien appréhender le comportement mécanique spécifique de chaque type de composite (cf. Tab. 1.1). La distinction principale entre TP et TD réside dans la façon dont le polymère se construit à partir du monomère. L'assemblage ou l'enchaînement des monomères détermine pratiquement toutes les propriétés mécaniques et physiques du plastique résultant ainsi que les procédés de mise en forme (combinaison chauffage/pression) en produit industriel :

- Les thermodurcissables présentent une structure tridimensionnelle. La polymérisation induit un pontage des macromolécules et cette structure se solidifie de façon définitive lors du chauffage selon la forme souhaitée. Pour le matériau obtenu après mise en œuvre, les liaisons entre macromolécules sont des liaisons chimiques fortes : cette transformation est irréversible.
- Les thermoplastiques présentent une structure linéaire (ou légèrement ramifiée) enchevêtrée qui ne résulte pas d'une polymérisation. Lors de la mise en forme par chauffage, les macromolécules se replient puis se bloquent au cours d'un refroidissement d'où une solidification. Pour le matériau obtenu après mise en œuvre, les liaisons entre macromolécules sont des liaisons physiques faibles de type Van Der Waals : cette transformation est réversible.

Matrices	TD	TP
Etat de base	Liquide visqueux à polymériser	Solide prêt à l'emploi
Stockage	Réduit	Illimité
Mouillabilité des renforts	Aisée	Difficile
Moulage	Chauffage continu	Chauffage + refroidissement
Cycle	Long (polymérisation)	Court
Tenue au choc	Limitée	Assez bonne
Tenue thermique	Bonne	Réduite (sauf nouveau TP)
Chutes et déchets	Perdus ou utilisés en charges	Recyclables
Conditions de travail	Emanations de solvants	Propreté

Tab. 1.1 – Principales différences entre les thermodurcissables et les thermoplastiques [BER02]

Les résines TD sont les plus employées pour la mise en œuvre des matériaux composites. Cependant, l'amélioration des caractéristiques des résines TP à haute température (résines TP hautes performances) tend à généraliser leur utilisation dans les structures composites.

1.1.3.1. Polymères amorphes ou cristallins ?

Les polymères sont souvent décrits comme étant cristallins ou amorphes alors qu'il est plus exact de décrire les plastiques par leur degré de cristallinité. Le degré de cristallinité affecte plusieurs propriétés polymériques. En retour, certaines caractéristiques et certains procédés affectent le degré de cristallinité. Le poids moléculaire affectera la cristallinité des polymères. Le poids moléculaire est une méthode pour mesurer la longueur d'une chaîne moléculaire dans un matériau. Le poids moléculaire des plastiques varie généralement entre 10 000 et 1 000 000. Plus le poids moléculaire est élevé, plus faible est le degré de cristallinité et plus les zones de cristallites sont imparfaites. Le degré de cristallinité dépend également du temps disponible pour que la cristallisation se produise.

Pourcentage hautement cristallin	Pourcentage hautement amorphe
Grande résistance à la chaleur	Faible résistance à la chaleur
Point de fusion précis	Point de fusion graduel
Plus opaque	Plus transparent
Plus de contraction au refroidissement	Moins de contraction au refroidissement
Endurance réduite à basse température	Endurance accrue à basse température
Stabilité dimensionnelle supérieure	Stabilité dimensionnelle inférieure
Moins de déformation	Plus de déformation

Tab. 1.2 – Principales caractéristiques des polymères cristallins et amorphes [DUB01]

Cette cristallisation se produit lorsqu'un cycle thermique est appliqué au polymère. La figure suivante (cf. Fig. 1.5) illustre l'évolution de la rigidité des polymères en fonction de la température et de leur taux de cristallinité. Selon le type de polymère, on distingue une ou deux températures qui sont des propriétés physiques des polymères : la température de transition vitreuse T_g et la température de fusion T_m. Ces températures permettent de connaître l'état du matériau à une température donnée.

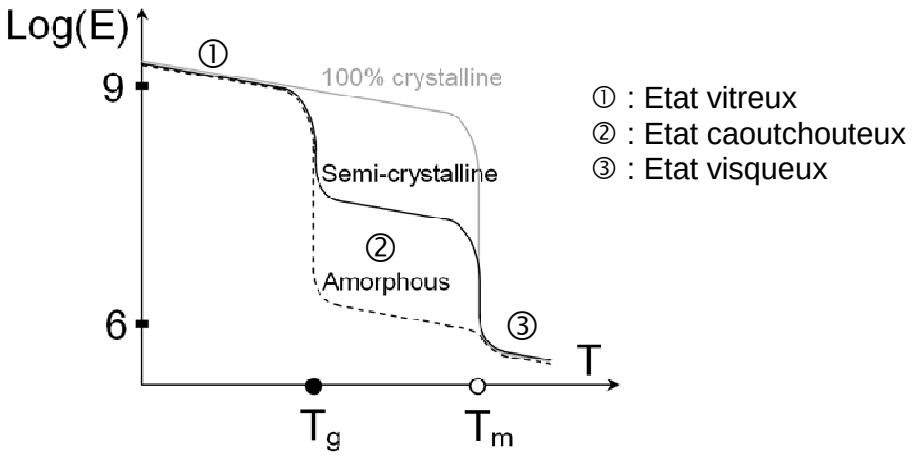


Fig. 1.5 – Evolution du module d'Young des polymères en fonction de la température et de leur taux de cristallinité

Les polymères amorphes :

Les matériaux amorphes n'ont pas un ordre établi dans leur structure moléculaire qui les compose et peuvent être comparés à un plat de spaghettis. A basses températures, un

polymère amorphe se comporte comme le verre (état vitreux) et aux températures plus élevées comme le caoutchouc (état visqueux). La transition entre ces deux états se fait à la température de transition vitreuse T_g. A cette température, l'énergie apportée permet un désenchevêtrement des chaînes. Pour les polymères amorphes, il n'y a pas d'exigences de montée en température ou de vitesse de refroidissement ce qui représente un atout du point de vue de la mise en œuvre des composites à matrice organique. Les propriétés mécaniques de ces polymères sont généralement moins bonnes que celles des polymères semi-cristallins. Toutefois on peut noter une meilleure tenue au fluage et une meilleure résistance à l'impact.

Les polymères semi-cristallins :

Aucun polymère n'est cristallin à 100% car il ne pourrait se dissoudre en raison de sa structure très organisée. Cependant, plusieurs polymères sont considérés comme des matériaux semi-cristallins avec un maximum de 80% de cristallinité. Les matériaux cristallins présentent ainsi une structure hautement organisée et leurs composantes moléculaires sont solidement enchevêtrées.

Lorsque le polymère se solidifie à partir de l'état fondu, les cristaux forment des cristallites ou lamelles qui amorcent leur nucléation à partir d'un centre de germination (monocristal) et grossissent dans les 3 dimensions avec une orientation cristallographique radiale jusqu'à ce qu'elles se gênent. Ainsi la forme finale de la structure est assimilable à une sphère (cf. Fig. 1.6). Ces zones de cristallinité également appelées sphérolites peuvent varier dans la forme et la dimension à travers les zones amorphes. La longueur des chaînes polymères contribue à leur aptitude à cristalliser.

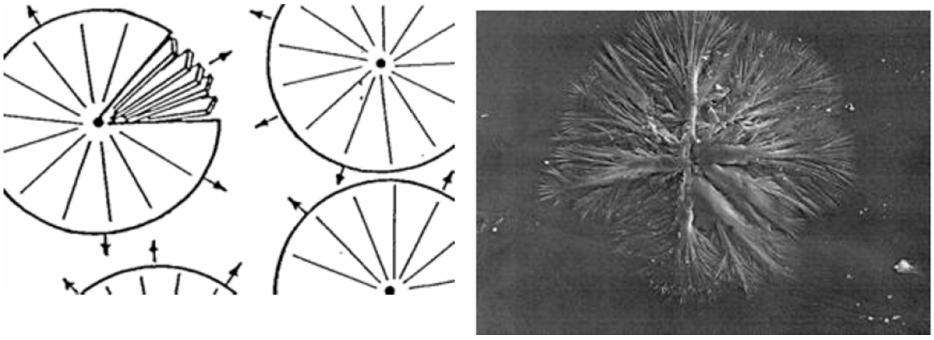


Fig. 1.6 – Formations des sphérolites dans les polymères semi-cristallins [CHE08]

Les polymères semi-cristallins présentent donc une température de transition vitreuse T_g (caractéristique de la zone amorphe) et une température de fusion T_m (caractéristique de la fusion des cristallites). Ils présentent cependant des inconvénients majeurs : le taux de cristallinité et les propriétés du matériau sont tributaires du taux de refroidissement. Cela complexifie leur mise en œuvre par rapport aux matériaux amorphes. Ainsi, en fonction des paramètres de thermoformage utilisés (temps et température), les propriétés du matériau varient. Généralement, les propriétés mécaniques sont d'autant plus faibles que le taux de cristallinité est bas et que la vitesse de refroidissement est élevée.

Pour conclure cette partie, il est intéressant de souligner que tous les polymères thermodurcissables sont amorphes tandis que les polymères thermoplastiques peuvent être soit amorphes, soit semi-cristallins. Cette spécificité est importante car elle conditionne largement la réponse mécanique du matériau composite auquel le polymère est intégré.

1.1.3.2. Mécanismes de déformation des polymères

Selon la nature ductile de la résine, révélée notamment par une augmentation de la température ou une diminution de la vitesse de chargement, les polymères sont caractérisés par de grandes déformations plastiques associées à une réorientation à grande échelle des chaînes de polymères amorphes ou semi-cristallins. Cependant, les mécanismes de déformation de ces chaînes sont spécifiques et traduisent la réorganisation structurale de ces macromolécules. Pour différents types de polymères, l'essai de traction permet d'observer la déformation macroscopique du matériau qui traduit les mécanismes de déformation microscopiques (cf. Fig. 1.7). Plusieurs paramètres permettent de qualifier la réponse macroscopique d'un polymère : sa rigidité représentée par le module d'Young E, sa résistance à rupture σ_r et sa ductilité représentée par l'allongement à rupture A_r.

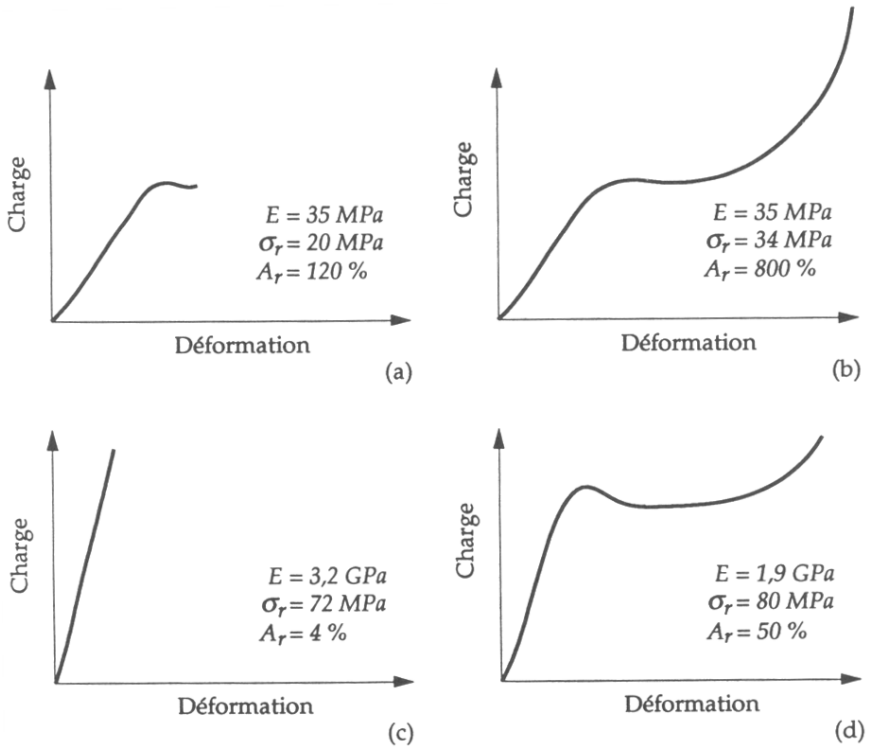


Fig. 1.7 – Courbes charge -déformation pour différents polymères [EHR00] : (a) souple et peu résistant – (b) souple et ductile – (c) rigide et fragile – (d) rigide et ductile

En fonction de l'organisation structurale des polymères (amorphe ou semi-cristallin), on peut distinguer les mécanismes microscopiques de déformation. Dans le cas des polymères amorphes soumis à une sollicitation unidirectionnelle, la réorganisation structurale correspond au réarrangement spatial du réseau complexe d'enchevêtrements (cf. Fig. 1.9a). On observe alors une réorientation des pelotes enchevêtrées et un alignement des chaînes (macromolécules), accompagnés par une déformation plastique par cisaillement (cf. Fig. 1.8). Sur cette représentation schématique, le trait plein représente une liaison covalente tandis que le trait en pointillé symbolise une liaison secondaire (pontages issus de la réticulation).

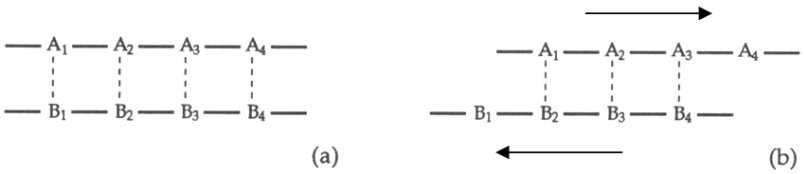


Fig. 1.8 – Mécanisme de déformation plastique par cisaillement dans un polymère [EHR00] : (a) avant déformation – (b) après déformation

Cette réorganisation structurale est limitée par le nombre d'enchevêtrements entre les chaînes qui empêchent l'étirage (cf. Fig. 1.9b). Quand les enchevêtrements sont très limités, on peut alors obtenir une structure paracristalline (cf. Fig 1.9c) par déformation plastique. Ainsi, à partir d'un polyéthylène amorphe présentant très peu d'enchevêtrements, il est possible d'obtenir un allongement par réarrangement puis déformation plastique de l'ordre de 14000%. La possibilité de désenchevêtrer les chaînes est considérablement augmentée à haute température et pour des longueurs de chaîne courtes, une vitesse de déformation et une densité d'enchevêtrements faibles.

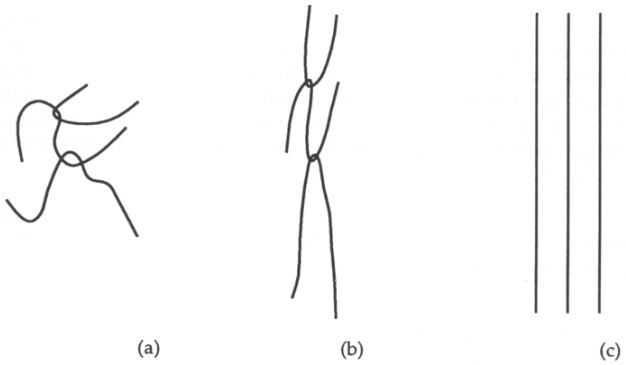
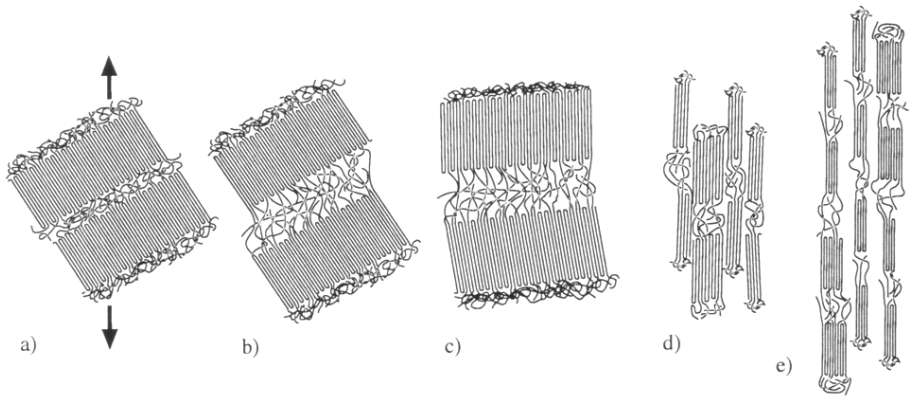


Fig. 1.9 – Mécanisme de déformation des polymères amorphes lors d'une sollicitation unidirectionnelle [EHR00] : (a) état libre de contraintes – (b) déformation limitée par l'enchevêtrement – (c) structure paracristalline parfaitement alignée

Dans le cas des polymères semi-cristallins, la structure lamellaire est constituée d'une succession de zones amorphes et cristallines (cf. Fig. 1.10a). La phase cristalline est formée de sphérolites lesquelles sont composées de lamelles cristallines (appelées cristallites) reliées par des chaines amorphes. Ainsi, le comportement mécanique des thermoplastiques semi-cristallins soumis à de faibles contraintes est principalement conditionné par les chaînes amorphes qui se réorientent et s'alignent selon la direction de chargement (cf. Fig. 1.10b). Lorsque la contrainte augmente, les lamelles cristallines s'alignent à leur tour avec l'axe de sollicitation (cf. Fig. 1.10c) puis intervient la séparation des lamelles (les plus grosses et les plus imparfaites) en structures lamellaires individuelles appelées macrofibrilles (cf. Fig. 1.10d). Ces mécanismes s'accompagnent enfin d'un étirage et d'une réorganisation de la distribution des macrofibrilles (cf. Fig. 1.10e).



a) état initial
b) étirage des zones amorphes
c) rotation (décalage) des lamelles cristallines
d) séparation en différents domaines cristallins
e) formation de microfibrilles individuelles

Fig. 1.10 – Mécanisme de déformation des polymères semi-cristallins lors d'une sollicitation unidirectionnelle [OUD94]

A l'échelle des sphérolites, on distingue généralement les déformations homogènes des déformations inhomogènes. Une déformation homogène est caractérisée par une déformation réversible du sphérolite d'une forme approximativement sphérique en un ellipsoïde. Lors d'une déformation inhomogène, les zones sphérolitiques perpendiculaires à la direction de sollicitation sont étirées de manière irréversible. Dans un même échantillon peuvent se produire simultanément ces deux mécanismes de déformation.

Pour revenir aux structures lamellaires présentées précédemment, l'exemple du polyéthylène structuré en couches lamellaires illustre bien les mécanismes de déformation successifs s'opérant dans les polymères semi-cristallins. La figure suivante (cf. Fig. 1.11) met en évidence la transformation en macrofibrilles individuelles au cours de l'étirage de la structure lamellaire. Ainsi, les lamelles de la zone A, initialement perpendiculaires à la direction de sollicitation, vont se réorienter totalement. Dans la zone B, les lamelles se séparent aux points faibles (imperfections de la structure cristalline) pour se positionner dans la direction principale de la contrainte de cisaillement. Dans cette zone, les chaînes peuvent glisser les unes par rapport aux autres. Dans la zone C, les lamelles se regroupent pour former des blocs cristallins. Dans les zones B et C, la déformation locale s'accompagne d'une élévation importante de température qui facilite la réorganisation des chaînes (cf. Fig 1.11). En raison de la mauvaise conductivité thermique des polymères et des gradients de températures entre les zones, le réarrangement des chaînes est confiné dans les zones B et C qui représentent alors la zone de striction. Dans la zone D, les blocs cristallins s'orientent de façon coopérative dans la direction de sollicitation pour former finalement une macrofibrille (cf. Fig. 1.11).

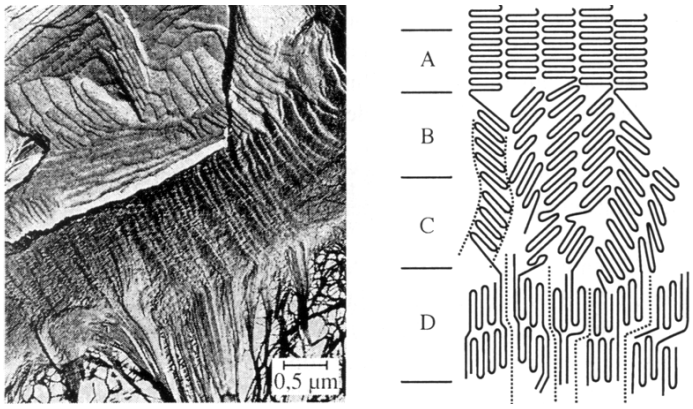


Fig. 1.11 – Transformation structurale et représentation schématique des différentes zones lors de la déformation d'un polymère semi-cristallin [OUD94]

La courbe caractéristique en traction d'un polymère thermoplastique semi-cristallin peut être divisée en plusieurs parties correspondant aux mécanismes de déformation introduits précédemment (cf. Fig. 1.12). La réponse du matériau est d'abord élastique linéaire. On entre ensuite dans le domaine viscoélastique linéaire, puis non-linéaire, avant d'atteindre le seuil d'écoulement où le phénomène de striction débute. La longueur des zones de striction augmente alors avec la charge. On observe ensuite un écoulement plastique stationnaire suivi d'une augmentation progressive de la résistance. Cette augmentation est liée à l'étirage à froid des chaînes dans la zone de striction. Comparativement aux procédés de transformation à chaud (thermoformage ou moulage par injection), le taux d'étirage est nettement supérieur à froid. En effet, l'étirage à chaud ne permet pas de préserver le taux élevé d'orientation des chaînes observé à froid en raison d'une vitesse de relaxation d'orientation trop importante.

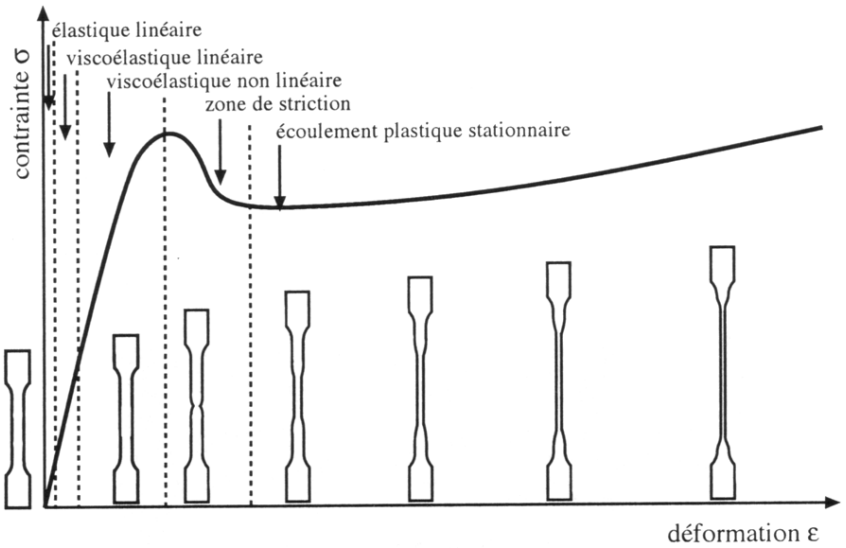


Fig. 1.12 – Réponse caractéristique en traction d'un polymère thermoplastique semi-cristallin et évolution de la forme de l'éprouvette [OUD94]

1.2. Contexte de l'étude

En aéronautique, la sélection et l'évolution des matériaux composites est primordiale. Afin de mettre à profit toutes les qualités de ces matériaux (facilité de mise en œuvre, propriétés mécaniques et en considérant d'autres critères tels que la recyclabilité, le coût ou l'économie d'énergie), de nouveaux matériaux composites sont mis au point. Face à la raréfaction des énergies fossiles et à l'augmentation du trafic aérien, la réduction combinée de la consommation en kérosène et de l'émission de particules polluantes est un des challenges de l'industrie aéronautique (cf. Fig. 1.13). Cette diminution passe par un allègement des aéronefs. Un constat global s'est donc imposé : plus de matériaux composites dans les avions de demain. L'évolution du trafic de passagers s'accompagne d'une demande équivalente du nombre d'avions. L'enjeu est donc capital.

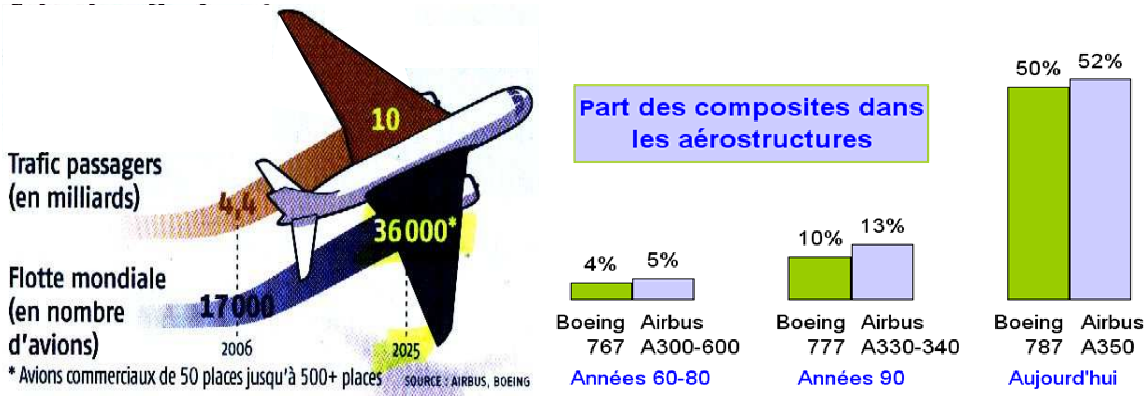


Fig. 1.13 – Perspective d'avenir en aéronautique [USI07]

Début 2007, les avions étaient constitués d'environ 20% de matériaux composites (en masse, cas de l'A380) et de 80% d'alliages d'aluminium (35% plus lourds). Selon les prévisions, à l'horizon 2020, cette proportion s'inversera. L'Airbus A350 développé actuellement par la société E.A.D.S. sera constitué à 52 % de matériaux composites tandis que Boeing se lance dès maintenant dans la réalisation d'un fuselage entièrement en composites.

A la lumière de cette évolution, le secteur aéronautique est engagé dans une course à la réduction des coûts, tant pour le développement et la réalisation que pour le fonctionnement des appareils. En terme de coût de fonctionnement, l'influence du paramètre masse sur la consommation de carburant est à l'origine de l'intérêt porté à l'aspect structural et conduit les constructeurs à deux démarches. D'une part, utiliser des matériaux plus performants afin d'obtenir pour un même niveau de performance des pièces plus légères. Ainsi, on recherche l'utilisation de matériaux composites dont les propriétés spécifiques sont supérieures à celles des métaux et alliages classiques. Pour les applications civiles, les composites sont quasi exclusivement à base de matrice organique (CMO hautes performances). Les composites à matrice céramique ou métallique sont essentiellement utilisés, aujourd'hui, dans les applications militaires et spatiales.

Les CMO hautes performances sont composés en général d'un renfort carbone pouvant se présenter sous forme de nappe ou de tissu. La matrice est très majoritairement thermodurcissable de type époxyde pour les parties structurales (jusqu'à 120°C) et phénoliques (pour des raisons de tenue au feu, de fumée et de toxicité) pour les zones pressurisées.

Les matrices thermodurcissables pour composites à hautes performances sont mises en œuvre par polymérisation à haute température pour obtenir des températures de transition vitreuse élevées compatibles avec les températures d'utilisation. Cette opération de réticulation crée un réseau tridimensionnel qui donne la propriété finale du matériau composite.

L'utilisation de ce type de matrice génère les contraintes d'utilisation suivantes :

- une durée limite d'utilisation avant mise en œuvre nécessitant un stockage à basse température pour les pré-imprégnés,
- une problématique de réticulation entraînant de nombreux défauts potentiels irréversibles nécessitant une parfaite maîtrise et un contrôle des cycles thermiques et de la pression durant la réticulation,
- un procédé de mise en forme nécessitant beaucoup de produits d'environnement consommables et des temps de cuisson dépassant 6 heures, pouvant même aller jusqu'à 11 heures avec les post-cuissons,
- des opérations manuelles de drapage qui sont chronophages et génératrices de la majorité des défauts de fabrication,
- les résines thermodurcissables sont non recyclables.

Il existe aujourd'hui des résines thermoplastiques hautes performances pouvant rivaliser en termes de performances mécaniques et de tenue en température avec les résines thermodurcissables de type époxyde. Ces résines ont le principal avantage de permettre de supprimer les inconvénients principaux de mise en œuvre cités précédemment. En effet :

- Elles ne présentent pas de durée de vie limitée avant mise en œuvre et ne nécessitent pas de stockage à basse température car la résine n'évolue pas chimiquement en fonction de la température.
- Les cycles de mise en œuvre correspondent à une transformation physique réversible de la résine et peuvent par conséquent être repris en cas de problème.
- La mise en œuvre se fait par thermoformage à la presse permettant de supprimer les produits consommables tels que les marouflages et les mastiques.
- Le drapage manuel et les défauts engendrés peuvent être supprimés en approvisionnant directement des plaques drapées et pré-consolidées et en utilisant des procédés de thermoformage.

1.3. Objectifs de l’étude

Cette thèse s’inscrit dans le projet TOUPIE (maîTrise des cOmposites carbone / thermoplastique haUte Performance pour pIèces de structures aéronautiquEs) dans le cadre du pôle de compétitivité pôle Mov’eo (Ile de France-Normandie). Ce projet concerne les techniques d’emboutissage des composites thermoplastiques hautes performances. Le formage sous presse est similaire à celui des métaux par son principe mais les mécanismes de déformation du matériau sont différents. En fermant deux demi-moules sur un composite, celui-ci épouse la géométrie du moule. Les moules sont en acier ou partiellement en élastomère lorsqu’une bonne répartition de la pression est nécessaire à l’obtention d’une consolidation uniforme (cf. Fig. 1.14). L’objectif du projet TOUPIE est de sélectionner un ou

deux matériaux composites pouvant répondre aux besoins aéronautiques d'Aircelle en vue d'étudier et de caractériser les propriétés tant physicochimiques que mécaniques.

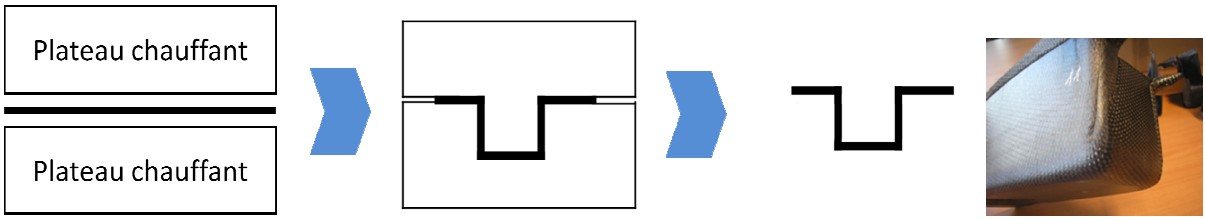


Fig. 1.14 – Formage des composites par estampage : (a) préchauffage de la plaque (b) transfert et fermeture du moule pour le formage – (c) démoulage du composite

Les pièces en résine thermoplastique semblent convenir pour des éléments de l'inverseur de poussée (cf. Fig. 1.15). En effet la tuyère étant un élément très chaud, les composites ne sont généralement pas adaptés à cet élément. L'entrée d'air et les capots sont des pièces de grandes dimensions non réalisables avec la technologie d'estampage envisagée, la pression lors du formage étant d'environ 10 bars.

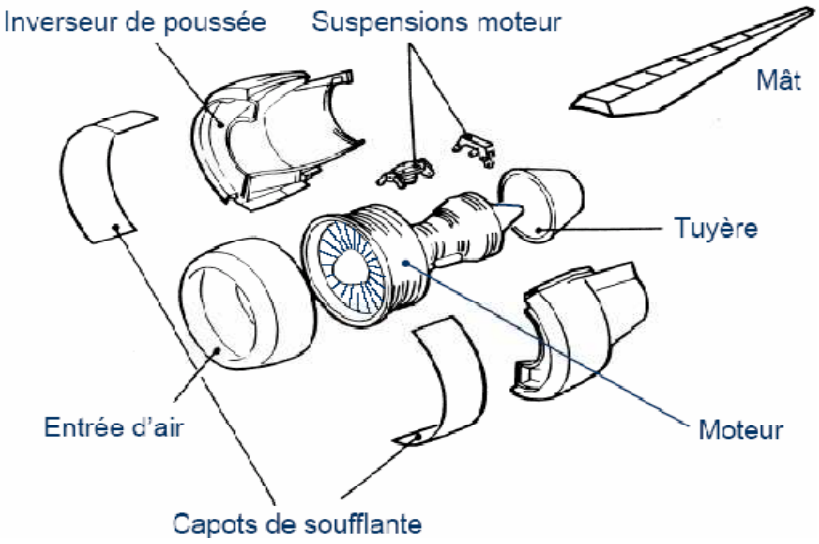


Fig. 1.15 – Vue éclatée d'une nacelle enveloppant un moteur [CHE08]

L'inverseur de poussée, élément mécaniquement plus complexe, comporte davantage de pièces de taille plus ou moins grande (du capot extérieur au bouchon) et exposées à différents environnements. Ainsi, outre les panneaux acoustiques, un grand nombre de pièces (cornières, longerons, carénages, raidisseurs, voiles, cloisons, revêtements, becquets, déflecteurs) semble convenir pour être réalisé en thermoplastique à fibres continues. Les deux types de pièces envisagées sont les revêtements externes (cf. Fig. 1.16) et les raidisseurs (cf. Fig. 1.17).

Les revêtements externes ont des formes généralement simples d'autant plus que la nacelle est grande. Elles sont faiblement sollicitées mécaniquement mais soumises à la foudre.

Fig. 1.16 – Trappe d'accès en carbone/époxy [CHE08]

La géométrie des pièces que l'on retrouve sous la désignation de raidisseur est plus complexe. Ces géométries complexes se traduisent par des doubles courbures, des singularités variées. Ce type de pièce structurale est soumis à des efforts mécaniques importants.

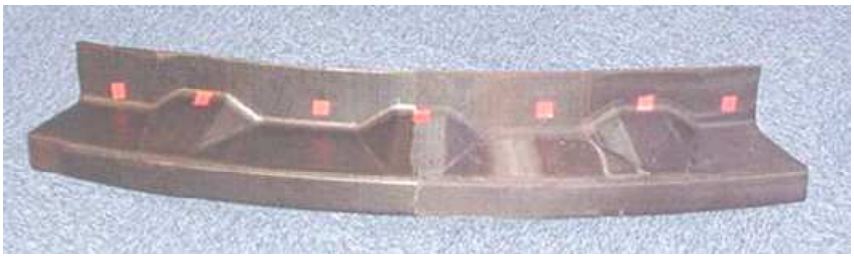


Fig. 1.17– Cloison du cadre avant [CHE08]

Dans le domaine aéronautique, l'assemblage d'éléments structuraux est généralement réalisé au moyen de techniques d'assemblages mécaniques telles que le boulonnage et le rivetage. Ces techniques impliquant le perçage, les structures peuvent être considérablement affaiblies par les concentrations de contraintes autour des trous.

L'objectif de ce travail de thèse est de faire une étude comparative des comportements de deux composites différenciés par les matrices : thermodurcissable et thermoplastique. Cette thèse se concentre sur les thermoplastiques hautes performances avec un intérêt particulier sur les mécanismes d'endommagement de stratifiés troués en traction. Cette étude mettra en évidence les effets à la fois de la température et du vieillissement humide sur les composites thermodurcissables et thermoplastiques ainsi que l'influence du procédé d'estampage sur le comportement mécanique des thermoplastiques.

Le programme TOUPIE a pour objectif de valider l'intérêt technique (performance thermique, mécanique et sensibilité à l'environnement), d'identifier les paramètres (température de chauffage, pression) et les capacités du procédé d'estampage (type de pièce réalisable).

1.4. Quels matériaux pour l'application nacelle ?

Comme pour toute sélection, le choix d'un matériau se fait en examinant quatre critères : la résistance (charge de rupture, limite élastique, module de rigidité, limite de fatigue), l'environnement auquel sera confronté le matériel (température, fluide corrosif, action solaire…), la mise en œuvre, les problèmes de fabrication et d'assemblage, et l'économie.

De par sa constitution, un matériau composite peut combiner indéfiniment des arrangements entre la matrice, le renfort et d'éventuelles charges. La sélection du matériau se fait tout d'abord par l'identification du type et de l'architecture du renfort qui est principalement dictée par le niveau d'effort que devra supporter la pièce. Une fois la fibre sélectionnée, la résine sera choisie en fonction de sa température maximale de service, de sa tenue aux fluides aéronautiques et de son comportement mécanique.

Les matériaux composites sont constitués de deux composants, les fibres de renfort et la matrice. Elles ont des propriétés très différentes et sont séparées par une interface. Cette interface joue un rôle primordial dans les propriétés mécaniques et physiques car c'est elle qui assure le transfert des contraintes entre la phase résistante et dispersée (la fibre) et la phase continue moins résistante mais qui assure la cohésion de l'échantillon. Les propriétés d'adhésion et de cohésion de cette interphase déterminent en grande partie les propriétés macroscopiques du composite.

En augmentant les forces d'adhésion interfaciale, on augmente la résistance à rupture du composite. Une diminution de l'adhésion favorise l'apparition de nouveaux mécanismes de dissipation d'énergie et augmente la résilience.

1.4.1. Choix du renfort

1.4.1.1. Sélection du matériau

Pour les raisons évoquées précédemment, un renfort alliant rigidité, légèreté ainsi que d'excellentes propriétés mécaniques est recherché. Le choix de la fibre est fait parmi les trois matériaux suivants : verre, carbone et aramide (cf. Tab. 1.3). Leur résistance à la rupture en traction se situe, de manière générale, entre 2000 et 5000MPa. La valeur du module de Young de ces fibres est très différente. Elle varie dans une proportion de 1 à 7 entre la fibre de verre et la fibre de carbone haut module. Cette caractéristique est directement liée à l'élongation à rupture des fibres.

Propriétés	Carbone	Aramide	Verre
Résistance à la rupture en traction	+++	+++	+
Module d'élasticité	+++	+	+
Résistance à l'impact	+	+++	++
Tenue en température	+++	++	++
Dilatation thermique	+++	+++	+
Densité	++	+++	+
Usinage	+++	+	+++
Reprise d'humidité	+++	+	+++
Adhérence avec la résine	+++	+	+++
Prix	++	+	+++

Tab. 1.3 – Comparaison des propriétés des principaux renforts [CHE08]

Compte tenu du cahier des charges et plus particulièrement des exigences en termes de propriétés mécaniques en température et conditions humides, d'usinabilité, de densité et dans la comparaison avec un matériau connu, la fibre de carbone présente le meilleur compromis.

Elle se présente sous forme de fibres ou filaments de quelques microns regroupés en mèches. Généralement, quand on parle de fibres on sous entend mèches. Ainsi une fibre dite 3K est en réalité un ensemble de 3000 filaments.

La fibre la plus couramment utilisé chez Aircelle, et dans le secteur aéronautique actuel, est une fibre 3K de Haute Résistance de chez Toray : T300.

1.4.1.2. Sélection de l'architecture

Il existe plusieurs catégories de renforts à base de fibres : les mats, les tissés, les unidirectionnels, les tricots et les multidirectionnels (cf. Fig. 1.18).

Les mats sont des nappes de filaments, de fibres discontinues, disposés sans orientations préférentielles et maintenus ensemble par un liant soluble. Ce sont des matériaux déformables, quasi-isotropes dans leur plan et peu coûteux malgré des propriétés mécaniques moindres.

Les tissus sont réalisés sur des métiers à tisser. Ils sont obtenus par entrecroisement des mèches selon deux directions perpendiculaires : chaîne et trame. Ils peuvent avoir différentes armures : la toile ou le taffetas, le sergé et le satin. L'armure contrôle la rigidité du tissu.

Les unidirectionnelles sont constituées de fils de chaînes maintenus par des fils de trame fins.

Les tricots sont formés par bouclage d'un ou plusieurs fils et offrent de plus grandes possibilités de motifs que le tissage. Leur principale caractéristique est leur déformabilité.

Les multidirectionnels sont des structures 3D formées de fibres orientées dans plusieurs directions de l'espace. Les différentes couches sont liées entre elles, et dans l'objectif de mettre en forme les composites par estampage, cette architecture n'est pas envisagée.

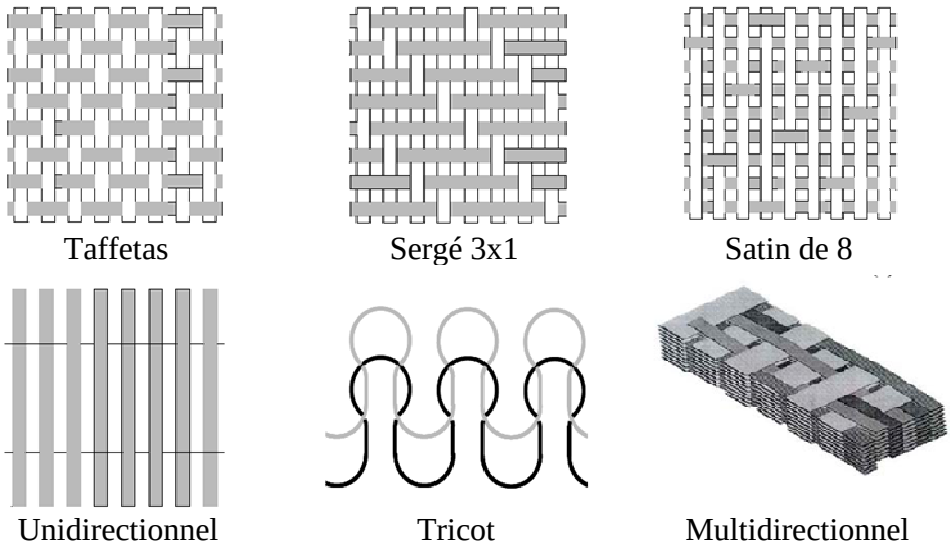


Fig. 1.18 – Différents assemblages de mèches [AIM07]

Les structures composites sont anisotropes. La plupart des renforts travaillent bien en traction, mais offrent de moins bonnes performances en compression et cisaillement (cf. Tab. 1.4). Il est donc impératif de jouer sur la texture et la géométrie des renforts pour créer une architecture adaptée. Le type d'armature est à sélectionner parmi les unidirectionnels et les différents tissus.

Propriétés		Fibre de renfort					
		Aramide		Carbone		Verre E	
		UD	Tissu	UD	Tissu	UD	Tissu
Taux volumique de fibre	(%)	60	45	60	45	60	45
Résistance en traction	(MPa)	1380	550	1240	560	1100	400
Module de traction	(GPa)	80	30	130	70	40	20
Résistance en compression	(MPa)	275	170	1100	560	590	400
Module de compression	(GPa)	80	30	130	70	40	20
Résistance en flexion	(MPa)	620	345	1960	600	1170	600
Module de flexion	(GPa)	75	28	130	60	40	25
Résistance au cisaillement	(MPa)	45	28	95	60	80	50
Module de cisaillement	(GPa)	2.1	-	4.8	-	3.4	-
Masse volumique	(g/cm^3)	1.35	1.33	1.6	1.54	2.08	1.9

Tab. 1.4 – Propriétés des composites à base de résines époxydes [CHE08]

Les unidirectionnels sont actuellement peu utilisés sous forme de pré-imprégné car bien que leurs propriétés soient supérieures (embuvage nul) à celle des tissus, le drapage est plus difficile à mettre en forme et globalement 2 fois plus long que celui des tissus. La déformabilité du tissu est primordiale pour l'obtention de pièces aux formes complexes (cf. Fig. 1.19). Les tissus de type taffetas présentent une plus faible possibilité de formage qu'un tissu de type satin. De plus, les nombreux entrecroisements successifs génèrent un embuvage important réduisant les propriétés mécaniques.

L'embuvage caractérise l'ondulation des mèches de chaîne. Il est définit comme étant la différence de la longueur d'un fil et la longueur du tissu dont il est extrait rapporté à la longueur du tissu. Un tissu avec un embuvage bas sera préféré dans la mesure où l'embuvage fragilise le matériau.

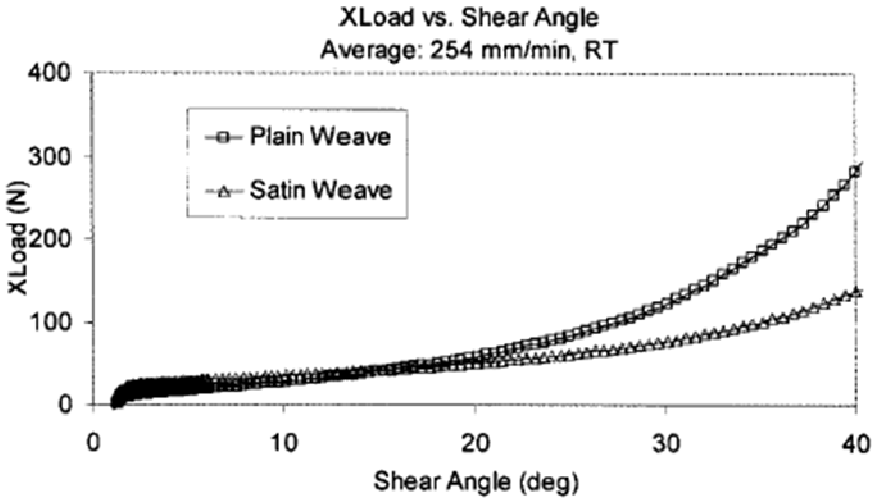


Fig. 1.19 – Comparaison formabilité tissu satin et taffetas [CHE08]

Compte tenu du choix de la fibre de carbone, il semble intéressant dans l'objectif de comparer la matrice thermoplastique à la matrice thermodurcissable, d'utiliser la même architecture que celle du tissu carbone/époxy principalement utilisée chez Aircelle.

En conclusion, le renfort utilisé est un tissu en fibre carbone T300 avec en satin de 5.

1.4.2. Choix de la matrice

Devant la vaste gamme des thermoplastiques, amorphes ou semi-cristallins, le choix de la résine se fait par élimination des matrices ne correspondant pas au cahier des charges (cf. Tab. 1.5). En effet, pour pouvoir être utilisés dans un environnement nacelle d'avion civil, ils doivent satisfaire au cahier des charges suivant :

- Température maximum d'utilisation supérieure ou égale à 120°C,
- Bonnes propriétés mécaniques (module de traction supérieur à 2 GPa, contrainte à rupture supérieure à 100 MPa),
- Densité inférieure à 1.5,
- Compatibilité du renfort carbone (dilatation thermique de la matrice la plus faible possible pour être proche de celle du carbone et ainsi éviter la formation de contraintes internes),
- Résistance à l'environnement : bonne tenue au vieillissement humide, aux fluides aéronautiques (solvants, kérosène, liquide hydraulique…),
- Tenue au feu, toxicité des fumées.

Matériau	T° max. utilisation continue (°C)	σ_{rup}(MPa)	E (GPa)	Densité	Prix (indice)
PA6	-	70	2.1	1.09	-
PA8	90	80	2.6	1.13	10
PA11	100	60	1	1.05	-
PA12	100	-	1	1.02	-
PAI	200	190	4.5	1.45	200
PBI	425	160	5.9	1.3	-
PC	130	75	2.4	1.2	25
PCTFE	155	45	1.4	2.15	120
PEBD	50	-	0.2	0.91	6
PEEK	240	120	3.6	1.3	240
PEHD	90	40	1.4	0.95	11
PEI	170	105	3	1.27	99
PES	180	97	2.4	1.37	45
PETP	110	80	2.8	1.31	15
PI	260	86	3.25	1.43	50
PMMA	85	75	3.3	1.2	20
POM	100	73	2.8	1.41	16
PP	100	45	1	0.91	12
PPO	115	-	2.5	1.06	-
PPS	240	150	2.2	1.34	180
PS	85	60	1.6	1.05	13
PSU	180	80	2.5	1.24	42
PTFE	200	40	0.3	2.2	63
PUR	90	40	3	1.25	44
PVC	60	58	2.8	1.35	6
PVDF	150	60	1	1.76	65

Tab. 1.5 – Propriétés de différents thermoplastiques [CHE08]

En fonction de ces différents critères, les matrices polyéther éther cétone PEEK et Polysulfure de phénylène PPS sont sélectionnées comme étant les meilleurs polymères répondant au cahier des charges. Il faut noter toutefois la sensibilité du PEEK aux rayons ultra violets.

1.5. Coût de la matière

Un objectif primordial du projet TOUPIE est de réaliser un bilan technique mais également financier afin de statuer sur l'intérêt de ces matériaux et de ce procédé d'estampage par comparaison au carbone époxyde mis en œuvre sous autoclave ou aux alliages aluminium. Cette comparaison s'effectuera sur quelques cas concrets.

Dès à présent, on peut au travers des données ci-dessous juger de la pertinence des thermoplastiques fibres continues par rapport au carbone époxyde (pour les chiffrages ci-dessous le tissu est identique, on considère la réalisation d'une pièce de 0.36m²) : [CHE08]

- Tissu pré imprégné carbone époxyde : 78€/Kg
- Tissu pré imprégné carbone PPS : 63€/Kg
- Tissu pré imprégné carbone PEEK : 95€/Kg
- Plaque (7plis isotropes) carbone PPS : 105€/Kg
- Plaque (7 plis isotropes) carbone PEEK : 145€/Kg
- Plaque (7 plis isotropes) en carbone époxyde : 200€/Kg Aircelle et 150€/Kg bas coût.
- Chaudronnerie Aluminium : 18€/Kg

Les écarts de prix entre les tissus pré imprégnés et les plaques s'expliquent par le fait que les plaques sont des produits finis à la différence des tissus pré imprégnés qui doivent être drapés les uns aux autres et consolidés.

Outre le prix de la matière, les coûts de stockage, d'industrialisation et de fabrication doivent également être pris en compte.

1.6. Conclusion

A l'issue de la sélection des matériaux, l'objectif est donc de comparer leurs comportements et les propriétés mécaniques dans différentes configurations d'essai. Les matériaux étudiés sont des matériaux composites stratifiés tissés en satin de 5 à fibre de carbone T300 3K différenciés par leur matrice : résine thermodurcissable époxyde d'une part et résines thermoplastiques semi-cristallines PPS et PEEK d'autre part. Le taux volumique de fibre est de 60% pour les stratifiés C/Epoxy et de 50% pour les stratifiés à matrice TP. Du point de vue expérimental, différents drapages seront étudiés suivant la nature de l'essai. Pour diverses sollicitations, l'influence de paramètres environnementaux, tels que la température et le vieillissement humide, seront examinés. A terme, pour les matériaux composites à matrice thermoplastique, on cherchera également à évaluer l'influence de l'estampage (thermoformage à chaud) sur les propriétés mécaniques des stratifiés mis en forme.

Chapitre 2 :
Etat de l'art sur les études du comportement des composites thermoplastiques et thermodurcissables : Analyse comparative

Dans la littérature, relativement peu de résultats font état du comportement mécanique des matériaux composites à matrices thermoplastiques hautes performances, destinées au domaine aéronautique, par rapport aux références disponibles sur le comportement mécanique des composites à matrice thermodurcissable. Dans un premier temps nous verrons les mécanismes d'endommagement des stratifiés à plis unidirectionnels et tissés. Ensuite, une bibliographie regroupera les différents travaux réalisés sur le comportement mécanique et la comparaison de composites thermodurcissables et thermoplastiques. Enfin, une dernière partie s'attachera à l'influence des conditions environnementales (température et vieillissement humide) sur le comportement de ces stratifiés.

2.1. Comparaison des mécanismes d'endommagement

Cette partie présente les mécanismes d'endommagement des stratifiés à plis UD ou à plis tissés possédant une matrice thermodurcissable et plus particulièrement une résine époxyde. La compréhension de ces mécanismes et notamment ceux associés au renfort tissu permettra d'appréhender le comportement des stratifiés tissés carbone à matrice thermoplastique dans la logique de l'étude comparative des performances de chaque type de matériau composite.

Avant de préciser les mécanismes d'endommagement spécifiques au type de renfort utilisé dans les composites fibreux à matrice organique, il est bon de rappeler brièvement les différentes architectures de renfort. Du point de vue structural, les composites à plis tissés possèdent certains avantages par rapport aux stratifiés à plis UD (cf. Fig. 2.1a et Fig. 2.1b). Le tissage représente ainsi un réseau bi-directionnel de fibres avec une architecture variable (selon le mode de tissage) dans l'épaisseur du stratifié contribuant à améliorer la résistance au cisaillement interlaminaire et à l'impact. Bien que possédant des propriétés plus équilibrées que les composites UD dans le plan, la géométrie du tissage (cf. Fig. 2.1c) induit une

anisotropie et une hétérogénéité supplémentaires directement responsables de micro et macro-mécanismes d'endommagement plus complexes.

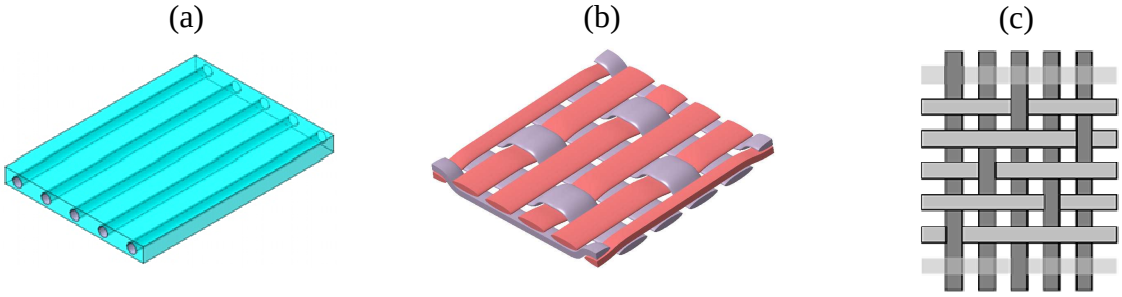


Fig. 2.1 – (a) Stratifié à plis UD – (b) Architecture d'un pli tissé (Warp : sens chaîne et Fill ou Weft : sens trame) – (c) Tissu satin de 5

Ainsi, en fonction de l'arrangement géométrique de ses constituants, le matériau composite va présenter un comportement plus ou moins anisotrope. De plus, l'orientation et la proportion des renforts influencera le développement du caractère élasto-viscoplastique de la matrice ainsi que l'apparition de divers dommages. De manière générale, l'endommagement est défini comme un ensemble de changements microstructuraux au sein du matériau qui occasionnent une détérioration irréversible plus ou moins importante. Par exemple, quand une structure stratifiée est sollicitée, la dégradation de ses propriétés est effective bien avant sa rupture finale. On peut également préciser le caractère unilatéral de l'endommagement dans la mesure où les microfissures peuvent se refermer sous l'action du chargement. Il existe plusieurs types d'endommagement au sein d'une structure stratifiée de plis unidirectionnels (UD) ou tissés qui se révèlent à différentes échelles d'observation [BON05]. Les plus significatifs sont les suivants :

- à **l'échelle microscopique** apparaissent les ruptures d'adhérence entre les fibres et la matrice : c'est le phénomène de décohésion fibre/matrice ;

- à **l'échelle mésoscopique**, on observe l'apparition de nombreuses fissures intralaminaires mais également la rupture de fibres qui intervient au stade ultime de la ruine du matériau ;

- à **l'échelle macroscopique**, on observe le phénomène de décollement de l'interface entre plis : c'est le délaminage.

Afin de bien appréhender les mécanismes d'endommagement des stratifiés à plis tissés, intéressons nous d'abord aux mécanismes d'endommagement des stratifiés à plis UD.

2.1.1. Mécanismes d'endommagement des stratifiés à plis UD

2.1.1.1. Composite UD soumis à une traction longitudinale

Du point de vue qualitatif, la rupture peut s'initier de deux manières. On observe la rupture des fibres quand la déformation à rupture des fibres est inférieure à celle de la matrice. Sinon, on observe la rupture transverse de la matrice. Du point de vue quantitatif, les fibres de carbone possèdent une déformation à rupture variant de 0,5% (fibres Haut Module) à 1,8% (fibres Haute Résistance). Pour les résines époxydes, la déformation à rupture varie de 2 à 5% tandis que pour les résines thermoplastiques hautes-performances (PPS et PEEK), elle est de 15% pour le PPS et elle évolue de 22 à 34% selon le grade du PEEK. On constate donc que le comportement à rupture des composites aéronautiques à matrice TD (époxyde) ou TP (PPS ou PEEK) renforcés par des fibres de carbone est gouverné par le comportement à rupture des fibres.

Après initiation, la propagation de la rupture diffère selon la nature de l'interface fibre-matrice :

Pour une **forte adhésion** entre fibres et matrice, la rupture initiée par les fibres ou la matrice induit en front de fissure des concentrations de contraintes conduisant à une propagation de la rupture successivement dans les fibres et dans la matrice. Le comportement est alors élastique-fragile. Deux fissures peuvent également s'initier dans deux zones différentes et se rejoindre suite à la rupture longitudinale de la matrice ou par décohésion (rupture) de l'interface fibre-matrice.

Pour une **faible adhésion** entre fibres et matrice, on observe une propagation transversale de la fissure. En front de cette dernière, la fissuration de la matrice ne s'accompagne pas de la rupture des fibres mais d'une décohésion de l'interface fibre-matrice. Selon la nature des fibres et de la résine, il est également possible d'observer une décohésion fibres-matrice avant rupture transverse de la matrice. En amont de la fissure, l'ouverture de celle-ci tend à sur-contraindre les fibres qui finissent par casser (cf. Fig. 2.2). Avec la propagation de la fissuration transversale de la matrice, ces fibres rompues n'adhèrent plus à la matrice (décohésion).

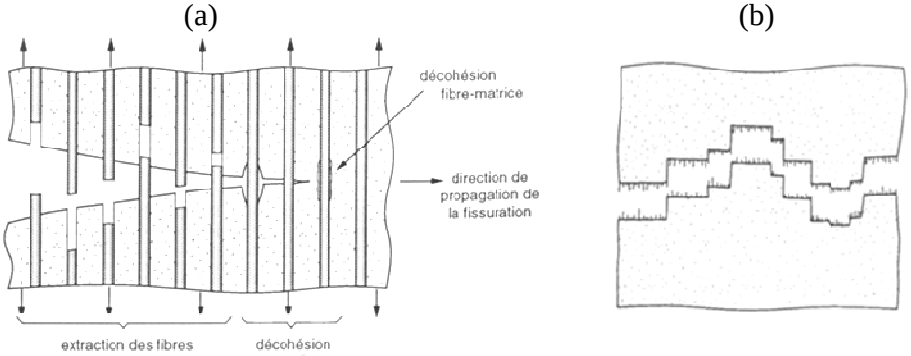


Fig. 2.2 – Faible adhésion fibre-matrice [BER05] :
(a) Mécanismes d'endommagement – (b) Surface de rupture

Les fissures transverses de la matrice peuvent s'initier en différents sites et se rejoindre par propagation de la rupture à l'interface fibres-matrice. Il en résulte une surface de rupture au profil en escalier (cf. Fig. 2.2).

2.1.1.2. Composite UD soumis à une traction transverse

La rupture peut s'initier de deux manières selon la nature de la résine et les propriétés de l'interface fibre-matrice. On observe la fissuration de la matrice quand la contrainte à rupture en traction de la matrice est inférieure à la contrainte de décohésion en traction de l'interface. Sinon, on observe la décohésion de l'interface. Après initiation, la rupture se propage dans le plan du dommage initié.

2.1.1.3. Stratifiés à plis UD soumis à une traction longitudinale

Les mécanismes d'endommagement des plis UD introduits précédemment (fissuration longitudinale ou transverse de la matrice, décohésion de l'interface fibre-matrice, rupture des fibres) se combinent dans le cas des stratifiés à plis UD. A ces modes élémentaires s'ajoute le délaminage. Il s'agit d'une décohésion de l'interface entre les plis du stratifié et représente le mode d'endommagement le plus critique pour le stratifié (cf. Fig. 2.3). La prédominance d'un mécanisme sur les autres en termes d'initiation ou de propagation dépend de nombreux facteurs : nature des constituants, séquence d'empilement, type de sollicitation imposé.

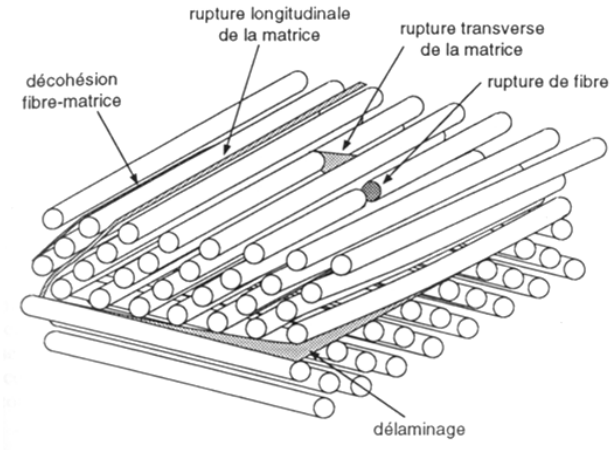


Fig. 2.3 – Représentation schématique des principaux mécanismes d'endommagement dans les stratifiés UD [BER05]

Parmi ces facteurs, l'empilement des plis est déterminant puisque les mécanismes d'endommagement mis en jeu lors d'une sollicitation en traction longitudinale sont très différents en fonction de l'orientation des fibres dans chaque pli du stratifié :

Pour un stratifié à plis croisés [0°/90°], l'endommagement est initié perpendiculairement à la direction de sollicitation par fissuration des plis orientés à 90° (cf. Fig. 2.4a). Il résulte de la fissuration longitudinale de la matrice et/ou de la décohésion de l'interface fibre-matrice dans la direction transverse du stratifié. Tandis que l'effort de traction augmente, le nombre de fissures augmente et finit par saturer. Aux fronts de fissures, des concentrations de contraintes apparaissent entre les plis orientés à 90° et à 0°. Elles aboutissent à l'initiation du délaminage à l'interface entre plis. Cet endommagement se généralise et se poursuit avec la rupture des fibres à 0° synonyme de rupture du stratifié.

Pour un stratifié à plis croisés [±45°], l'endommagement est initié par fissuration longitudinale des plis à ±45° (cf. Fig. 2.4b). Il résulte de la fissuration longitudinale de la matrice et/ou de la décohésion de l'interface fibre-matrice dans la direction ±45°. Il s'ensuit un délaminage des plis et une rupture des fibres à ±45°.

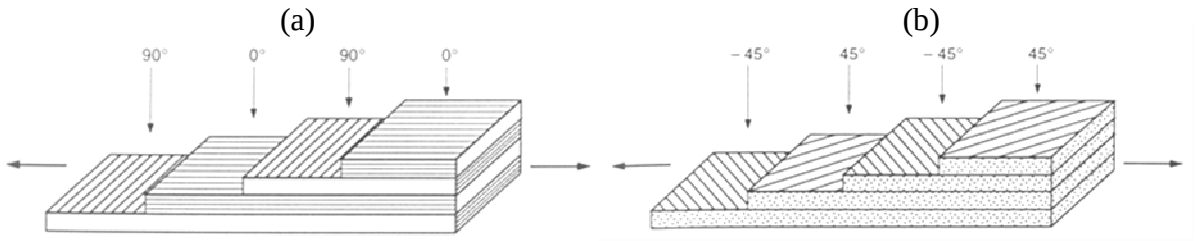


Fig. 2.4 – Traction longitudinale (direction 0°) [BER05] :

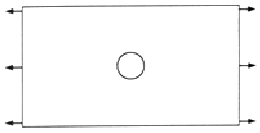
(a) Stratifié à plis croisés [0°/90°] – (b) Stratifié à plis croisés [±45°]

Pour un **stratifié troué,** avec une séquence d'empilement quasi-isotrope $[0°/\pm45°/90°]_s$ sollicité en traction, plusieurs phases de fissuration se succèdent :

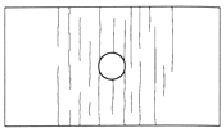
L'endommagement du stratifié est initié par fissuration longitudinale de la matrice dans les plis à 90° (cf. Fig. 2.5b).
Aux fronts de fissures dans les plis à 90°, des concentrations de contraintes apparaissent entre les plis à ±45° et à 0° amorçant un mécanisme de délaminage. Ce dernier s'accompagne également d'une fissuration longitudinale des plis à ±45° dont la propagation est limitée par la propagation des fissures dans les plis à 90° et l'amorce du délaminage (cf. Fig. 2.5c).

A charge croissante, la fissuration des plis à 90° et des plis à ±45° se poursuit. La concentration des contraintes au bord du trou initie une fissuration des plis à 0° (splitting) puis le délaminage des plis se généralise et contribue à une relaxation des contraintes dans les plis à 0°, lesquels supportent majoritairement la charge (cf. Fig. 2.5d). On observe alors la rupture des plis à 90°, puis celle des plis à ±45°, et enfin celle des plis à 0° conduisant finalement à la rupture du stratifié.

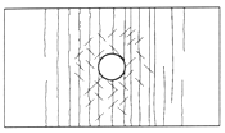
(a) Plaque trouée sollicitée en traction



(b) Fissuration des plis à 90°



(c) Fissuration des plis à ±45°



(d) Fissuration des plis à 0° et délaminage

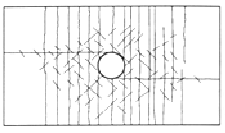


Fig. 2.5 – Représentation schématique des différentes phases d'endommagement dans un stratifié troué quasi-isotrope à plis UD $[0°/\pm45°/90°]_s$ [BER05]

2.1.2. Mécanismes d'endommagement des stratifiés à plis tissés

Outre les propriétés intrinsèques des fibres et de la matrice, les mécanismes de défaillance des composites renforcés par des textiles dépendent du type de textile (tissé : woven - tressé : braided - cousu : stitched) et du dessin d'armure (toile : plain weave – sergé : twill – satin). Une des spécificités des stratifiés à renfort textile réside dans leur comportement

contrainte/déformation non-linéaire lors d'une sollicitation normale au plan du stratifié. Pour des sollicitations dans le plan et selon l'axe des fibres (direction chaîne ou trame), la faible non linéarité provient de la fissuration de la matrice précédant la rupture. A une échelle macroscopique, les stratifiés à plis tissés peuvent être considérés comme des matériaux orthotropes quasi-homogènes dont les directions principales d'orthotropie sont les directions chaîne, trame et orientée selon l'épaisseur. En général, le comportement élastique est caractérisé par 9 constantes élastiques (E_1, E_2, E_3, G_{12}, G_{13}, G_{23}, ν_{12}, ν_{13}, ν_{23}) tandis que le comportement à rupture est déterminé par 9 résistances ultimes (T_1, T_2, C_1, C_2 : traction et compression dans la direction chaîne et trame – S_{12} : cisaillement plan – T_3, C_3 : traction et compression dans la direction orientée selon l'épaisseur - S_{13}, S_{23} : cisaillements transverses).

Daniel et al. [DAN08] ont comparé les réponses de stratifiés à plis tissés ou à plis UD pour des sollicitations en traction, compression et cisaillement. Les matériaux testés possèdent la même résine époxy mais présentent des renforts différents : tissu de fibres de carbone AS4 de type satin 5 équilibré dans les directions chaîne et trame (renfort identique à celui étudié dans nos travaux) ou fibres de carbone AS4 unidirectionnelles.

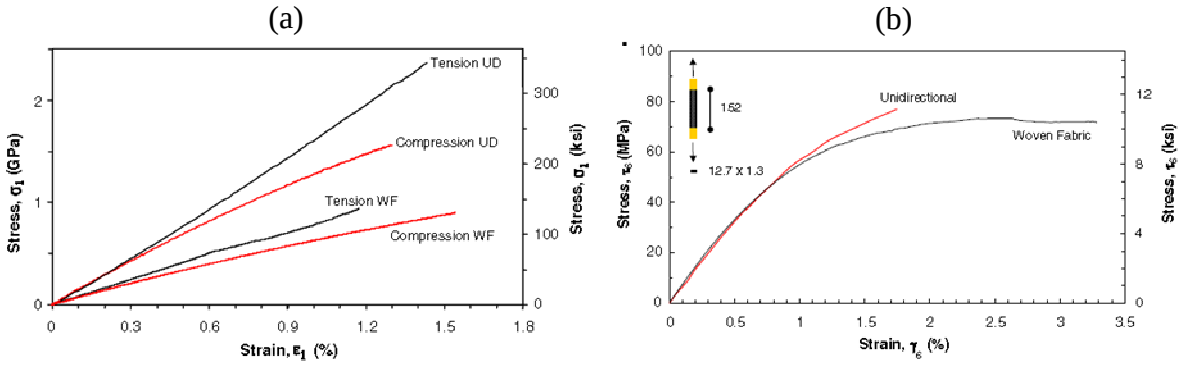


Fig. 2.6 – Courbes contrainte-déformation de stratifiés carbone/époxy à plis UD ou à plis tissés [DAN08] : (a) Traction/compression – (b) Cisaillement plan

La séquence d'empilement des stratifiés à plis tissés est $[0]_4$ (les plis pré-imprégnés sont collés dos à dos pour garantir la symétrie et éviter le gauchissement), drapage identique à celui des stratifiés à plis UD. En traction et en compression (cf. Fig. 2.6a), la rigidité et la résistance des stratifiés à plis tissés sont inférieures de moitié à celles des stratifiés à plis UD. En effet, un stratifié à plis tissés $[0]_4$ se comporte approximativement comme un stratifié à plis UD croisés de drapage $[0/90]_s$. En cisaillement plan (traction à +/- 45° de la direction des fibres), les réponses élastiques sont confondues et l'écoulement plastique se produit pour la même contrainte. Cependant, les stratifiés tissés démontrent un comportement ductile plus marqué que les stratifiés UD, ce qui se traduit par une déformation à rupture deux fois plus importante (3%). Ces comportements différents pour une configuration d'essai équivalente impliquent des mécanismes spécifiques aux stratifiés à plis tissés qui vont être présentés maintenant.

Dans les composites à plis tissés, le renfort tissu est composé de torons entrecroisés. Les tissus offrent une bonne stabilité dimensionnelle dans les directions trame et chaîne mais souffrent d'une faible rigidité en cisaillement dans le plan. Comparativement aux stratifiés à plis UD et pour les raisons évoquées précédemment, ils sont plus résistants au splitting (fissuration longitudinale) et au délaminage. La résistance du matériau dans la direction transverse est sans commune mesure car le pli tissé possède des fibres dans cette direction (sens trame) d'où une meilleure résistance au splitting. Par ailleurs, la structure non planaire des stratifiés à plis tissés est caractérisée par un faible coefficient de Poisson limitant la

striction et leur conférant une résistance à l'endommagement par délaminage supérieure. En effet, la propagation d'une fissure de délaminage est ralentie en raison du caractère hétérogène de l'interplis (zones riches en matrice ou en tissu).

Ainsi et contrairement aux stratifiés à plis UD**,** les stratifiés à plis tissés sont caractérisés par trois mécanismes principaux d'endommagement : les fissures transverses, les fissures longitudinales et les ruptures de fibres [BAR05].

Les **fissures transverses** apparaissent de manière assez homogène, parallèlement à l'axe des fibres et dans l'épaisseur des torons de chaîne et de trame (cf. Fig. 2.7). Elles sont initiées par des décohésions fibres/matrice.

Les **fissures longitudinales** se développent dans le plan du tissu et parallèlement à l'axe des fibres (cf. Fig. 2.7). Les fissures longitudinales présentes dans les tissus sont beaucoup plus localisées que les fissures transverses. Elles existent aussi bien entre les torons d'orientations différentes (fissuration inter-toron) qu'entre ceux de même orientation (fissuration intra-toron). Elles suivent l'ondulation quand elles y sont confrontées [BON05]. Ce phénomène est à rapprocher du délaminage qui apparaît couramment dans les stratifiés à plis UD en pointe de fissures transverses ou près des bords. Grâce aux deux réseaux de fibres, le comportement du stratifié dans les directions chaîne et trame peut être assimilé à un comportement élastique-fragile. D'autre part, contrairement aux plis UD, la présence de fibres en direction transverse permet de supporter la charge et évite l'ouverture des fissures transverses, qui ne sont sollicitées qu'en cisaillement.

La **rupture des fibres** orientées selon l'axe de sollicitation est le stade d'endommagement ultime des stratifiés à plis tissés. Il résulte de la généralisation des fissurations transverses et longitudinales. Les fibres rompues sont alors arrachées de la matrice (phénomène de pull-out).

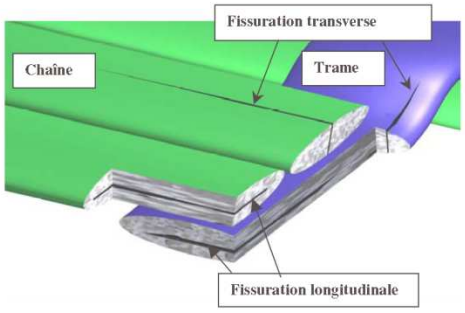


Fig. 2.7 – Représentation schématique des principaux mécanismes de fissuration intralaminaire dans un pli tissé [BON05]

Karayaka et al. [KAR94] ont étudié les mécanismes d'endommagement de stratifiés carbone/époxy (IM7/8551-7A) à plis tissés en réalisant des essais monotones de traction, de compression et de flexion (3 points et 4 points). Le renfort utilisé est un tissu satin de 5 et les stratifiés présentent des séquences d'empilement à plis croisés [±45] et [0/90]. Une observation microscopique des éprouvettes après rupture a permis de préciser les modes de rupture pour différentes sollicitations. Selon le drapage du stratifié, ces modes sont souvent pilotés par des micros et macro-mécanismes de rupture concurrents.

Le comportement des stratifiés [±45] sollicités en traction (chargement hors-axes) est gouverné par la matrice. Des microfissures s'initient dans la matrice et se propagent le long des fibres dans les sens chaîne et trame. Cette microfissuration est à l'origine d'une amorce de délaminage sur les bords libres de l'éprouvette. A un stade avancé de la microfissuration de la matrice, le délaminage se propage sous la forme de bandes localisées le long des fibres qui

finissent par rompre (cf. Fig. 2.8a). L'accumulation de ces dommages et la perte de rigidité associée justifient le comportement non-linéaire illustré par la figure suivante (cf. Fig. 2.8a). Le comportement des stratifiés [0/90] sollicités en traction est gouverné par les fibres d'où une rupture de type catastrophique et une réponse contrainte-déformation de type élastique-fragile (cf. Fig. 2.8b). Il est caractérisé par les mécanismes de rupture décrits précédemment : fissuration transverse, longitudinale, rupture des fibres. La surface de rupture en peigne met en évidence ces mécanismes (cf. Fig. 2.9a).

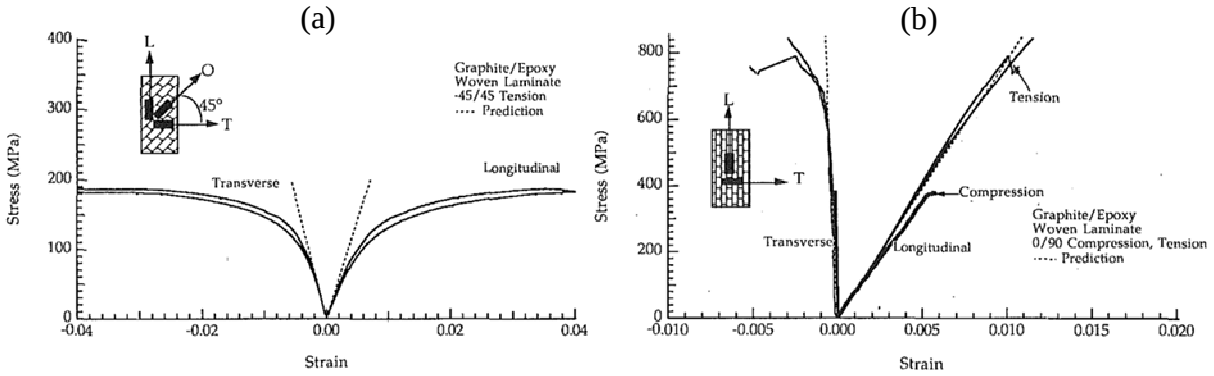


Fig. 2.8 – Réponse contrainte-déformation d'un stratifié carbone/époxy à plis tissés sollicité en traction [KAR94] : (a) [±45] – (b) [0/90]

Pour une sollicitation en compression des stratifiés [±45], l'accumulation de l'endommagement de la matrice (fissuration transverse et longitudinale) est suivi par le micro-flambement des fibres sens trame dans la direction transverse. Ce flambement est facilité par le tressage des fibres trame sur les fibres chaîne qui présentent une orientation variable hors plan. Il s'ensuit un délaminage qui s'initie sur les bords libres et se propage sous la forme de bandes localisées le long des fibres (cf. Fig. 2.9c). La ruine du stratifié résulte finalement de la rupture des fibres par flambement. Pour les stratifiés [0/90], les surfaces de rupture dans les plis à 0° et à 90° diffèrent et indiquent que plusieurs micro-mécanismes d'endommagement aboutissent à la rupture par cisaillement transverse du stratifié. Pour les fibres à 90°, les microfissures dans la matrice se propagent sans causer la rupture de ces fibres, d'où une surface de rupture lisse. Pour les fibres à 0°, l'endommagement est généré par le micro-flambement des fibres hors plan, suivi de multiples ruptures, d'où une surface de rupture rugueuse (cf. Fig. 2.9c).

Pour une sollicitation en flexion, les mécanismes d'endommagement diffèrent également. Pour les stratifiés [±45], il y a compétition entre les mécanismes de ruine par cisaillement, traction (surface inférieure) et compression (surface supérieure). Les contraintes dans les plis externes sont les plus importantes et l'endommagement s'initie selon les mécanismes spécifiques à la traction et à la compression tandis que les plis internes supportent les contraintes de cisaillement interlaminaire sans subir d'endommagement. Dans les plis externes, la fissuration transverse et longitudinale de la matrice se généralise et aboutit à la rupture des fibres en traction (surface inférieure) et en flambement (surface supérieure) causant la ruine du stratifié (cf. Fig. 2.9b). Pour les stratifiés [0/90], la résistance du stratifié en flexion étant supérieure à celle en compression et inférieure à celle en traction, la surface supérieure va s'endommager selon les mécanismes propres à la ruine en compression. Dans le même temps, la fissuration transverse de la matrice le long des fibres à 90° va induire des concentrations de contraintes au front de fissures et générer l'apparition de fissures interlaminaires qui vont se généraliser et aboutir à la ruine par cisaillement interlaminaire du stratifié (cf. Fig. 2.9b).

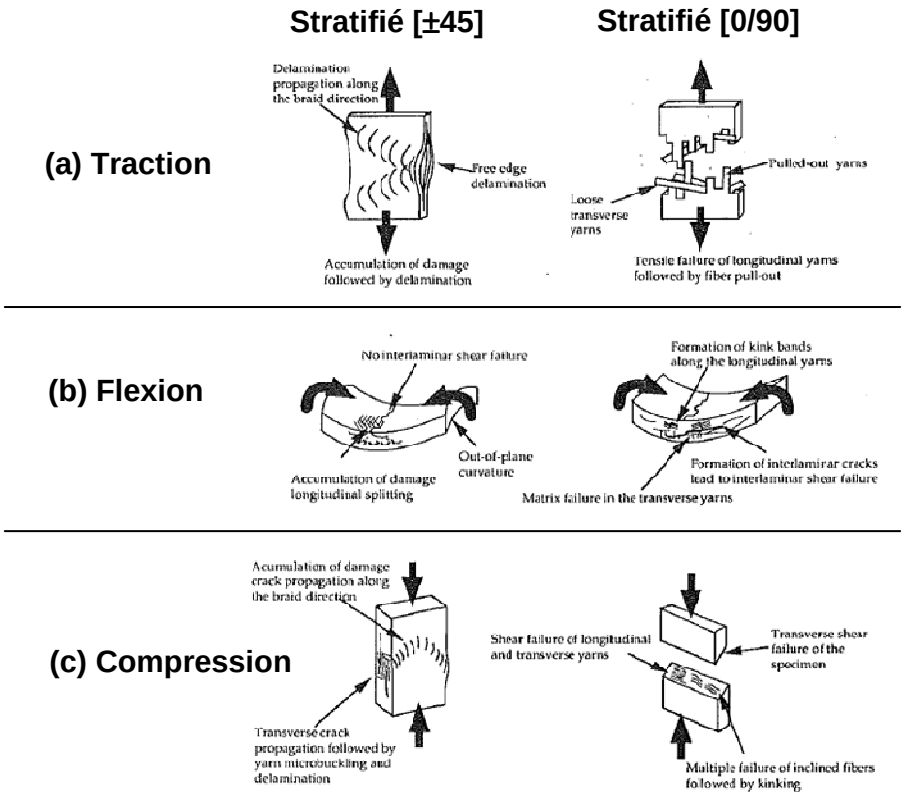


Fig. 2.9 – Représentation schématique des principaux mécanismes de ruine de stratifiés carbone/époxy à plis tissés : (a) Traction – (b) Flexion – (c) Compression [KAR94]

Lagace [LAG86] a réalisé une étude comparative du comportement de stratifiés troués graphite/époxy différenciés par le type de renforts (UD ou tissu) et présentant une séquence d'empilement équivalente. Il s'avère ainsi que les deux types de renforts possèdent une sensibilité au trou similaire. De plus, les critères de rupture généralement utilisés pour les stratifiés à plis UD peuvent également s'appliquer aux stratifiés à plis tissés.

Soriano et Almeida [SOR99] ont étudié plus spécifiquement la sensibilité au trou de stratifiés tissés carbone/époxy. L'influence du nombre de plis à ±45° sur la sensibilité au trou a été examinée au moyen de six séquences d'empilement : de $[0]_5$ à $[45]_5$ avec un nombre croissant de plis à ±45°. Le renfort utilisé est un tissu satin de 8. Les stratifiés troués possédant une majorité de plis à 0° sont caractérisés par une ruine de type catastrophique (aucun signe d'endommagement préalable à la rupture) avec une surface de rupture transverse à la direction de sollicitation en traction (alignée avec les fibres à 0°) comme le montre la Figure suivante (cf. Fig. 2.10a).

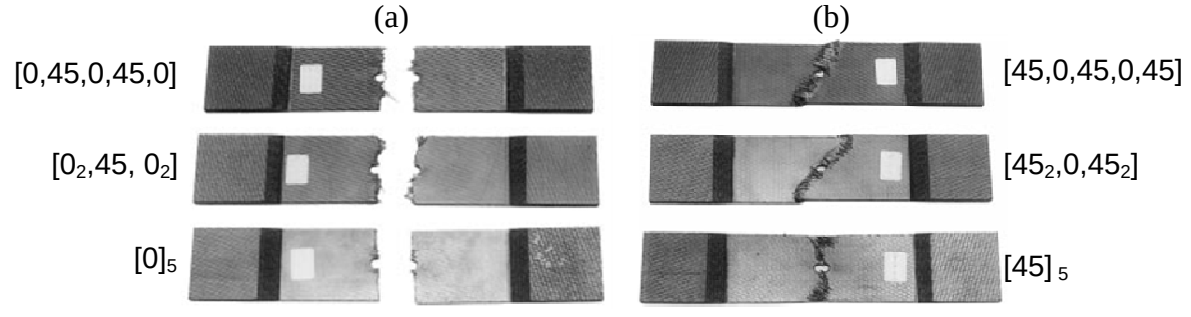


Fig. 2.10 – Différents modes de rupture observés dans des stratifiés troués : (a) Majorité de plis à 0° - (b) Majorité de plis à ±45° [SOR99]

Les stratifiés troués possédant une majorité de plis à ±45° sont quant à eux caractérisés par des modes d'endommagements successifs. Pour les stratifiés présentant à leur surface des plis à ±45° en liaison avec des plis à 0° (Séquences $[45_2,0,45_2]$ et [45,0,45,0,45]), l'endommagement s'initie aux bords droit et gauche du trou en raison de la concentration des contraintes autour du trou. On observe ainsi la fissuration longitudinale des plis à 45° qui est suivie de la fissuration longitudinale des plis à 0°. La concentration des contraintes aux fronts de fissures induit un délaminage des plis ce qui permet la relaxation des contraintes dans les plis à 0°. Il en résulte une rupture progressive des fibres à 45° à partir du bord du trou suivie par celle des fibres à 0° en s'éloignant du trou. On peut ainsi observer une surface de rupture orientée à 45° par rapport à la direction de sollicitation (cf. Fig. 2.10b). On constate donc que les mécanismes d'endommagement des stratifiés troués à plis tissés sont similaires à ceux rapportés dans le cas des stratifiés troués à plis UD. Pour le stratifié $[45]_5$, l'endommagement s'initie également aux bords droit et gauche du trou en raison de la concentration des contraintes autour du trou. On observe la fissuration longitudinale des plis à ±45°. Les fibres à ±45° tendent alors à s'orienter selon la direction de sollicitation ce qui induit un décollement des plis adjacents. Il en résulte une rupture progressive des fibres à droite et à gauche de ce dernier, et qui débute au bord du trou d'où une zone d'endommagement en forme de triangle (cf. Fig. 2.10b).

Enfin, pour conclure sur cette étude comparative des stratifiés à plis UD ou à plis tissés, il est intéressant de citer les travaux de Diao et al. [DIA97b] qui ont étudié l'influence du type de renfort (tissu ou nappes d'UD) sur le comportement statique et en fatigue pour des stratifiés carbone/PEEK. Afin de caractériser le comportement en fatigue pour une sollicitation cyclique de type traction-traction, différentes séquences d'empilement ont été envisagées : $[0]_{16}$, $[90]_{16}$ et $[0_2/90_2]_{2s}$. Il ressort principalement de ces travaux que le comportement en fatigue des composites PEEK à tissu de carbone est beaucoup plus sensible que celui des composites PEEK à renfort UD du fait notamment de l'alignement imparfait des paquets de fibres dans les tissus. La rupture semble s'initier préférentiellement dans les zones où les fibres tissées se chevauchent et donnent lieu à une concentration des contraintes. Ainsi, la rupture des fibres longitudinales est le principal mode de rupture macroscopique constaté pour les tissus. Pour les stratifiés PEEK à renfort UD, l'endommagement par "splitting" (décohésion fibres/matrice dans le sens longitudinal) est le mécanisme majeur d'endommagement sous sollicitation cyclique.

Dans la perspective de la comparaison du comportement des stratifiés tissés à matrice TD ou TP, Billaut et McGarry [BIL94] ont étudié le comportement statique et en fatigue de stratifiés à plis tissés troués graphite/PEEK pour des séquences quasi-isotropes $[0/\pm45/90]_S$ et plis croisés $[0/90]_{2S}$. La caractérisation statique des stratifiés troués renforcés par un tissu satin de 5 révèle très peu d'endommagement et aucune rupture des fibres avant la ruine du stratifié. Par contre, pour une sollicitation cyclique à un niveau de 55% de la résistance en compression statique, une zone d'endommagement (par rupture des fibres) étendue se développe. L'explication réside notamment dans la décohésion fibres/matrice ainsi que le dédoublement ("splitting") lors de la fatigue. La séquence $[0/\pm45/90]_S$ démontre une faible variation de la résistance résiduelle en traction lorsque la zone d'endommagement en fatigue augmente (jusqu'à 15% de la section nette autour du trou), alors que la séquence $[0/90]_{2S}$ est caractérisée par une augmentation de 30% de la résistance résiduelle en traction (jusqu'à 40% de la section nette autour du trou). A partir de ces valeurs, la résistance résiduelle en traction commence à diminuer.

2.2. Bibliographie comparative du comportement des stratifiés TD et TP

2.2.1. Essais de traction

Lafarie-Frenot et Touchard [LAF94] ont examiné le comportement en cisaillement plan de composites UD à fibres de carbone et à matrice TD (Epoxy) ou TP(PEEK). Des essais de traction réalisés sur des stratifiés $[\pm 45]_{2S}$ montrent que l'orientation des fibres dans chaque pli est fortement modifiée lors de la sollicitation en raison du comportement plastique de la résine TP. Ces déformations irréversibles induisent des contraintes résiduelles importantes dans les plis du stratifié lors d'une décharge. Les deux types de matériaux testés démontrent un comportement en cisaillement plan identique au début du chargement : rotation très faible des fibres dans chaque pli, de petites et rares fissures dans la matrice, une diminution significative de la rigidité en cisaillement associée au développement de grandes déformations plastiques dans le sens longitudinal et transverse (cf. Fig. 2.11). Lorsque les fissures croissent dans la matrice, le comportement des deux matériaux diffère : l'observation des bords des éprouvettes révèle de nombreuses fissures dans la matrice et un délaminage important pour le C/époxy. La rupture précoce de ce matériau résulte principalement d'une résistance au cisaillement plus faible de la matrice TD. Pour le C/PEEK, l'endommagement plus tardif par délaminage autorise une déformation plastique de la résine bien plus importante notamment dans la direction transverse.

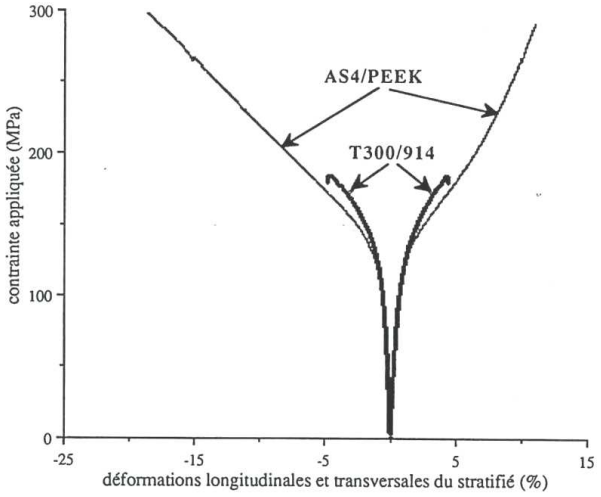


Fig. 2.11 – Essais de cisaillement plan sur des stratifiés $[\pm 45]_{2S}$ C/PEEK et C/époxy [LAF94]

Oya et Hamada [OYA97] ont comparé les propriétés mécaniques et les mécanismes de rupture de stratifiés UD à matrice thermoplastique (Nylon et PPS) renforcée par des fibres de carbone (AT-400). Au-delà de la comparaison avec des résines époxy, ces deux résines TP possèdent des propriétés mécaniques différentes en traction (cf. Tab. 2.1) et diffèrent notamment par un comportement beaucoup plus ductile de la résine nylon (Déformation à rupture de 57,4% contre 1,6%).

Resin	Tensile strength (MPa)	Strain-to-failure (%)	Tensile modulus (GPa)
Nylon6	59.0	57.4	1.8
PPS	65.7	1.6	3.8
#3601	60.8	2.0	3.8
#3631	90.0	4.7	3.3

Tab. 2.1 – Propriétés en traction de différentes résines

Pour des composites TP renforcés par des fibres de carbone, en raison d'une meilleure compatibilité des fibres de carbone avec la résine nylon, l'interface fibre/matrice présente une meilleure adhésion. Il en résulte des propriétés et des mécanismes d'endommagement différents lors de sollicitations en traction ou compression. Après réalisation d'essais de traction, des observations au MEB des surfaces de rupture ont révélé que l'endommagement est initié par une rupture des fibres suivie d'une fissuration transverse de la matrice donnant un faciès de rupture en escalier ou droit (pour les stratifiés C/nylon) ; ou d'une décohésion d'interface fibre/matrice donnant un faciès de rupture en peigne (pour les stratifiés C/PPS). Ces modes d'endommagement sont liés à la qualité de l'interface fibre/matrice de chaque matériau (cf. Fig. 2.13a). Pour les deux matériaux, la réponse contrainte-déformation axiale est de type élastique fragile et correspond au comportement en traction du renfort fibreux (cf. Fig. 2.12a).

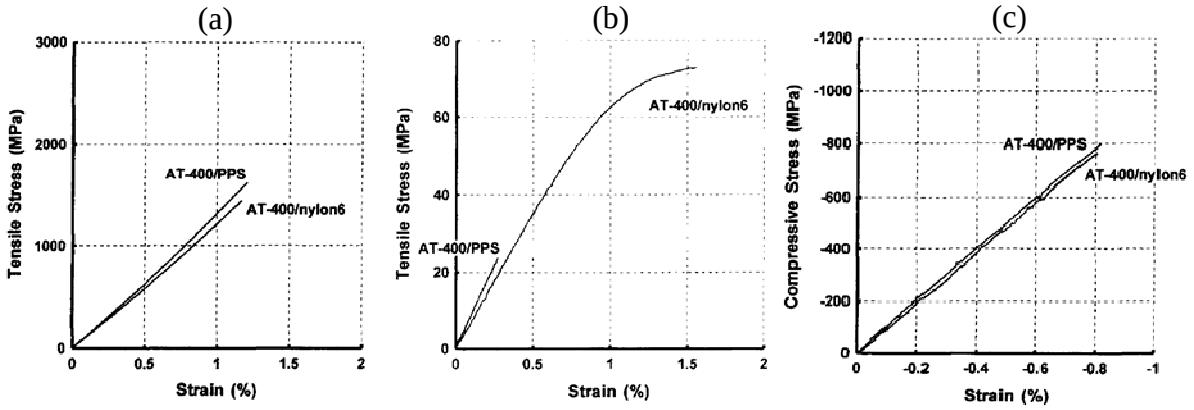


Fig. 2.12 – Réponses mécaniques de composites à matrice TP renforcée par des fibres de carbone [OYA97] : (a) Traction longitudinale - (b) Traction transverse - (c) Compression

Pour une sollicitation dans la direction transverse aux fibres, les réponses contrainte-déformation axiale sont très différentes avec un comportement élastique-fragile (C/PPS) ou élastique-plastique (C/nylon) et une résistance 3,5 fois plus élevée pour ce dernier matériau (cf. Fig. 2.12b). L'observation au MEB des faciès de rupture indiquent là-encore une fissuration transverse de la résine nylon tandis que des fibres déchaussées prouvent la décohésion interfaciale. Lors d'une sollicitation en compression, les réponses contrainte-déformation axiale sont quasi identiques pour les deux matériaux (cf. Fig. 2.12c). Les observations au MEB des faciès de rupture révèlent une rupture par cisaillement de la matrice pour les stratifiés C/nylon. En raison de la nature ductile de la résine nylon et d'une interface fibre/matrice forte, la déformation plastique de la résine induit un micro-flambement des fibres qui se traduit par la première rupture de fibres. La fissure initiée dans les fibres se propage dans la matrice via la « forte » interface dans le prolongement de la direction de la première fissure, et aboutit finalement à la ruine par cisaillement de la matrice (cf. Fig. 2.13b). Dans les composites C/PPS, c'est la faible adhésion à l'interface fibre/matrice qui induit un micro-flambement des fibres qui se traduit également par la première rupture de fibres. La

fissure se propage ensuite le long de l'interface et fait ensuite la jonction avec les fissures le long des interfaces attenantes par fissuration en cisaillement de la matrice. On observe alors finalement un faciès de rupture en escalier (cf. Fig. 2.13b). Les résultats de cette étude sont intéressants dans la mesure où ils permettent de différencier les modes d'endommagement en traction et en compression selon la nature ductile de la résine et la qualité de l'interface fibre/matrice.

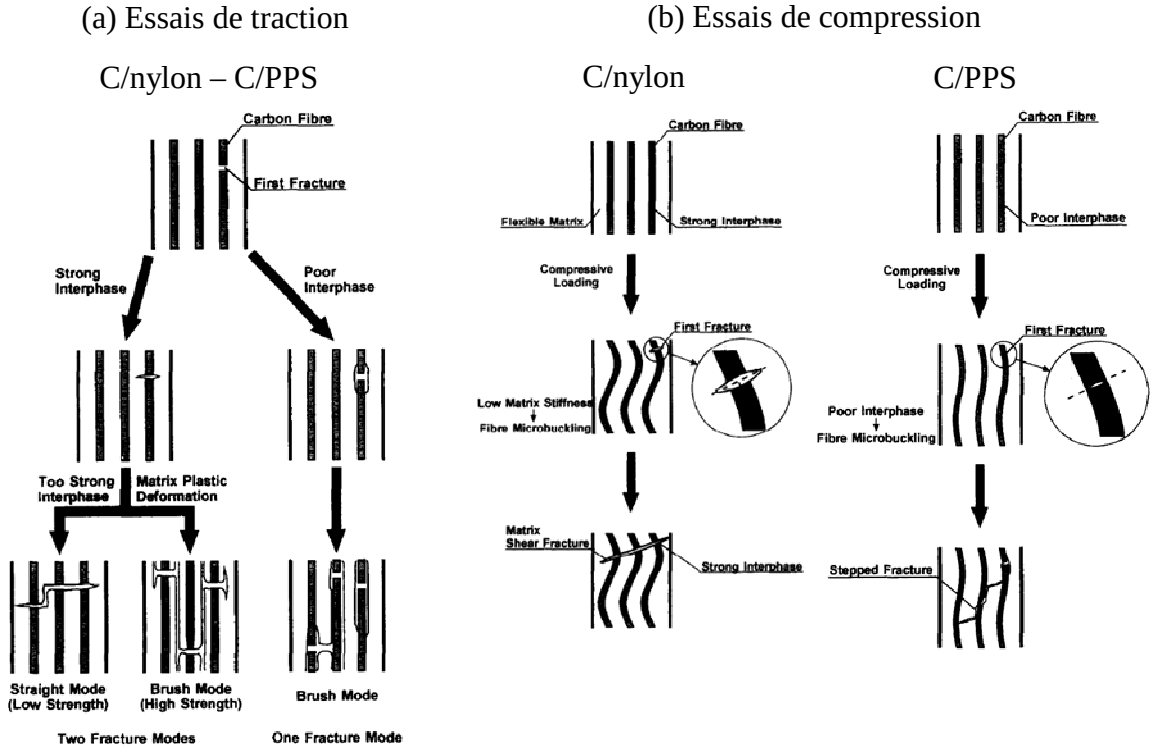


Fig. 2.13 – Représentation schématique comparative des mécanismes d'endommagement de composites à matrice TP renforcée par des fibres de carbone [OYA97] : (a) Traction – (b) Compression

Lachaud et Michel [LAC97] ont proposé une étude expérimentale permettant de comparer l'évolution de l'endommagement de matériau composite carbone à matrice thermodurcissable (T300/914) et thermoplastique (AS4/PEEK) à iso-stratification : $[0]_8$, $[90]_8$, $[45]_8$, $[\pm 45]_{2s}$ et $[\pm 67.5]_{2s}$. Leur étude expérimentale fait apparaître une différence importante de comportement entre les deux matériaux. En effet, la perte de rigidité en traction transverse et en cisaillement est bien plus faible pour le C/PEEK en raison de la grande ductilité de la résine PEEK qui retarde l'initiation de l'endommagement (cf. Fig. 2.14a). L'évolution de l'endommagement est suivie par émission acoustique. En raison du comportement très ductile de la résine PEEK, les déformations peuvent atteindre 20%, c'est pourquoi une description eulérienne du problème (hypothèse des petites perturbations) n'est plus valable (cf. Fig. 2.14b). Une approche Lagrangienne a donc été utilisée et un modèle formulé en grands déplacements a permis de modéliser simplement l'évolution de l'endommagement pour des déformations très importantes.

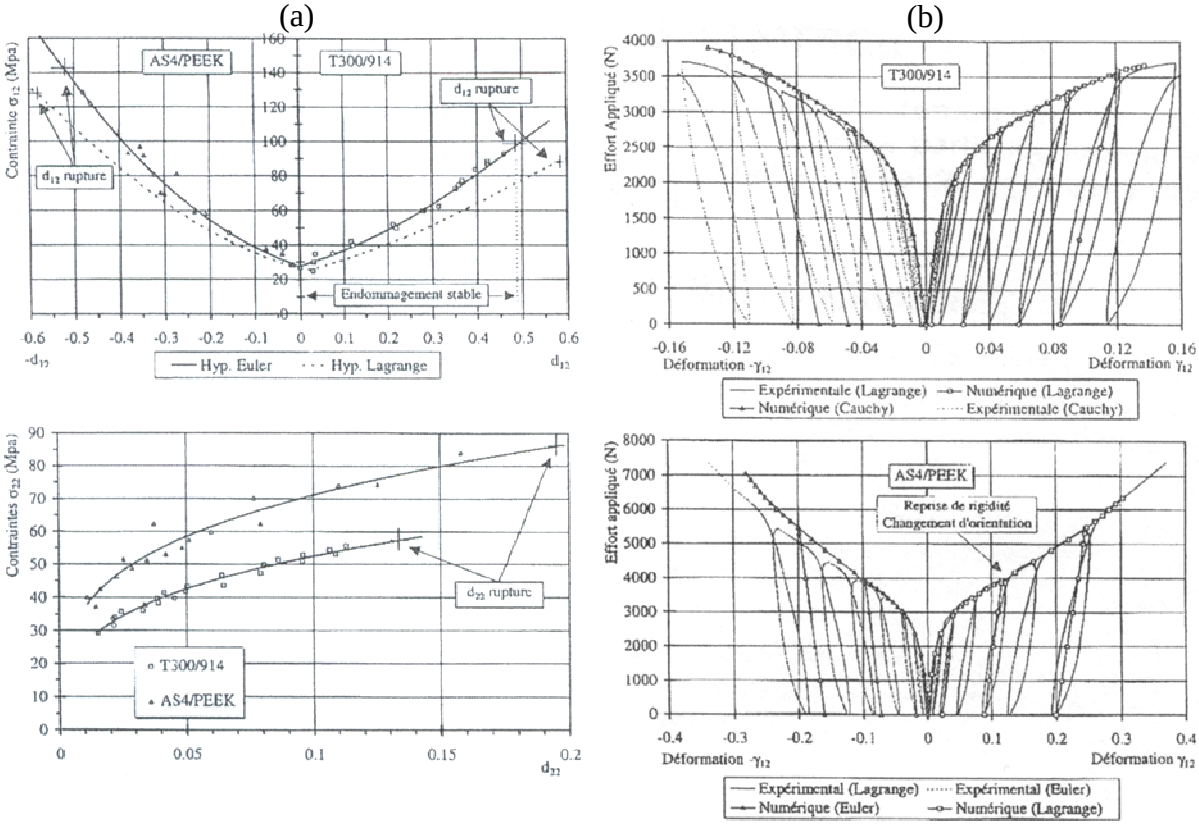


Fig. 2.14 – Comparaison du comportement de composites C/PEEK et C/epoxy [LAC97] :
(a) Evolution de l'endommagement d_{12} et d_{22}
(b) Réponses en traction pour un drapage $[\pm 45]_{2s}$

2.2.2. Essais de compression après impact

Les études comparatives sur les composites à matrice TP PEEK ou à matrice TD époxy ont débuté dans les années 80 avec Bishop [BIS85]. A partir de stratifiés carbone/PEEK à plis UD [0,±45], les propriétés mécaniques et le comportement à l'impact ont été étudiés puis comparés à des stratifiés carbone/époxy équivalents. Les composites à matrice PEEK se distinguent ainsi par une résistance en cisaillement plus élevée et un module de cisaillement plus faible. En comparaison avec les composites à matrice TD, les stratifiés carbone/PEEK s'avèrent plus sensibles à la présence d'un trou en traction. Bien que présentant une résistance en compression plus faible, la résistance en compression résiduelle après impact est significativement plus importante en raison notamment d'un délaminage beaucoup plus limité.

L'essai de compression après impact est couramment utilisé en aéronautique du fait de la sensibilité des stratifiés aux chocs. Un choc peut engendrer des délaminages dans l'épaisseur du stratifié et affecter sa tenue en compression. Ces essais se font à faible vitesse (3-8 $m.s^{-1}$) et à bas niveau d'énergie (<100J). Ces essais ont été réalisés plus tard par Spamer et Brink [SPA88] sur des stratifiés tissés et UD (carbone/PPS et carbone/époxy) et des stratifiés UD carbone/PEEK (APC-2). Logiquement, pour chaque système fibres/résine considéré, la résistance en compression après impact diminue quand l'énergie d'impact augmente (cf. Fig. 2.15).

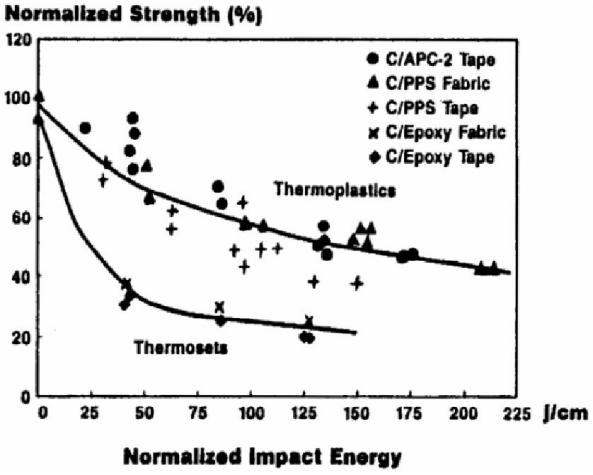


Fig. 2.15 – Influence de l'énergie d'impact sur la résistance du matériau [SPA88]

Cette étude généralise aux cas des composites à matrice TP hautes performances (PEEK et PPS) les conclusions faites par Bishop sur leur tenue en compression après impact. Ainsi, les composites à matrice TD sont plus sensibles aux dommages que les composites à matrice TP. Des observations au MEB ont permis d'observer les régions impactées des différents matériaux. Pour les stratifiés à plis tissés ou UD en carbone/PPS, elles révèlent que l'impact a induit un délaminage très important, une fissuration intra-plis et une faible adhésion fibre/matrice. Pour les stratifiés à plis UD en carbone/PEEK, la zone impactée est caractérisée par un délaminage et une fissuration intra-plis bien plus limités ainsi qu'une excellente adhésion fibre/matrice. La décohésion fibre/matrice pour les composites C/PPS traduit une incompatibilité entre la fibre de carbone et la résine PPS. Cependant, tout comme pour les composites carbone/époxy par le passé, cet inconvénient peut être largement surmonté par des traitements de la surface des fibres (ensimage) ou l'utilisation d'agents de couplage. D'autre part, les essais de compression en fatigue après impact montrent que la résistance résiduelle en fatigue des stratifiés tissés (C/PPS ou C/Epoxy) est plus élevée que celle des stratifiés UD (C/PPS ou C/Epoxy). Cependant, les composites à matrice TP possèdent une durée de vie en fatigue plus limitée que celle des stratifiés à matrice TD époxy.

2.2.3. Essais de traction trouée

Dans la continuité des travaux de Bishop, Dorey et al. [DOR85] ont évalué les propriétés mécaniques de stratifiés UD C/PEEK et C/Epoxy pour diverses sollicitations et avec différents drapages ([0,90], [±45] et [±45,0]). Les séquences d'empilement pour lesquelles le comportement du stratifié est gouverné par les propriétés des fibres mettent en évidence une réponse similaire en traction pour un renfort et une fraction volumique de fibres identiques. En raison d'une nature beaucoup plus tenace de la résine PEEK par rapport à la résine époxy, des observations au microscope ont indiqué une fissuration plus limitée de la matrice et un flambement des fibres conséquent à une décohésion fibre/matrice plus marquée. Il en résulte une résistance en cisaillement plus élevée mais une résistance à la traction trouée plus faible. La rigidité et la limite d'élasticité plus faibles de la résine PEEK se traduisent par une résistance en compression plus faible. Cependant, la résine PEEK absorbe peu d'humidité qui a peu d'influence sur les propriétés mécaniques à 120°C.

[CAR89b] ont comparé la sensibilité à l'entaille de stratifiés, à matrice TD (époxy) et TP (PEEK) renforcées par des fibres de graphite, chargés en traction. Divers types d'entailles ont

été envisagées : entaille centrale ("centre-notched"), entaille double sur les bords ("double-edge notched") et trou non habité ("open-hole"). La résistance des stratifiés entaillés a été analysée par un modèle à zone d'endommagement, où le dommage autour de l'entaille est représenté par une fissure équivalente avec une force de fermeture agissant sur les surfaces de la fissure. Ce modèle représente efficacement l'évolution de la résistance pour les stratifiés graphite/époxy mais diverge beaucoup plus pour les stratifiés graphite/PEEK. Les stratifiés à plis orientés ont mis en évidence une sensibilité plus importante à l'entaille que les stratifiés graphite/époxy correspondants, probablement en raison d'un relâchement moindre des contraintes lors de l'accumulation du dommage autour de l'entaille, lié au comportement ductile de la matrice.

Cottenot [COT91] a proposé une analyse en parallèle des caractéristiques mécaniques de deux composites UD constitués des mêmes fibres de carbone (AS4) associées respectivement à une matrice TD amorphe (Epoxy 5208) ou à une matrice TP semi-cristalline (PEEK). Cette étude met en évidence les raisons pour lesquelles les avantages spécifiques de la résine thermoplastique (existence d'une phase cristalline, insensibilité à la fissuration, ductilité) par rapport à une résine TD ne se traduisent que partiellement pour le matériau composite : problème d'imprégnation - apparition d'une légère texture cristalline au voisinage des fibres laquelle constitue une nouvelle interface résine/résine au comportement fragile - fragilité en traction transverse malgré la nature ductile de la résine. Enfin, contrairement aux mécanismes de plastification de certains métaux qui sont favorables à la tenue mécanique des structures trouées, le comportement plastique marqué de la résine PEEK ne permet pas d'observer une redistribution efficace des contraintes par accommodation plastique autour du trou en raison notamment de la présence des fibres qui empêchent la déformation plastique. C'est pourquoi, pour un stratifié à plis croisés $[(0/90)_2]_S$, l'abattement de la résistance liée au trou est plus important (53%) pour le C/PEEK que pour le C/époxy (10%).

Vautey et Favre [VAU90] se sont intéressés au transfert de la charge entre fibres et matrice dans des composites UD C/époxy (T300/914) et C/PEEK (AS4/APC-2) et plus particulièrement à la sensibilité au trou de ces stratifiés. Pour un drapage quasi-isotrope et comparativement aux travaux précédents, la différence d'abattement de la résistance liée au trou est moindre (48% pour le C/PEEK et 44% pour le C/époxy), révélant ainsi l'importance du drapage et donc de la contribution du comportement ductile de la résine à la réponse mécanique du stratifié. Pour chaque type de matériau, ces résultats confirment les mécanismes spécifiques de redistribution des contraintes autour du trou décrits précédemment.

Lagace et al. [LAG93] se sont intéressés à la réponse en traction à rupture de stratifiés troués graphite/époxy et graphite/PEEK. Les essais ont été réalisés sur trois séquences d'empilement ([±45/0/90], [45/0/-45/0/90] et [±45/0]) qui présentent respectivement une rigidité longitudinale faible, modérée et élevée conditionnée par le nombre de plis à 0°. Le système graphite/époxy a démontré un endommagement précoce et important de la matrice par rapport au système graphite/PEEK. Il en résulte, pour la séquence [±45/0/90] (rigidité longitudinale faible), une contrainte à rupture inférieure tandis que, pour la séquence [45/0/-45/0/90] (rigidité longitudinale élevée), la contrainte à rupture est supérieure. La raison se trouve à la fois dans le nombre de plis à 0°, lesquels supportent principalement la charge, mais également la redistribution de la charge générée par l'endommagement dans le voisinage du trou. Les résultats de ces travaux confirment ceux obtenus par Cottenot : la ténacité du stratifié est une propriété structurelle qui ne peut être directement corrélée à la ténacité de la matrice. Par contre, la ténacité de la matrice conditionne la progression du dommage dans le stratifié avec une configuration spécifique.

Touchard et al. [TOU96][LAF96] ont comparé les mécanismes de déformation plastique et d'endommagement dans des stratifiés quasi-isotropes $[0_2/45/0_2/-45/90_2]_S$ troués carbone/époxy et carbone/PEEK, sollicités en traction. L'endommagement a été étudié par radiographie rayons-X et par microscopie tandis que les déformations autour du trou ont été mesurées au moyen de jauges ou par une méthode optique (interférométrie speckle). Globalement, pour le stratifié carbone/époxy (T300/914), le développement extensif de dommages autour du trou permet au matériau d'accommoder efficacement la surcontrainte (cf. Fig. 2.16a). Pour les composites C/PEEK, la présence d'un endommagement très localisé autour du trou et l'adaptation des contraintes par déformation plastique ne favorisent pas une accommodation efficace des surcontraintes (cf. Fig. 2.16b), justifiant ainsi un abattement de la résistance lié à la présence du trou relativement important des stratifiés C/PEEK.

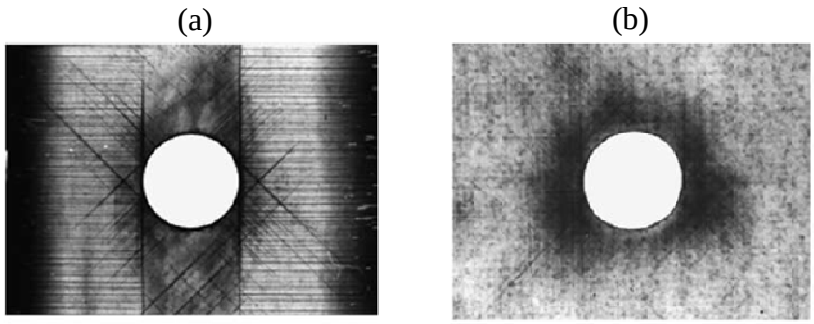


Fig. 2.16 – Radiographies rayons X de stratifiés troués à 95% de la contrainte à rupture [TOU96] : (a) Carbone/époxy – (b) Carbone/PEEK

Aymerich et Found [AYM00] ont réalisé une étude comparative du comportement en monotone et en fatigue de stratifiés troués quasi-isotropes de type carbone/PEEK et carbone/époxy. Lors d'une sollicitation monotone, pour les stratifiés non troués C/époxy, l'endommagement s'initie assez tôt, à environ 60% de la contrainte à rupture. Le facteur de trou, représentant l'abattement de la résistance lié à la présence du trou, est défini ici par le rapport entre la contrainte à rupture du stratifié sans trou et la contrainte à rupture du stratifié troué. Le rapport largeur/diamètre de trou utilisé est de 6,25. Plus ce rapport est petit (plus le diamètre du trou augmente), plus le gradient des contraintes autour du trou est important et donc plus l'abattement augmente. C/époxy et C/PEEK présentent ainsi le même facteur de trou (cf. Tab. 2.2). L'observation par radiographie rayons X des éprouvettes révèle des mécanismes d'endommagement très différents entre ces deux matériaux.

Material	Strength (MPa)	Ultimate strain	Initial stiffness (GPa)
Carbon/epoxy	689	0.0154	51.4
Carbon/PEEK	699	0.0132	53.2

Material	Strength (MPa)	Notch factor
Carbon/epoxy	409	1.68
Carbon/PEEK	417	1.68

Tab. 2.2 – Propriétés mécaniques statiques de stratifiés C/époxy et C/PEEK [AYM00]

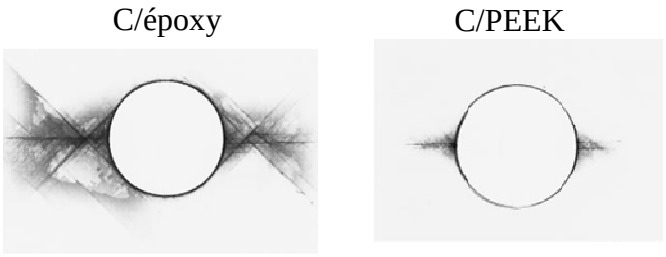


Fig. 2.17 – Radiographies rayons X de stratifiés C/époxy et C/PEEK [AYM00]

Pour les stratifiés C/époxy, l'endommagement est initié (à environ 70% de la contrainte à rupture) par une fissuration de la matrice dans les plis à 90° puis dans les plis à +/-45°. A l'approche de la rupture, celle-ci est suivie par un splitting longitudinal (lignes de décohésion) tangentiellement au trou puis un délaminage à l'interface entre les plis adjacents à +/- 45° et l'interface entre les plis -45°/0°. La fissuration de la matrice dans les plis à -45° conduit à la rupture des fibres à 0°, surcontraintes au bord du trou et qui supportent la charge, qui se traduit par la ruine soudaine du stratifié (cf. Fig. 2.17). Pour les stratifiés C/PEEK, l'endommagement débute tardivement (à 90% de la contrainte à rupture) par fissuration de la matrice autour du trou, dans les plis à 90° et à +/-45°, accompagnée par un délaminage limité initié par l'intersection des fissures dans les plis à +/-45°. Avec l'augmentation de la charge, les fibres à 0° commencent à casser au bord du trou et cette rupture des fibres se généralise progressivement dans la direction transverse vers les bords droits de l'éprouvette. Contrairement au stratifié C/époxy, aucune ligne de décohésion n'apparaît probablement en raison de la ductilité importante de la résine ainsi qu'à une bonne adhésion fibre/matrice (cf. Fig. 2.18). L'examen des faciès de rupture révèle un endommagement localisé dans la direction transverse au trou dans le stratifié C/TP. Pour le C/TD, le faciès indique un endommagement important de la matrice ainsi qu'un délaminage extensif.

Plus récemment, Lagattu et al. [LAG05] ont caractérisé expérimentalement l'accommodation de la surcontrainte dans des stratifiés troués à résine thermoplastique renforcée par des fibres de carbone. Cette démarche vise à améliorer la compréhension du comportement des stratifiés troués dans la perspective de la conception de structures assemblées. Trois types de matériaux (deux stratifiés de type carbone/époxy et un de type carbone/TP) ont été soumis à des trajets de charge-décharge en traction et en compression. Une technique de corrélation d'images a été utilisée pour évaluer le champ de déplacement global dans l'éprouvette et donc le champ des déformations. Parallèlement, la radiographie rayons X a permis de suivre l'évolution du dommage dans le voisinage du trou. La comparaison du champ des déformations et de l'endommagement a démontré que l'accommodation des surcontraintes est directement liée aux différents modes d'endommagement se développant autour du trou. Par ailleurs, les matériaux étudiés présentent un comportement similaire en compression avec peu d'endommagement mais très différent en traction. L'endommagement du stratifié troué carbone/TP en traction va entraîner la translation de la déformation maximale à une certaine distance du trou (cf. Fig. 2.18). Cette accommodation des surcontraintes est toutefois moins marquée pour les stratifiés troués carbone/TP par rapport aux carbone/époxy, la résistance en traction est par conséquent inférieure.

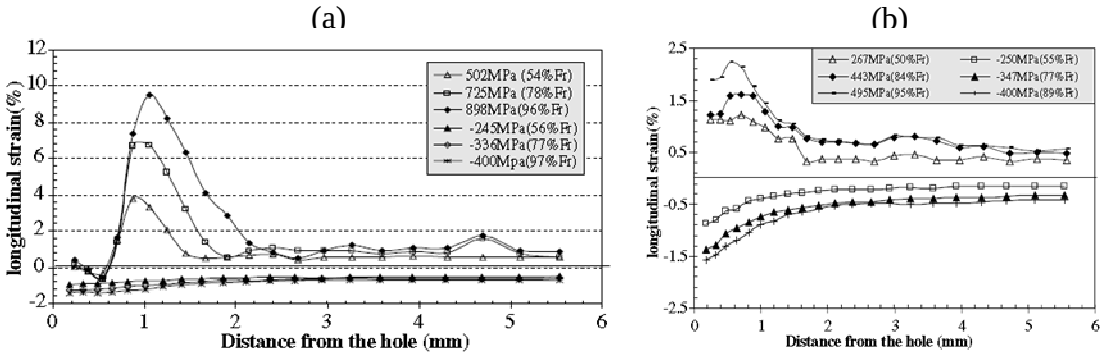


Fig. 2.18 – Déformation longitudinale en fonction de la distance au trou pour différents niveaux de sollicitation en traction et en compression :
(a) stratifié carbone/époxy – (b) stratifié carbone/TP [LAG05]

2.2.4. Essais de compression trouée

Guynn et al. [GUY89] ont observé les micromécanismes de défaillance en compression de stratifiés troués non-habités de type graphite/époxy et graphite/PEEK. Pour des trous de diamètres variables et selon la nature de la résine, les défaillances en compression dans les stratifiés troués sont souvent précédées d'une zone d'endommagement (flambage local et cisaillement des fibres par plissage) s'étendant avec une charge de compression croissante. L'endommagement, qui s'initie et se propage dans la largeur de l'éprouvette, dépend fortement du soutien latéral de la matrice. Ils ont constaté que l'approche utilisée pour modéliser l'évolution de la zone de dommage autour du trou en fonction de la charge (basée sur le modèle de zone plastique de Dugdale pour les métaux troués en traction) n'est pas exploitable pour prédire l'endommagement en compression de stratifiés troués à matrice ductile.

Lubowinski et al. [LUB90] ont proposé une étude expérimentale sur la sensibilité à la vitesse de chargement de la résistance en compression de stratifiés troués à renfort graphite. Six types de matrices (notamment époxy et PEEK) ayant un comportement de fragile à ductile ont été utilisés à 21°C et 104°C. A température ambiante, tous ces matériaux sont caractérisés par une diminution de la résistance à rupture pour une vitesse de chargement décroissante. Pour les stratifiés AS4/PEEK, la sensibilité à la vitesse de chargement diminue avec l'augmentation du nombre de plis ou du diamètre du trou. La défaillance d'éprouvettes à matrice fragile s'accompagne d'un délaminage important tandis que la rupture de matériaux ductiles s'effectue par cisaillement des fibres par flambement et peu de délaminage. A haute température, l'endommagement par délaminage s'atténue.

Dans la perspective d'applications aéronautiques, Vautey [VAU93] a dressé un bilan du compromis mécanique réalisé par un composite à matrice ductile et à interface fibre/matrice forte (C/PEEK : AS4/APC-2) comparativement à des composites « classiques » à matrice fragile présentant une adhésion interfaciale plus faible (C/époxy : T300/914 en particulier). Dans l'optique de la certification, trois propriétés mécaniques principales ont été comparée pour ces deux matériaux, à 20°C et à l'état neuf, en termes de gain de masse à iso-flux de rupture considérant le composite C/époxy comme le matériau de référence (cf. Fig. 2.19) : traction trouée, compression trouée et compression après impact. On peut également observer l'influence du taux de cristallinité sur les propriétés mécaniques du composite à matrice PEEK semi-cristalline.

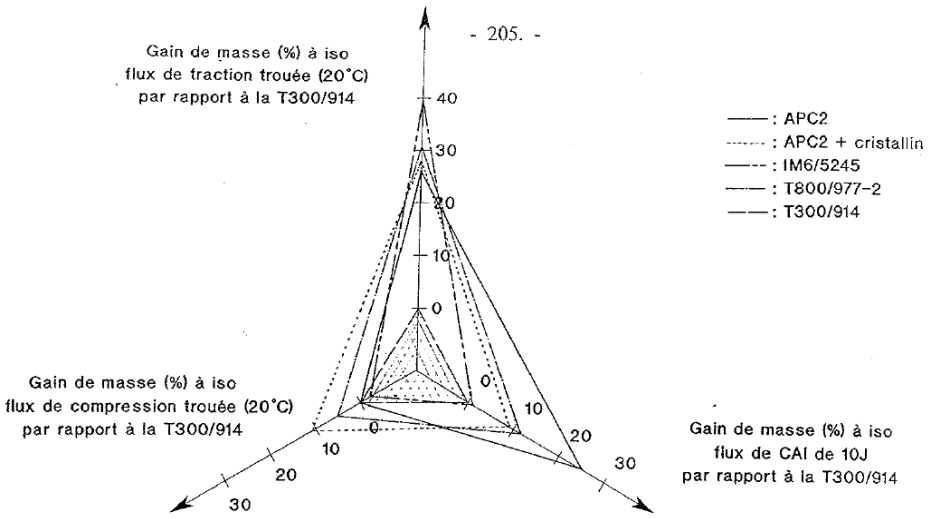


Fig. 2.19 – Bilan des performances C/PEEK vs C/époxy à 20°C - état neuf [VAU93]

En termes de sensibilité à la concentration des contraintes, le coefficient de trou, introduit précédemment sous une forme différente, est ici défini comme le rapport entre la résistance du matériau troué sur celle du matériau non troué. Comparativement aux composites à matrice TD, la famille des composites de type C/TP à matrice ductile et à forte liaison fibre/matrice se distingue par une amélioration du comportement après impact, une plus grande sensibilité au trou en traction tout en conservant des propriétés équivalentes en compression trouée (cf. Fig. 2.20). En outre, cette famille de matériaux présente également une faible sensibilité aux effets de bords et se caractérisent par une augmentation du seuil d'endommagement. Ces spécificités sont très intéressantes du point de vue de la propagation du délaminage ou de fissures.

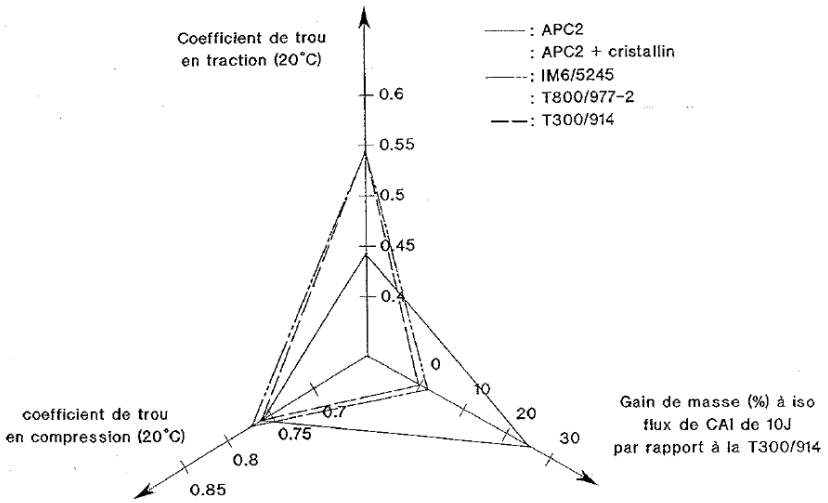


Fig. 2.20 – Bilan de la sensibilité à la concentration des contraintes du C/PEEK par rapport au C/époxy à 20°C - état neuf [VAU93]

2.3. Influences des conditions environnementales sur le comportement de stratifiés TD et TP

Les mécanismes de vieillissement des composites à matrice organique (CMO) fibreux sont multiples et dépendent de la nature de la matrice polymère et des fibres. Ainsi, considérant des conditions d'utilisation en service parfois sévères, l'influence des facteurs environnementaux est un sujet de préoccupation majeur pour de nombreuses applications des CMO fibreux. Ces facteurs peuvent notamment dégrader leurs propriétés mécaniques et physiques pour plusieurs raisons [MAL93] :

- Une dégradation physique et/ou chimique de la matrice, par exemple, la diminution du module longitudinal provoquée par une élévation de la température, une absorption d'humidité provoquant une dilatation ou encore une altération du polymère causé par une attaque chimique ou sous les effets de rayons ultraviolets.

- Une décohésion de l'interface fibre-matrice peut être induite par de l'eau ou tout autre fluide suivant un processus de diffusion dans les matériaux composites notamment à l'interface.

- Une diminution de la résistance et de la rigidité des fibres. Pour des températures élevées de l'ordre de 150 à 300°C, l'altération des propriétés des fibres est généralement négligeable. Cependant, en fonction de la nature des fibres et dans des conditions environnementales extrêmes, le comportement des fibres peut évoluer. Par exemple, le vieillissement humide est connu pour accélérer le fluage des fibres de verre. L'absorption d'humidité par des fibres de Kevlar 49 ou une exposition à des rayons ultraviolets détériore ses propriétés mécaniques.

L'étude bibliographique qui va suivre traite uniquement des effets de la température et du vieillissement humide sur les performances de matériaux plastiques utilisés comme matrice organique de matériaux composites. On s'intéressera plus particulièrement aux résines thermodurcissables époxydes, aux résines thermoplastiques hautes-performances (PPS ou PEEK) et à leurs composites. Le tableau suivant (cf. Tab. 2.3) présente les températures spécifiques et l'intervalle de taux de cristallinité de ces résines, caractéristiques physiques essentielles pour le comportement mécanique des CMO en environnement sévère.

Résine	Température de transition vitreuse T_g	Température de fusion T_f	Taux de cristallinité (%)
TD Epoxy 914	190°C	-	0 (Amorphe)
TP PPS	90°C	280°C	10 - 60 (Semi-cristallin)
TP PEEK	143°C	343°C	0 - 40 (Semi-cristallin)

Tab. 2.3 – Quelques propriétés physiques élémentaires des résines thermoplastiques hautes performances [WAL98]

2.3.1. Influence de la température

2.3.1.1. Stratifiés carbone/époxy

Lorsqu'un polymère est soumis à une sollicitation de traction à hautes températures, sa rigidité et sa résistance diminuent à température croissante en raison notamment de l'adoucissement thermique (cf. Fig. 2.21a). Pour les composites à matrice polymère sollicités hors axe des fibres, le comportement est dominé par le comportement en température de la matrice, c'est pourquoi les propriétés mécaniques sont fortement altérées par un accroissement de la température. Pour les composites à matrice organique sollicités selon l'axe des fibres, le comportement est dominé par le comportement en température des fibres de carbone quasi-insensible aux changements de température [MAL93]. Dans le cas des composites tissés i.e. possédant un renfort bidimensionnel voire tridimensionnel, l'évolution des propriétés mécaniques avec la température dépend essentiellement de l'orientation des fibres par rapport à la direction de chargement, mais aussi de la température de transition vitreuse de la matrice.

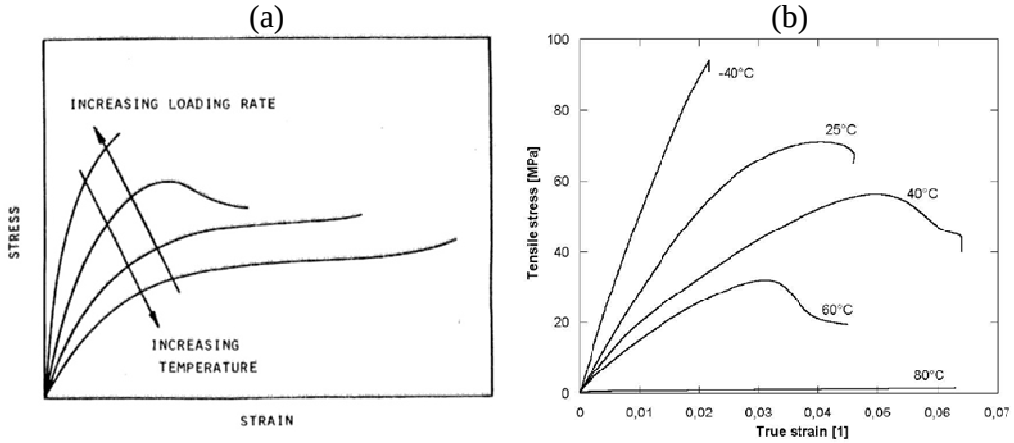


Fig. 2.21 – Courbes contrainte-déformation axiale :
(a) Influence de la vitesse de chargement et de la température sur les polymères [MAL93]
(b) résine époxy pure L135i à différentes températures d'essais [FIE05]

Ainsi et comme pour la plupart des polymères, le comportement ductile et la rupture des résines époxy sont fonction de l'état de contrainte, du taux de déformation, de la température et d'autres conditions environnementales [BOW72]. Les travaux de Fiedler et al. [FIE05] ont porté sur le comportement mécanique de plusieurs résines époxy pures à hautes performances et utilisées pour des applications aéronautiques. Les courbes contrainte-déformation axiale de la résine époxy pure référencée L135i sont représentées à différentes températures d'essais (de -40°C à 80°C). Cette résine époxy est intéressante du point de vue de la comparaison avec la résine PPS car elle présente la même température de transition vitreuse T_g =90°C.

En accord avec le comportement général en traction des polymères à température croissante (cf. Fig. 2.21a), la rigidité, la contrainte d'écoulement plastique et la résistance à rupture de la résine diminuent très fortement à température croissante (cf. Tab. 2.4b). On passe ainsi d'une contrainte ultime en traction σ_s=80±12 MPa à T=-40°C à σ_s=2±0.3 MPa à T=80°C, c'est-à-dire un matériau 40 fois moins résistant. Le comportement de la résine d'abord élastique-fragile devient rapidement viscoplastique avec un phénomène de striction marqué. Le comportement ductile et l'altération générale des propriétés mécaniques sont d'autant plus marqués que la température d'essai est proche de la T_g.

Tandis que les propriétés des fibres de carbone sont généralement conservées pour des températures s'échelonnant de 20°C à 600°C, les propriétés de la matrice et de l'interface fibre/matrice des matériaux composites peuvent fortement se dégrader. Myiano et al. [MYI94] puis McLaughlin et al. [MAC96] ont proposé une revue bibliographique de ces phénomènes sur des stratifiés carbone/époxy à plis tissés et à plis UD. Les conclusions générales suivantes ressortent de ces études :

1- Un accroissement de température induit un abattement important de la résistance et de la rigidité des résines époxydes comme cela a été précisé précédemment. Cette altération peut être observée à des températures bien inférieures à T_g,

2- La désorption d'eau et de composés volatiles organiques liée à une élévation de température peut engendrer la formation de micro et macro fissures ou cavités dans la résine,

3- Les phénomènes précédents sont amplifiés par le temps de maintien à une température donnée et une teneur en humidité croissante (Effet développé par la suite).

Kawai and Taniguchi [KAW06] ont étudié le comportement monotone et en fatigue de stratifiés tissés pour des sollicitations hors axes à deux niveaux de température (ambiante et 100°C). Le matériau testé est un stratifié 12 plis de tissu carbone de type toile (équilibré dans les sens trame et chaîne) préimprégné de résine époxyde. La température de transition vitreuse de la résine époxy est T_g = 130°C.

(a)

Temperature	E_1 (GPa)	E_2 (GPa)	G_{12} (GPa)[a]	ν_{12}
RT	52.9	55.6	3.8	0.026
100 °C	52.1	56.9	2.4	0.046

[a] Based on $\theta = 45°$ tension tests at 1.0 mm/min.

(b)

Temperature	X (Mpa)	Y (MPa)
RT	599.5	658.3
100 °C	637.2	695.8

Tab. 2.4 – Evolution des propriétés mécaniques d'un stratifié tissé carbone/époxy en fonction de la température [KAW06] :
(a) Constantes élastiques – (a) Résistance à rupture longitudinale et transverse

Pour les deux niveaux de température imposés et pour différentes orientations des fibres, les courbes contrainte-déformation axiale obtenues mettent en évidence des réponses variables (cf. Fig. 2.22). Dans les sens chaîne et trame (θ=0°,90°), le comportement est de type élastique-fragile. La rigidité longitudinale et transversale est quasiment la même en raison du caractère équilibré du tissu. Cependant, un accroissement de température augmente légèrement le rapport entre la rigidité transverse et longitudinale, passant de 5% à l'ambiante à 9% à 100°C. Il est également intéressant de remarquer qu'une température croissante ne modifie pas significativement (+/- 2%) la rigidité longitudinale et transverse du stratifié (cf. Tab. 2.4a). En outre, la résistance augmente environ de 6% avec la température dans les sens chaîne et trame (cf. Tab. 2.4b). Cette augmentation de résistance peut être liée à un phénomène de post-cuisson de la résine lors de l'élévation de la température.

Pour les deux niveaux de température imposés et pour une sollicitation en traction hors axes (θ=15°,30°,45°), les courbes contrainte-déformation axiales sont caractérisées par une forte non-linéarité de comportement du stratifié tissé (cf. Fig. 2.22). On peut noter la similitude de la réponse pour les orientations (θ=30°,45°), d'autant plus marquée à 100°C. En revanche le module de cisaillement, déterminé dans la configuration [45°], diminue fortement (63%) à 100°C.

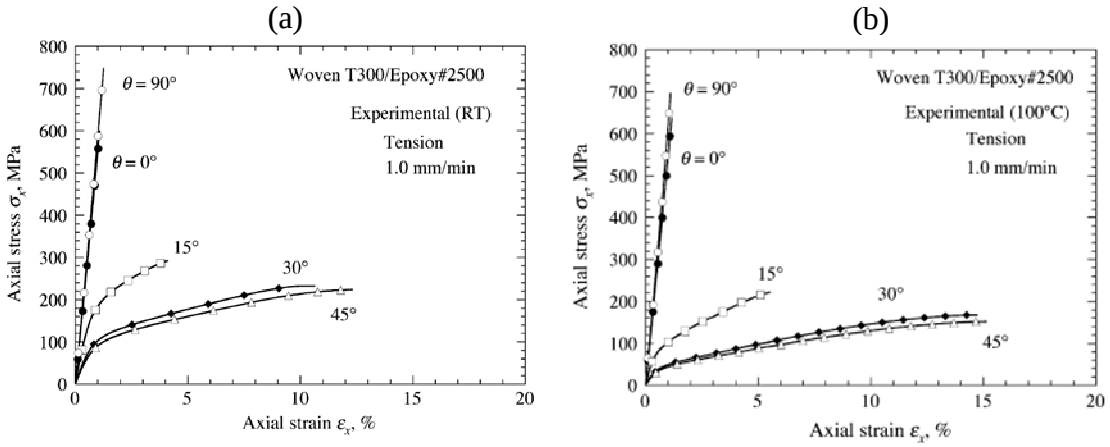


Fig. 2.22– Courbes contrainte-déformation axiale pour des orientations θ=0°, 15°, 30°, 45°, 90° à : (a) Température ambiante - (b) 100°C [KAW06]

Cette viscoplasticité explique également la diminution de la contrainte d'écoulement plastique à température croissante. De plus, la résistante du matériau diminue significativement avec la température lors d'une sollicitation en traction hors axes des fibres avec des abattements respectifs de 38% (θ=15°), 48% (θ=30°) et 50% (θ=45°) par rapport aux valeurs obtenues à température ambiante. La figure suivante permet de comparer les réponses contrainte-déformation de cisaillement obtenues aux deux températures d'essais. La température influence clairement la réponse du stratifié ce qui s'explique simplement. En effet, l'orientation des fibres chaîne et trame à 45° par rapport à la direction de traction est la configuration où le comportement de la résine prédétermine le plus la réponse du stratifié. Bien que la température d'essai maximale (100°C) soit inférieure à la T_g de la résine pure, la réponse fortement non-linéaire du stratifié est liée à la nature viscoplastique de la résine amplifiée par une augmentation de température, phénomène illustré précédemment par les travaux de Fiedler et al. [FIE05] (cf. Fig. 2.23). Ainsi, le comportement en traction hors axes des stratifiés tissés carbone/époxy est similaire à celui des stratifiés UD carbone/époxy [OGI96] [KAW01a] [KAW01b]. Les fibres sens chaîne faiblement orientées par rapport à la direction de chargement (e.g. θ=15°) tendent à pivoter pour s'aligner avec l'axe de sollicitation ce qui confère à ces stratifiés une rigidité et une résistance plus importante que celles des stratifiés avec une orientation plus importante. Le cas limite est alors obtenu pour l'orientation (θ=45°) où les fibres chaîne et trame sont inclinées du même angle par rapport à l'axe de sollicitation.

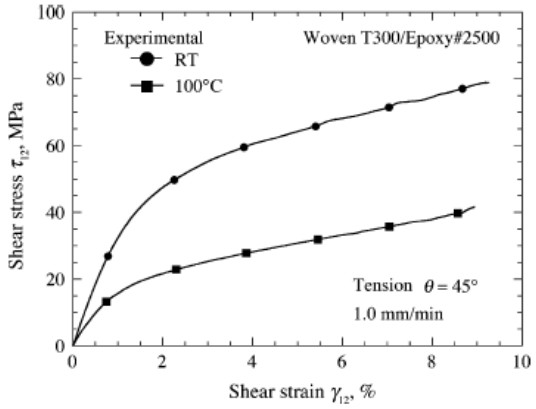


Fig. 2.23 – Courbes contrainte-déformation de cisaillement à l'ambiante et à 100°C pour une orientation $\theta = 45°$ [KAW06]

Les vues macroscopiques des éprouvettes rompues en traction à température ambiante (cf. Fig. 2.24a) permettent d'observer l'orientation des faciès de rupture en fonction de l'orientation des fibres dans le stratifié et de la température. Pour un chargement selon l'axe des fibres (directions chaîne et trame : θ=0, 90°), la surface de rupture est quasi perpendiculaire à la direction de chargement. Pour les orientations θ=30, 45°, la rupture se produit le long des fibres sens trame. Plus spécifiquement, la surface de rupture des éprouvettes orientées à 15° est caractérisée par des morphologies de rupture mixtes i.e. à la fois faciès hors axes des fibres (rupture le long des fibres trame) et faciès selon l'axe des fibres (rupture transverse). Cette surface de rupture indique une transition d'un mode de rupture dominé par les fibres vers un mode dominé par la matrice. Quelle que soit l'orientation des fibres, le délaminage et l'arrachement des fibres dans le voisinage de la surface de rupture ne sont pas significatifs. Ces observations indiquent un comportement à rupture de type fragile pour un chargement en traction à l'ambiante. Les réponses contrainte-déformation axiale montrent que la rupture intervient après un allongement à rupture très important notamment pour θ=30 et 45°.

Les vues macroscopiques des éprouvettes ruinées en traction à 100°C (cf. Fig. 2.24b) indiquent des surfaces de rupture identiques à celles observées à l'ambiante lors d'un chargement selon l'axe des fibres. Pour un chargement hors axes, la morphologie de la surface de rupture dépend clairement de la température d'essai avec un mode de ruine dominé par le délaminage du stratifié associé au désenchevêtrement de l'architecture des fibres tissées. Cet endommagement est initié par une déformation de cisaillement progressive qui induit un délaminage et s'achève par la ruine lorsque les fibres cassent dans la zone délaminée. Ce cisaillement inter-laminaire est facilité par un accroissement de température qui rend la résine moins résistante. Le faciès de rupture des stratifiés orientés à θ=30 et 45° est caractérisé par une morphologie en peigne et une importante striction au voisinage de la surface de rupture.

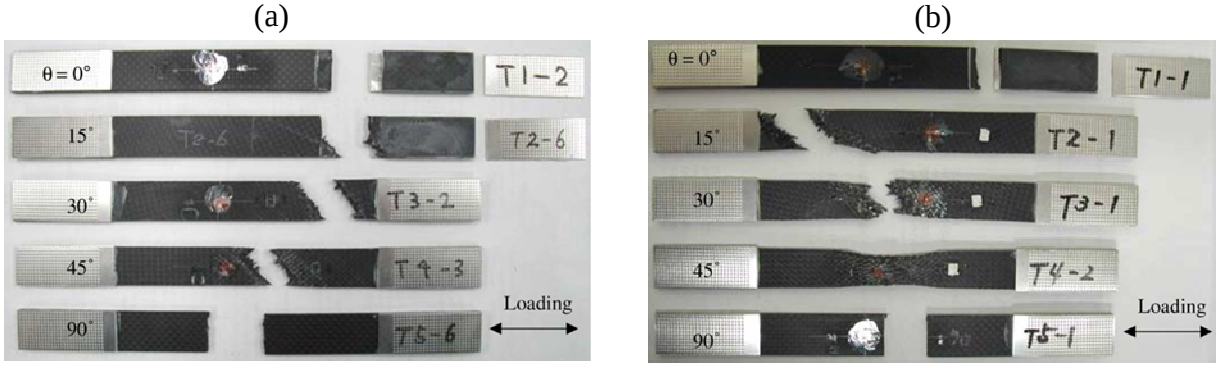


Fig. 2.24 – Essais de traction sur stratifies tissés carbone/époxy pour différentes orientations (θ=0°, 15°, 30°, 45°, 90°) à : (a) Température ambiante - (b) 100°C [KAW06]

2.3.1.2. Stratifiés carbone/PPS

Jingyao et al. [JIN05] ont montré que le couple taux de cristallinité de la résine - séquence d'empilement a une influence prépondérante sur le comportement mécanique du stratifié. Dans le cas d'un stratifié PPS/carbone, ils ont notamment étudié l'évolution du module d'élasticité en fonction du taux de cristallinité relative pour différentes séquences (quasi-isotrope ou unidirectionnelle). Ainsi, à partir d'une résine PPS avec un taux de cristallinité donnée, l'augmentation relative de ce taux entraîne une augmentation relative des modules

d'élasticité longitudinale E_L ou transversale E_T plus ou moins significative (un rapport module relatif/taux de cristallinité relatif environ égal à 0,3 pour le module E_L d'un UD à 0° et un rapport d'environ 1 pour le module E_T d'un UD à 90°) dans une configuration UD. Cependant, dans une configuration quasi-isotrope, on observe une diminution relative de 0,15 du module d'élasticité (cf. Fig. 2.25).

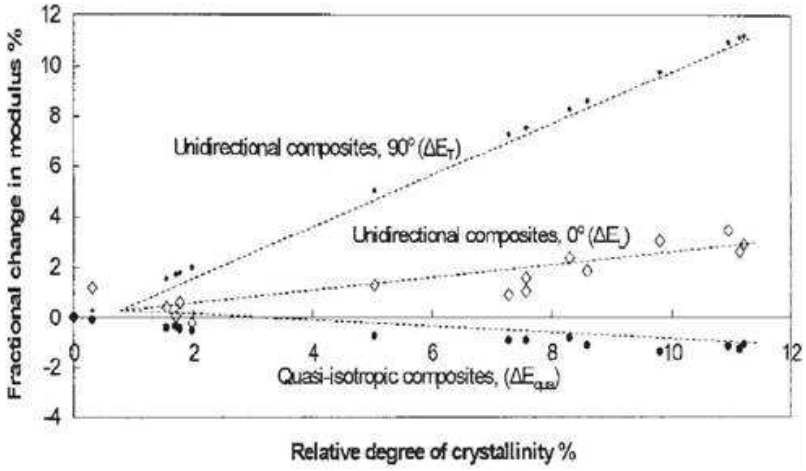


Fig. 2.25 – Influence du taux de cristallinité sur le module d'élasticité de stratifiés carbone/PPS pour différentes séquences d'empilement [JIN05]

Malgré la nature semi-cristalline du PPS, les propriétés mécaniques de stratifiés UD carbone/PPS sont quasiment conservées (cf. Fig. 2.26) au-delà de la température de transition vitreuse de la résine PPS [REI98][LOV00][MAH02].

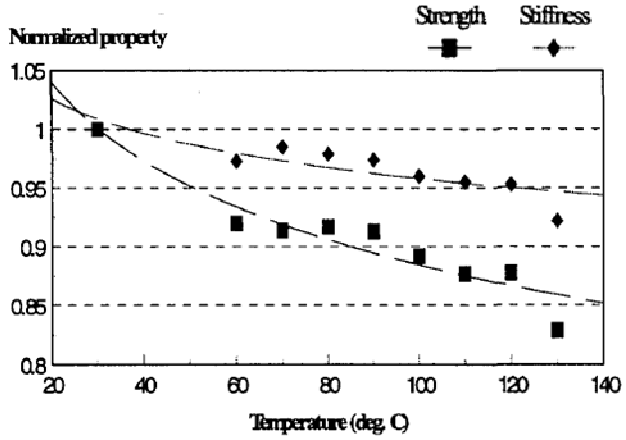


Fig. 2.26 – Evolution du module longitudinal et de la résistance en fonction de la température pour un stratifié carbone/PPS à plis UD [REI98]

En effet, l'association de fibres de carbone et d'une résine PPS donne un matériau avec une température de transition vitreuse telle que T_g=126°C (cf. Fig. 2.27) soit une augmentation de 40% [WAL98]. Ceci permet d'élargir la plage d'utilisation en température de ces matériaux. Cette conservation des propriétés au-delà de T_g diffère grandement du comportement des résines thermodurcissables qui sont caractérisées par une chute spectaculaire de leurs propriétés au-delà de T_g. Cependant et malgré ce constat, la température d'utilisation en service pour des applications structures est inférieure à 90° pour les composites à matrice PPS. Dans le cas d'applications pour des structures secondaires, ce type de matériau peut être utilisé à des températures supérieures.

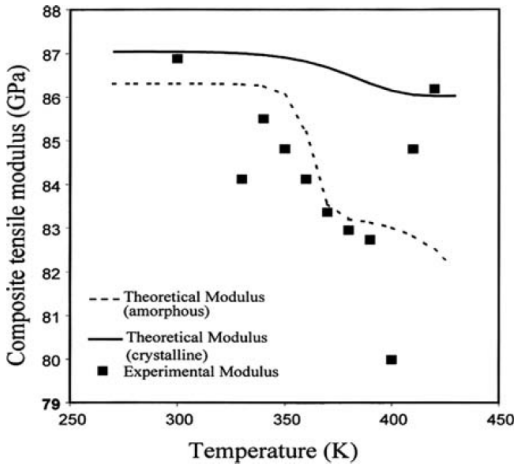


Fig. 2.27 – Evolution du module longitudinal en fonction de la température pour un stratifié carbone/PPS à plis UD [WAL98]

2.3.1.3. Stratifiés carbone/PEEK

Ramey et Palazotto [RAM89] ont réalisé une étude expérimentale de stratifiés troués quasi-isotropes graphite/PEEK à plis UD pour des sollicitations en traction et en compression pour des trous de différents diamètres. Les essais ont également été réalisés à diverses températures (21-121-135-149°C). Ces résultats expérimentaux ont été corrélés à ceux donnés par le critère de défaillance à trois paramètres de Pipes. Enfin, en s'appuyant sur des clichés de microscopie électronique à balayage, ces auteurs ont proposé une analyse qualitative des effets du trou sur les modes d'endommagement de ce type de stratifié.

Carlsson et al. [CAR89a] ont déterminé les propriétés mécaniques de composites carbone/PEEK à plis UD pour des applications structurales via la réalisation d'essais monotones élémentaires (traction, compression, flexion). En modifiant la séquence d'empilement du stratifié pour obtenir une réponse du stratifié dominée soit par la matrice (sollicitation hors axes des fibres) soit par les fibres (sollicitation selon l'axe des fibres), l'influence de la température sur la résistance des stratifiés a été observée.

Utilisant la radiographie rayons X, Cowley and Beaumont [COW97] ont étudié la nature et l'accumulation des dommages autour de trous dans des stratifiés renforcés par des fibres de carbone (60% de fibres en volume) et possédant une matrice TD (Cyanate : Tg=215°C) ou TP (PES amorphe : Tg=225°C). L'endommagement dépend ainsi de plusieurs paramètres : amplitude de la surcontrainte autour du trou, température (variant de 20 à 250°C) et ductilité de la matrice. La radiographie montre que les stratifiés à plis croisés testés sont caractérisés par des mécanismes d'endommagement identiques :

1 – Apparition de microfissures dans la matrice aux bords droit et gauche du trou

2 – Apparition de lignes de décohésion (splitting) dans les plis à 0° initiées à l'extrémité de ces fissures

3 – Fissuration dans les plis à 90°

4 – Extension d'une zone de délaminage à l'interface entre les plis à 0° et 90° à partir des lignes de décohésion dans les plis à 0°

Avec l'élévation de la température, une compétition s'instaure entre d'une part l'extension des lignes de décohésion et d'autre part l'affaiblissement des propriétés mécaniques du

composites : diminution de la résistance et du module de cisaillement de la matrice – diminution de la résistance interfaciale fibre/matrice et en cisaillement interlaminaire qui se traduisent par une capacité amoindrie de transfert de la charge entre les fibres via la matrice. Finalement, l'augmentation de température favorise davantage l'extension des lignes de décohésion contribuant ainsi à réduire la concentration des contraintes autour du trou et donc la sensibilité au trou.

Fisher et al. [FIS01] ont étudié les mécanismes de défaillance en traction et en compression dans des matériaux composites à matrice thermoplastique de type carbone/PEEK pour deux niveaux de température (23° et 121°C). Ces résultats obtenus pour des stratifiés à plis UD pourront être comparés aux résultats de nos essais sur des stratifiés à plis tissés pour des températures identiques (cf. Fig. 2.28). Ainsi, les éprouvettes drapées à 0° présentent un comportement de type élastique-fragile en traction (T) et en compression (C) tandis que les éprouvettes drapées à 90° possèdent un comportement élasto-viscoplastique, caractéristique amplifiée par la température. Pour une sollicitation selon l'axe des fibres, la résistance en traction est peu modifiée par la température (légère augmentation de 5%) contrairement à la résistance en compression (diminution de 30%). Pour une sollicitation transverse aux fibres, l'élévation de température entraîne une diminution environ de 30% également de la résistance en traction et en compression.

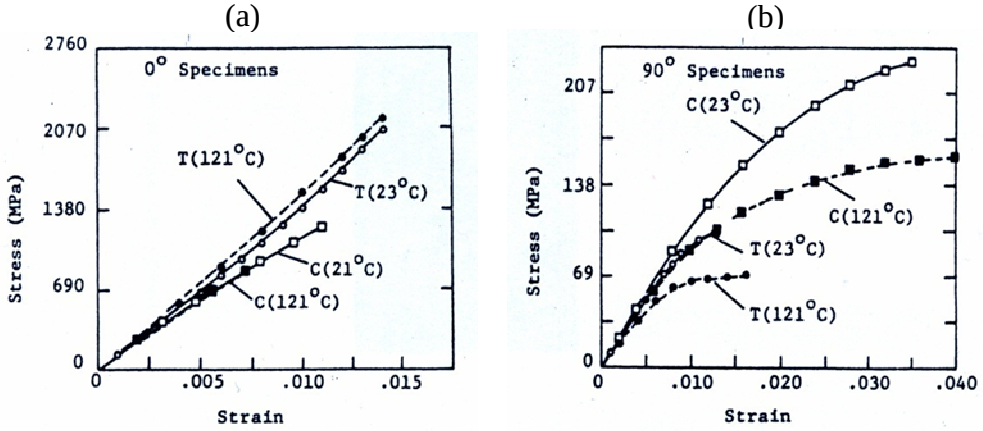


Fig. 2.28– Courbes contrainte-déformation en traction (T) et en compression (C) pour des composites carbone/PEEK à plis UD à 23° et 121°C : (a) sens longitudinal - (b) sens transverse [FIS01]

Jen et al. [JEN06] se sont intéressés aux propriétés mécaniques et aux mécanismes de défaillance de stratifiés troués AS4/PEEK à hautes températures. A température ambiante, pour des séquences d'empilement quasi-isotropes et plis croisés, il ressort de cette étude un résultat a priori logique, à savoir que la résistance à rupture décroît significativement lorsque le diamètre du trou augmente, tandis que la rigidité longitudinale n'évolue pas linéairement. Pour les deux séquences envisagées, l'essai combinant le trou de plus grand diamètre (4mm) et la température la plus élevée (150°C) permet d'obtenir une résistance à rupture égale à 50-60% de la valeur de la résistance à rupture du stratifié identique non troué à température ambiante.

Les travaux de Vautey [VAU93], menés sur des stratifiés carbone/PEEK (APC-2) à plis UD et présentant une séquence d'empilement quasi-isotrope, montrent qu'une augmentation du taux de cristallinité X de la résine PEEK semblent favoriser une diminution de la sensibilité au trou (cf. Tab. 2.5).

	Contrainte à rupture (MPa)		Coefficient de trou
	Traction lisse	Traction trouée	
APC-2 (X=29%)	1237	544	0.44
APC-2 (X=40%)	1127	557	0.49

Tab. 2.5 – Influence du taux de cristallinité sur la résistance de stratifiés carbone/PEEK à plis UD : traction lisse vs traction trouée [VAU93]

2.3.1.4. Discussion

Pour les trois stratifiés étudiés, l'influence de la température sur le comportement mécanique des fibres de carbone est négligeable car la température maximale lors des essais mécaniques est de 120°C. En ce qui concerne les résines pures, l'augmentation de la température diminue la résistance et la contrainte à rupture, d'autant plus que la température est proche de la Tg pour les thermoplastiques. A travers la dégradation de la matrice et de l'interface fibre/matrice, l'influence de la température est intimement liée à la séquence d'empilement du stratifié. En effet pour des sollicitations en traction, dans les directions chaînes et trames, la température n'influence pas significativement la rigidité et la résistance du stratifié. Pour des sollicitations hors axes, notamment à 45°, le comportement de la résine prédétermine le plus la réponse du stratifié. Et dans ces configurations, la température facilite le désenchevêtrèrent de fibres tissées ainsi que le délaminage. Pour ce qui est des sollicitations en compression, la température diminue la résistance à rupture ; la résine devenant viscoplastique maintient moins bien les fibres qui flambent plus facilement.

2.3.2. Influence du vieillissement humide

2.3.2.1. Stratifiés carbone/époxy

Lorsqu'ils sont exposés à des environnements humides, de nombreux composites à matrice polymère absorbent en surface l'humidité ambiante et l'eau suit alors un processus de diffusion dans la matrice. La teneur en humidité de la résine pure ou du composite est évaluée relativement au poids du matériau sec.

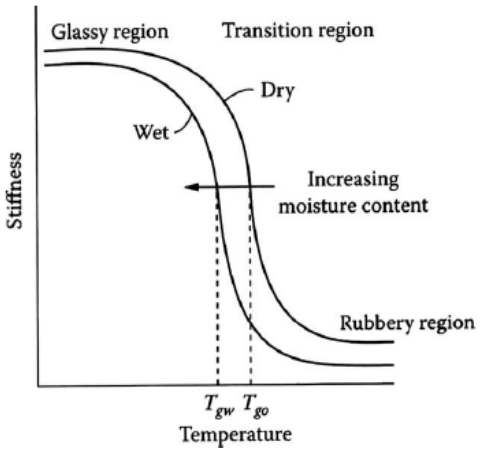


Fig. 2.29 – Evolution caractéristique de la rigidité d'un matériau à matrice polymère : influence de la teneur en humidité et de la température [THO08]

Ainsi, l'humidité peut contribuer fortement à dégrader les propriétés mécaniques des composites à matrice polymère notamment à température élevée. La littérature est très abondante sur le sujet et une revue bibliographique complète a été réalisée par Weitsman [WEI90] au sujet des effets du conditionnement hygroscopique sur le comportement des composites fibreux. Les conclusions générales qui ressortent sont les suivantes [PAT99] :

1- Lorsqu'un niveau de saturation existe, il dépend fortement et davantage de l'humidité relative que de la température,

2- La diffusion de l'humidité est très sensible à la température,

3- L'humidité accroît le fluage,

4- L'humidité induit un gonflement du matériau pouvant induire des contraintes internes,

5- L'humidité abaisse la température de transition vitreuse qui joue un rôle essentiel dans le comportement en température du composite (cf. Fig. 2.29),

6- L'humidité engendre une dégradation des propriétés en cisaillement et en compression, variable selon les conditions de VH et les matériaux constitutifs du composite.

L'analyse de l'absorption d'eau par un composite carbone/époxy (cf. Fig. 2.30) indique que la teneur en humidité augmente rapidement avec le temps pour atteindre un niveau de saturation après quelques jours d'exposition dans un environnement humide [MAL93]. La vitesse à laquelle le composite atteint la saturation est déterminée par son épaisseur de même que la température du milieu environnant. Lors du séchage, une désorption plus rapide de la teneur en humidité s'opère de sorte que le matériau retrouve son état original quasi-sec et ses propriétés mécaniques initiales, soulignant ainsi le caractère réversible du vieillissement humide.

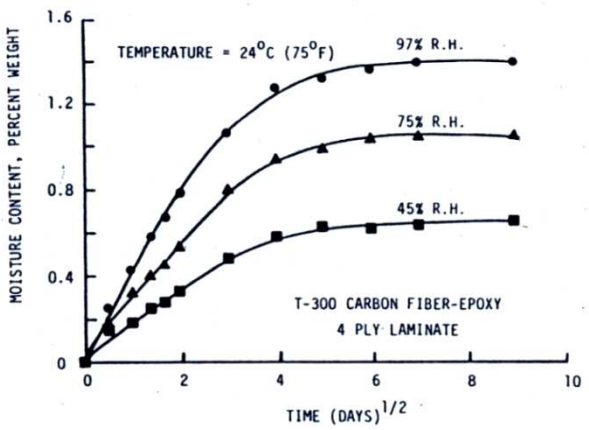


Fig. 2.30 – Absorption d'eau par un stratifié carbone/époxy (65% de fibres en masse) en fonction du temps pour différents environnements humides à 24°C [MAL93]

Obst et al. [OBS96] ont évalué l'effet du vieillissement humide sur les mécanismes de microfissuration de stratifiés carbone (AS4) /époxy (PR500) avec un renfort tissu de type satin de 5. L'état de référence correspond au matériau sec obtenu après fabrication et à température ambiante. Le vieillissement hygrothermique consiste à appliquer un cycle correspondant aux conditions d'utilisation en service de matériaux dans un environnement de moteur d'avion (Etat sec à 120°C pendant 90 mn – Exposition à une humidité relative de 85% à 30°C pendant 22h30) répété pendant 6 semaines soit 1000 heures) (cf. Fig. 2.31).

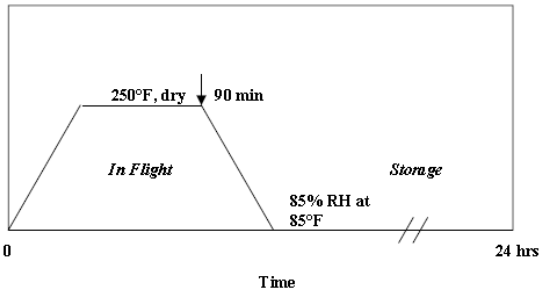


Fig. 2.31 – Cycle de vieillissement hygrothermique typique pour des applications dans un environnement de moteur d'avion [OBS96]

Les essais ont été réalisés pour des sollicitations monotones et cycliques. Les essais monotones révèlent que le vieillissement hygrothermique génère une microfissuration à des niveaux de déformation inférieurs par rapport à l'état de référence. Cependant, la densité de fissures à rupture est similaire. A 120°C, l'apparition des fissures est retardée et la densité de fissures à rupture est plus faible en raison notamment d'un relâchement des contraintes résiduelles de cuisson à haute température. Enfin, les différentes conditions environnementales n'affectent pas la rigidité du matériau. L'importance de la présence de microfissures lors de l'exposition à des environnements agressifs a également été mise en évidence par des essais de cisaillement interlaminaire réalisés sur des éprouvettes non fissurées et pré-fissurées préalablement au cycle de vieillissement hygrothermique. La pré-fissuration préalablement au cycle de vieillissement hygrothermique. La résistance au cisaillement interlaminaire des éprouvettes pré-fissurées diminue respectivement de 25% (à température ambiante) et de 15% (à 120°C). De plus, la présence de microfissures induites préalablement au cycle de vieillissement hygrothermique modifie le processus de diffusion de l'eau au sein du matériau lorsque ce dernier est exposé à un environnement à 40°C et où l'humidité relative est de 70%. La teneur en humidité à saturation des éprouvettes fissurées est plus importante (6 à 8%) que celle des éprouvettes non-fissurées et le coefficient de diffusion 5 fois plus grand.

Patel et Case [PAT00] se sont intéressés à l'évolution sous différentes conditions environnementales des propriétés du même matériau que celui de l'étude précédente avec une séquence d'empilement $[0/90]_{4s}$. Les conditions environnementales imposées correspondent aux configurations suivantes:

1- Température ambiante et matériau sec (Etat de référence),

2- Température d'utilisation en service dans un environnement de moteur d'avion (120°C),

3- Matériau exposé à un vieillissement humide (Saturé en eau dans un environnement à 85% d'humidité relative et à 30°C pendant 500 heures)

(a)

Condition	Average strength (MPa)	Average stiffness (GPa)	Average Poisson's ratio
25°C (3)	745±29	65.3±0.4	0.049±0.005
120°C (6)	695±66	63.8±7.0	0.038±0.017
Saturated (4)	693±69	65.2±1.9	0.064[a]

[a] Values listed with no error represent single specimen results.

(b)

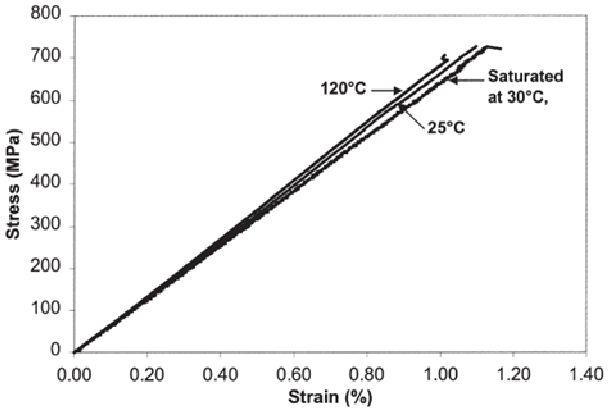


Fig. 2.32 – Evolution du comportement en traction d'un stratifié tissé carbone/époxy de type satin de 5 en fonction de la température et du VH : (a) Propriétés mécaniques (b) Courbes contrainte-déformation [PAT00]

Les résultats obtenus dans cette étude sont particulièrement intéressants car ils peuvent servir de base de comparaison à nos travaux dans la mesure où les configurations expérimentales sont similaires. En accord avec les résultats de l'étude précédente, la rigidité longitudinale et la résistance ultime en traction du composite (cf. Fig. 2.32a) ne sont pas réellement affectées par les conditions environnementales (120°C et après VH). Pour un chargement en traction, le mécanisme d'endommagement principal est la fissuration transverse des torons. L'étude du comportement à rupture par émission acoustique indique que la majorité des fissures apparaît pour des niveaux de contrainte élevés proches de la rupture, ce qui justifie la conservation de la rigidité longitudinale.

La courte non-linéarité observée à 120°C à l'extrêmité de la courbe contrainte-déformation (cf. Fig. 2.32b) correspond au redressement des paquets de fibres et donc à une rigidification du stratifié. Ce redressement peut concorder avec le début de la fissuration transverse laquelle contribue au relâchement des contraintes dans les mêches de fibres axiales. Cette évolution contraste avec la courbe typique des stratifiés à plis tissés présentant une légère striction (concavité vers le bas) caractéristique de la rupture des fibres hors axes. Avec la séquence d'empilement $[0/90]_{4s}$, les fibres à 90° limitent la déformation transverse et empêchent ce phénomène de striction.

Dans la continuité de ces travaux, Patel et Case [PAT02] ont étudié les effets de cycles de vieillissement hygrothermique sur la durabilité du même matériau (fibre de carbone AS4 / résine époxy PR500 avec un renfort tissu de type satin de 5). Leur analyse de la durabilité est basée sur des essais mécaniques, des analyses thermiques (AMD – Analyse Mécanique Dynamique et ATG – Analyse Thermo Gravimétrique) et des examens des surfaces de rupture. En accord avec les conclusions des études précédentes, le vieillissement hygrothermique combiné à une température élevée, représentant les conditions d'un environnement sévère, n'affectent quasiment pas les propriétés mécaniques du matériau (cf. Tab. 2.6a). On peut même observer une très légère augmentation de la résistance (+4%) possiblement associée à une post-cuisson lors du processus de vieillissement. Cependant, la comparaison des surfaces de rupture des éprouvettes à l'état de référence et après V.H. indique un délaminage plus important, lié à la diffusion d'eau et l'altération conséquente de l'interface fibre/matrice.

(a)

Initial tensile properties

Test condition in (°C)	Aging (hygrothermal cycles)	Average strength (MPa)	Average stiffness (GPa)	Average Poisson's ratio
25 (3)	0	745±29	65.3±0.4	0.049±0.005
120 (3)	0	751±41	67.4±2.2	0.05±0.003
25 (1)	500	797	62.1	–
120 (1)	500	761	65.9	–
Saturated (1)	500	772	64.1	–

(b)

DMA and TGA results

Aging (hygrothermal cycles)	T_g (°C) (average of 2)	Degradation temperature (°C) (average of 2)
None	200.45±0.45	375±2
250	203.3±0.01	397.7±1
500	208.45±0.34	406.5±2

Tab. 2.6 – Influence des cycles de vieillissement hygrothermique sur les propriétés d'un stratifié tissé carbone/époxy de type satin de 5 :
(a) Analyse thermique – (b) Analyse mécanique [PAT02]

Les résultats de l'AMD suggèrent que la température de transition vitreuse du stratifié augmente de 4% après 500 cycles de V.H (cf. Tab. 2.6b). Cet accroissement de T_g est probablement lié au pontage additionnel des macromolécules lors du vieillissement. Cette interprétation est également étayée par l'ATG qui révèle une légère augmentation (+8%) de la température de dégradation de la résine époxy sous l'effet du V.H (cf. Tab. 2.6b). En outre, cette réticulation additionnelle tend à limiter la teneur en humidité à saturation puisque l'augmentation de la densité de montage réduit le volume disponible pour l'absorption d'eau.

Enfin, Jana et Bhunia [JAN08] ont examiné les mécanismes microscopiques de dégradation de stratifiés tissés carbone/époxy soumis à des cycles de vieillissement hygrothermique. Des essais de cisaillement interlaminaire et de flexion 4 points ont été réalisés sur des stratifiés troués et non troués après des cycles de vieillissement hygrothermique. La contrainte d'amorce de délaminage, identifiée à partir des courbes charge-déplacement en flexion, a été corrélée avec le nombre de cycles de vieillissement. Il s'avère que la résistance au cisaillement interlaminaire et la contrainte d'amorce de délaminage décroissent avec le temps d'exposition en environnement chaud/humide. La faible absorption d'humidité (environ 1,3%) n'affecte pas la stabilité dimensionnelle. Une observation au MEB des surfaces de rupture indique que la défaillance du matériau intervient subitement et de manière fragile. Avant vieillissement, l'examen de la surface de rupture révèle peu de fibres rompues contrairement aux surfaces observées après vieillissement hygrothermique où l'on peut également constater une décohésion fibre/matrice.

2.3.2.2. Stratifiés carbone/PPS

La sensibilité des composites vis-à-vis des conditions hygrothermiques vient principalement de la dégradation des propriétés (gonflement, plastification, perte de ténacité) des matrices polymères en présence d'humidité et en fonction de la température. Le vieillissement humide consiste à placer le matériau dans un environnement humide et en température, typiquement 1000h dans un milieu à 85% d'humidité relative (H.R.) et à 70°C. Contrairement aux résines thermodurcissables, l'absorption d'eau par la résine PPS et ses effets sur ses propriétés sont peu marqués. Conformément aux résultats des premières études menées sur la résine PPS pure [LOU85], les propriétés mécaniques du PPS sont affectées de moins de 10% après une exposition dans l'eau à 93°C pendant 140 jours (environ 3400 heures). Les composites à matrice PPS voient leur résistance s'altérer plus significativement dans ce même environnement. Ainsi, dans le cas d'un cas composite verre/PPS (40% de fibres) immergé dans une eau à 93°C pendant 30 jours (environ 700 heures), la résistance en traction diminue

de 20%. Cette diminution s'explique notamment par une altération de l'adhésion fibres matrice dans l'eau chaude. Enfin, le gain en poids lié à l'absorption d'humidité est négligeable (0,05%) pour ce type de composite. A 23°C pendant 1000h, l'augmentation du poids tombe à 0,03%. Pour les composites PPS renforcés par des fibres de carbone, la teneur en eau est similaire dans des conditions identiques [MA91] (cf. Fig. 2.33).

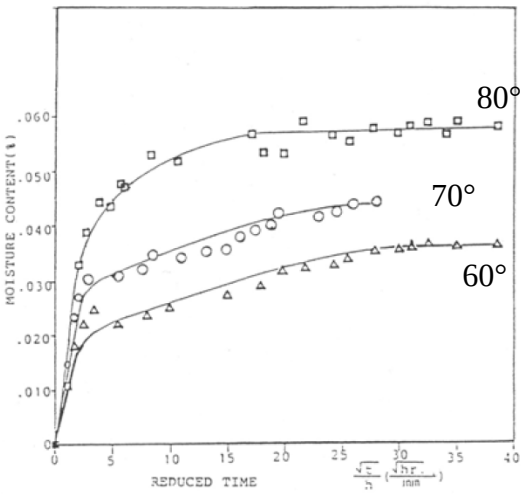


Fig. 2.33 – Absorption d'eau par un stratifié carbone/PPS (65% de fibres en masse) en fonction du temps réduit à 75% H.R. et différentes températures [MA91]

Depuis le début des années 1990, la société Phillips Petroleum, qui commercialise le Ryton PPS, a développé différentes versions du PPS afin d'améliorer notamment l'adhésion fibres/matrice lors du vieillissement humide et donc la résistance aux conditions environnementales. Les versions récentes du PPS présentent ainsi une température de fusion de 280°C contre 275°C pour la version originelle du PPS. La température de transition vitreuse est quasi-inchangée (90°C). Cependant, l'amélioration porte sur la température de cristallisation fondue qui atteint 235°C contre 182°C pour la première version. La température de cristallisation froide passe quant à elle de 125°C à 146°C. Ces caractéristiques permettent d'obtenir un matériau avec une échelle de température de mise en œuvre élargie ainsi qu'une ténacité bien plus élevée (G_{Ic} de 2,2 kJ/m² vs 1,25 kJ/m² pour des composites AS4/PPS) [MA92]. La résine améliorée présente alors une phase cristalline plus uniforme et une structure sphérolitique plus fine.

Yau et al. [YAU91] ont également observé que l'utilisation de ces résines PPS dernières générations combinée avec l'ensimage des fibres permettent à la fois d'améliorer la ténacité du composite à matrice PPS et d'amoindrir l'abattement de la résistance suite à l'exposition du matériau dans des environnements à humidité relative et températures élevées. Le gain en poids est inférieur à 0,05% pour des composites PPS renforcés par des fibres de carbone AS4 placés pendant 6 semaines (1000h) à 95% H.R. et à 71°C ou à 49°C dans l'eau salée. Les stratifiés UD AS4/PPS testés sont obtenus par autoclave sous vide. Pour un taux massique de fibres de 65%, les résultats semblent indiquer que l'eau absorbée par le matériau carbone/PPS suit une loi de Fick [MA91]. La figure suivante (cf. Fig. 2.34) illustre l'abattement des propriétés mécaniques en traction et en flexion de stratifiés à matrice thermoplastique (PPS ou PEEK) renforcée par un tissu carbone. La fraction massique de fibres est respectivement 65% pour le carbone/PPS et 63% pour le carbone/PEEK. Les résultats présentés dans deux configurations de vieillissement humide (80°C – 85% H.R. et 80°C – immersion dans l'eau) mettent en évidence une altération plus importante des propriétés mécaniques des stratifiés

C/PPS par rapport aux C/PEEK. Afin d'obtenir des matériaux quasi-sec avant une exposition en milieu humide, ces matériaux composites ont subi un traitement de recuit à 204°C pendant 2h. La conclusion de ces travaux est intéressante puisque les propriétés mécaniques sont partiellement conservées (95% d'abattement pour la résistance en flexion du C/PEEK) et satisfaisantes (70% d'abattement pour la résistance en traction du C/PPS) même après une exposition à 80°C et 75% H.R. pendant 1400 heures.

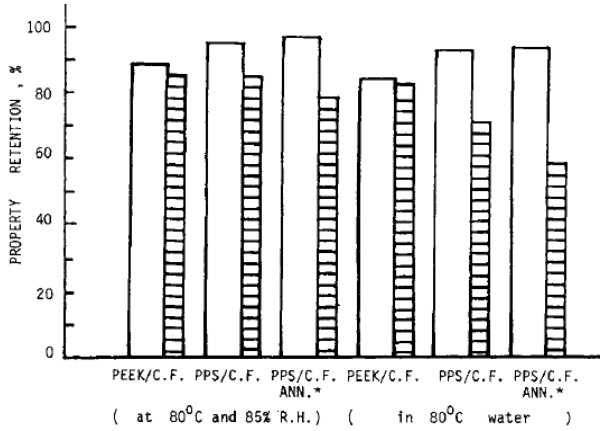


Fig. 2.34 – Abattement des propriétés mécaniques en traction et flexion pour des stratifiés C/PEEK et C/PPS [MA91]

Comme cela a été mis en évidence précédemment (cf. Fig. 2.33), les composites à matrice PPS n'absorbent presque pas d'eau en environnement humide à température. La diminution de 30% de la résistance en traction des stratifiés tissés C/PPS s'explique notamment par la diffusion de l'eau à l'interface fibres/matrice qui favorise la décohésion et affecte, par conséquent, le transfert de charge entre fibres.

Pour conclure cette étude bibliographique sur l'influence des conditions environnementales (température et vieillissement humide) sur le comportement de stratifiés tissés C/PPS, Spruiell et Janke [SPR04] ont appliqué différents types de sollicitations 1D (traction, compression, cisaillement dans le plan) et 3D (traction ou compression trouée non habitée, compression après impact et traction habitée). Ces résultats sont obtenus pour différentes températures (-55°C, 23°C et 80°C) et conditions d'humidité (sèche, 50% Humidité Relative et 85%HR). Ces résultats constituent une base de comparaison intéressante pour nos essais expérimentaux puisqu'il s'agit du même matériau : renfort tissu satin de 5, taux volumique de fibres de 50%, fibres quasi-équilibrées dans les sens trame et chaîne (51 : 49). On observe pour ce matériau, exposé à un vieillissement humide identique (70°C et 85% H.R.), une augmentation négligeable du poids de 0,12% (cf. Fig. 2.35). On peut également préciser que l'eau est principalement absorbée lors des 50 premières heures d'exposition [TEN03].

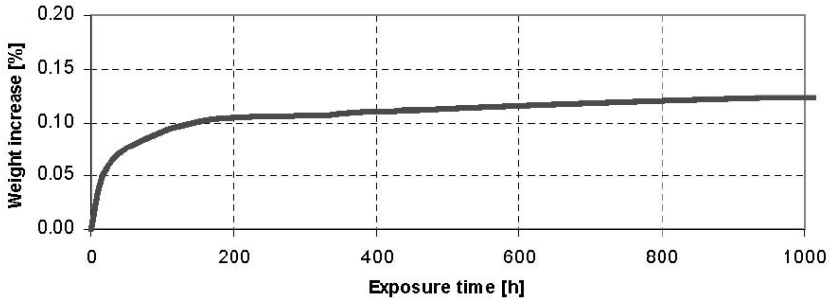


Fig. 2.35 – Absorption de l'eau en fonction du temps pour un stratifié tissé C/PPS [TEN03]

Pour des sollicitations en compression ou en traction, on distingue le sens chaîne et le sens trame. L'augmentation de température de -55°C à 80°C, associée à une exposition en milieu humide, entraîne une diminution contenue de la résistance (3-7%) dans le cas de la traction, traction trouée non habitée, le matage et la compression après impact. Pour la compression (chaîne et trame) et le cisaillement plan, l'abattement de la résistance est plus important : 15 à 28% (cf. Fig. 2.36).

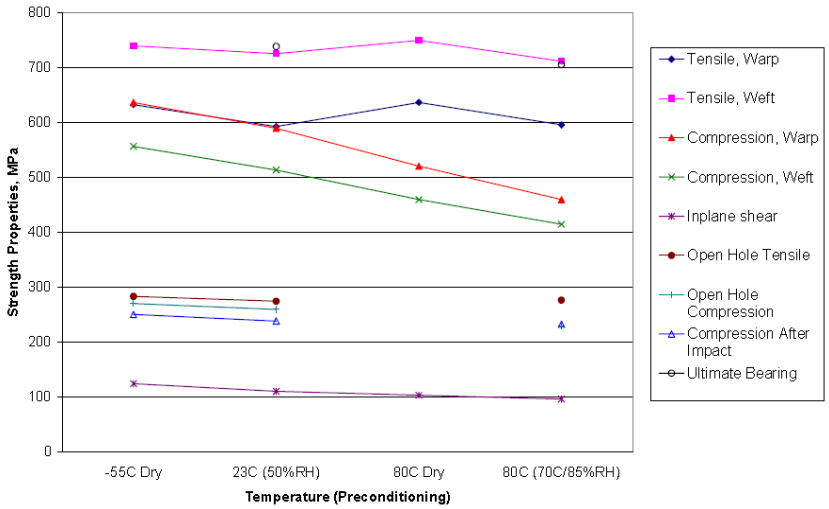


Fig. 2.36 – Influence des conditions de vieillissement humide sur la résistance d'un stratifié tissé carbone/PPS pour différentes sollicitations [SPR04]

En termes de rigidité, l'influence combinée du vieillissement humide et de la température n'est pas significative dans le cas de sollicitations en traction ou en compression dans le sens chaîne. Cependant, pour des températures croissantes approchant la température de transition vitreuse de la résine (i.e. 90°C), la tendance observée est une faible diminution de la rigidité et de la résistance. Ceci s'explique notamment par l'altération de l'adhérence fibres/matrice lors de la diffusion d'eau au sein du stratifié. Ainsi, seul le cisaillement plan (sollicitation pour laquelle le comportement du composite est gouverné par la réponse mécanique de la résine) est caractérisé par une diminution importante du module de Coulomb (35 à 42%) selon l'état (sec ou vieilli humide) du matériau (cf. Fig. 2.37).

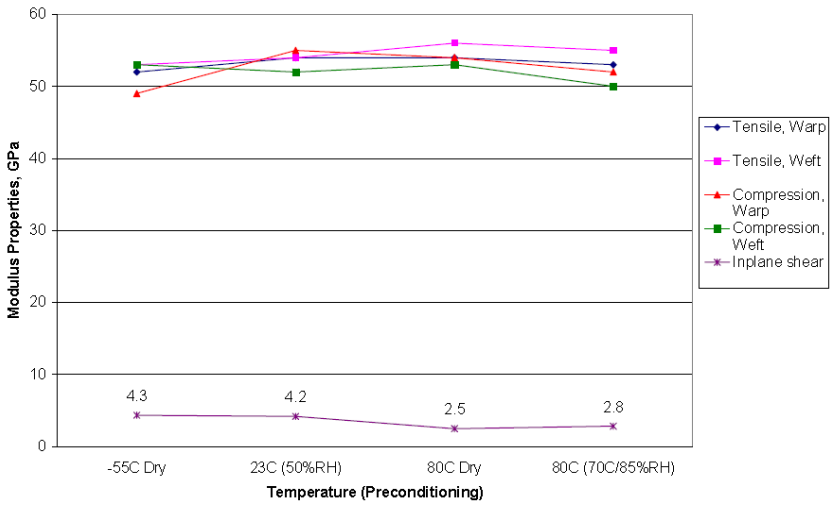


Fig. 2.37 – Influence des conditions de vieillissement humide sur la rigidité d'un stratifié tissé carbone/PPS pour différentes sollicitations [SPR04]

2.3.2.3. Stratifiés carbone/PEEK

Dans son étude comparative des performances mécaniques de composites C/TD et C/TP pour des applications aéronautiques, Vautey [VAU93] a examiné l'influence de conditions environnementales sévères (120°C et V.H. : 750 heures à 70°C et 95% d'humidité relative) sur la résistance en compression trouée. Compte-tenu des performances en traction trouée, il apparaît que le flux à rupture du matériau est principalement lié à la nature du renfort. Dans des conditions d'utilisation sévères, les matériaux testés présentent des flux admissibles similaires (cf. Fig. 2.38). En effet, le comportement en compression étant essentiellement gouverné par la matrice, la température d'essai maximale (120°C) reste inférieure aux températures de transition vitreuse des résines époxy et PEEK.

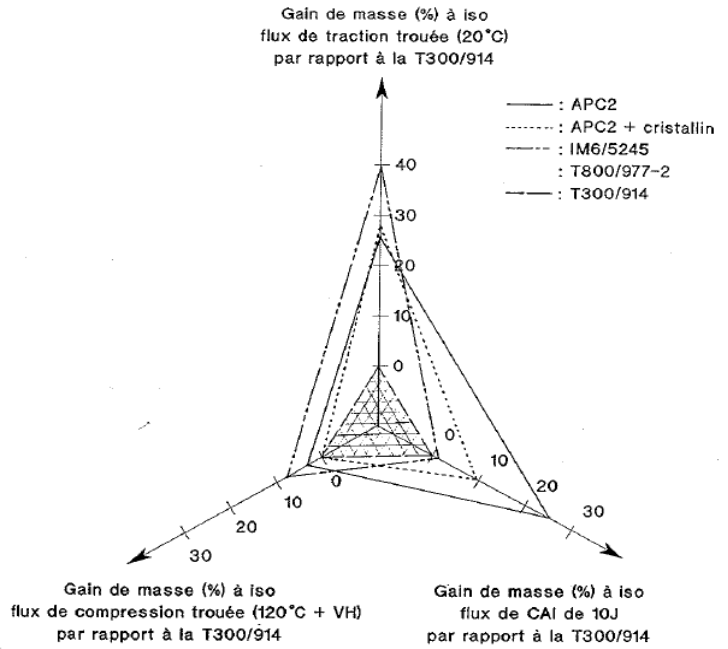


Fig. 2.38 – Influence du V.H. sur la résistance en compression trouée pour des stratifiés UD C/PEEK vs C/époxy [VAU93]

Plus récemment, Smith et al. [SMI01] ont proposé une étude comparative sur la durabilité des composites à matrice TD (Epoxy) et TP (Semi-cristalline : PPS, PEKK et amorphe : PEI) dans un environnement agressif (5 fluides couramment utilisés en aéronautique : eau, kérosène, fluide hydraulique, MEK et propylène glycol). Ces stratifiés renforcés par un tissu de type satin de 8 (verre ou carbone) ont été sollicités hors axes (+/- 45° par rapport à la direction des fibres) afin de déterminer la réponse de la matrice (prépondérante sur le comportement du stratifié dans cette configuration) pour différents types de chargement : monotone, cyclique et fluage. En se basant sur des critères de comparaison tels que la rétention de fluide, la rigidité, la résistance, la durée de vie en fatigue, il s'avère que les composites à matrice TP présentent quasiment la même durabilité que les composites à matrice TD. D'une manière générale, par rapport aux composites C/TD, les composites C/TP semblent présenter une tolérance inférieure aux environnements agressifs. Les TP semi-cristallins (PPS : 50% de cristallinité et PEKK : 0 – 25% de cristallinité) sont toutefois moins affectés par rapport aux TP amorphes qui perdent plus de 50% de leur résistance, démontrant ainsi l'importance de la phase cristalline des TP dans des conditions d'utilisation sévères (cf. Fig. 2.39).

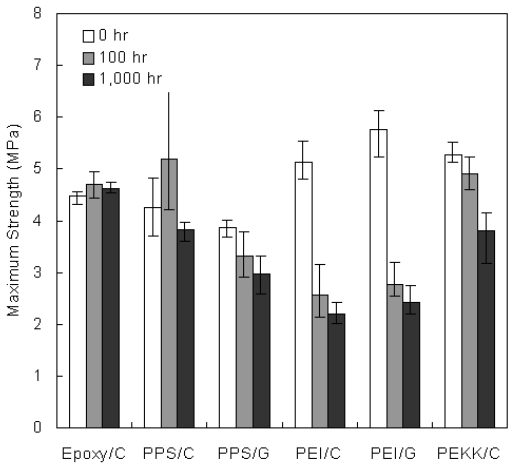


Fig. 2.39 – Influence du temps d'exposition à une fluide hydraulique sur la résistance en traction pour des stratifiés tissés C/PEEK vs C/époxy [SMI01]

Dans la perspective de la comparaison des composites à matrice TD (époxy) et TP (PEEK), Haque et Jeelani. [HAQ92] ont proposé une étude sur l'influence des conditions environnementales sur les propriétés en compression de stratifiés UD quasi-isotropes C/époxy et C/PEEK. Pour des températures de 23°C à 100°C, les propriétés des matériaux exposés à un environnement humide (eau distillée) pendants 90 jours ont été comparées à celles des matériaux de référence dans un état sec. Les conclusions issues des travaux sont les suivantes :

- Le C/époxy absorbe trois fois plus l'humidité que le C/PEEK (cf. Fig. 2.40). La géométrie de l'éprouvette joue également un rôle dans le mécanisme d'absorption. Ainsi, une éprouvette épaisse de faible surface absorbe moins d'humidité qu'une éprouvette mince de surface plus grande.

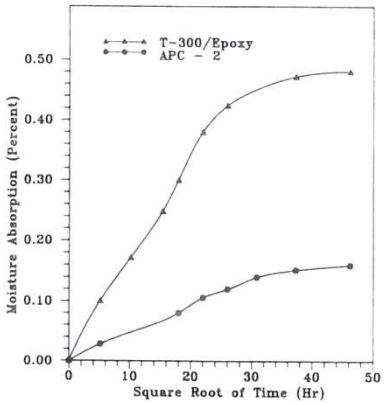


Fig. 2.40 – Absorption d'humidité en fonction du temps par des stratifiés UD C/époxy et C/PEEK [HAQ92]

- La rigidité et la résistance sont altérées par le vieillissement humide et l'accroissement de température pour les deux matériaux (cf. Fig. 2.41). Dans toutes les configurations, la rigidité et la résistance du C/PEEK sont meilleures que celles du C/époxy. De plus, l'abattement des propriétés entre l'environnement le plus sévère (100°C après VH) et l'état de référence (Sec à 23°C) est plus faible pour le C/PEEK (-18% pour la résistance et -12% pour la rigidité) que pour le C/époxy (-25% pour la résistance et -22% pour la rigidité).

- Des observations à l'œil nu semblent indiquer que la ruine des matériaux en compression intervient suite au cisaillement inter-laminaire suivi d'un délaminage et finalement de l'éclatement des extrémités.

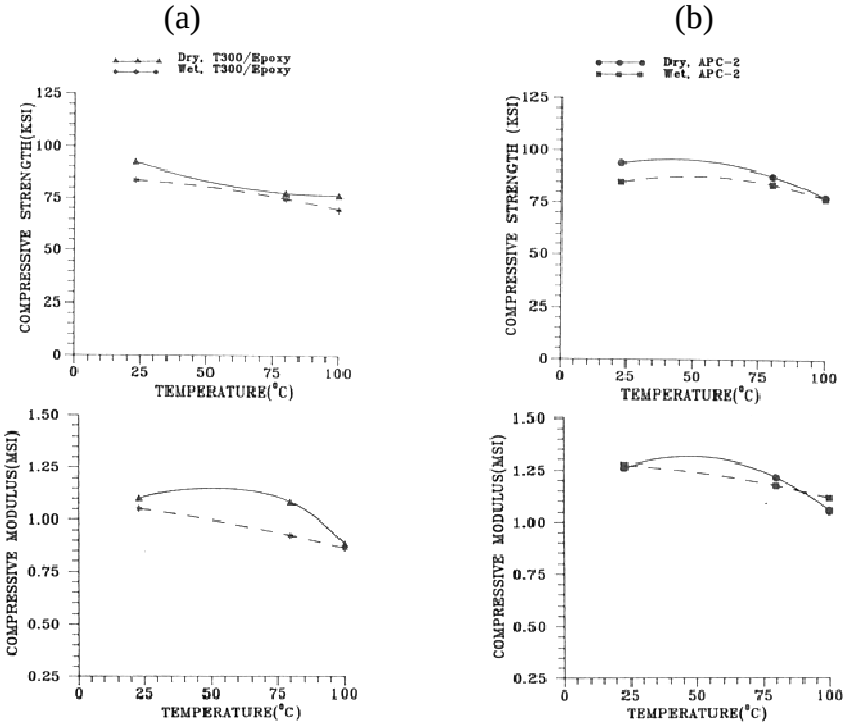


Fig. 2.41 – Influence combinée du vieillissement humide et de la température sur les propriétés en compression (résistance et rigidité) de stratifiés UD [HAQ92] : (a) C/époxy – (b) C/PEEK

Meyer et al. [MEY94] ont étudié la durabilité à long terme de l'adhésion interfaciale fibre/matrice de stratifiés carbone/PEEK après une exposition dans des environnements hygrothermiques (eau salée). Un essai de déchaussement de fibre unique a été mis à profit afin de déterminer quantitativement l'influence des conditions environnementales sur l'évolution de la contrainte d'adhésion ultime. Le matériau a été testé à trois niveaux de température. Les résultats de cette étude indiquent que la résistance d'adhésion interfaciale dans les composites C/PEEK dépend d'autant plus d'une exposition prolongée dans l'eau salée que la température est élevée.

2.3.2.4. Discussion

Dans un environnement humide, les composites absorbent en surface l'humidité ambiante et l'eau se diffuse dans la matrice. C'est pour cela que le mécanisme d'absorption dépend de la géométrie de l'éprouvette. Les effets du vieillissement humide sont plus marqués à température élevée car l'humidité abaisse la température de transition vitreuse. Bien que le carbone/époxy absorbe plus d'humidité que les carbone/PEEK et carbone/PPS, l'humidité influe légèrement plus la rigidité longitudinale et la résistance en traction de stratifiés tissés thermodurcissables que celles des thermoplastiques. Cependant, après vieillissement humide, un délaminage plus étendu est visible indiquant une altération de l'interface fibre/matrice. Les effets du vieillissement humide sont, comme pour la température, plus important, dans des configurations hors axes.

2.4. Conclusion

Les réponses en traction pour un stratifié thermodurcissable ou thermoplastique sont similaires lorsque le comportement du composite est gouverné par les fibres, c'est-à-dire pour un drapage avec une majorité de fibres dans le sens longitudinal. En cisaillement plan, les thermoplastiques montrent une résistance en cisaillement plus élevée. Il est important de noter que les composites à matrice TD sont plus sensibles aux dommages que les composites à matrice TP malgré des problèmes d'adhésion entre la fibre de carbone et la résine PPS. Cet inconvénient peut être surmonté par des traitements sur la fibre : l'ensimage.

Les stratifiés thermoplastiques s'avèrent plus sensibles à la présence d'un trou. Le comportement plastique marqué de la résine ne permet pas d'observer une bonne redistribution des contraintes par accommodation plastique autour du trou en raison de la présence des fibres qui empêchent la déformation plastique. La rupture des éprouvettes à matrice fragile (TD) s'accompagne d'un délaminage important tandis que celle des matériaux ductiles s'effectue davantage par cisaillement des fibres et peu de délaminage. Cet endommagement par délaminage s'atténue à haute température. Le comportement et la sensibilité au trou dépendent fortement de la séquence d'empilement du stratifié.

A l'instar de cette revue bibliographique qui visait à regrouper le comportement de stratifiés thermodurcissables et thermoplastiques, le prochain chapitre permettra de comparer des stratifiés tissés différentiés uniquement par leur matrice. Les configurations expérimentales étudiés s'intéresseront à l'influence combinée de paramètres environnementaux que sont la température et le vieillissement humide.

Chapitre 3 :
Essais réalisés

Dans ce chapitre, l'objectif visé est de fournir une base de données expérimentales permettant de réaliser une étude comparative des caractéristiques des trois matériaux composites (Carbone/Epoxy, Carbone/PPS et Carbone/PEEK présentés dans le chapitre 1) soumis à diverses sollicitations. On cherchera en particulier à mettre en évidence l'influence de paramètres environnementaux (température et/ou vieillissement humide) sur les comportements et propriétés mécaniques.

3.1. Procédure de réalisation des essais

On peut rappeler que les matériaux composites étudiés dans ce travail sont des plaques stratifiées renforcées par un tissu identique et différenciées par la nature de la matrice : résine thermoplastique PPS ou PEEK d'une part, et résine thermodurcissable époxyde d'autre part. Le renfort est un pré-imprégné de fibres de carbone avec un tissage de type satin de 5 (cf. chapitre 1). La fraction volumique de fibres est de 50% pour les thermoplastiques et de 60% pour le thermodurcissable ce qui représente un taux de fibres 20% plus important (10% dans le sens chaîne et 10% dans le sens trame). Dans la perspective de la comparaison des valeurs caractéristiques des différents matériaux, il est important de souligner cette différence de taux de fibres. Les plaques stratifiées sont obtenues par découpage à la scie diamant de plaques pré-imprégnées pressées à chaud. Les éprouvettes testées dans ce travail ont la même séquence d'empilement : [0/45/0/45/0/45/0]. Le tissu étant équilibré (50% de fibres dans les directions chaîne et trame), on peut considérer que ce drapage est quasi-isotrope.

Les essais ont été réalisés sur une machine d'essais servo-hydraulique MTS 810 dotée d'une cellule de charge de capacité 100kN et équipée d'une enceinte thermique. Les matériaux ont été testés dans deux configurations : un état neuf et un état vieilli.

Afin de déterminer l'influence des conditions environnementales (température et vieillissement humide), chaque type d'essai a été réalisé en fonction des conditions suivantes :

- **Etat du matériau** : neuf/vieilli humide (V.H.). Les éprouvettes vieillies humides ont été exposées à un environnement humide à 85% H.R. (Humidité Relative) et à 70°C pendant 1000h. Les éprouvettes sont considérées comme étant à l'état neuf ou vierge après avoir subi un étuvage à 70°C pendant 48 heures, 8 heures avant la réalisation de l'essai.
- **Température d'essai** : ambiante/120°C. Pour les essais en température, deux protocoles ont été appliqués. Avant de réaliser les essais à haute température, le four

est chauffé jusqu'à 120°C pendant 20 minutes de façon à obtenir une température des mors identique à la consigne. Pour chaque essai, après la mise en place de l'éprouvette, un laps de temps de 5 minutes est imposé afin d'obtenir une température homogène dans l'éprouvette. Pour les éprouvettes à l'état V.H., ce temps est réduit à 3 minutes pour ne pas modifier le taux humidité dans le stratifié.

Afin de pouvoir isoler les mécanismes spécifiques contribuant à altérer ou à améliorer les propriétés mécaniques, il est intéressant de dissocier l'influence respective de la température ou du V.H. Enfin, pour évaluer l'abattement des propriétés lié aux conditions d'utilisation en service dans un environnement de nacelle de moteur, on compare des valeurs obtenues dans la configuration de référence (Etat neuf à température ambiante) et la configuration sévère (Etat V.H. à 120°C).

Huit types d'essais ont été réalisés sur les trois types de matériaux définis précédemment. Les dimensions des éprouvettes et les normes de chaque essai sont indiquées dans Tab. 3. L'épaisseur des éprouvettes est la moyenne de trois points de mesure pris sur l'ensemble de la surface. Dans le tableau, la lettre V désigne la vitesse de déplacement imposé.

Le nombre d'essais par configuration étant limité à 5 éprouvettes pour un état donné, les courbes et les valeurs représentatives présentées dans ce chapitre ont été sélectionnées pour leur caractère conservatif. Ainsi, on ne présente pas la moyenne des valeurs et l'écart type associé.

Essai	Norme	Dimensions		Conditions d'essai
		Eprouvette	Talons	
Traction	EN 6035	250x25	50x25	V=0.5mm/min séquence quasi-isotrope
Cisaillement plan	EN 6031	250x25	50x25	V=1mm/min Drapage $[45]_8$
Flexion 3 points	ISO 14125	100x15	-	V=1mm/min séquence quasi-isotrope
CIL	EN 2563	20x10	-	V=1mm/min séquence quasi-isotrope
Compression	EN 2850	75x12.5	35x12.5	V=0.5mm/min séquence quasi-isotrope
Traction trouée	EN 6035	250x24	50x24	Ø 4,8 mm V=0.5mm/min séquence quasi-isotrope
Joint boulonné en double recouvrement	EN 6037	150x50	50x50	Ø 6,35mm V=0.5mm/min séquence quasi-isotrope
Joint boulonné en simple recouvrement	EN 6037	150x24	50x24	Ø 4,8mm V=0.5mm/min séquence quasi-isotrope

Tab. 3.1 – Normes, dimensions et conditions d'essai

3.2. Propriétés des éléments constitutifs

Dans le cadre d'une démarche multi-échelle et avant d'examiner le comportement des stratifiés tissés soumis à divers chargements monotones, il est intéressant d'observer la réponse mécanique individuelle des éléments constitutifs du composite (renfort et matrice) pour une sollicitation en traction. En effet, l'étude de l'influence de la température sur le comportement du renfort et de la matrice permet de mieux dissocier les effets observés sur le stratifié résultant de l'association de ces éléments.

3.2.1. Le renfort

Le renfort constituant les stratifiés est un renfort en fibres de carbone tissés en satin de 5 (cf. Chapitre 1). Afin de tracer la courbe contrainte-déformation en traction d'un pli de tissu il est nécessaire de connaître l'aire d'un toron (paquet de fibres) et le nombre de torons dans la largeur de l'éprouvette. Le pli élémentaire de tissu est constitué d'un seul toron (sens chaîne) dans l'épaisseur. Les torons sont répartis de manière périodique dans la largeur de l'éprouvette en raison de l'architecture du tissu et on suppose qu'ils possèdent la même section (cf. Fig. 3.1). La section d'un toron de fibres peut être assimilée à une ellipse dont l'aire S est donnée par son demi grand axe $a = 0{,}55\,mm$ et son demi petit axe $b = 0{,}085\,mm$: $S = \pi ab = 0{,}147\,mm^2$.

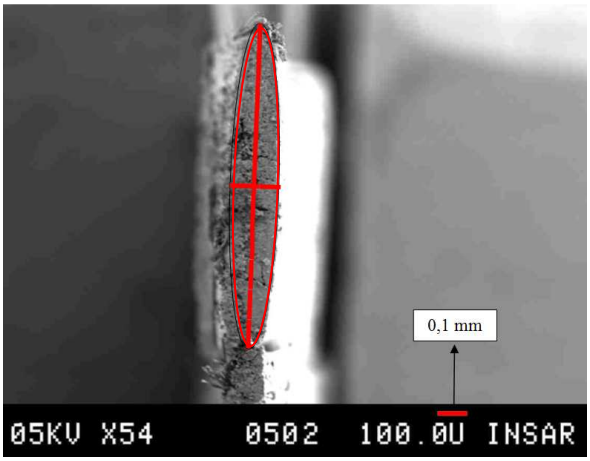


Fig. 3.1– Observation microscopique de la section d'un toron (grossissement x54)

Le comportement en traction du tissu satin de 5 en fibre de carbone est globalement indépendant de la température (cf. Fig. 3.2). En effet la contrainte à rupture à température ambiante est de 973MPa contre 941MPa à 120°C, soit un écart relatif de 3%. Les ruptures de pente observables sur la courbe à 120°C correspondent à des ruptures de fibres liées à la difficulté d'alignement exact des fibres selon l'axe de la sollicitation lors de la mise en place de l'éprouvette.

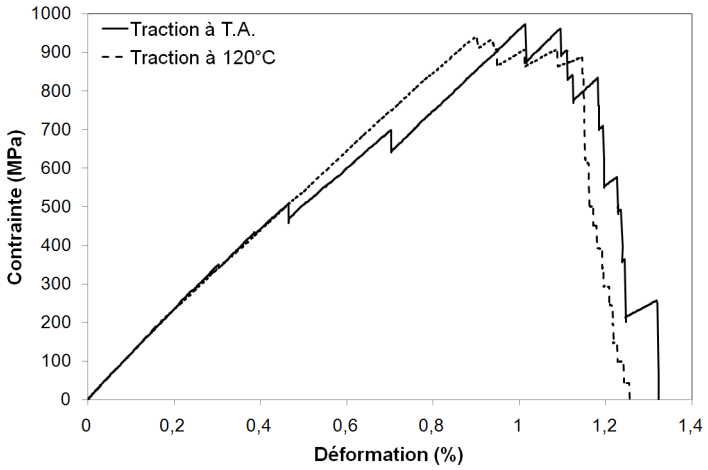


Fig. 3.2 – Influence de la température sur la réponse contrainte-déformation en traction pour un tissu carbone en satin 5

3.2.2. La matrice

3.2.2.1. Propriétés mécaniques de la matrice

Lors d'une sollicitation en traction, le module d'élasticité et la résistance des polymères décroissent sous l'effet d'une température croissante (cf. Fig. 3.3). Cette diminution est provoquée par l'adoucissement thermique selon les mécanismes présentés dans le chapitre 1. Des essais de traction ont été réalisés à deux températures sur des éprouvettes de résine PEEK et PPS pure (cf. Fig. 3.3a). Les réponses obtenues mettent clairement en évidence le comportement viscoplastique des deux résines. On peut toutefois préciser que la résine PEEK possède une résistance et un allongement à rupture supérieurs à ceux du PPS (cf. Tab. 3.2). De plus, en raison des limites techniques de la machine, l'allongement à rupture du PEEK à 120°C n'a pas été atteint. Pour la résine PEEK, bien que la température d'essai ne soit pas supérieure à sa T_g, on observe une diminution de sa rigidité (-20%) tandis que la résistance augmente de plus de 40% et l'allongement à rupture de plus de 280%. Pour la résine PPS sollicitée à une température supérieure à sa T_g, la rigidité et la résistance diminuent fortement (respectivement -85 et -28%). Dans le même temps, la déformation à rupture augmente de presque 430%. Pour la résine époxy L135i, le comportement est de type élastique-fragile à -40°C. L'augmentation de température révèle également un comportement viscoplastique avec une ductilité toutefois moins prononcée que pour les résines TP (cf. Fig. 3.3b). Ainsi, la déformation à rupture maximale (i.e. environ 6,5%) est obtenue à 40°C tandis que la rigidité et la résistance deviennent quasi insignifiantes à 80°C.

En résumé, le comportement de la matrice sous chargement thermomécanique dépend de la nature de la résine (TP ou TD) mais surtout de sa température de transition vitreuse. Cependant, l'association des fibres et de la matrice au sein du stratifié contribue à modifier légèrement la T_g de la matrice comme va le montrer la caractérisation thermique des résines thermoplastiques dans la partie suivante.

(a) (b)

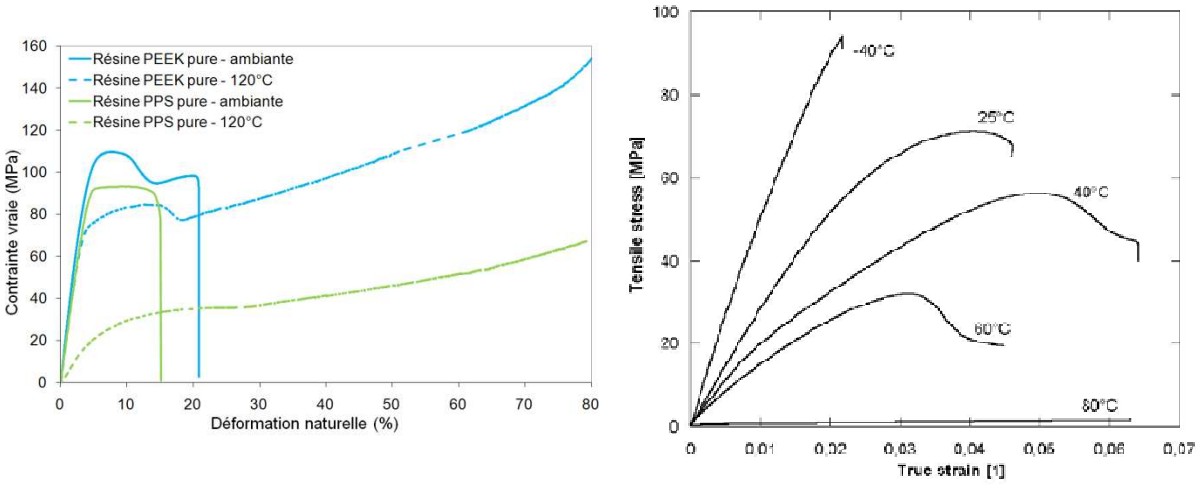


Fig. 3.3 – Influence de la température sur la réponse en traction de polymères :
(a) Thermoplastiques PEEK et PPS – (b) Thermodurcissable Epoxy L315i [FIE05]

(a)

		E (GPa)	σ_{max} (MPa)	ε_r (%)
PEEK	T.A.	3	110	21
	120°C	2,4	> 153	> 80
PPS	T.A.	2,3	93	15
	120°C	0,34	67	79
PEEK	E.R. (¨%)	-20	> 40	> 280
PPS		-85	-28	+427

(b)

	Epoxy 914	PEEK	PPS
Densité (g/cm^3)	1,2	1,3	1,34
T_g (°C)	190	143	90
$\sigma_{max}^{traction}$ (MPa)	68	120	150
$E^{traction}$ (GPa)	3,9	3,6-4	1,1-3,3
$\sigma_{rupture}^{compression}$ (MPa)	180	120-160	180
$\sigma_{max}^{flexion}$ (MPa)		170	140-190
$E^{flexion}$ (GPa)		3.7	3

Tab. 3.2 – Quelques propriétés mécaniques des résines pures :
(a) Influence de la température sur les propriétés en traction des résines PEEK et PPS pures
(b) Données fournisseurs [ROL97][VAU93]

3.2.2.2. Caractérisation thermique des résines thermoplastiques

3.2.2.2.1. L'analyse thermique différentielle (DSC)

L'analyse thermique différentielle (Differential Scanning Calorimetry) est une technique permettant de déterminer les caractéristiques thermiques des matériaux. Elle permet de mesurer le flux thermique nécessaire pour que la température de l'échantillon augmente ou diminue à une vitesse choisie. Ce flux thermique est directement proportionnel à la capacité calorifique du matériau à une température donnée. Des transformations thermodynamiques de 1er ordre comme la fusion vont se traduire par un pic, dont la surface est proportionnelle à l'enthalpie de transformation. Les échantillons carottés sur l'épaisseur des plaques stratifiées ont subi deux montées en températures avec un maintien à 30°C pendant 2mn. La vitesse de montée en température est de 10°C/mn entre 30°C et 300°C ou 370°C respectivement pour le PPS ou le PEEK (cf. Fig. 3.4). Le premier palier correspond alors à la transition vitreuse et à un pic exothermique de cristallisation.

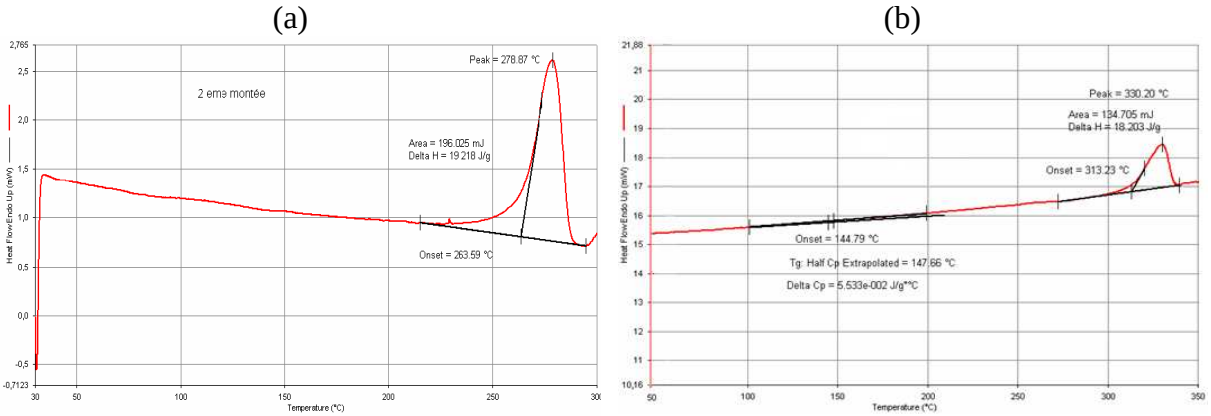


Fig. 3.4 – Résultats de l'analyse DSC : (a) C/PPS – (b) C/PEEK

	PPS	Carbone/PPS	PEEK	Carbone/PEEK
Transition vitreuse T_g (°C)	97,05 ± 1,80	95,39 ± 2,71	149,63 ± 1,27	144,14 ± 3,74
Température de fusion T_f (°C)	279,50 ± 1,63	279,67 ± 1,13	344,93 ± 2,12	342,28 ± 1,42
Pourcentage de cristallinité χ (%)	26,83 ± 0,78	26,71 ± 2,89	34,43 ± 1.81	30,86 ± 2,26

Tab. 3.3 – Températures de transition vitreuse et de fusion des résines et stratifiés TP

La détermination du taux de cristallinité est importante car ce dernier conditionne les propriétés mécaniques et physiques du matériau (cf. Chapitre 1). Dans le cas du C/PEEK, il est légèrement plus important que celui du C/PPS (cf. Tab. 3.3). De plus, la T_g des deux types de stratifié diminue légèrement par rapport à celle de la résine pure car l'association des fibres et de la matrice contribue à modifier le taux de cristallinité du matériau.

3.2.2.2.2. L'analyse thermomécanique dynamique (DMTA)

En analyse dynamique mécanique, la contrainte dynamique remplace ou se superpose à la contrainte statique. Les analyses dans lesquelles une sollicitation dynamique est appliquée à l'échantillon permettent de caractériser les phénomènes de relaxation associés à des transitions du type transition vitreuse (relaxation primaire). Les mesures thermomécaniques dynamiques DMA ont étés réalisées en torsion à 1Hz pour des températures comprises entre 30°C et 250°C pour le PPS ou 300°C pour le PEEK. La vitesse de montée en température est de 2.5°C/mn pour une sollicitation constant de 1MPa (cf. Fig. 3.5). La valeur de la température de transition vitreuse Tg est déterminée en traçant la courbe à iso-fréquence tan δ = f (T). La température à laquelle la valeur du facteur de perte est maximale correspond à la température de transition vitreuse. Le facteur de perte est donnée par : $\tan\delta = \frac{G''}{G'}$. Les résultats obtenus pour le module de conservation en cisaillement ainsi que la température de transition vitreuse pour les stratifiés carbone/PPS et carbone/PEEK sont regroupés le Tab. 3.4.

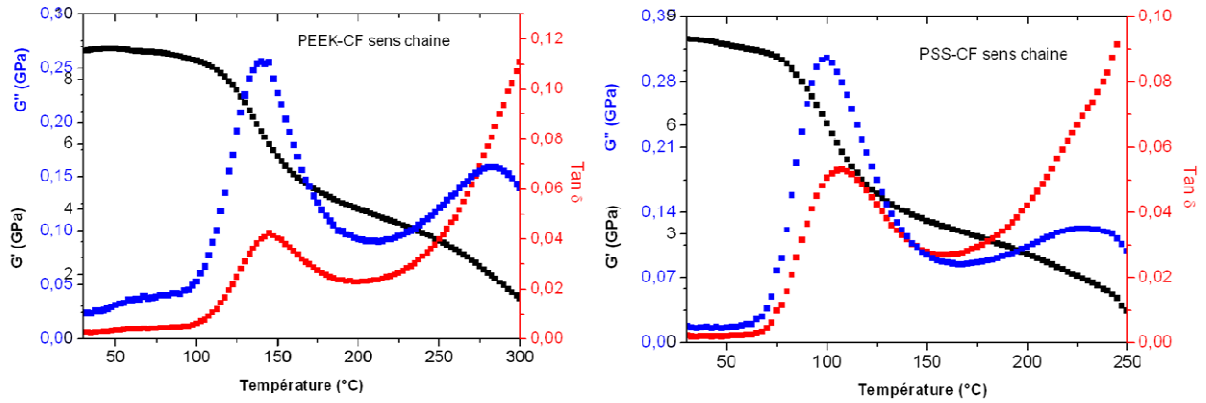


Fig. 3.5 – Evolution du module de conservation G' et de perte G'' en cisaillement des échantillons carbone/PEEK et carbone/PPS dans le sens chaîne

	G' à 30°C (GPa)	G' à 120°C (GPa)	Diminution (%)	Tg (°C)
PPS-CF chaîne	8,39	4,36	48,04	107,17
PPS-CF trame	6,86	3,47	49,4	106,45
PPS-CF 45°	10,9	6,5	40,32	107,84
PEEK-CF chaîne	8,88	7,97	11,41	142,67
PEEK-CF trame	8,73	8,33	4,58	145,66
PEEK-CF 45°	10,35	9,98	3,51	146,36

Tab. 3.4 – Valeurs du module de conservation et température de transition vitreuse pour les stratifiés carbone/PPS et carbone/PEEK suivant l'orientation des fibres

Par rapport à l'analyse DSC, la température de transition vitreuse du C/PEEK (≈145°C) déterminée par DMTA est la quasi-identique et celle du C/PPS (≈107°C) augmente (+13%). Cette différence s'explique par la difficulté de localiser le point d'inflexion lors des essais de DSC réalisés sur le C/PPS.

3.2.3. Le stratifié

Considérant les réponses individuelles en traction des éléments constitutifs du stratifié (Renfort tissé de fibres de carbone d'une part et résine PPS d'autre part) obtenues précédemment, il est intéressant de comparer les réponses à T.A. à celle d'un stratifié C/PPS avec une séquence $[0]_8$ (cf. Fig. 3.6a). Le comportement en traction du stratifié est élastique-fragile. Pour un tel drapage, la réponse mécanique du stratifié est similaire au comportement élastique-fragile des fibres orientées à 0°. On peut également préciser que le comportement ductile de la matrice ne se reporte alors pas du tout sur la réponse globale du stratifié C/PPS $[0]_8$. Ainsi, la séquence d'empilement est un paramètre essentiel permettant de conditionner la contribution de la matrice ou des fibres au comportement global du stratifié. Afin d'évaluer l'influence de la séquence d'empilement sur la réponse en traction d'un stratifié tissé C/PPS à T.A., deux séquences ont été testées : un drapage $[0]_8$ (traction chaîne sur la Fig. 3.6b) et un drapage à plis orientés $[45]_7$ (cisaillement plan sur la Fig. 3.6b). La réponse élastique-fragile du stratifié $[0]_8$ contraste singulièrement avec la réponse élasto-plastique du stratifié $[45]_7$. Il apparaît ainsi que lorsqu'un stratifié possède une majorité de plis orientés à 0°, la réponse du stratifié est gouvernée par les fibres à 0° tandis qu'elle est davantage dominée par le

comportement ductile de la matrice PPS lorsque le stratifié possède une majorité de fibres orientées à ±45°.

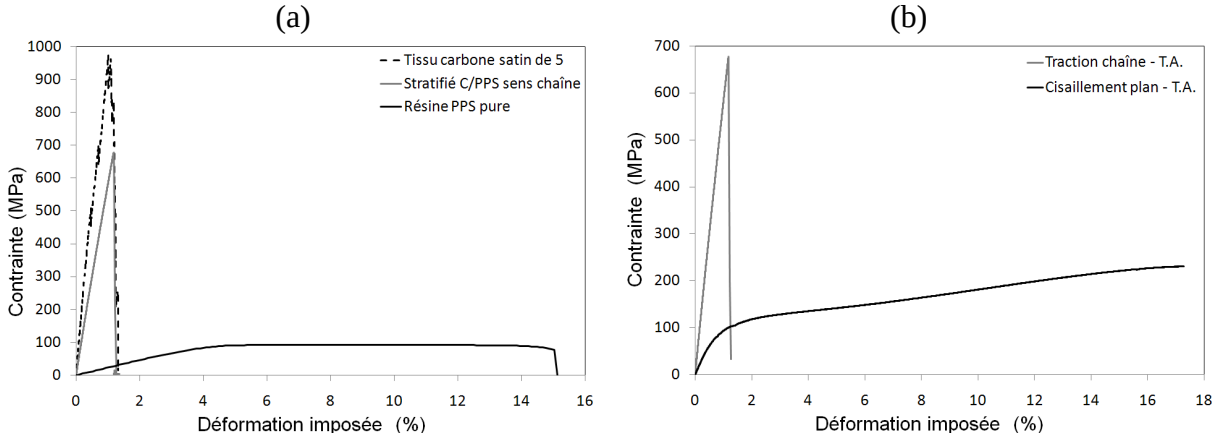


Fig. 3.6 – Comportement en traction d'un stratifié carbone/PPS et de ses constituants à T.A.

Au-delà de la séquence d'empilement, la réponse du stratifié, et plus particulièrement les mécanismes d'endommagement, est influencée par la microstructure du matériau. En effet, l'empilement des couches de tissus imprégnés de résine contribue à obtenir une alternance de zones riches en résine et de zones pauvres en résine comme le montrent les coupes dans l'épaisseur de stratifiés à plis tissés quasi-isotrope [0/45/0/45/0/45/0] et à plis orientés $[45]_7$ (cf. Fig. 3.7). Ces zones sont également associées à la géométrie de l'inter-pli qui est non plane et au type de tissage du pli élémentaire (ici un tissu satin de 5). Il en résulte des mécanismes de propagation des dommages différents de ceux observés dans le cas d'un stratifié à plis UD. On note également que les stratifiés Q.I. présentent beaucoup plus de zones riches en résine que les stratifiés à plis orientés.

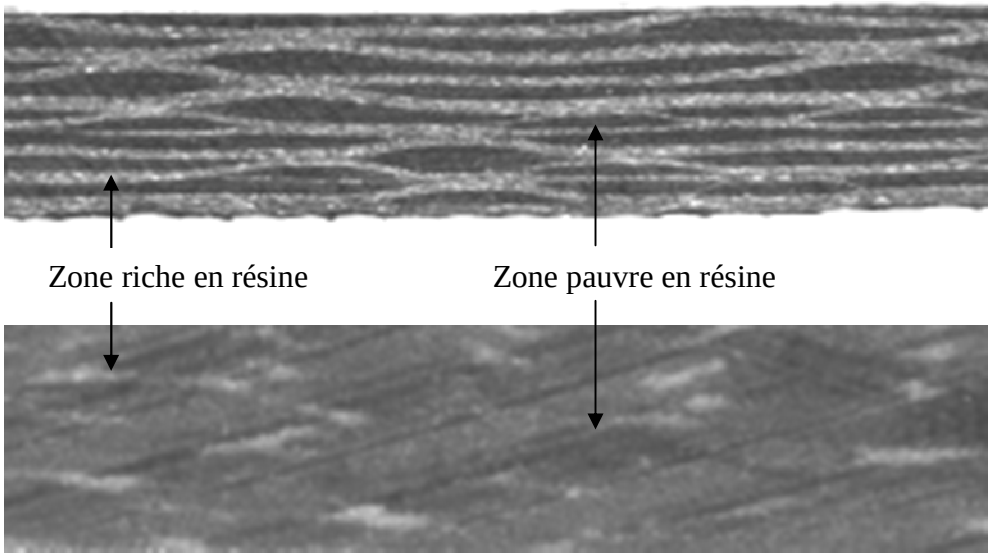


Fig. 3.7 – Coupes dans l'épaisseur de stratifiés tissés quasi-isotrope [0/45/0/45/0/45/0] et à plis orientés $[45]_7$ - Cas du carbone/PPS

[OSA03] a justifié l'apparition des fissures dans les mèches transverses et des «méta-délaminages», dans les tissus sollicités en traction dans les axes d'orthotropie, quel que soit le motif de tissage (taffetas, sergé, satin), du fait de l'alignement des mèches longitudinales selon la direction de l'effort soumettant les mèches transverses à une déformation de flexion

(cf. Fig. 3.8a), la fissure apparaissant alors dans la zone tendue [BIZ09]. Toutefois, ce phénomène est particulièrement amplifié dans les tissus de type taffetas où les ondulations se succèdent à chaque mèche de fibres (cf. Fig. 3.8a), alors qu'il est moins présent dans les tissus à armure satin où les ondulations se succèdent toutes les n fibres (satin de 5, n = 5 et satin de 8, n = 8). Cette ondulation peut être quantifiée grâce à l'angle de la valeur de la tangente de l'angle θ (crimp angle). L'apparition des premiers dommages est alors plus ou moins retardée en fonction du type de tissage. Pour les essais de traction dans l'axe des fibres (cf. Fig. 3.8b), une inflexion typique de la courbe de traction est observable, il s'agit du « knee-point ». Ce phénomène semble être en relation avec la dégradation matricielle propre aux tissus [PAN01]. Cette dégradation est associée au fait que les mèches de trame ondulent plus sévèrement que les mèches de chaîne dans les zones de tissage.

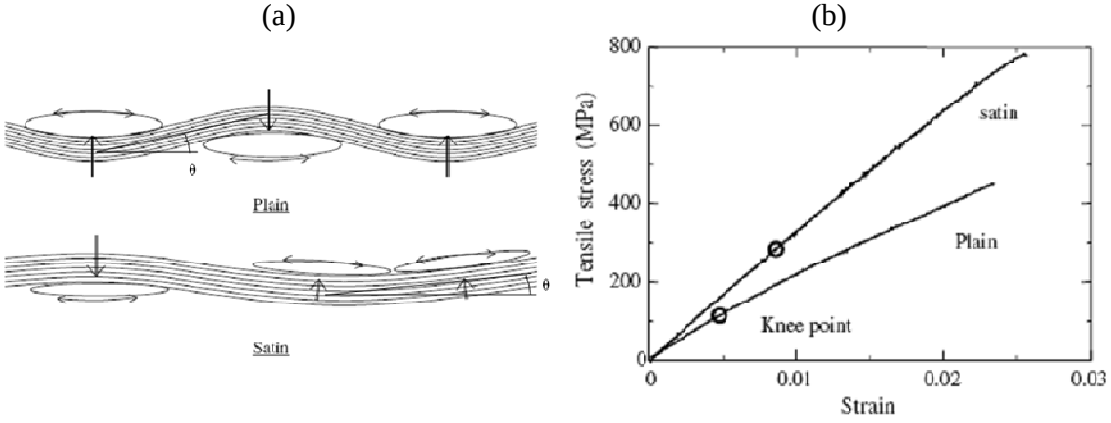


Fig. 3.8 – Influence du type d'armure sur l'endommagement dans les tissus sollicités en traction sens fibres [OSA03]

3.3. Essais monotones classiques

La première série d'essais permet de déterminer les propriétés mécaniques du pli élémentaire pour chaque matériau. Les essais monotones élémentaires suivants ont été réalisés : traction lisse, traction trouée, cisaillement plan, compression, flexion 3 points et Cisaillement Inter Laminaire.

3.3.1. Traction lisse

Cet essai permet d'accéder au module longitudinal du matériau E_L ainsi qu'à la résistance en traction σ^r_{lisse}. A partir de la charge appliquée F^r, la contrainte à rupture est définie par $\sigma^r_{lisse} = F^r/bh$ où h représente l'épaisseur de l'éprouvette et b sa largeur.

3.3.1.1. Influence de la température

3.3.1.1.1. Résultats et analyse

En termes de comportement global du stratifié, l'influence de la température sur la réponse en traction des différents types de stratifiés dépend peu de l'état du matériau. Pour la séquence d'empilement étudié [0/45/0/45/0/45/0] i.e. quasi-isotrope, les fibres orientées à 0° supportent

la charge et la réponse du stratifié est dominée par le comportement des fibres à 0° (57% des plis du stratifié). Les matériaux possèdent alors un comportement élastique-fragile (cf. Fig. 3.10). Dans les plis à 0°, l'allongement à rupture des fibres étant inférieur à l'allongement auquel la matrice commence à se déformer plastiquement, le comportement légèrement non linéaire observé en fin de chargement n'est pas associé à un comportement plastique de la résine mais à la rupture progressive des fibres à 0° pendant le chargement.

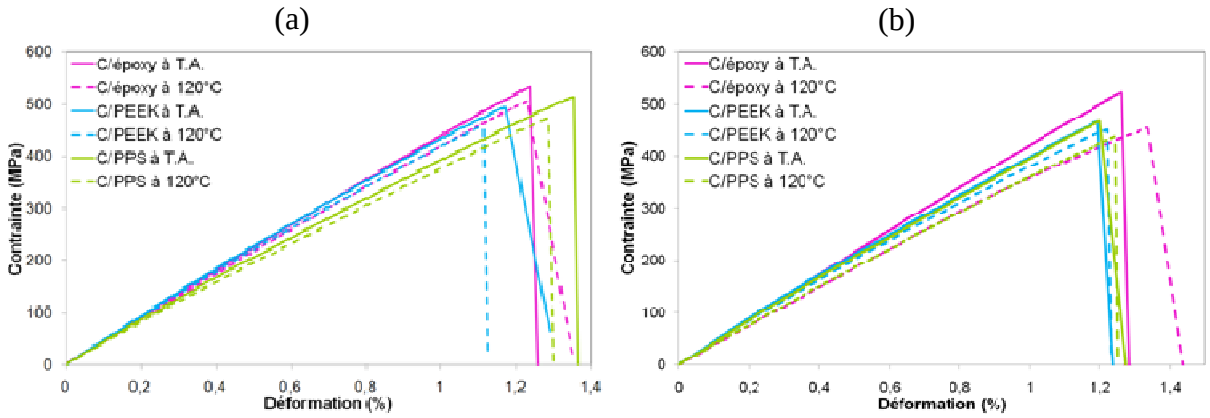


Fig. 3.9 – Influence de la température sur la réponse contrainte-déformation en traction lisse : (a) Etat neuf – (b) Etat V.H.

		Etat neuf			Etat V.H.		
		C/époxy	C/PEEK	C/PPS	C/époxy	C/PEEK	C/PPS
20°C	σ^r_{lisse} (MPa)	532	494	514	521	465	466
	E_L (GPa)	45,22	46,67	41,95	43,45	41,53	42,77
	ε^r_{lisse} (%)	1,23	1,17	1,35	1,26	1,19	1,2
120°C	σ^r_{lisse} (MPa)	505	458	472	453	450	436
	E_L (GPa)	43,29	44,74	40,49	37,14	39,63	37,3
	ε^r_{lisse} (%)	1,23	1,11	1,28	1,34	1,22	1,25
Influence T°	σ^r_{lisse}	-5%	-7,3%	-8,2%	-13%	-3,2%	-6,4%
	E_L	-4,2%	-4,1%	-2,8%	-14,5%	-4,6%	-12,8%
	ε^r_{lisse}	0%	-5,2%	-5,1%	+6%	+2,5%	+0,4%

Tab. 3.5 – Influence de la température sur les propriétés mécaniques en traction lisse : Etat neuf – Etat V.H.

A l'état neuf, les propriétés mécaniques des trois matériaux dépendent peu de la température d'essai ce que l'on peut justifier en considérant que la réponse des stratifiés est principalement gouvernée par les fibres dont le comportement est indépendant de la température. De plus, la diminution de la rigidité à température croissante est légèrement plus marquée pour le C/Epoxy et le C/PEEK que pour le C/PPS alors que ce dernier possède la T_g la plus basse des trois matériaux. Cette observation confirme donc la faible contribution de la matrice à la réponse des stratifiés quasi-isotrope. A l'état V.H., le C/Epoxy et le C/PPS sont caractérisés par un abattement de leur résistance et de leur rigidité. L'influence du comportement de la matrice n'étant pas prépondérante pour cette stratification, cela signifie que le V.H. contribue à modifier les mécanismes d'endommagement en dégradant notamment la qualité de l'adhésion à l'interface fibres/matrice. Cet effet est plus significatif dans le cas du C/Epoxy.

Pour comparer les propriétés mécaniques des différents matériaux, il est important de rappeler que le taux volumique de fibres est de 60% pour le C/époxy et de 50% pour les C/TP, soit 20% de fibres en plus par pli c'est-à-dire 10% de fibres en plus dans chaque direction (chaîne et trame) puisque le tissu est équilibré. A l'état neuf et à T.A., la résistance à rupture du C/Epoxy est supérieure de 8% à celle du C/PEEK et de 4% à celle du C/PPS. De plus, la rigidité du C/PEEK est supérieure à celle du C/Epoxy. Ainsi, indépendamment de l'influence de la température et du V.H., un taux de fibres 10% supérieur dans un stratifié au comportement dominé par les fibres ne se traduit pas directement par une résistance ou une rigidité 10% supérieure. Les mécanismes d'endommagement spécifiques à chaque matériau justifient davantage la différence d'abattement d'une configuration à l'autre.

3.3.1.1.2. Analyse des mécanismes d'endommagement et interprétation

A l'état neuf, les observations au MEB des zones endommagées du C/Epoxy et du C/PEEK sont similaires et révèlent essentiellement des fissures longitudinales associées à des ruptures de fibres à 0° et à 45° (cf. Fig. 3.11). A 120°C, les zones endommagées présentent un aspect un peu différent et sont similaires à celles du C/PPS (cf. Fig. 3.11). Les tranches latérales des éprouvettes indiquent que de nombreuses fibres ont été arrachées. L'empreinte des torons sur la tranche peut indiquer une dépréciation de la qualité de l'interface fibre/matrice provoquant un arrachement des fibres à 45° rompues. Pour le C/PPS, les observations à l'état neuf n'indiquent pas de fissures longitudinales mais un faciès de rupture en peigne caractéristique d'une décohésion à l'interface fibre/matrice.

Comme nous l'avons vu dans le chapitre 2, les mécanismes d'endommagement des stratifiés à l'état V.H. sont similaires à ceux de l'état neuf même si le C/PPS est caractérisé par des zones de décohésion à l'interface fibre/matrice (cf. Fig. 3.12). Bien qu'elles n'apparaissent pas sur ces observations au MEB, des fissures transverses apparaissent de manière assez homogène parallèlement à l'axe des fibres et dans l'épaisseur des mèches chaîne et trame. Ces fissures transverses sont généralement induites par les effets de bord caractéristiques dans les composites stratifiés et des décohésions fibres/matrice. Les fissures longitudinales se développent dans le plan du tissu et parallèlement à l'axe des fibres. Elles sont observées aussi bien entre les paquets de fibres avec des orientations différentes (fissuration inter-mêches) qu'entre les paquets de fibres avec la même orientation (fissuration intra-mêche). Elles suivent l'ondulation du tissu. En accord avec les mécanismes d'endommagement propres aux tissus introduits précédemment, la fissuration matricielle est associée à l'ondulation plus prononcée des mèches trame sur les mèches chaîne dans les zones de tissage. Le point d'inflexion (knee point) qui délimite la partie linéaire et non linéaire est observable sur les courbes contrainte-déformation et plus particulièrement à haute température. Ensuite, les fissures transverses et longitudinales se généralisent et les fibres rompues sont alors arrachées de la matrice (phénomène de pull-out). En dernier lieu intervient la rupture des fibres à 0° qui correspond à la ruine des stratifiés à plis tissés sollicités en traction.

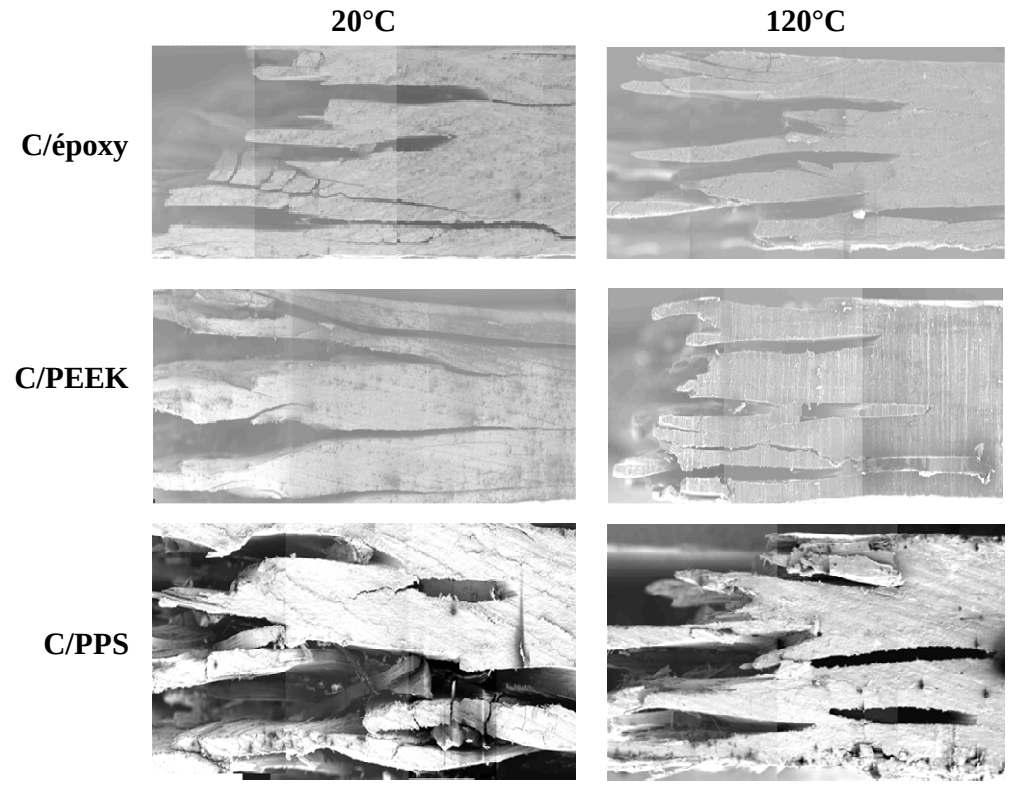


Fig. 3.10 – Essai de traction lisse : observations au MEB des matériaux à l'état neuf

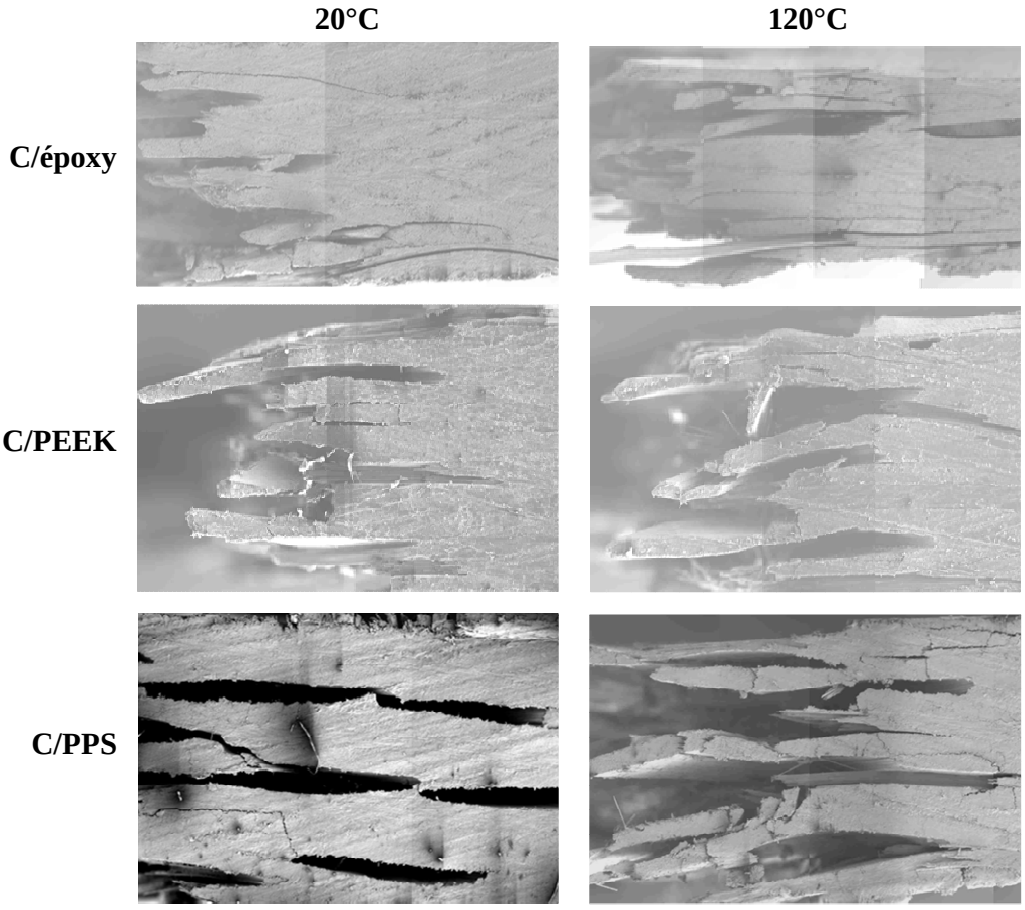


Fig. 3.11 – Essai de traction lisse : observations au MEB des matériaux à l'état V.H.

3.3.1.2. Influence du Vieillissement Humide

3.3.1.2.1. Résultats et analyse

La réponse mécanique des stratifiés à l'état V.H. n'évolue pas par rapport à l'état neuf et demeure élastique-fragile en lien avec la séquence d'empilement. Le point d'inflexion apparaît plus clairement sur la courbe contrainte-déformation des stratifiés dans des conditions sévères d'essai.

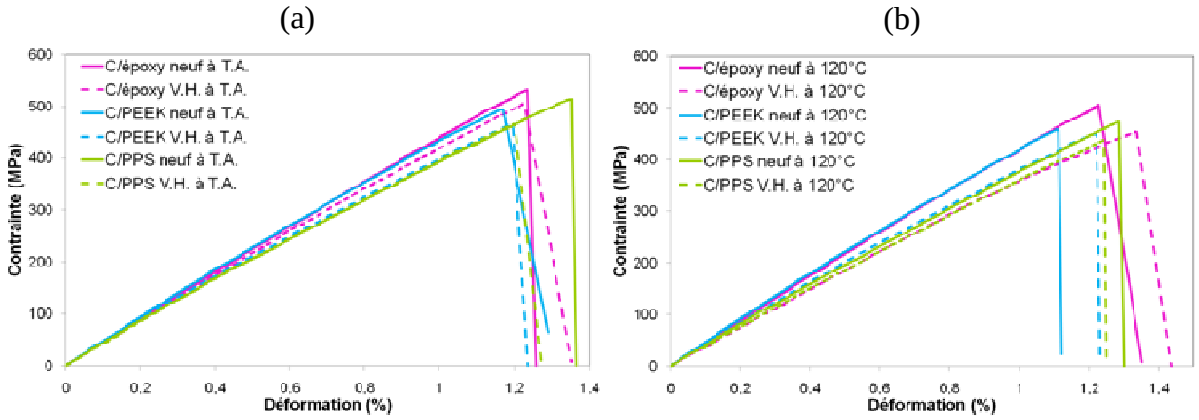


Fig. 3.112 – Influence du V.H. sur la réponse contrainte-déformation en traction lisse : (a) 20°C – (b) 120°C

		20°C			120°C		
		C/époxy	C/PEEK	C/PPS	C/époxy	C/PEEK	C/PPS
Etat neuf	σ^r_{lisse} (MPa)	532	494	514	505	458	472
	E_L (GPa)	45,22	46,67	41,95	43,29	44,74	40,49
	ε^r_{lisse} (%)	1,23	1,17	1,35	1,23	1,11	1,28
Etat V.H.	σ^r_{lisse} (MPa)	521	465	466	453	450	436
	E_L (GPa)	43,45	41,53	42,77	37,14	39,63	37,3
	ε^r_{lisse} (%)	1,26	1,19	1,2	1,34	1,22	1,25
Influence T°	σ^r_{lisse}	-2,1%	-5,9%	-9,3%	-10,3%	-1,7%	-7,6%
	E_L	-3,9%	-11%	+1,9%	-14,2%	-11,4%	-7,9%
	ε^r_{lisse}	+2,4%	+1,7%	-11,1%	+8,9%	+9,9%	-2,3%

Tab. 3.6 – Influence du vieillissement humide sur les propriétés mécaniques en traction lisse : 20°C – 120°C

Pour le C/Epoxy, les propriétés évoluent dans des proportions limitées avec le V.H. à T.A. mais changent significativement sous l'action combinée du V.H. et de la température. La rigidité du C/PEEK est affectée par le V.H. avec un abattement de 11% par rapport à l'état neuf. Dans le même temps, la résistance n'évolue quasiment pas. Pour le C/PPS, le V.H. ne se traduit pas une évolution significative des propriétés en traction.

3.3.1.2.2. Analyse des mécanismes d'endommagement et interprétation

A l'état V.H., les mécanismes d'endommagement sont similaires à ceux observés à l'état neuf mais les fissures longitudinales sont plus nombreuses dans le cas du C/Epoxy. A la surface des éprouvettes, les fissures observées semblent même indiquer un endommagement par délaminage. Pour le C/PPS, on observe sur la tranche latérale davantage de décohésion des paquets de fibres à l'interface avec la matrice, notamment à T.A. Pour le C/PEEK, les zones endommagées présentent le même aspect aux deux températures d'essai avec toutefois moins de fissures longitudinales qu'à l'état neuf. Par ailleurs, la structure non planaire des stratifiés à plis tissés leur confère une résistance à l'endommagement par délaminage supérieure à celle des stratifiés à plis UD (cf. Chapitre 2). En effet, la propagation d'une fissure de délaminage est ralentie en raison du caractère hétérogène de l'interplis (zones riches en matrice ou en tissu). C'est pourquoi on observe davantage de fissures longitudinales suivant l'ondulation des interplis et des décohésions matricielles qui s'initient dans ces zones. Lors du V.H., la diffusion de l'eau dans la structure du stratifié induit en effet des micro-vides à l'interface inter-plis et amplifie le caractère viscoplastique de la matrice, notamment pour le C/Epoxy. Il en résulte une altération des qualités de l'interface et un abaissement de la limite d'élasticité de la matrice qui se déforme alors plastiquement. Ces mécanismes sont néfastes au transfert de charge et contribuent à la diminution de la rigidité et/ou de la résistance des stratifiés. L'abattement dépend alors de l'influence du V.H. sur la qualité de l'adhésion interfaciale. Cette influence varie selon la nature de l'association matrice/fibres qui se caractérise par une adhésion interfaciale intrinsèque plus ou moins forte.

3.3.1.3. Influence de conditions environnementales sévères

Le module longitudinal et la résistance sont similaires pour les trois matériaux dans les conditions d'utilisation service. L'action combinée du V.H. et de la température induit un abattement du même ordre de grandeur sur ces propriétés pour les trois matériaux (cf. Fig. 3.13). En revanche, la déformation à rupture semble augmenter légèrement pour le C/Epoxy et le C/PEEK alors qu'elle diminue un peu pour le C/PPS.

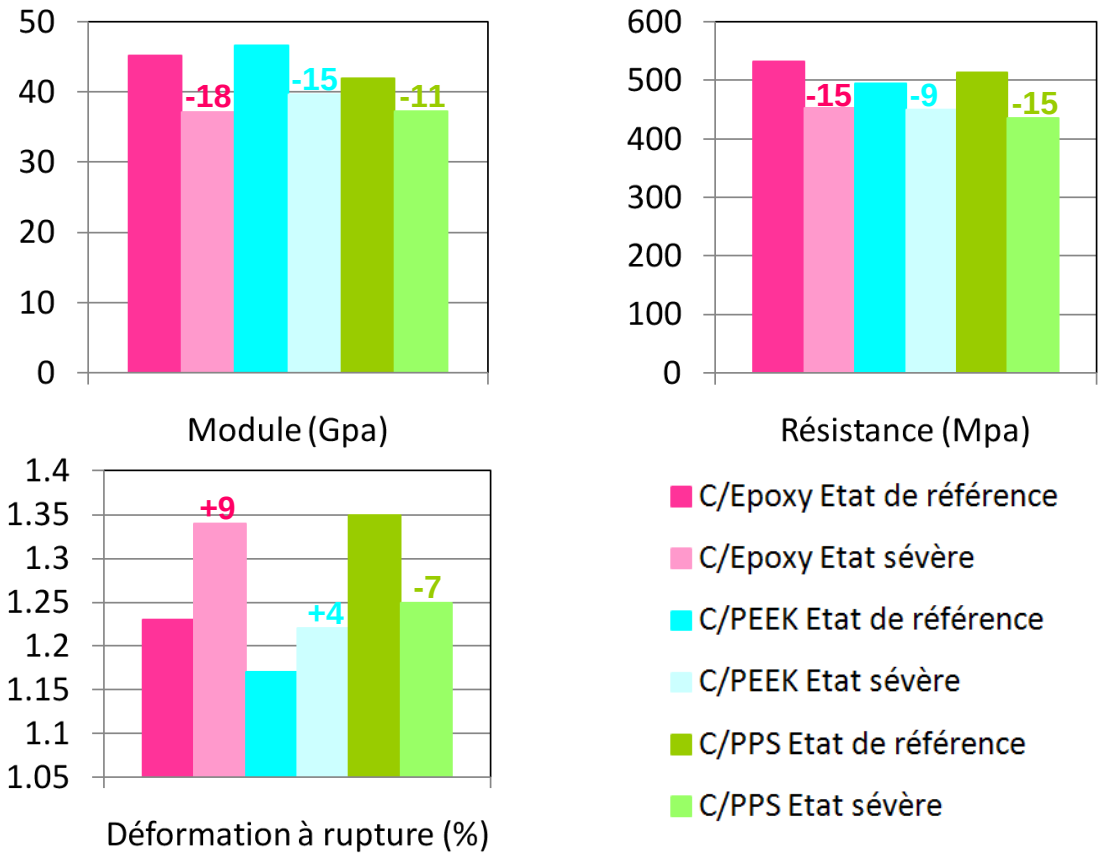


Fig. 3.13 – Influence de conditions environnementales sévères sur les propriétés en traction lisse des matériaux étudiés (en %)

3.3.2. Traction trouée

Les éprouvettes ont subi un essai de traction monotone piloté en déplacement à une vitesse de 0,5 mm/min. Le but de ces essais est de quantifier l'influence du trou sur la résistance des stratifiés et de comprendre les mécanismes d'accommodation des contraintes autour du trou en fonction de la nature la matrice ainsi que leur évolution en fonction de la température d'essai. Le coefficient de trou noté C_t représente l'abattement de résistance à rupture lié à la présence d'un trou dans le stratifié. Il est défini par :

$$C_t = \frac{\sigma^r_{trouée}}{\sigma^r_{lisse}}$$

Où $\sigma^r_{trouée} = \frac{F^r_{trouée}}{b.h}$ et $\sigma^r_{lisse} = \frac{F^r_{lisse}}{b.h}$ représentent respectivement les contraintes à rupture en traction trouée et traction lisse. Les dimensions b et h sont respectivement la largeur et l'épaisseur des éprouvettes.

3.3.2.1. Influence de la température

3.3.2.1.1. Résultats et analyse

Le comportement des stratifiés troués avec une séquence quasi-isotrope est élastique-fragile (cf. Fig. 14). Le rapport largeur de l'éprouvette sur diamètre du trou b/d est égal à 5. Ce rapport est important car il conditionne le profil des surcontraintes au bord du trou et donc la résistance des stratifiés troués (cf. Chapitre 4). En général, pour un rapport b/d supérieur ou égal à 5, le coefficient de trou tend vers une limite.

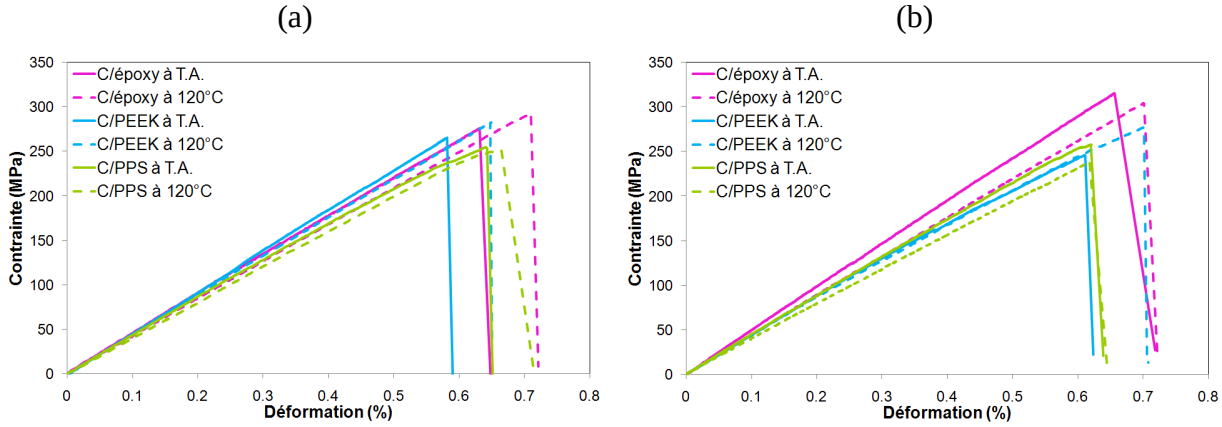


Fig. 3.14 – Influence de la température sur la réponse contrainte-déformation en traction trouée : (a) Etat neuf – (b) Etat V.H.

Pour les trois matériaux, l'influence de la température dépend de l'état du matériau (cf. Tab. 7). A l'état neuf, la température influence peu la résistance et la rigidité des trois matériaux. A l'état V.H., la température altère la rigidité du C/Epoxy et du C/PPS (-10%) tandis que la résistance du C/PEEK augmente de 12% ! Dans le même temps, l'allongement à rupture augmente notablement avec la température pour ces deux matériaux.

Les trois matériaux sont très sensibles à la présence du trou comme en témoigne le coefficient de trou environ égal à 50% à T.A. (cf. Tab. 3.7). Quel que soit l'état du matériau, la température influence le coefficient de trou du C/Epoxy et du C/PEEK de la même manière. L'abattement diminue à température d'essai croissante ce qui indique que la température est bénéfique du point de vue de la résistance. En d'autres termes, les mécanismes d'endommagement impliqués dans ces deux matériaux (présentés par la suite) semblent mettre à profit l'augmentation de température. Pour le C/Epoxy, le coefficient de trou n'évolue quasiment pas en fonction de la température quel que soit l'état du matériau. Du point de vue de la rigidité, elle est quasi identique pour les stratifiés lisse et troués à l'état neuf. A l'état V.H. et plus particulièrement dans des conditions environnementales sévères (à 120°C), la rigidité du C/Epoxy troué progresse de 20% par rapport à celle du C/Epoxy lisse ! Pour le C/PEEK et le C/PPS, cette évolution est plus modérée (environ 5%). Comment les mécanismes de redistribution des contraintes spécifiques aux stratifiés troués, influencés par des conditions sévères, permettent-ils une rigidification du matériau ?

		Etat neuf			Etat V.H.		
		C/époxy	C/PEEK	C/PPS	C/époxy	C/PEEK	C/PPS
20°C	$\sigma^r_{trouée}$ (MPa)	276	265	255	315	246	257
	E_L (GPa)	44,99	46,11	42,8	49,05	43,76	43,65
	Ct	0,52	0,54	0,5	0,6	0,53	0,55
	$\varepsilon^r_{trouée}$ (%)	0,63	0,58	0,64	0,66	0,61	0,62
120°C	$\sigma^r_{trouée}$ (MPa)	292	281	251	304	276	238
	E_L (GPa)	42,11	44,51	40,63	44,55	42,43	39,03
	Ct	0,58	0,61	0,53	0,67	0,6	0,55
	$\varepsilon^r_{trouée}$ (%)	0,71	0,65	0,66	0,7	0,7	0,62
Influence T°	$\sigma^r_{trouée}$	+5,8	+6%	-1,5%	-3,5%	+12,2%	-7,4%
	E_L	-6,4%	-3,5%	-5,1%	-9,2%	-3%	-10,6%
	Ct	+11,5%	+13%	+6%	+11,7%	+13,7%	0%
	$\varepsilon^r_{trouée}$	+11,2%	+12%	+3,1%	+6%	+14,7%	0%

Tab. 3.7 – Influence de la température sur les propriétés mécaniques en traction trouée : Etat neuf- Etat V.H.

3.3.2.1.2. Analyse des mécanismes d'endommagement et interprétation

Les observations au MEB des tranches latérales des éprouvettes après rupture indiquent que les mécanismes d'endommagement évoluent peu avec la température à l'état neuf. Ainsi, le C/PPS présente un faciès de rupture en peigne caractéristique d'une faible qualité d'interface fibre/matrice. Pour le C/PEEK et le C/Epoxy, les zones endommagées sont similaires à celles observées dans le cas de la traction lisse : fissuration longitudinale de la matrice et des fibres sont en accord avec l'ondulation du tissu. A l'état V.H., les observations MEB montrent pour le C/PPS et le C/Epoxy une fissuration de la matrice avec un arrachement des fibres clairement visible à 120°C. La décohésion des fibres est accentuée dans des conditions environnementales sévères.

L'interpolation d'images numériques réalisée lors de ces essais de traction sur stratifiés troués permet davantage de comprendre les mécanismes d'endommagement dans chaque type de stratifié que les observations au MEB des tranches latérales. L'analyse de ces résultats d'interpolation d'images est présentée par la suite. De plus, pour ce type d'essai, un suivi de l'endommagement par rayons X ou par ultrasons permettrait une interprétation plus aisée de ces mécanismes spécifiques liés à la nature de la matrice et la qualité de l'adhésion fibre/matrice. Les mécanismes d'endommagement caractéristiques des stratifiés troués à plis tissés sont les suivants : l'endommagement s'initie aux bords droit et gauche du trou en raison de la concentration des contraintes autour du trou. On observe ainsi la fissuration longitudinale des plis à 45° qui est suivie de la fissuration longitudinale des plis à 0°. La concentration des contraintes aux fronts de fissures peut induire un micro-délaminage des plis à 45° ce qui permet la relaxation des contraintes dans les plis à 0°. Il en résulte une rupture progressive des fibres à 45° à partir du bord du trou suivie par celle des fibres à 0° en s'éloignant du trou. On peut ainsi observer une surface de rupture orientée à 45° par rapport à la direction de sollicitation. On constate donc que les mécanismes d'endommagement des stratifiés troués à plis tissés sont similaires à ceux rapportés dans le cas des stratifiés troués à plis UD.

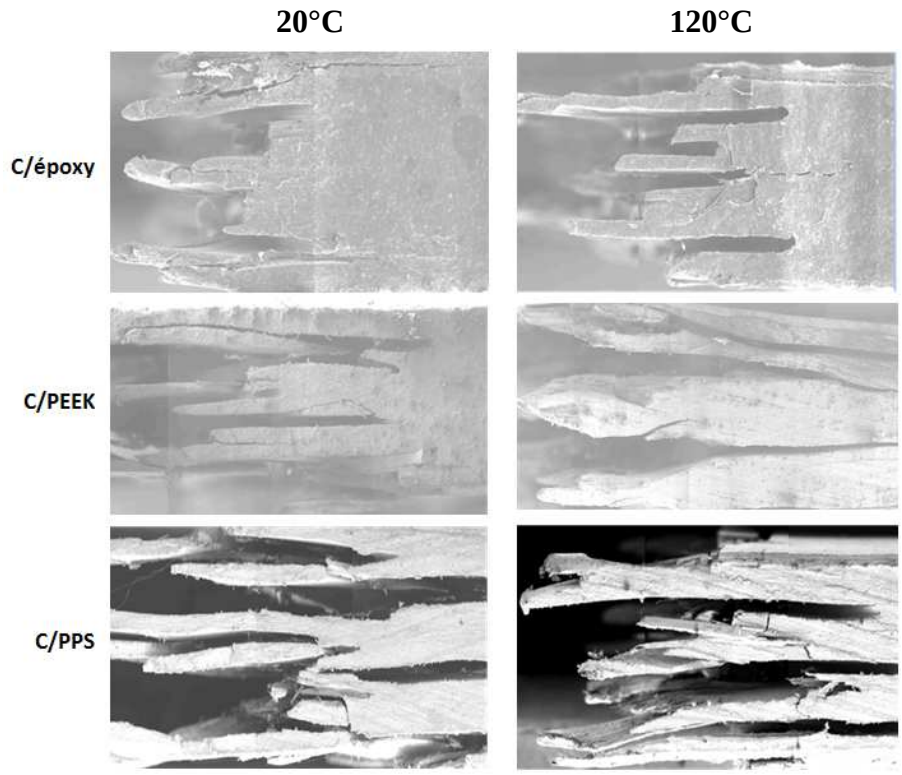


Fig. 3.15 – Essai de traction trouée : observations au MEB des matériaux à l'état neuf

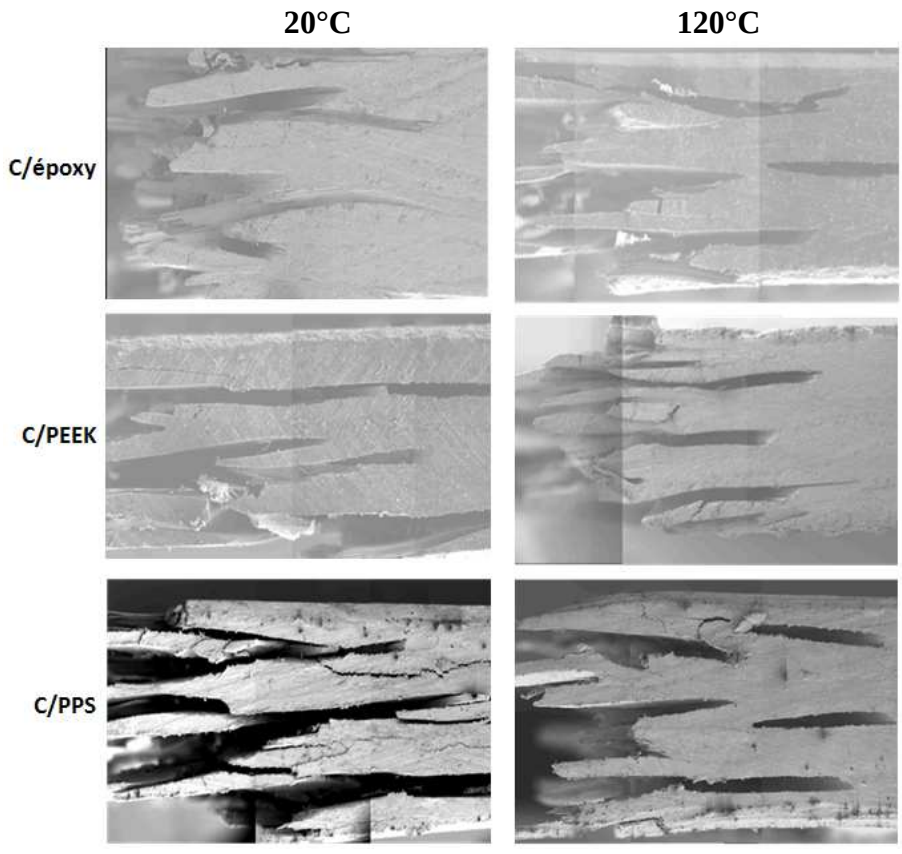


Fig. 3.16 – Essai de traction trouée : observations au MEB des matériaux à l'état V.H.

3.3.2.2. Influence du Vieillissement Humide

Le V.H. ne modifie pas notablement les propriétés mécaniques des stratifiés troués de type C/TP. En revanche, la rigidité et la résistance (donc le coefficient de trou) du C/Epoxy tirent profit du V.H. Cette évolution peut être associée aux mécanismes d'endommagement propres au C/Epoxy. On sait que le V.H. agit dans le sens d'un affaiblissement de l'adhésion fibre/matrice en créant des micro-vides et en amplifiant le comportement ductile de la matrice époxy. Cette évolution peut induire une zone de dommages plus étendue au sein du stratifié ce qui se traduit par davantage de zones de micro-délaminage et de micro-fissures longitudinales qui permettent la relaxation des contraintes dans les plis à 0°. Cette interprétation, inspirée des mécanismes s'opérant dans les stratifiés troués à plis UD, pourrait ainsi justifier une augmentation de la résistance.

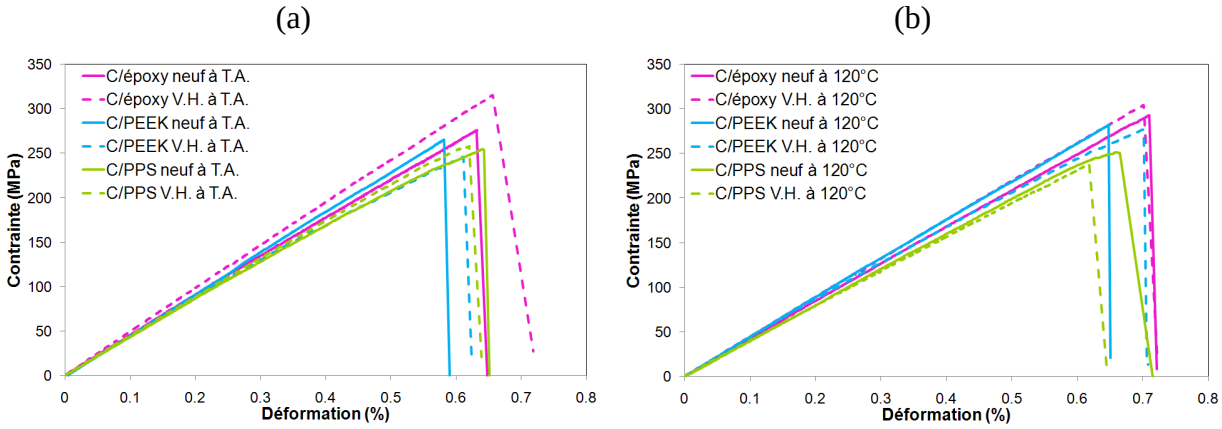


Fig. 3.17 – Influence du vieillissement humide sur la réponse contrainte-déformation en traction trouée : (a) 20°C – (b) 120°C

		20°C			120°C		
		C/époxy	C/PEEK	C/PPS	C/époxy	C/PEEK	C/PPS
Etat neuf	$\sigma^r_{trouée}$ (MPa)	276	265	255	292	281	251
	E_L (GPa)	44,99	46,11	42,8	42,11	44,51	40,63
	Ct	0,52	0,54	0,5	0,58	0,61	0,53
	$\varepsilon^r_{trouée}$ (%)	0,63	0,58	0,64	0,71	0,65	0,66
Etat V.H.	$\sigma^r_{trouée}$ (MPa)	315	246	257	304	276	238
	E_L (GPa)	49,05	43,76	43,65	44,55	42,43	39,03
	Ct	0,6	0,53	0,55	0,67	0,6	0,55
	$\varepsilon^r_{trouée}$ (%)	0,66	0,61	0,62	0,7	0,7	0,62
Influence V.H.	$\sigma^r_{trouée}$	+14,1%	-7,5%	+0,8%	+4,1%	-3,9%	-5,2%
	E_L	+9%	-5,1%	+2%	+5,8%	+3%	-3,9%
	Ct	+15,4%	-1,9%	+10%	+15,5%	-1,6%	+3,8%
	$\varepsilon^r_{trouée}$	+4,8%	+5,2%	-3,1%	-1,4%	+14,7%	-6,1%

Tab. 3.8 - Influence du vieillissement humide sur les propriétés mécaniques en traction trouée : 20°C – 120°C

Concernant l'évolution de la rigidité, l'interprétation est plus délicate car elle doit être considérée à la lumière de la signification de la mesure de la rigidité. Dans ce cas,

l'extensomètre a été placé entre le trou et la zone de fixation dans les mors. La distance entre lames de l'extensomètre (25mm) est insuffisante pour obtenir une mesure de déformation moyenne représentative de l'éprouvette trouée. Par conséquent, cette mesure de déformation locale ne permet pas de déterminer précisément la rigidité du matériau. Elle n'est donc pas exploitable quantitativement. Il aurait fallu utiliser un extensomètre avec des lames suffisamment éloignées du trou et placées de part et d'autre de la zone de concentration de contraintes.

3.3.2.3. Influence de conditions environnementales sévères

L'action combinée du V.H. et de la température contribue à altérer les propriétés mécaniques du C/PPS tandis que celles du C/Epoxy et du C/PEEK sont quasi-inchangées. On peut également noter que les mécanismes spécifiques de redistribution des contraintes discutés par la suite vont permettre de diminuer significativement l'abattement de la résistance du C/Epoxy et dans une moindre mesure celui du C/PEEK et du C/PPS (cf. Fig. 3.18). Comme dans le cas de la traction lisse, des conditions environnementales augmente sensiblement la déformation à rupture des stratifiés C/Epoxy. Finalement, le C/PPS est moins rigide et moins résistant que les deux autres matériaux (-22% sur la résistance et -15% sur la rigidité).

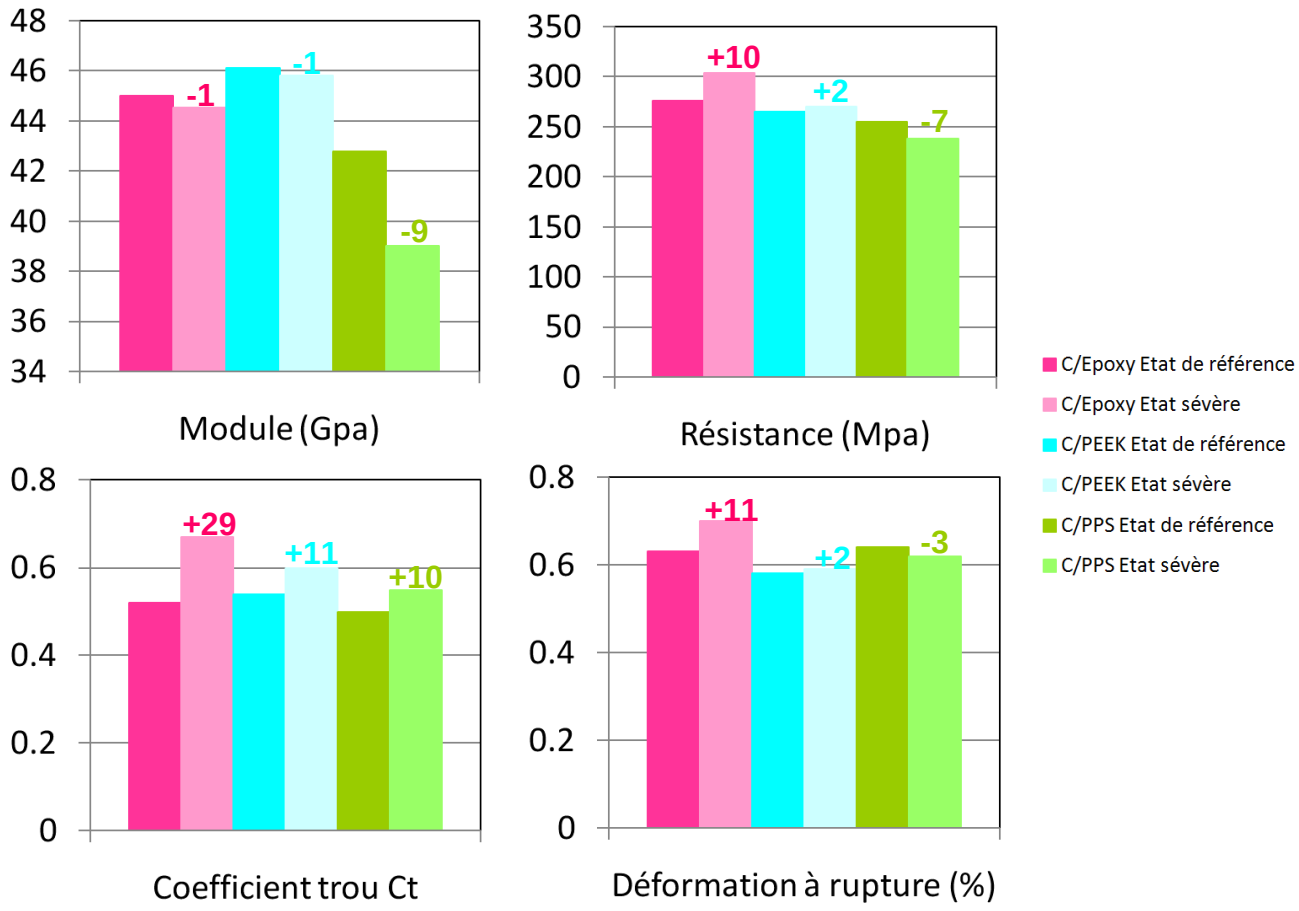


Fig. 3.18 – Influence de conditions environnementales sévères sur les propriétés en traction trouée des matériaux étudiés (en %)

3.3.3. Essai de traction hors-axes sur stratifié tissé $[45]_n$: essai de cisaillement plan

Pour cet essai, seuls le C/Epoxy et le C/PPS ont été étudiés. La séquence d'empilement du stratifié est $[45]_n$ (n=8 pour le C/epoxy et n=7 pour le C/PPS). Le tissu est équilibré dans le sens trame et chaîne ce qui signifie que chaque pli tissé présente la même fraction volumique de fibres dans les directions orientées à 45° et à -45° par rapport à la direction de la sollicitation en traction. On peut donc considérer que cet essai est équivalent à un essai de traction hors-axes sur stratifié $[\pm 45]_{n/2}$. Cet essai permet de déterminer à la fois la résistance au cisaillement plan τ_{12}, le module de cisaillement plan G_{12} et la déformation de cisaillement γ_{12} du matériau à partir d'un simple essai de traction hors-axes sur un stratifié tissé $[45]_n$. Dans le repère local associé aux plis élémentaires (1,2), la loi de comportement du stratifié s'écrit :

$$\tau_{12} = \frac{F}{2S} = G_{12}.\gamma_{12}$$

Où F est la charge appliquée, S la section de l'éprouvette.
G_{12} est le module de cisaillement plan.
$\gamma_{12} = \varepsilon_X - \varepsilon_Y$ représente la distorsion angulaire due au cisaillement. ε_X (déformation longitudinale) et ε_Y (déformation transversale) sont obtenues à partir d'une rosette de jauges de déformation (cf. Fig. 3.19) placées selon les axes **X** et **Y**.

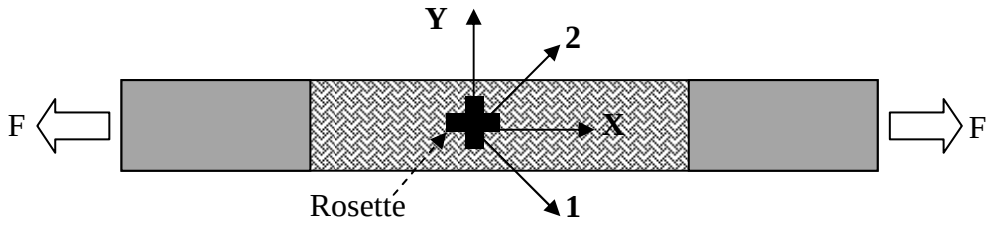


Fig. 3.19 – Essai de traction hors-axes sur stratifié $[45]_7$

Dans cette configuration, les caractéristiques mécaniques en cisaillement du stratifié tissé sont principalement fonction du comportement de la matrice. Les cycles de charge et de décharge en traction sur un stratifié C/Epoxy à plis tissés orientés à 45° font apparaître une diminution du module (synonyme d'endommagement du matériau) ainsi que des déformations inélastiques (cf. Fig. 3.20).

Il est possible de décrire les phénomènes de glissement et de friction de la matrice, responsables de l'endommagement et des déformations inélastiques, en utilisant un modèle de type plastique avec écrouissage isotrope (cf. Chapitre 4). Toutefois, cette approche simple ne permet pas de prendre en compte l'endommagement du composite. De plus, des essais de traction hors-axes ont été réalisés sur des stratifié tissés $[45]_n$ troués afin d'évaluer et de mieux comprendre la contribution du comportement ductile de la matrice (plus ou moins amplifié par une augmentation de température) aux mécanismes de redistribution des contraintes autour du trou. Cet essai fournit également des informations pertinentes pour vérifier la validité, du point de vue qualitatif et quantitatif, du modèle de comportement élastoplastique anisotrope développé dans le chapitre suivant.

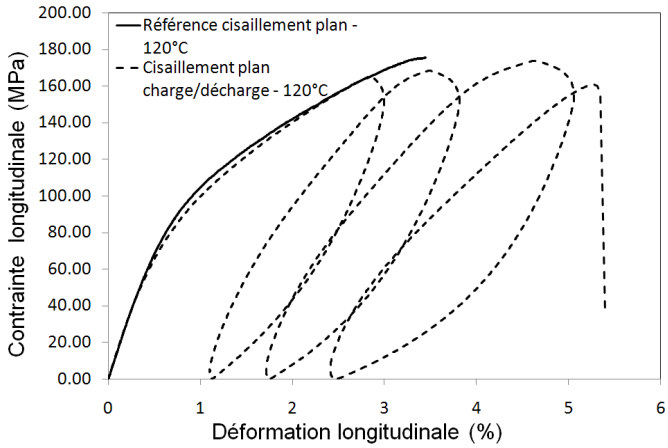


Fig. 3.20 – Mise en évidence de l'endommagement et des déformations inélastiques lors d'un essai de traction hors-axes à 45° sur stratifié C/Epoxy à 120°C

3.3.3.1. Influence de la température

3.3.3.1.1. Résultats et analyse

En termes de comportement global du stratifié, l'influence de la température sur la réponse en cisaillement plan des différents types de stratifiés dépend essentiellement de la nature de la résine. La comparaison des réponses contrainte-déformation longitudinale confirment les résultats obtenus pour les essais en traction sur la résine pure : les stratifiés C/PPS présentent un comportement ductile beaucoup plus marqué que les stratifiés C/Epoxy que ce soit en traction lisse ou en traction trouée (cf. Fig. 3.21). Ce comportement résulte évidemment du caractère plus ou moins viscoplastique des résines polymères, viscoplasticité qui, par définition dépend de la vitesse de chargement et de la température d'essai. On peut ainsi souligner la perte de rigidité et de résistance importante associées au passage de la T_g du C/PPS.

(a) (b)

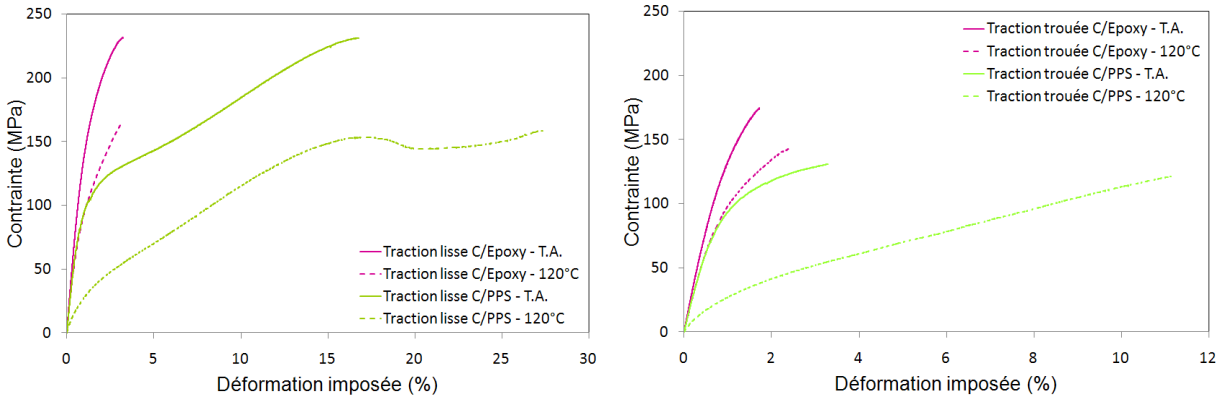


Fig. 3.21 – Influence de la température sur la réponse contrainte-déformation de stratifiés $[45]_7$: (a) Traction lisse – (b) Traction trouée

Le C/Epoxy possède un taux volumique de fibres de 60 % (comparé à 50% pour le C/PPS) ce qui signifie un taux volumique de matrice de 40%. Ainsi, le comportement peu ductile du

C/Epoxy est du en partie au comportement viscoplastique peu marqué de la résine époxy mais aussi à ce taux volumique moins élevé que dans le cas du C/PPS.

A partir des relations précédentes et des définitions données dans le cas de stratifiés quasi-isotropes, on obtient les propriétés mécaniques en traction hors-axes suivantes (cf. Tab. 3.9). L'abattement de 67% de la rigidité en cisaillement plan G_{12} et l'augmentation de 63% de la déformation à rupture dus à l'augmentation de température (au-delà de la Tg du C/PPS) confirment le comportement viscoplastique marqué du C/PPS. Dans le même temps, la rigidité du C/Epoxy diminue environ de 20% tandis que la déformation à rupture reste stable. En ce qui concerne la résistance en traction lisse, elle est quasi identique pour les deux matériaux. Bien que la réponse mécanique du stratifié $[45]_n$ soit essentiellement gouvernée par le comportement de la matrice, la contrainte à rupture du stratifié est évidemment associée au comportement des fibres. Comme cela a été indiqué précédemment, le C/Epoxy possède un taux volumique de fibres de 60 % (comparé à 50% pour le C/PPS) ce qui signifie 20% de fibres en plus par pli soit 10% de fibres en plus dans chaque direction (trame et chaîne) puisque le tissu est équilibré. Le taux de fibres plus élevé du C/Epoxy semble ainsi avoir une incidence très modérée sur la résistance en cisaillement plan (+0,4% à T.A. et +4% à 120°C par rapport au C/PPS).

Globalement, l'influence de la température sur la résistance en cisaillement plan est la même pour les deux matériaux à savoir un abattement d'environ 30%. Ainsi, bien que la réponse du stratifié à une sollicitation hors-axes soit essentiellement gouvernée par le comportement de la matrice, il n'y pas une corrélation directe entre la résistance et le comportement ductile de la matrice. L'explication est davantage en rapport avec les mécanismes d'endommagement spécifiques de chaque type de matériau (analysés à partir des observations des faciès de rupture par la suite).

		C/époxy	C/PPS
20°C	σ^r_{lisse}(MPa)	232	231
	$\sigma^r_{trouée}$ (MPa)	175	131
	C_h	0,75	0,57
	ε^r_{lisse}	3,22	16,76
	$\varepsilon^r_{trouée}$	1,72	3,29
	G_{12} (GPa)	5,29	4,08
120°C	σ^r_{lisse}(MPa)	165	159
	$\sigma^r_{trouée}$ (MPa)	144	121
	C_h	0,87	0,76
	ε^r_{lisse}	3,19	27,34
	$\varepsilon^r_{trouée}$	2,44	11,14
	G_{12} (GPa)	4,19	1,35
Influence T°	σ^r_{lisse}(MPa)	-29%	-31%
	$\sigma^r_{trouée}$ (MPa)	-18%	-8%
	C_h	+16%	+34%
	ε^r_{lisse}	≈	+63%
	$\varepsilon^r_{trouée}$	+42%	+238%
	G_{12} (GPa)	-21%	-67%

Tab. 3.9 – Influence de la température sur les propriétés mécaniques en traction lisse et trouée de stratifiés C/Epoxy et C/PPS à l'état neuf

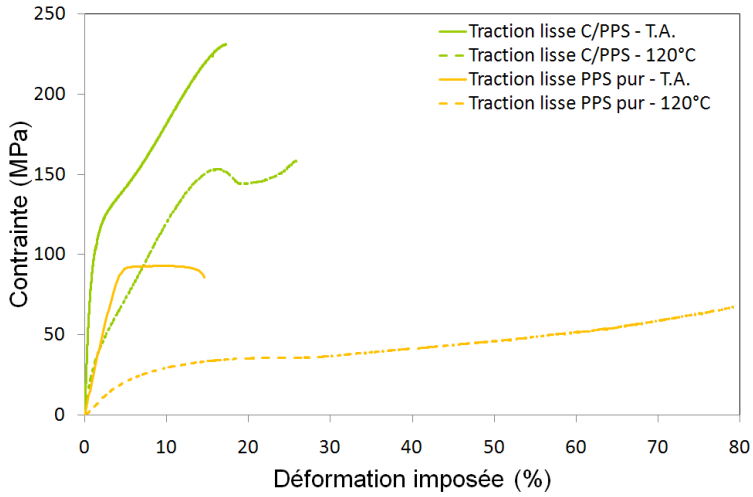


Fig. 3.22 – Influence comparative de la température sur la réponse mécanique en traction de stratifiés tissés C/PPS $[45]_7$ et de résine PPS pure

Ainsi, pour l'essai de cisaillement plan, il apparaît clairement que la rigidité, la résistance et la déformation à rupture du stratifié dépendent du comportement de la matrice dont les propriétés mécaniques vont se dégrader avec une température d'essai croissante mais aussi du renfort tissé qui joue un rôle actif dans la réponse mécanique du stratifié.

La comparaison des réponses mécaniques en traction de stratifiés tissés C/PPS $[45]_7$ et de résine PPS pure (cf. Fig. 3.22) tend à corroborer ce propos. Par rapport aux courbes relatives à la résine pure, on observe que le renfort contribue significativement à la rigidité et à la résistance du stratifié. La réponse du stratifié devient non-linéaire lorsque débute la déformation plastique de la matrice. Dans le même temps, la charge mécanique supportée par les fibres à ±45° augmente. Les fibres tendent alors à s'orienter selon la direction de chargement. Cette phase correspond à la zone de striction observée sur la courbe et confirmée par l'observation macroscopique de l'éprouvette. Enfin, lorsque la matrice commence à se fissurer, la rotation des fibres n'est plus possible et on observe une inflexion de la courbe synonyme de rigidification secondaire du stratifié jusqu'à rupture. A 120°C, la matrice présentant un comportement plus ductile qu'à 20°C, la rotation des fibres est facilitée d'où une zone de striction plus nette sur la courbe contrainte-déformation. Contrairement au C/Epoxy, une grande partie de l'énergie mécanique apportée au stratifié C/PPS lors de l'essai est dissipée sous forme de chaleur lors de la déformation plastique de la matrice PPS.

Dans le cas du C/Epoxy, la limite d'élasticité de la matrice époxy est plus élevée que celle du PPS. Ainsi, même si la déformation plastique de la matrice est moins importante, la charge supportée par les fibres quand des fissures s'initient dans la matrice est également plus élevée. De plus, le comportement beaucoup moins ductile de la matrice n'autorise pas la rotation des fibres selon la direction de chargement. C'est pourquoi le phénomène de striction n'est pas observé. En résumé, les mécanismes propres à chaque matériau semblent impliquer de manière différente les fibres et la matrice mais procurent en définitive aux deux matériaux quasiment la même résistance en cisaillement plan.

L'essai de traction hors-axes sur stratifié troué permet de déterminer la sensibilité au trou des stratifiés. Cette sensibilité semble dépendre significativement de la ductilité de la matrice et donc de la température. Le gradient de contraintes autour du trou va déclencher des mécanismes d'endommagement spécifiques associés au comportement de la matrice (cf. Tab.

3.9). Ainsi, la température influence davantage la résistance du stratifié troué C/Epoxy (qui chute de presque 20%) que celle du C/PPS (qui diminue seulement de 8%). Ainsi, la sensibilité au trou, caractérisée par le coefficient de trou, $C_h = \sigma^r_{trouée}/\sigma^r_{lisse}$, diminue nettement avec la température pour le C/PPS (+34%) et dans une moindre mesure pour le C/Epoxy (+16%). Parallèlement, la déformation à rupture des stratifiés troués augmente de 238% pour le C/PPS et de 42% pour le C/Epoxy. Ainsi pour le C/PPS à 120°C la redistribution des contraintes autour du trou par accommodation plastique permet de dissiper l'énergie mécanique apportée au stratifié. Il en résulte un abattement de la résistance (du stratifié troué par rapport au stratifié lisse) moins important qu'à T.A. Cependant, même si le coefficient de trou du C/PPS augmente davantage avec la température, celui du C/Epoxy reste supérieur aux deux températures (+32% à T.A. et +15% à 120°C). Ceci prouve que les mécanismes d'endommagement s'opérant dans les stratifiés troués C/Epoxy sont moins pénalisants pour la résistance que ceux mis en jeu dans le C/PPS. Enfin, on peut souligner que l'amplification du caractère ductile de la matrice PPS associée à l'augmentation de température contribue à réduire la différence entre les deux matériaux.

3.3.3.1.2. Analyse des mécanismes d'endommagement et interprétation

Dans le cas du C/PPS, le mécanisme d'endommagement spécifique est lié à la nature viscoplastique de la matrice PPS. A la rupture du stratifié, la zone endommagée ne présente pas de rupture de fibres et consiste principalement en une bande de glissement importante liée à l'importante plastification de la résine (cf. Fig. 3.23). Cette déformation plastique de la matrice s'accompagne d'une rotation des fibres à ±45° qui tendent à se déformer et à s'aligner avec la direction de chargement. Il en résulte un phénomène de striction. A T.A., la rotation des fibres induit alors un faciès de rupture orienté à environ 40° par rapport à la direction de la charge (cf. Fig. 3.23).

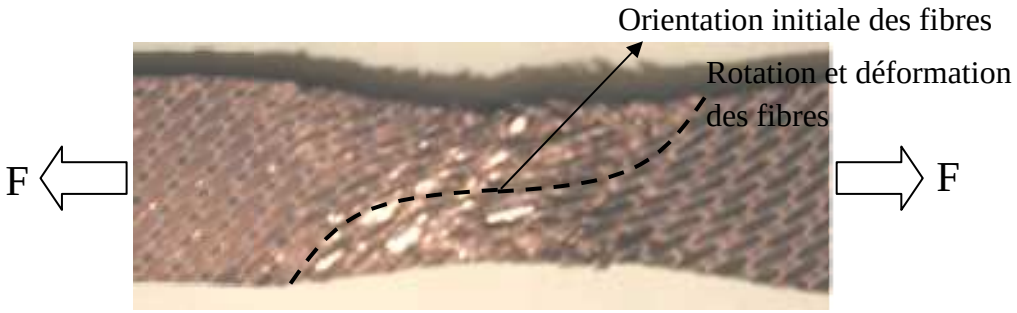


Fig. 3.23 – Observation avant rupture du phénomène de striction dans la zone endommagée en cisaillement plan pour un stratifié C/PPS à 120°C

A 120°C, cette striction devient importante et ce sont les fibres situées près des bords libres de l'éprouvette qui cassent les premières. La charge se reporte alors sur les fibres adjacentes qui rompent à leur tour. La rupture des fibres se propage alors transversalement à la charge jusqu'à atteindre les fibres centrales (sens trame et chaîne), les plus alignées avec la direction de la charge, qui finissent par rompre. Le faciès de rupture est alors légèrement différent de celui observé à T.A. (cf. Fig. 3. 24a et Fig. 3.24b). On retrouve ainsi au centre de l'éprouvette un faciès de rupture transverse similaire à celui observé dans le cas des éprouvettes à drapage quasi-isotrope.

En revanche, pour le C/Epoxy, les éprouvettes présentent une direction de faciès de rupture précisément orientée à 45° par rapport à la direction de sollicitation (cf. Fig. 3.24). Des microfissures s'initient dans la matrice et se propagent le long des fibres dans les sens chaîne et trame. Cette microfissuration est à l'origine d'une amorce de délaminage sur les bords libres de l'éprouvette. A un stade avancé de la microfissuration de la matrice, le délaminage se propage sous la forme de bandes localisées le long des fibres qui finissent par rompre. L'accumulation de ces dommages et la perte de rigidité associée justifient le comportement non-linéaire (cf. Fig. 3.24). Compte-tenu du comportement peu ductile de la matrice époxy y compris à 120°C, les fibres ne peuvent pas s'orienter selon la direction de chargement et ne donnent pas lieu au phénomène de striction observé précédemment dans le cas du C/PPS.

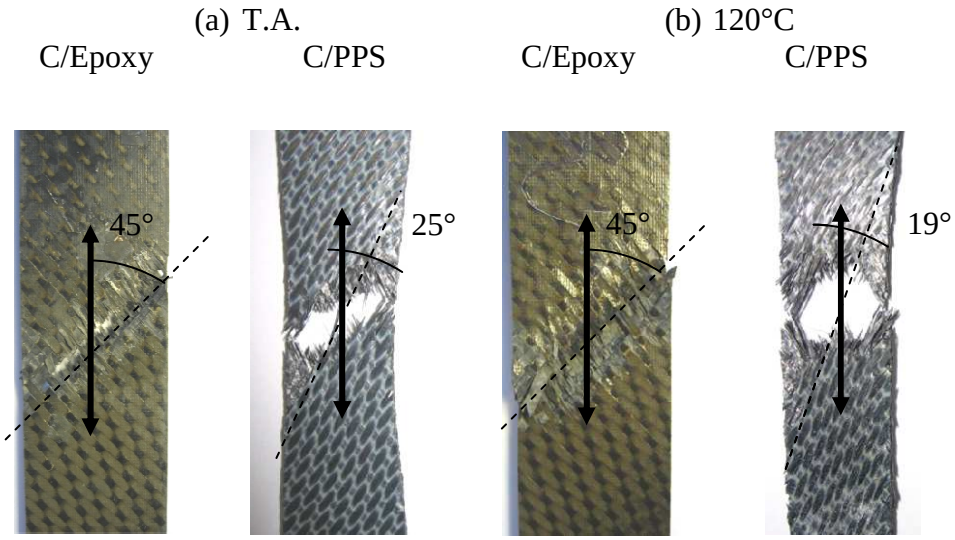


Fig. 3.24 – Comparaison des faciès de rupture en traction lisse : (a) T.A. – (b) 120°C

Pour les stratifiés troués, il est intéressant de comparer les faciès de rupture des éprouvettes à drapage [0/45/0/45/0/45/0] et à drapage $[45]_7$. Les stratifiés troués C/Epoxy et C/PPS possédant une majorité de plis à 0° sont caractérisés par une ruine de type catastrophique avec une surface de rupture transverse à la direction de sollicitation en traction. La rupture des fibres s'initie au bord du trou et se propage latéralement vers le bord de l'éprouvette (cf. Fig. 3.25. et Fig. 3.26).

Pour les stratifiés C/PPS troués $[45]_7$, les essais de corrélation d'images numériques présentées par la suite montrent clairement la surconcentration de contrainte le long des fibres à 45° sens trame et chaîne (représentées par les flèches pointillées sur la Fig. 3.25) tangentes au trou. La surcontrainte est alors maximale aux bords droit et gauche du trou où s'initie la rupture des fibres à 45° (cf. Fig. 3.25), lesquelles sont perpendiculaires aux lignes pointillées. En raison de l'ondulation des mèches trame sur les mèches chaîne, les fibres sens chaîne (cf. droites blanches sur les Fig. 3.25) vont subir des surcontraintes de flexion locales (cf. §3.2.3) ce qui va se traduire par une rupture « préférentielle » des fibres sens chaîne qui va se généraliser progressivement le long de la fibre sens trame tangente au trou. Cependant, on observe à T.A. un faciès de rupture en escalier démontrant l'alternance de la rupture dans les fibres sens chaîne et trame. A 120°C, la rupture préférentielle des fibres sens chaîne est plus nette et semble être associée au comportement plus ductile de la matrice. En effet, la rupture des fibres est précédée par une déformation plastique de la matrice autour des fibres tangentes au trou, plasticité que l'on retrouve sur les courbes contrainte-déformation (cf. Fig. 3.21). On

peut également préciser que la présence du trou empêche la rotation et l'alignement des fibres avec la direction de chargement d'où l'absence de striction dans le cas des stratifiés troués.

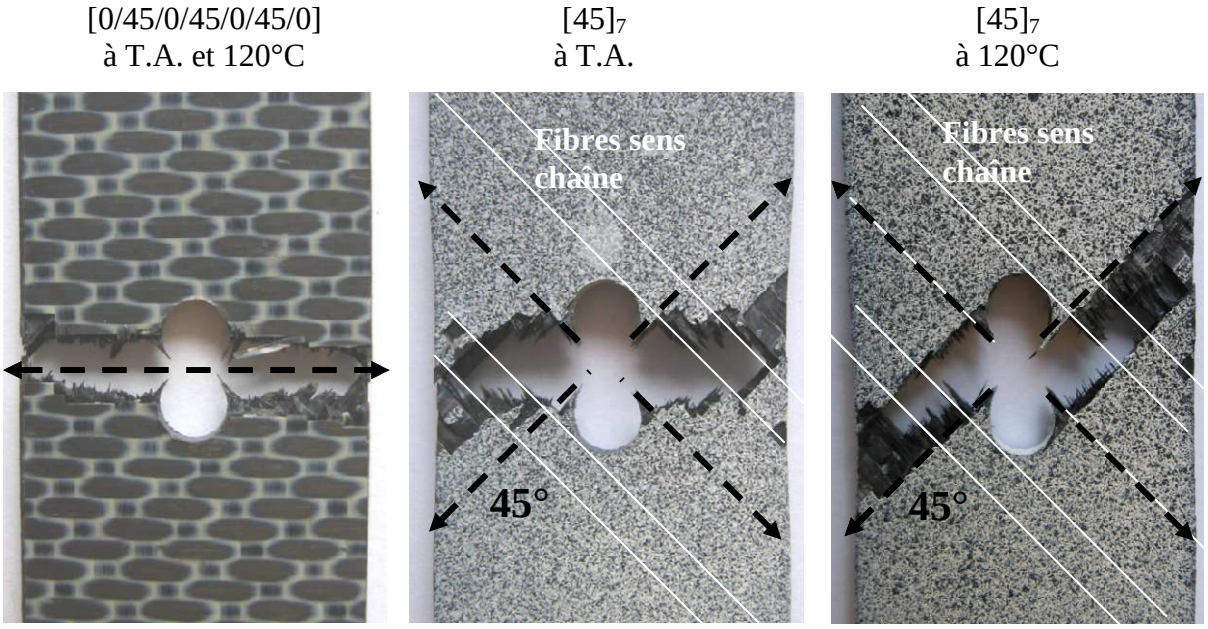


Fig. 3.25 – Comparaison des faciès de rupture en traction trouée du C/PPS en fonction de la stratification et de la température

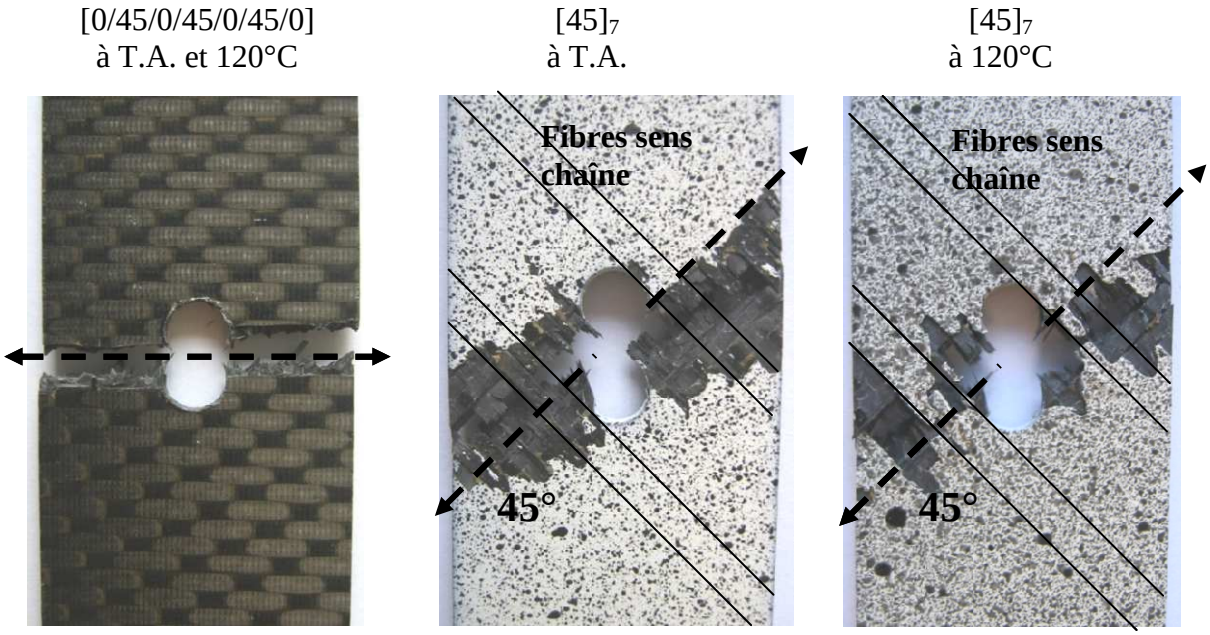


Fig. 3.26 – Comparaison des faciès de rupture en traction trouée du C/Epoxy en fonction de la stratification et de la température

Pour les stratifiés C/Epoxy troués $[45]_7$, la corrélation d'images numériques et les faciès de rupture révèlent que les mécanismes d'endommagement sont similaires à ceux du C/PPS. En raison du comportement moins ductile de la matrice époxy, on observe un faciès de rupture en escalier traduisant la rupture progressive des fibres sens chaîne et trame situées le long des fibres tangentes au trou.

3.3.3.2 Mesures de champ de déformation par corrélation d'images numériques

Dérivée de l'application à des matériaux homogènes, la technique de mesure de champs par corrélation d'images numériques est une méthode permettant une investigation très riche du comportement de structures hétérogènes telles que les matériaux composites [LEV07]. La corrélation d'images numériques est une méthode extensométrique qui peut être utilisée soit en remplacement des jauges classiques soit pour obtenir une information plus globale (champ des déplacements plans ou 3D) sur toute ou partie de la surface d'une éprouvette stratifiée. Dans le cas présent, cette technique permet de mesurer des champs hétérogènes sur des plaques structurales trouées. Ainsi cette méthode est mise en œuvre sur des éprouvettes planes trouées que l'on recouvre d'une peinture blanche préalablement à l'essai. On réalise ensuite un marquage artificiel par projection d'un mouchetis de peinture sur la surface du matériau, via une bombe de peinture noire (cf. Fig. 3.27). Lors de l'essai, on filme une zone d'intérêt (dimensions : 30*40 mm) autour du trou au moyen d'une caméra CCD (Charged Couple Device) Prosilica de résolution 659*493 placée à distance de l'éprouvette (environ 50cm) et du logiciel d'acquisition d'images Visionstage qui permet de définir la fréquence d'acquisition des images numériques (typiquement 1 image par seconde). On obtient ainsi une séquence d'images parmi lesquelles on isole en particulier deux photos : celle du matériau non-déformé (avant le début de l'essai) et celle du matériau déformé (juste avant la rupture).

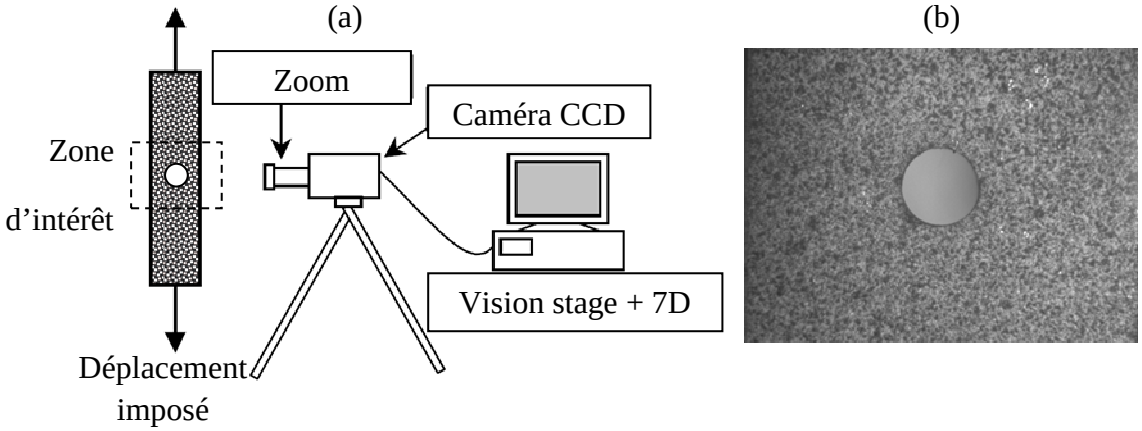


Fig. 3.27 – Technique de mesure de champ par corrélation d'images :
(a) Schéma du dispositif d'acquisition d'images numériques – (b) Eprouvette « mouchetée »

Le logiciel de corrélation d'images numériques utilisé est le logiciel 7D développé par P. Vacher et T. Coudert au Lméca d'Annecy. L'algorithme de corrélation, implémenté dans ce logiciel, va chercher à retrouver un motif du mouchetis, défini par plusieurs pixels en différents niveaux de gris, entre l'image du matériau non déformé et son image déformée dans le but d'évaluer le champ de déplacement correspondant. La détermination du champ de déplacement s'appuie sur l'évolution d'une grille virtuelle définie sur l'image de référence. La maille de cette grille est choisie par l'utilisateur en fonction de la précision voulue. Entre les deux instants identifiés (début de l'essai et avant la rupture), le logiciel détermine de manière itérative l'évolution des pixels d'une maille de la grille en calculant la différence des niveaux de gris d'un même pixel de manière à minimiser cette différence. Quand la différence est inférieure à une tolérance donnée, l'algorithme est appliqué à un autre pixel de la maille puis à une autre maille de la grille. Finalement, on obtient le champ de déplacement correspondant à

tous les pixels de la zone d'étude. A partir de ce champ de déplacement sont calculées les composantes E_{xx} , E_{yy}, E_{xy} du champ de déformation de Green-Lagrange. Enfin, on peut souligner que la précision obtenue pour le champ de déplacement est étroitement liée à la qualité des images numériques et à celle du mouchetis.

Les travaux de Lévêque et al. [LEV07] se sont intéressés au problème d'estimation de la précision locale des mesures de déformation par corrélation d'images appliquées aux composites stratifiés, problème encore très ouvert. Il est actuellement difficile de savoir si cette erreur locale dépend uniquement de la précision de la mesure ou de l'hétérogénéité du matériau composite.

3.3.3.2.1 Résultats des mesures de champ de déformation sur stratifiés troués

La technique de mesure de champs par corrélation d'images numériques introduite précédemment a été mise en œuvre à deux niveaux de température (T.A. et 120°C) sur des stratifiés constitués des matériaux étudiés dans ce travail et présentant deux types de stratification : quasi-isotrope [0/45/0/45/0/45/0] et à plis orientés $[45]_7$. Les essais en température sont plus complexes à réaliser car ils nécessitent une acquisition des images à travers le hublot de l'enceinte thermique. La difficulté réside dans la maîtrise du contraste et de la luminosité des images qui doivent être constants au cours de l'essai. Il est également indispensable d'éviter les reflets de lumière sur la vitre du hublot afin de ne pas altérer la qualité des images. L'objectif de ces manipulations expérimentales est double : les champs de déformation longitudinale obtenus notamment pour les stratifiés C/PPS seront confrontés aux résultats issus des simulations numériques afin d'obtenir des éléments de réponse sur la validité du modèle numérique développé dans le chapitre suivant. De plus, les drapages testés mettent en jeu des comportements mécaniques spécifiques selon que la réponse du stratifié est gouvernée par le comportement fragile des fibres (quasi-isotrope) ou par le comportement viscoplastique de la résine (plis orientés). L'influence de la température sur la redistribution des contraintes et le comportement plastique de la résine peut être évaluée en observant la distribution du champ de déformation longitudinale ainsi que l'évolution du coefficient de surdéformation.

3.3.3.2.2 Séquence d'empilement quasi-isotrope [0/45/0/45/0/45/0]

Le comportement quasi-isotrope du comportement de ce type de stratifié est mis en évidence par l'observation du champ de déformation des matériaux testés à différentes températures. On retrouve en effet pour les différentes composantes E_{xx} , E_{yy}, E_{xy} du champ de déformation, la distribution caractéristique d'un matériau isotrope. Dans ce cas, la température n'influence pas la distribution des iso-valeurs de déformation longitudinale (cf. Fig. 3.28) mais modifie les valeurs locales du champ de déformation et plus particulièrement le coefficient de surdéformation. Ce coefficient peut être défini comme le rapport de la surdéformation maximale, observée au bord du trou, par la déformation imposée aux extrémités de l'éprouvette à la rupture. Pour chaque matériau étudié, ce coefficient évolue en fonction de la température. Il augmente de 80% pour le C/Epoxy, de 18% pour le C/PPS tandis qu'il diminue de 20% pour le C/PEEK. Ces évolutions sont intrinsèquement liées à l'évolution avec la température de mécanismes d'endommagement spécifiques pour chaque matériau. Dans la zone surcontrainte i.e. autour du trou, le C/Epoxy est caractérisé par une micro-fissuration de la matrice et des ruptures de fibres, ce qui se traduit par une relaxation

locale des contraintes et une déformation « facilitée » des zones endommagées d'où un coefficient de surdéformation plus important. Ces mécanismes contribuent à dissiper une partie de l'énergie mécanique apportée à l'éprouvette d'où une résistance et un allongement à rupture plus élevés avec respectivement une augmentation de 6 et 11 % entre les deux températures d'essais (cf. Tab. 3.7).

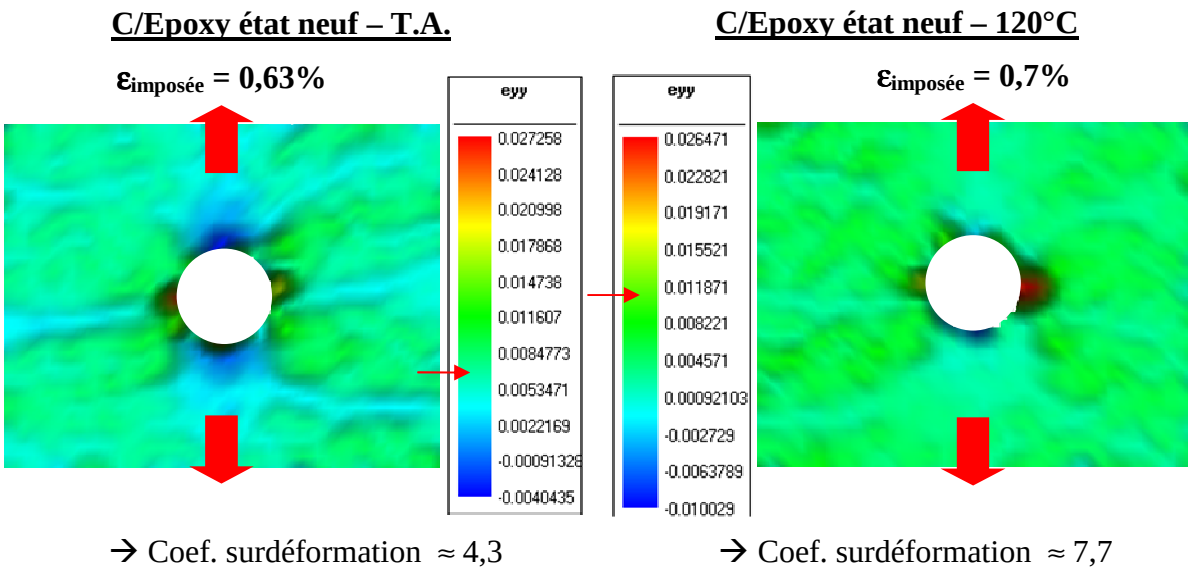


Fig.3.28 – Stratifiés C/Epoxy - Comparaison des champs de déformation longitudinale

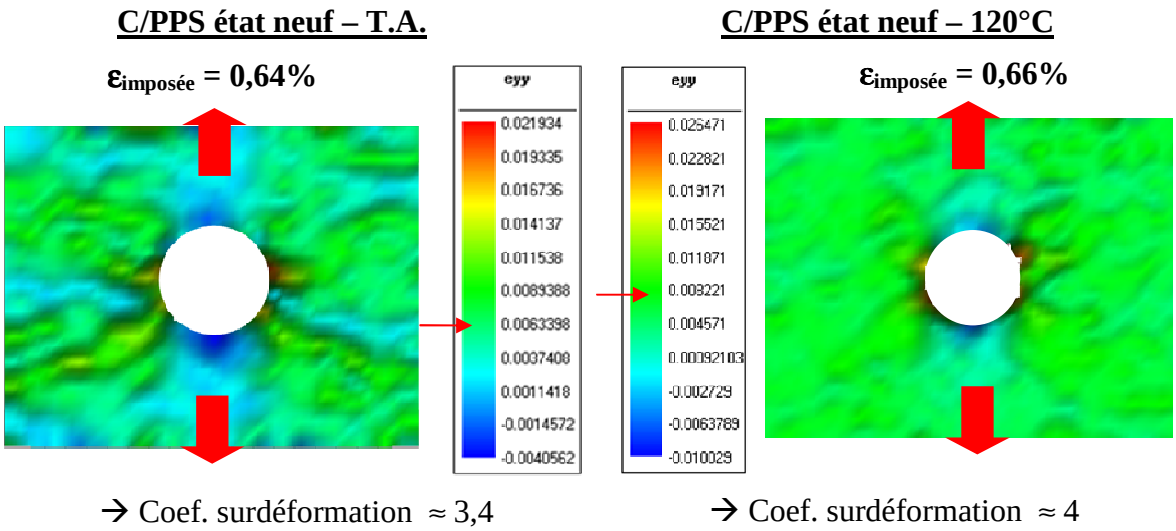


Fig. 3.29 – Stratifiés C/PPS - Comparaison des champs de déformation longitudinale

Pour le C/PPS, la température d'essai de 120°C se situe autour de la T_g du matériau. Compte tenu du drapage du stratifié, le caractère viscoplastique de la résine ne permet cependant pas au mécanisme de plasticité de se développer significativement autour du trou. Cette plastification s'opère autour du trou, lors du transfert de charge entre les fibres rompues et les fibres saines environnantes, ne contribuant pas à une relaxation de contraintes aussi marquée que pour le C/Epoxy. A 120°C, il en résulte un coefficient de surdéformation légèrement plus important associé à une résistance et un allongement à rupture quasi identiques (cf. Tab. 3.7).

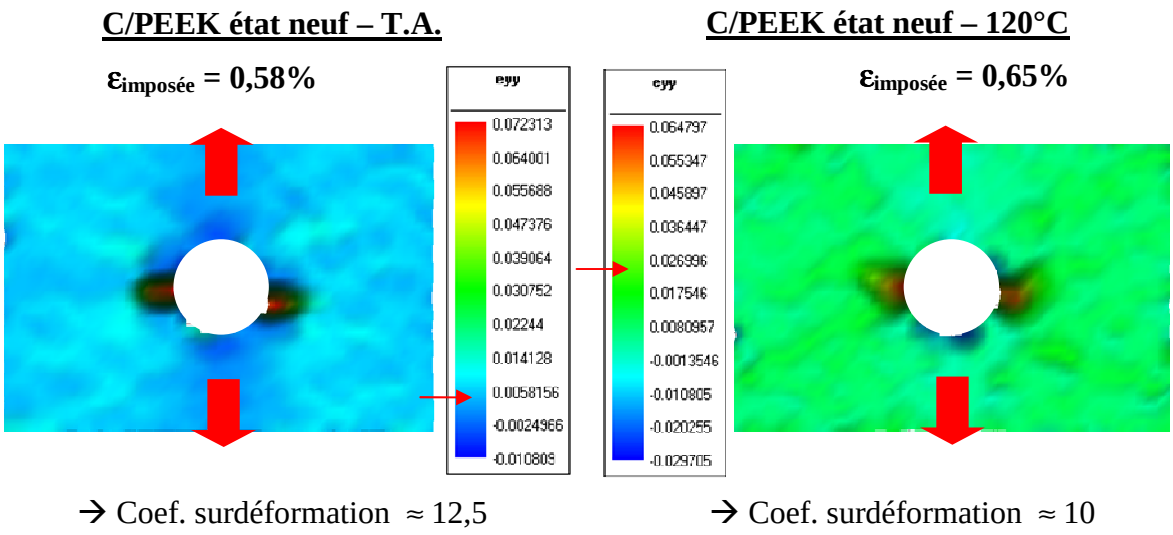


Fig. 3.30 – Stratifiés C/PEEK - Comparaison des champs de déformation longitudinale

Pour le C/PEEK et contrairement aux matériaux précédents, le coefficient de surdéformation diminue quand la température augmente tandis que la résistance et l'allongement à rupture augmentent respectivement de 6 et 12% (cf. Tab. 3.7). Ce coefficient est largement plus important dans ce cas comparativement aux matériaux précédents. De la même manière que pour le C/Epoxy dans la zone surcontrainte, ce coefficient semble indiquer que, localement, les fibres à 0° rompues induisent une relaxation locale des contraintes ce qui se traduit par une déformation plus aisée du matériau dans ces zones. A 120°C, le transfert de charge entre les fibres rompues et les fibres saines environnantes conduit pas à une plastification très localisée de la résine qui, combinée à la relaxation des contraintes, dissipent une partie de l'énergie mécanique apportée au matériau. Il en résulte une augmentation de la résistance et de l'allongement à rupture.

Finalement, les stratifiés tissés C/Epoxy et C/PEEK avec une séquence quasi-isotrope possèdent un comportement mécanique similaire en température bien que la nature des résines diffère. Cette observation confirme la prédominance du comportement des fibres sur la réponse globale du stratifié. Par ailleurs, pour un drapage quasi-isotrope, une valeur élevée du coefficient de surdéformation peut être utilisée comme indicateur de rupture des fibres davantage que comme un indicateur de la déformation plastique de la résine.

3.3.3.2.3. Séquence d'empilement à plis orientés [45]7

Pour chaque matériau, l'observation des champs de déformation longitudinale à T.A. et à 120°C indiquent que la température n'influence pas la distribution des iso-valeurs de déformation longitudinale (cf. Fig. 3.31) mais modifie les valeurs locales du champ de déformation et plus particulièrement le coefficient de surdéformation. Celui-ci diminue de 54% pour le C/Epoxy et de 25% pour le C/PPS entre les deux températures d'essais. Pour le C/PEEK, l'essai n'a pas été encore réalisé. De plus, en considérant les réponses contrainte-déformation à chaque température (cf. Fig. 3.31), le C/Epoxy présente un comportement moins viscoplastique (ε_r =1,74% à T.A. - ε_r =2,22% à 120°C) que le C/PPS (ε_r =3,5% à T.A. - ε_r =12% à 120°C). Pour interpréter de manière pertinente l'influence de la température et bien comprendre l'information fournie par ce coefficient de surdéformation, on peut d'abord se référer aux résultats des essais de traction hors-axes (stratifiés $[45]_7$ – cf. §3.3.3.1.1). Dans

cette configuration, la réponse globale du stratifié est dominée par le comportement viscoplastique des résines polymères. Ainsi, « l'écrêtage » des surdéformations au bord du trou est directement associé à la redistribution des contraintes par accommodation plastique autour du trou, mécanisme d'autant plus marqué que la température augmente. Comme l'indiquent clairement les champs de déformation longitudinale (cf. Fig. 3.31 et Fig. 3.32), la déformation plastique de la résine se développe le long des fibres à 45° dans le sens trame et chaîne.

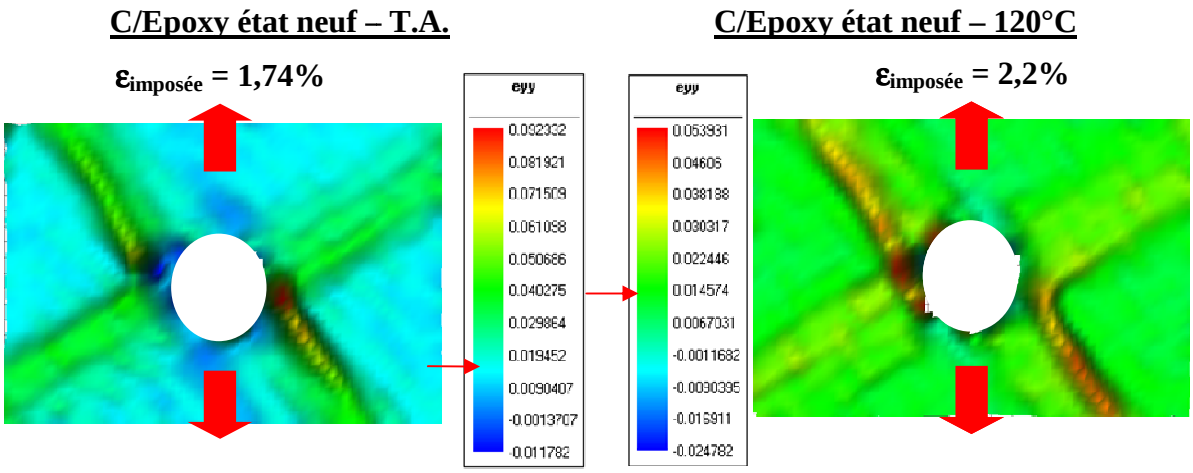


Fig. 3.31 – Stratifiés C/Epoxy - Comparaison des champs de déformation longitudinale

L'essai à haute température est plus complexe à exploiter pour les stratifiés C/PPS dans la mesure où il est caractérisé par une déformation à rupture très importante (12%) avec de grands déplacements des motifs du mouchetis de sorte que la corrélation d'images entre le début de l'essai et la rupture est plus difficile à obtenir. La grille virtuelle (représentée en vert sur la figure) ne peut alors être définie que sur une partie de la zone d'intérêt car l'autre partie disparaît du champ d'observation de la caméra au cours de l'essai (cf. Fig. 3.32). De plus, les grands déplacements observés entraînent la « disparition » de certaines mailles de la grille car la corrélation d'images n'est pas possible à réaliser dans ces mailles.

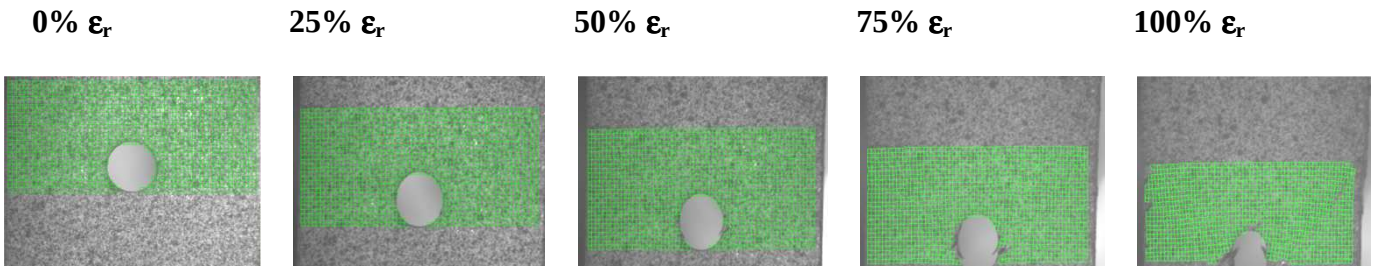
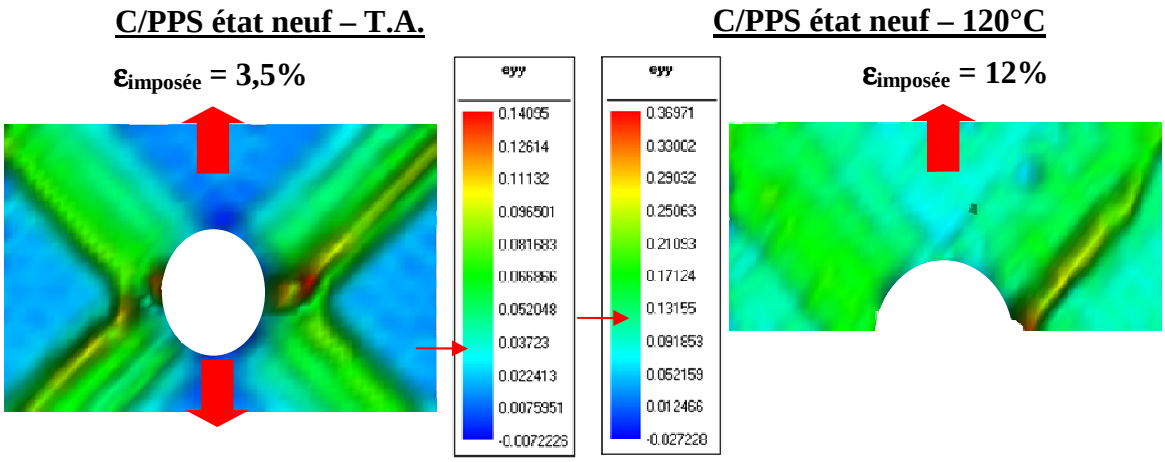


Fig. 3.32 – Stratifié C/PPS
Déplacement de la grille virtuelle à différents instants de l'essai à 120°C



→ Coef. surdéformation ≈ 4 → Coef. surdéformation ≈ 3

Fig. 3.33 – Stratifiés C/PPS - Comparaison des champs de déformation longitudinale

Le modèle numérique de comportement élasto-plastique anisotrope développé dans le chapitre suivant permettra d'expliquer l'influence de la température sur le comportement viscoplastique de stratifiés à matrice thermoplastique avec un indice plus fiable et plus global que le coefficient de surdéformation : la déformation plastique cumulée.

3.3.4. Essais de compression

L'essai de compression permet d'accéder aux propriétés mécaniques correspondantes du pli élémentaire du stratifié. Il nécessite l'utilisation d'un dispositif spécifique permettant d'éviter le flambement des fibres lors de l'essai. Il existe ainsi différents types de montages utilisant des éprouvettes de dimensions spécifiques. Le dispositif anti-flambement utilisé lors des essais de compression est le montage Boeing que l'on place entre les plateaux de compression. Malgré les montages spécifiques, une légère flexion de l'éprouvette peut être induite lors de l'essai, notamment pour l'essai de compression module. Pour l'essai de compression contrainte, la géométrie de l'éprouvette et la limitation de la longueur de la zone utile (5 mm pour la norme PR EN2850) permettent de réduire cette composante de flexion.

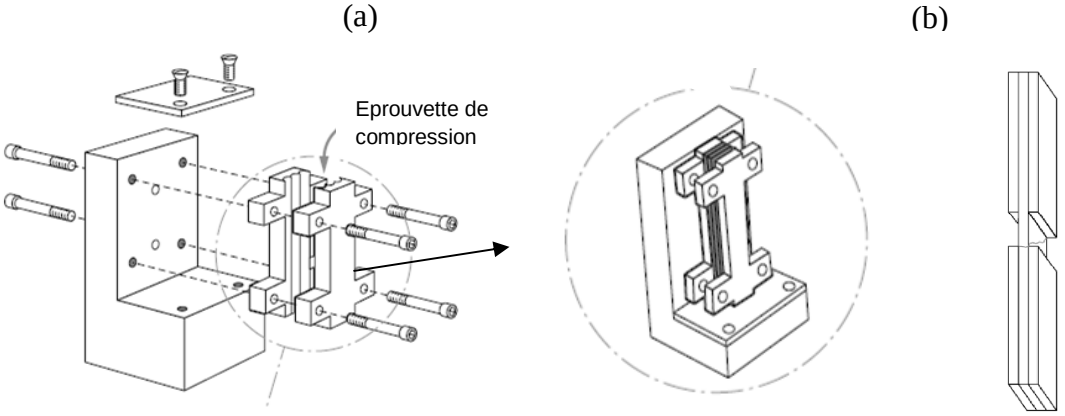


Fig. 3.34 – Essai de compression sur composites stratifiés : (a) Dispositif anti-flambement de type Boeing en accord avec la norme PR EN2850 – (b) Géométrie de l'éprouvette de compression contrainte [TEC]

Pour l'essai de compression contrainte, différents modes de rupture peuvent être observés : ① Cisaillement plan, ② Rupture complexe, ③ Cisaillement interlaminaire, ④ Clivage et ⑤ Délaminage (cf. Fig. 3.35).

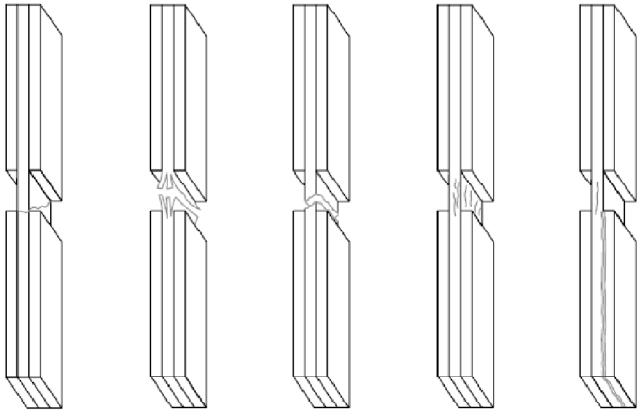


Fig. 3.35 – Modes de ruptures associés à la rupture en compression des composites stratifiés [TEC09]

A partir de la charge à rupture F^r , on peut directement calculer la contrainte de compression à rupture :

$$\sigma_{22}^r = F^r/(bh)$$

Où b est la largeur de l'éprouvette et h son épaisseur. L'indice $_{22}$ indique qu'il s'agit de la résistance en compression dans le sens trame. De plus, avec le même dispositif, il est également possible de mesurer le module de compression en instrumentant des jauges sur une face du stratifié.

Pour l'essai de compression contrainte, seuls le C/Epoxy et le C/PPS ont été étudiés. L'essai de compression module ayant été réalisé uniquement sur le C/Epoxy, les résultats ne sont pas reportés dans cette partie. Comme pour l'essai de flexion, la séquence d'empilement du stratifié est $[90]_n$ (n=8 pour le C/epoxy et n=7 pour le C/PPS).

3.3.4.1. Influence de la température

3.3.4.1.1. Résultats et analyse

En termes de comportement global du stratifié, la température semble avoir une influence similaire sur la réponse en compression des deux matériaux testés indépendamment de leur état. Les courbes charge-déplacement imposé montrent que le C/Epoxy et le C/PPS possèdent un comportement de type élastique-fragile à T.A. tandis qu'à 120°C, le C/PPS révèle un comportement non-linéaire dont l'origine reste à éclaircir (cf. Fig. 3.36). Les réponses mécaniques sont composées de trois parties distinctes : une première partie non-linéaire, observable lors de la phase initiale du chargement, une seconde phase quasi-linéaire et une dernière phase correspondant à l'endommagement puis à la rupture. La portion initiale non-linéaire est liée à la mise sous pression des extrémités de l'éprouvette via les plateaux de compression. La deuxième partie du chargement permet ensuite d'évaluer la rigidité en

compression. Enfin, le comportement à rupture dépend de la température. A T.A., on observe un premier pic de rupture suivi d'un endommagement progressif des différents plis. A 120°C, la première rupture correspond à la ruine du stratifié. Les observations au MEB devraient permettre de qualifier chacun de ces mécanismes.

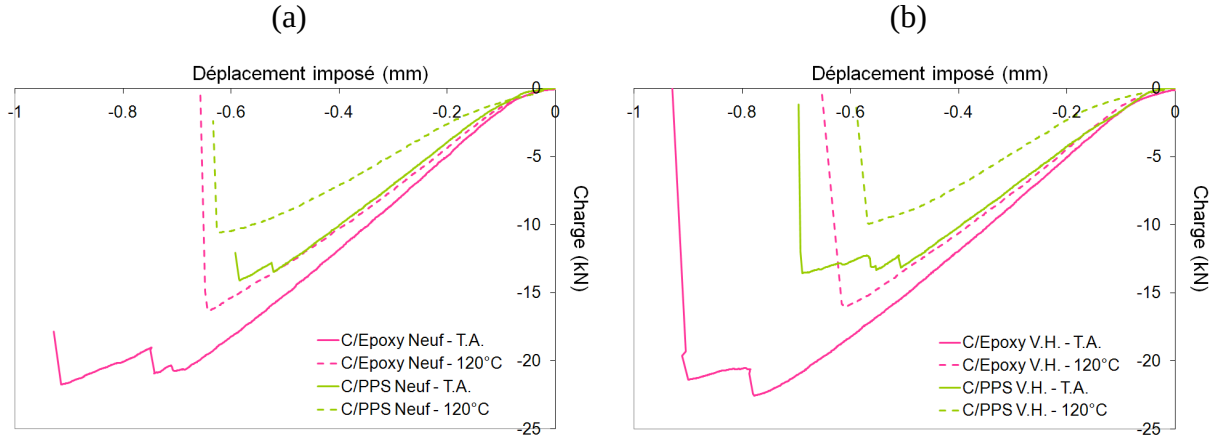


Fig. 3.36 – Influence de la température sur la réponse charge-déplacement en compression : (a) Etat neuf – (b) Etat V.H.

A partir des résultats expérimentaux exprimés en termes de charge-déplacement imposé, l'expression de σ_{22}^{r} permet d'évaluer la contrainte de compression à rupture pour les matériaux testés (Etat neuf – Etat V.H.) aux deux températures d'essai (cf. Tab. 3.10).

		Etat neuf		Etat V.H.	
		C/Epoxy	C/PPS	C/Epoxy	C/PPS
20°C	σ_{22}^{r} (MPa)	731	511	758	491
120°C	σ_{22}^{r} (MPa)	551	385	538	359
Influence T°	σ_{22}^{r} (MPa)	-25 %	-25 %	-29 %	-27 %

Tab. 3.10 – Influence de la température sur la résistance en compression : Etat neuf – Etat V.H.

Le C/Epoxy possède un taux volumique de fibres de 60 % (comparé à 50% pour le C/PPS) ce qui signifie 20% de fibres en plus par pli soit 10% de fibres en plus dans chaque direction (trame et chaîne) puisque le tissu est équilibré. Dans la mesure où les fibres supportent la charge mécanique pour certains types de sollicitation (la compression notamment), on remarque qu'à T.A. et pour un état donné, le C/PPS possède une résistance moindre d'environ 30% par rapport au C/Epoxy alors qu'il est constitué de 10% de fibres en moins. Cette constatation signifie que les mécanismes d'endommagement spécifiques du C/PPS sont plus pénalisants du point de vue de la résistance globale du stratifié. En revanche, quel que soit l'état du matériau, la température semble affecter de manière similaire (environ -25%) la résistance en compression pour les deux matériaux. Ceci signifie que la matrice, dont le caractère ductile est amplifié au passage de la T_g, ne joue pas un rôle prépondérant dans le mécanisme d'endommagement du stratifié sollicité en compression.

3.3.4.1.2. Analyse des mécanismes d'endommagement et interprétation :

Les mécanismes d'endommagement diffèrent pour les deux matériaux. Globalement, pour les stratifiés C/Epoxy, le mode de rupture du matériau est gouverné essentiellement par la fissuration longitudinale et le plissage (kinking) puis le délaminage. Ce mode peut s'expliquer par la rigidité et la résistance élevées de la matrice époxy. Pour le C/PPS, les observations au MEB indiquent que, pour une température d'essai inférieure à la température de transition vitreuse, l'endommagement consiste principalement en la formation de bandes de flambement et un peu de délaminage. Autour de T_g et au-delà, on peut assimiler la rupture du stratifié à un flambement plastique. Pour bien comprendre les mécanismes d'endommagement lors d'une sollicitation en compression d'un composite à renfort tissé, il est intéressant d'étudier la structure du tissu qui joue un rôle important (cf. Fig. 3.37).

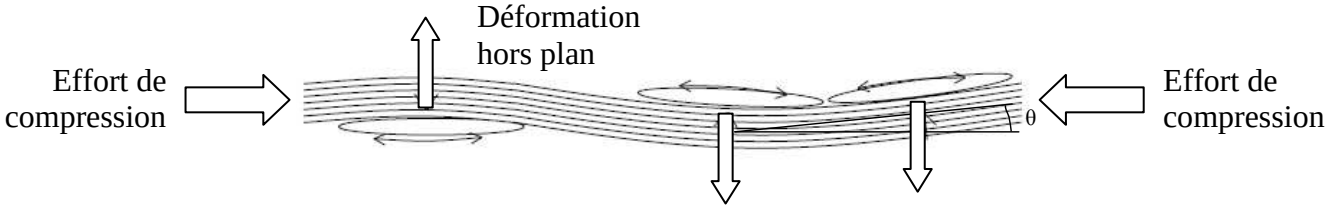


Fig. 3.37 – Mécanisme de déformation hors plan des paquets de fibres à l'intersection chaîne et trame lors d'un essai de compression [OSA03]

Pour les stratifiés C/Epoxy à T.A., l'observation des zones endommagées montre que la ruine du stratifié intervient de manière fragile et résulte de la formation d'une fissure de cisaillement diagonale dans l'épaisseur du stratifié. Cette fissure résulte de la combinaison de deux mécanismes d'endommagement (cf. Fig. 3.38 a). D'une part, des fissures longitudinales s'initient à l'interface mèche/matrice autour du plan médian de l'éprouvette. D'autre part, les observations révèlent une déformation hors plan dans les zones de chevauchement des paquets de fibres sens chaîne et trame (cf. Fig.3.38) qui donne lieu à un micro-flambement des mèches (en accord avec l'alternance des chevauchements propre au tissu qui conditionne l'angle de fissuration transversale) dont résulte la fissuration de la matrice époxy puis la rupture des fibres (cf. Ligne pointillée Fig. 3.39). Finalement, ces mécanismes vont induire un délaminage important. A 120°C, les mécanismes sont identiques mais le micro-flambement des mèches est accentué comme l'indique la présence plus marquée d'une fissure diagonale. Il résulte de la diminution de la résistance en cisaillement de la matrice époxy. Finalement, cela se traduit par une résistance en compression moindre.

Pour les stratifiés C/PPS, les mécanismes précédents sont également actifs mais la part de la fissuration longitudinale est réduite en raison de la résistance au cisaillement moins élevée de la matrice PPS par rapport à la matrice époxy. Ainsi la déformation plastique de la matrice contribue aux micro-flambements des mèches dans les zones de chevauchement (cf. Fig. 3.38b). En fin de chargement, la rupture des fibres situées dans la zone de flambement s'accompagne d'un délaminage localisé près des bords.

Conformément aux conclusions faites par Grape et al. [GRA98] pour des stratifiés C/Polyimide avec un renfort tissu de type satin de 8, les observations microscopiques des éprouvettes révèlent une déformation hors plan dans les zones de chevauchement des mèches. Cette déformation induit un écoulement local de la matrice. Cette plasticité localisée initie une fissuration par cisaillement de la matrice. Il en résulte l'écrasement des paquets de fibres à l'intersection des mèches sens chaîne et trame. Ce mécanisme se combine à la compression

des paquets de fibres alignés dans le sens de la charge pour provoquer le micro-flambement des fibres qui conduisent à la formation de bandes de flambement (kink-bands), dont la largeur correspond à celle d'un paquet de fibres, et finalement à la rupture des fibres (cf. ligne pointillée Fig. 3.39). La ruine intervient alors de manière catastrophique puisque la réponse charge-déplacement du stratifié montre que l'initiation locale des dommages et la rupture globale correspondent à la charge à rupture. Aux alentours de la T_g du C/PPS et au-delà, l'abaissement de la résistance en cisaillement de la matrice PPS associée à un comportement plus ductile vont faciliter la formation de la bande de flambement et la déformation plastique. Il en résulte une résistance en compression inférieure à celle obtenue à T.A.

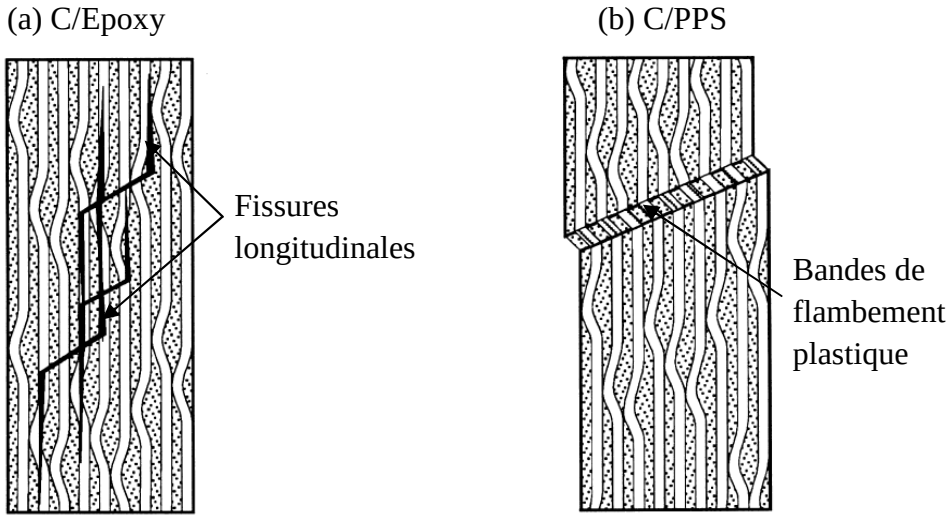


Fig. 3.38 – Représentation des mécanismes d'endommagement avant la ruine du stratifié [GRA98] : (a) C/Epoxy – (b) C/PPS

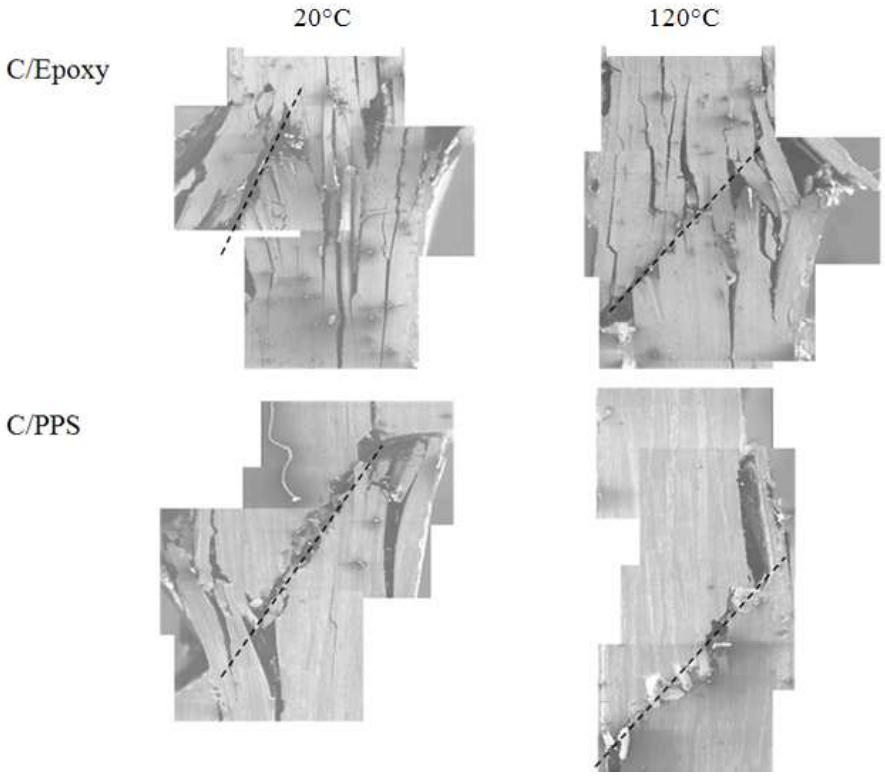


Fig. 3.39 – Essai de compression : observations au MEB des matériaux à l'état neuf

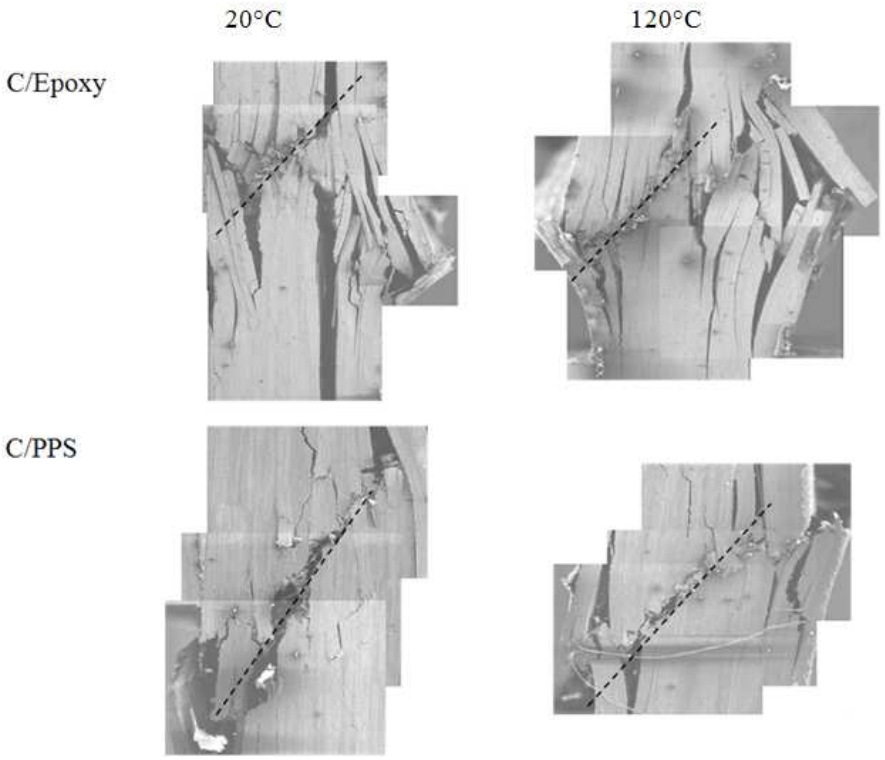


Fig. 3.40 – Essai de compression : observations au MEB des matériaux à l'état V.H.

3.3.4.2. Influence du Vieillissement Humide

3.3.4.2.1. Résultats et analyse

En termes de comportement global du stratifié, le V.H. semble avoir peu d'influence sur la réponse en compression des deux matériaux testés indépendamment de la température d'essai. Ceci laisse présager que le V.H. ne modifie pas le mode d'endommagement pour une température d'essai donnée. La comparaison des réponses à 120°C indique plus clairement la différence de comportement des deux matériaux avec notamment une partie non-linéaire précédent la rupture fragile des stratifiés C/PPS, laquelle a été examinée dans la partie précédente et s'avère être un flambement plastique.

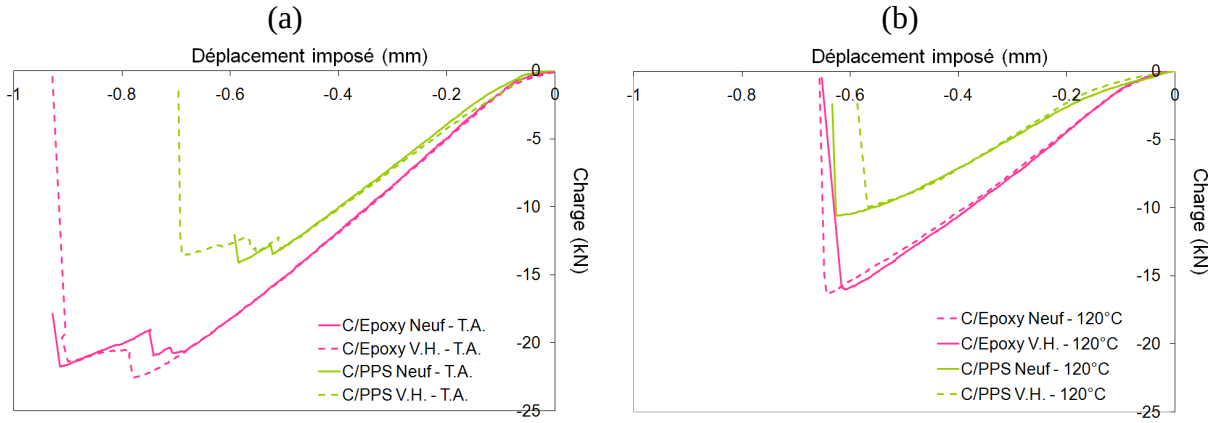


Fig. 3.41 – Influence du V.H. sur la réponse charge-déplacement en compression : (a) T.A. – (b) 120°C

Le tableau suivant (Tab. 3.11) met en évidence l'influence du V.H. sur les propriétés mécaniques en compression des deux matériaux pour une température donnée.

		T.A.		120°C	
		C/Epoxy	C/PPS	C/Epoxy	C/PPS
Etat neuf	σ_{22}^{r} (MPa)	731	511	551	385
Etat V.H.	σ_{22}^{r} (MPa)	758	491	538	359
Influence V.H.	σ_{22}^{r} (MPa)	+4 %	- 4 %	-2 %	- 7 %

Tab. 3.11 – Influence du V.H. sur les propriétés mécaniques en compression : T.A. – 120°C

Compte-tenu des valeurs reportées dans Tab. 3.12, on peut affirmer que le V.H. n'influence quasiment pas la résistance en compression des stratifiés C/Epoxy et affecte légèrement celle du C/PPS. Il ressort de notre étude du comportement en compression que le C/Epoxy possède une résistance 30% plus élevée que celle du C/PPS pour une fraction volumique de fibres 10% plus élevée.

Ces résultats peuvent être complétés par les conclusions faites par Haque et al. [HAQ92] dans leur étude comparative sur l'influence des conditions environnementales sur les propriétés en compression de stratifiés C/Epoxy (T300/Epoxy) et C/PEEK (APC-2). Les essais de compression ont été réalisés sur des stratifiés (ruban pré-imprégnés) avec un drapage quasi-isotrope et une fraction volumique de fibres de 60%. On peut ainsi comparer l'influence de la température (T.A. et 100°C) et du V.H. (Etat sec – V.H. dans l'eau distillée à 23°C pendant 90 jours) sur la résistance en compression de ces deux matériaux.

		T.A.		100°C		Influence T°	
		C/Epoxy	C/PEEK	C/Epoxy	C/PEEK	C/Epoxy	C/PEEK
Etat neuf	σ_{22}^{r} (MPa)	635	637	526	533	-18 %	-16 %
Etat V.H.	σ_{22}^{r} (MPa)	576	586	478	529	-17 %	-10 %
Influence V.H.	σ_{22}^{r} (MPa)	-10 %	-8 %	-10 %	-1 %		

Tab. 3.12 – Influence du V.H. sur les propriétés mécaniques en compression de stratifiés C/Epoxy et C/PEEK [HAQ92] : T.A. – 100°C

Entre les résultats présentés et ceux de la littérature, les configurations d'essais ne sont pas identiques et rendent la comparaison directe peu pertinente. Cependant ces résultats donnent une indication sur l'influence de ces paramètres sur les propriétés en compression. Quel que soit l'état du matériau, une température d'essai élevée dégrade significativement les propriétés en compression du C/Epoxy (presque 20% d'abattement) et dans une moindre mesure celle du C/PEEK compte-tenu de la T_g = 143°C plus élevée que celle du C/PPS. Ces conclusions sont en accord avec notre analyse.

Concernant l'influence du V.H., le C/Epoxy présente un taux d'absorption d'humidité 3 fois plus important que celui du C/PEEK mais une résistance quasi-identique à T.A.. Quelle que soit la température d'essai, la résistance du C/Epoxy subit un abattement de 10 % tandis que le C/PEEK devient insensible au V.H. à 100°C. Ces résultats contrastent avec nos constatations expérimentales mais peuvent être justifiés par la géométrie des éprouvettes (40 plis dans l'étude de Haque et al. contre 7-8 dans notre étude). En effet, les éprouvettes plus épaisses (davantage de plis) absorbent plus facilement l'humidité.

3.3.4.2.2. Analyse des mécanismes d'endommagement et interprétation :

Les observations MEB confirment la quasi-indépendance au V.H. du comportement en compression des stratifiés C/Epoxy et C/PPS. En effet, les mécanismes d'endommagement semblent globalement identiques pour les deux matériaux. L'influence connue du V.H. sur les composites à matrice époxy semble ne pas jouer un rôle actif sur l'endommagement lors d'une sollicitation en compression. Sur les composites à matrice PPS, les observations microscopiques des éprouvettes après V.H. révèlent davantage de fissures longitudinales qui, comme cela a été expliqué précédemment, ne constituent pas le mécanisme d'endommagement prédominant. Cependant, ces fissures peuvent justifier la légère diminution de la résistance en compression.

3.3.4.3. Influence de conditions environnementales sévères

Pour une sollicitation en compression, la prédominance de la résistance au cisaillement de la matrice et du comportement en compression des fibres longitudinales sur la réponse du stratifié sont les principaux facteurs qui vont, en association étroite avec la structure du tissu, conditionner les mécanismes d'endommagement et la résistance en compression. Pour les deux matériaux testés en compression, l'abattement de la résistance lié à des conditions environnementales sévères est quasi-identique à savoir -30% (cf. Fig. 3.42). Le C/Epoxy reste néanmoins largement plus résistant que le C/PPS (+33%).

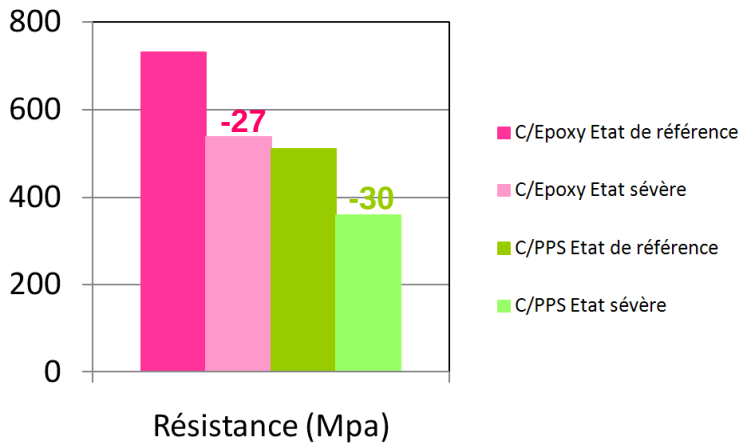


Fig. 3.42 – Influence de conditions environnementales sévères sur la résistance en compression du C/Epoxy et du C/PPS (en %)

3.3.5. Essai de flexion 3 points

Cet essai est largement utilisé pour accéder au module de flexion E_f des composites stratifiés ainsi qu'à la résistance en flexion $\sigma_{flexion}$. Il est caractérisé par sa simplicité de mise en œuvre mais les conditions limites qu'il impose n'induisent pas un état de contrainte pur dans les éprouvettes testées. Selon la théorie classique des poutres, trois composantes du champ de contraintes prédominent lors d'un chargement en flexion trois points : contraintes de traction (plis inférieurs à la fibre neutre, opposée à la surface d'appui), contraintes de compression (plis supérieurs à la fibre neutre) et contraintes de cisaillement interlaminaire le long de la

fibre neutre. A partir de la charge appliquée F , la théorie des poutres permet alors de calculer les contraintes maximales correspondantes :

$\sigma_{flexion} = \pm(3FL)/(2bh^2)$ est la contrainte de traction (ou compression) maximale (à la surface de l'éprouvette)

$\tau_{13} = (3F)/(4bh)$ est la contrainte de cisaillement interlaminaire maximale (au centre de l'éprouvette)

Où L représente la distance entre points d'appui, b la largeur de l'éprouvette et h son épaisseur. Ainsi, le rapport (L/h), définissant l'élancement de d'éprouvette, influence l'évolution de ces contraintes qui conditionnent les modes de rupture (cf. Fig. 3.43). Pour ces essais, L=80 mm et h=2,2-2.3 mm soit un élancement L/h≈35.

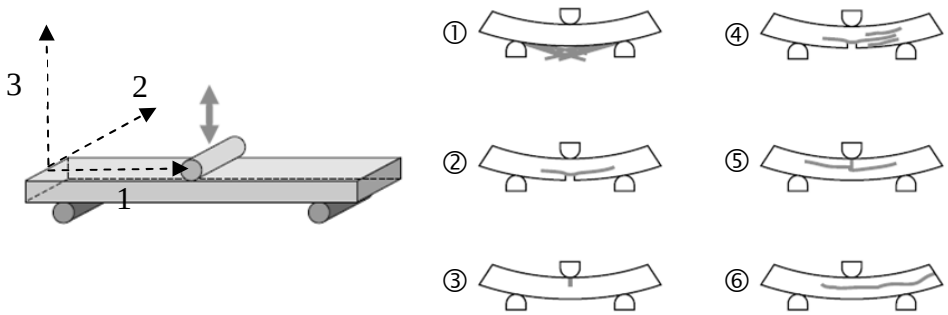


Fig. 3.43 – Configuration de l'essai de flexion 3 points et modes de rupture associés [TEC]

A partir de la théorie des poutres, il est possible d'obtenir un profil élastique linéaire des contraintes normales et un profil élastique parabolique des contraintes tangentielles dans la section médiane du stratifié (cf. Fig. 3.44).

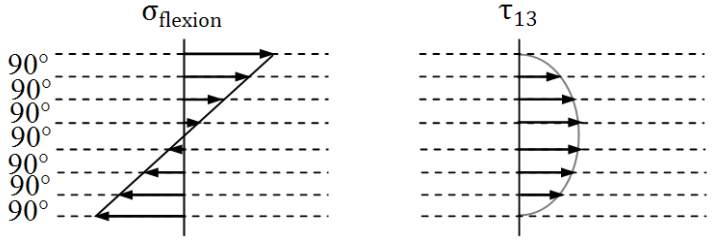


Fig. 3.44 - Profil théorique élastique des contraintes normales et tangentielles dans la section médiane d'un stratifié $[90]_7$

En fonction de l'élancement et des caractéristiques du stratifié (matériaux constitutifs, séquence d'empilement), les modes de rupture suivants peuvent être observés : ① rupture des fibres en traction ② rupture en traction de la couche externe inférieure ③ rupture en compression ④ rupture en traction avec cisaillement interlaminaire ⑤ rupture en compression avec cisaillement inter et intralaminaire ⑥ rupture en cisaillement interlaminaire. On peut souligner que le cisaillement interlaminaire correspond à un endommagement perpendiculaire au plan des couches tandis que le cisaillement intralaminaire se rapporte à un endommagement dans le plan des couches.
Le module de flexion dans le sens des fibres est donné par :

$$E_f = \frac{F^r L^3}{10bh^3(f_1 - f_2)}$$

Où f_1 et f_2 sont respectivement les flèche à $F^r/2$ et $F^r/10$.

Pour chaque matériau, les relations précédentes permettent également de tracer les réponses contrainte-déformation en flexion à T.A. et à 120°C. La déformation utilisée dans cette représentation est la déformation de traction en surface définie par :

$$\varepsilon = 6wh/L^2$$

Où w est la déflection de la fibre neutre assimilée à celle imposée à la poutre lors de l'essai.

Les valeurs obtenues de E_f , $\sigma^r_{flexion}$, et ε^r peuvent alors être considérées comme admissibles matériau du pli élémentaire (l'indice r indiquant la valeur à rupture), utiles pour la construction de la matrice de rigidité et l'application des différents critères de dimensionnement.

3.3.5.1. Influence de la température

3.3.5.1.1. Résultats et analyse

En termes de comportement global du stratifié, l'influence de la température sur la réponse en flexion des différents types de stratifiés dépend significativement de l'état du matériau. On rappelle que le renfort est un tissu de fibres de carbone équilibré dans les sens trame [90] et chaîne [0]. Le choix de tester le sens trame permet d'obtenir des admissibles conservatifs. Pour une séquence d'empilement $[90]_8$ (C/epoxy) et $[90]_7$ (C/PEEK et C/PPS), le comportement en flexion est globalement de type élastique-fragile pour le C/Epoxy et le C/PEEK, et de type élastoplastique-fragile pour le C/PPS. La part de non-linéarité de la réponse correspond tantôt à une perte de rigidité qui peut être est attribuée à l'endommagement des plis tantôt à un comportement ductile de la résine qui tend à s'amplifier avec la température.

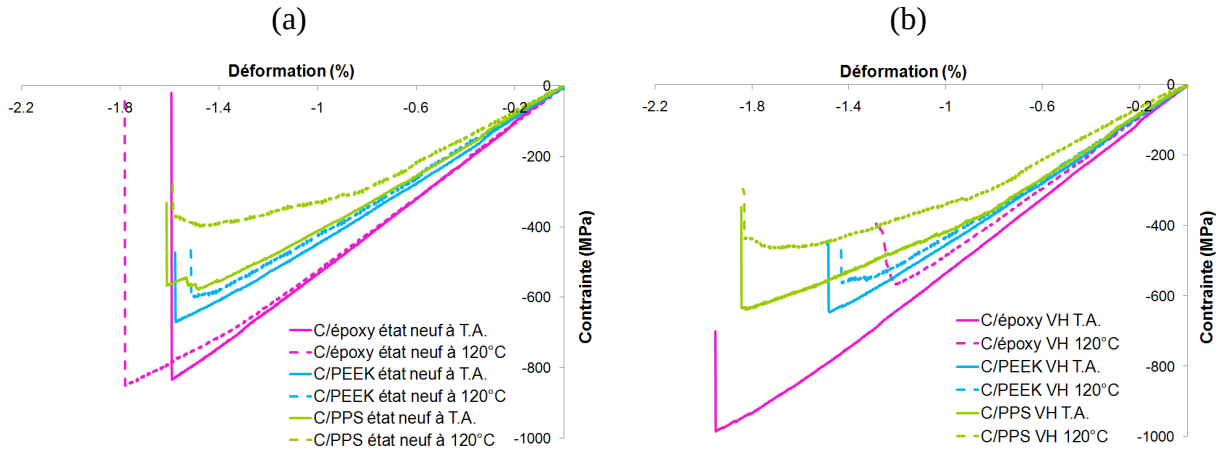


Fig. 3.45 – Influence de la température sur la réponse contrainte-déformation en flexion : (a) Etat neuf – (b) Etat V.H.

A partir des expressions précédentes et des données (F,w) issues des essais expérimentaux, on obtient les propriétés mécaniques en flexion suivantes (cf. Tab. 3.13).

		Etat neuf			Etat V.H.		
		C/époxy	C/PEEK	C/PPS	C/époxy	C/PEEK	C/PPS
20°C	$\sigma^r_{flexion}$(MPa)	833	670	578	985	645	585
	τ^r_{13} (MPa)	12,41	8,92	7,95	14,77	8,63	8,04
	E_f (GPa)	54,65	46,82	44,23	55,07	47,32	41,22
120°C	$\sigma^r_{flexion}$(MPa)	851	599	401	568	565	432
	τ^r_{13} (MPa)	12,68	7,82	5,51	8,52	7,56	5,78
	E_f (GPa)	51,12	43,43	37,72	48,29	44,03	35,68
Influence T°	$\sigma^r_{flexion}$(MPa)	-2 %	-11 %	-31 %	-42 %	-12 %	-26 %
	E_f (GPa)	-6 %	-7 %	-15 %	-12 %	-7 %	-13 %

Tab. 3.13 – Influence de la température sur les propriétés mécaniques en flexion : Etat neuf – Etat V.H.

Le tableau précédent met en évidence l'influence de la température sur les propriétés mécaniques en flexion des matériaux pour un état donné. Globalement, l'augmentation de la température se traduit par un abattement des propriétés en flexion qui varie plus ou moins selon la nature de la résine et l'état du matériau. Ainsi, quel que soit l'état initial du matériau, le C/PPS est caractérisé par une altération significative de ses propriétés en flexion (environ 30% sur la résistance et 15% sur la rigidité). Pour le C/PEEK, la tendance est identique mais la dégradation des propriétés est beaucoup moins importante (environ 12% sur la résistance et 7% sur la rigidité). Enfin, pour C/Epoxy, l'abattement des propriétés avec la température dépend fortement de l'état du matériau sont presque conservées. A l'état neuf, les propriétés sont quasiment inchangées (diminution de 2% sur la résistance et environ 6% sur la rigidité). A l'état V.H., l'abattement est très marqué (-42% sur la résistance et -12% sur la rigidité). L'influence combinée de la température et du V.H. seront discutés plus longuement dans la partie suivante.

3.3.5.1.2. Analyse des mécanismes d'endommagement et interprétation

Afin de mieux comprendre l'influence de la température sur le comportement de ces matériaux, des observations macroscopiques et au MEB des zones endommagées ont été réalisées.

A l'état neuf, pour le C/Epoxy, elles révèlent une rupture en traction des plis inférieurs associée à un délaminage important. Ces modes de rupture sont identiques aux deux températures d'essai. Pour le C/PEEK, on observe une rupture en traction de la couche externe associée à un cisaillement interlaminaire le long de la fibre neutre. Ce type d'endommagement ne s'opère visiblement pas à 120°C. Pour le C/PPS, on observe une rupture en traction de la couche externe avec des amorces très localisées de cisaillement inter et intralaminaire. A 120°C, la couche externe supérieure semble être endommagée très localement dans la zone de contact avec le rouleau et une déformation résiduelle est observable à l'échelle macroscopique confirmant la réponse ductile du matériau à l'état neuf (cf. Fig. 3.46).

A l'état V.H. et à T.A., les observations révèlent pour le C/Epoxy une rupture en traction des plis inférieurs associée à un cisaillement intralaminaire et un délaminage très important. A

120°C, on observe une rupture en compression avec cisaillement inter et intralaminaire. Pour le C/PEEK V.H., l'essai à T.A. montre une rupture très peu marquée de la couche externe inférieure (en traction) et de la couche externe supérieure (en compression) dans la zone de contact avec le rouleau. A 120°C, on observe la même tendance de façon plus nette. Pour le C/PPS V.H., les modes de rupture sont similaires aux deux températures d'essai avec une rupture en traction des fibres accompagnée d'un cisaillement inter et intralaminaire dans la partie inférieure et une rupture en compression de la couche externe supérieure. A 120°C, les modes de rupture sont cependant moins marqués et le cisaillement interlaminaire est très localisé. La vue macroscopique indique une déformation résiduelle importante qui concorde avec la réponse mécanique (cf. Fig. 3.46).

Dans la plupart des cas, les modes de rupture sont multiples (rupture en traction ou en compression des fibres + cisaillement interlaminaire). Compte-tenu de l'élancement relativement important (≈35) et par comparaison des valeurs de la contrainte normale $\sigma_{flexion}$ et de la contrainte de cisaillement τ_{13}, il est cohérent d'observer principalement une ruine des stratifiés en flexion par rupture des fibres inférieures ou supérieures en traction (ou compression) dans les différents plis à 90°.

On peut également souligner que l'alternance des zones riches en fibres ou en résine va contribuer à ralentir la progression du cisaillement inter et intralaminaire d'où la localisation de ce type d'endommagement. A l'intersection des mèches de fibres sens trame et chaîne, la concentration des contraintes induit une déformation plastique pour les stratifiés à résine thermoplastique et une amorce de fissure dans la matrice thermodurcissable à proximité de l'interface fibre/matrice et à l'intersection entre les mèches de fibres sens chaîne et trame, à l'origine d'une décohésion interplis. Lorsque les fissures décohésives se rejoignent, le délaminage se généralise entre les plis.

Pour résumer l'influence de la température sur le comportement mécanique de stratifiés tissés, elle semble étroitement liée à l'état du matériau et à la nature de la résine. Globalement, le V.H. et l'augmentation de la température amplifient la déformation plastique des résines polymères (notamment TP) tandis que la part du cisaillement interlaminaire est moins prépondérante. Pour le C/PPS, une température d'essai proche de la T_g se traduit par un transfert de charge moins efficace et donc des propriétés mécaniques amoindries comme l'indiquent les valeurs reportées dans Tab. 3.13. Pour le C/PEEK, on observe un abattement modéré des propriétés en flexion dans la mesure où la température d'essai maximale (i.e 120°C) est encore éloignée de la température de transition vitreuse du matériau (i.e. 143°C à l'état neuf). Bien que le V.H. contribue généralement à abaisser la T_g des polymères, l'effet n'est pas significatif sur les propriétés en flexion de composites à matrice PEEK. Cette analyse ne remet donc pas en question les différents résultats disponibles dans la littérature (cf. Chapitre 2) sur le comportement thermomécanique des composites à matrice TP. Enfin, l'élévation de température ne contribue pas à dégrader réellement les propriétés du C/Epoxy neuf ce qui était prévisible dans la mesure où la Tg du matériau est proche de 190°C. Cette indépendance relative du comportement mécanique à ce niveau de température d'essai est remise en question par le V.H. En effet, celui-ci va induire une altération importante des propriétés à température élevée. Les mécanismes responsables de cette détérioration font l'objet de la partie suivante.

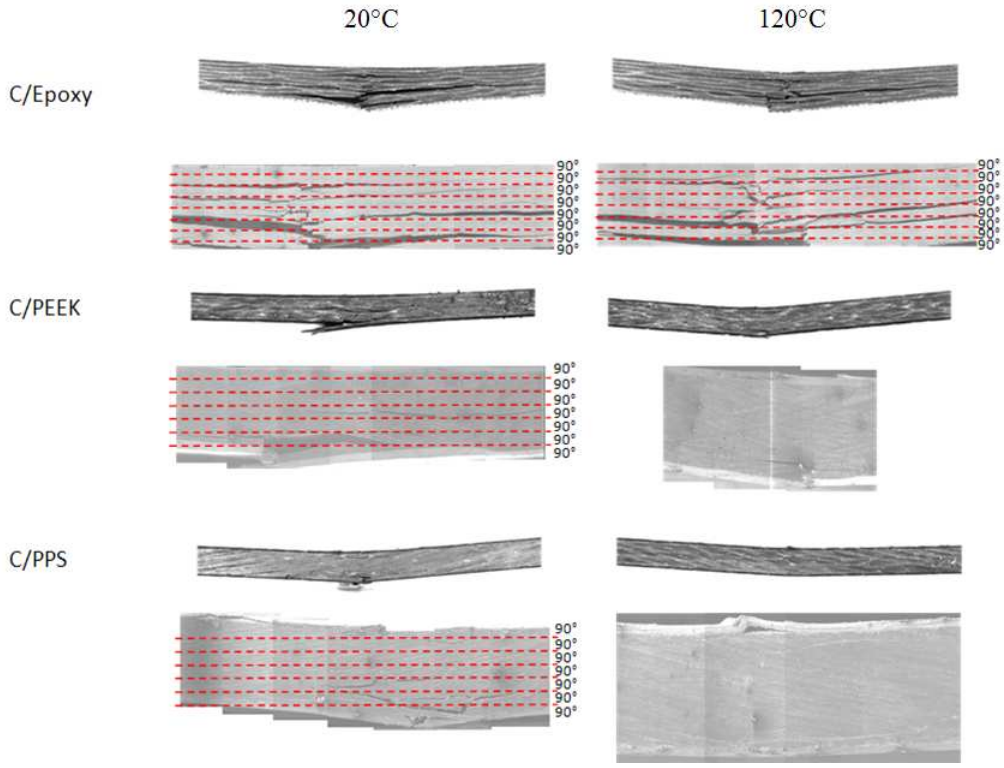


Fig. 3.46 – Essai de flexion : observations macroscopiques et au MEB des matériaux à l'état neuf

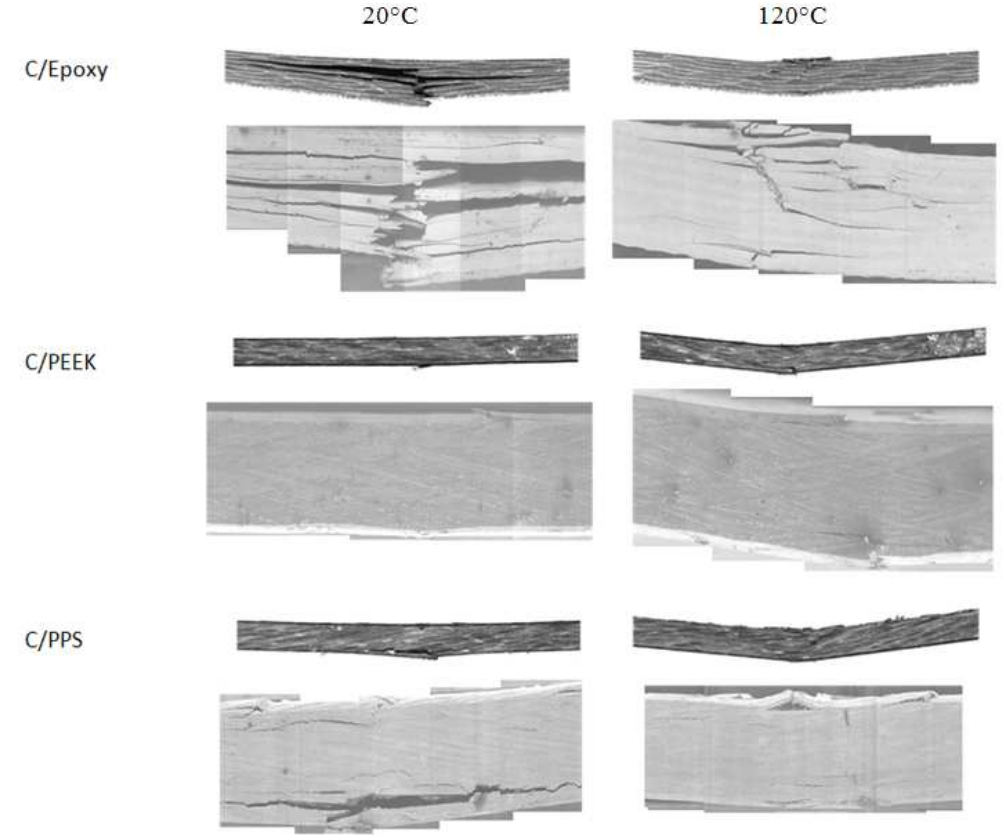


Fig. 3.47 – Essai de flexion : observations macroscopiques et au MEB des matériaux à l'état V.H.

3.3.5.2. Influence du Vieillissement Humide

3.3.5.2.1. Résultats et analyse

En termes de comportement global du stratifié, l'influence du V.H. sur la réponse en flexion des différents types de stratifiés dépend significativement de la température d'essai. Pour une séquence d'empilement $[90]_n$ (n=8 pour le C/Epoxy et n=7 pour le C/PEEK et le C/PPS), le comportement en flexion est de type élastique-fragile pour le C/Epoxy et le C/PEEK, et de type élastoplastique-fragile pour le C/PPS. La part de non-linéarité de la réponse correspond tantôt à une perte de rigidité qui peut être est attribuée à l'endommagement des plis tantôt à un comportement ductile de la résine qui tend à s'amplifier avec le vieillissement humide quelle que soit la température d'essai.

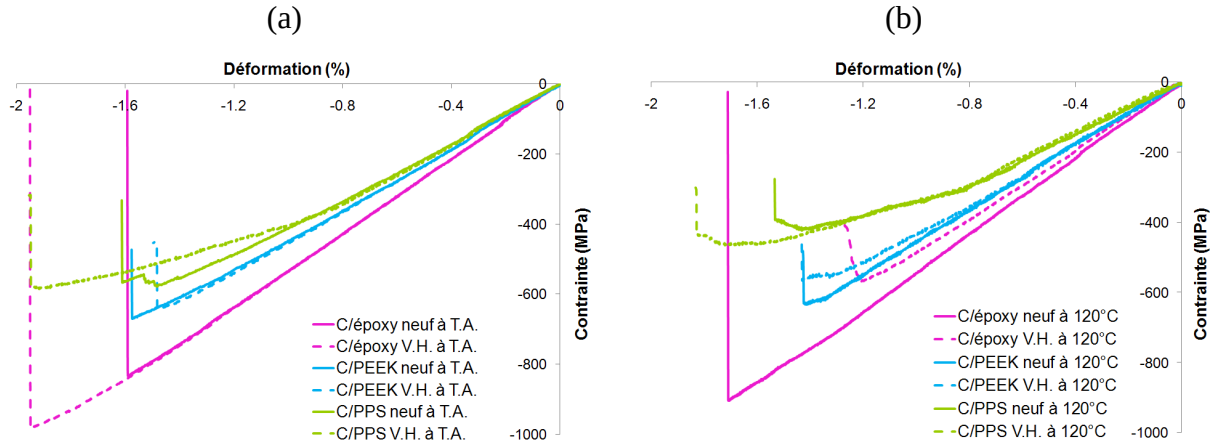


Fig. 3.48 – Influence du V.H. sur la réponse contrainte-déformation en flexion : (a) T.A. – (b) 120°C

		T.A.			120°C		
		C/époxy	C/PEEK	C/PPS	C/époxy	C/PEEK	C/PPS
Etat neuf	$\sigma^r_{flexion}$(MPa)	833	670	578	851	599	401
	τ^r_{13} (MPa)	12,41	8,92	7,95	12,68	7,82	5,51
	E_f (GPa)	54,65	46,82	44,23	51.12	43,43	37.72
Etat V.H.	$\sigma^r_{flexion}$(MPa)	985	645	585	568	565	432
	τ^r_{13} (MPa)	14,37	8,63	8,04	8,52	7,56	5,78
	E_f (GPa)	55.07	47.32	41.22	48,29	44,03	35,68
Influence V.H.	$\sigma^r_{flexion}$(MPa)	+18 %	-4 %	+1 %	-33 %	-6 %	+8 %
	E_f (GPa)	+1 %	+1 %	-7 %	-5.5 %	+1 %	-5 %

Tab. 3.14 – Influence du V.H. sur les propriétés mécaniques en flexion : T.A. – 120°C

Le tableau précédent met en évidence l'influence du V.H. sur les propriétés mécaniques en flexion des matériaux pour une température donnée. Globalement, les effets du V.H. diffèrent selon la température d'essai et la nature de la résine. Quelle que soit la température d'essai pour les stratifiés à matrice thermoplastique, le V.H. n'altère quasiment pas leurs propriétés en flexion. On peut même souligner que la résistance du C/PPS augmente légèrement à 120°C. Cependant, pour le C/Epoxy, la tendance est différente dans la mesure où l'influence du V.H. va directement dépendre de la température d'essai. Ainsi, à T.A., le V.H. semble

bénéfique du point de vue de la résistance en flexion du matériau (+18%). En revanche, l'action combinée du V.H. et d'une température élevée est néfaste à cette résistance qui diminue fortement (33%).

3.3.5.2.2. Analyse des mécanismes d'endommagement et interprétation :

La conservation relativement bonne des propriétés des composites à matrice TP après V.H. est conforme aux résultats de la littérature (cf. Chapitre 2) qui montrent que la bonne tolérance de ces matériaux du point de vue du V.H. On peut rappeler que pour les polymères, la diffusion d'eau entre les chaînes de macromolécules entraîne une dilatation de la structure du polymère du fait de la séparation des macromolécules. Il en résulte un relâchement des forces de cohésion intermoléculaires qui se traduit par une perte de rigidité et un comportement plus ductile du polymère. Dans les composites à matrice polymère renforcés par des fibres de carbone, l'absorption et la diffusion d'eau s'opère à l'interface fibre/matrice. Cela va créer des vides à l'interface fibre/matrice qui peuvent affecter la qualité de l'adhésion et constituer des zones de concentration de contraintes. Ainsi, la résistance au cisaillement interfacial diminue ce qui peut pénaliser le transfert de charge entre les fibres via la matrice. Ce mécanisme de transfert de charge dépend alors de la nature de la résine.

Pour le C/Epoxy, l'observation des zones endommagées des points de vue macro et microscopique indique que le V.H. induit un délaminage plus important notamment à T.A.. Cependant, ce délaminage plus marqué ne semble pas pénaliser le comportement mécanique des stratifiés à matrice TD puisque la rigidité ne change pas et que la résistance augmente légèrement. Le délaminage des zones surcontraintes peut permettre une relaxation des contraintes dans les plis adjacents dont va résulter une résistance accrue. A 120°C, le délaminage est beaucoup moins marqué qu'à T.A. L'augmentation de température confirme que le V.H. a tendance à amplifier le caractère ductile de la résine époxy. La déformation résiduelle de l'éprouvette dans cette configuration ne peut être alors uniquement attribuée à la rupture par compression des fibres et aux cisaillements inter et intralaminaire localisés. Comme pour les composites à résine TP, les zones de concentration de contrainte (à l'interface fibre/matrice essentiellement) sont le siège d'une déformation plastique de la résine et de fissuration interlaminaire. L'abattement important de la résistance pour le C/Epoxy V.H. à 120°C est directement lié à la rupture par compression dans la zone de contact avec le rouleau qui va conduire à la rupture transverse des plis supérieurs à partir de la fibre neutre. Le transfert de charge n'est alors plus possible. Ces mécanismes d'endommagement en flexion sont similaires à ceux proposés par Birger et al. [BIR89a][BIR89b] dans le cas de stratifiés tissés C/Epoxy avec un élancement équivalent L/h=30.

Pour les stratifiés à matrice TP, l'observation des zones endommagées indique que le V.H. altère peu la qualité de l'interface fibre/matrice ce qui est moins préjudiciable pour les mécanismes d'endommagement : pas de délaminage, peu de cisaillement interlaminaire, déformation plastique plus importante sous l'action combinée de la température et du V.H. Cette dernière remarque est particulièrement vraie pour le C/PPS. Le transfert de charges intra et inter plis induit une déformation plastique plus marquée à 120°C en raison de la proximité de la T_g du matériau. La rigidité diminue ainsi légèrement car la résistance au cisaillement interfacial diminue mais dans le même temps le mécanisme de plasticité se développe plus largement. Il contribue alors à dissiper une partie de l'énergie mécanique apportée au matériau d'où une légère augmentation de la résistance.

3.3.5.3. Influence de conditions environnementales sévères

Des conditions environnementales sévères contribuent à altérer significativement les propriétés en flexion des trois matériaux stratifiés et plus particulièrement celles du C/Epoxy et du C/PPS. Comparativement, le C/PEEK et le C/Epoxy possèdent les mêmes propriétés. Le C/PPS se distingue pour ses propriétés largement en retrait par rapport aux deux autres matériaux (environ -25%).

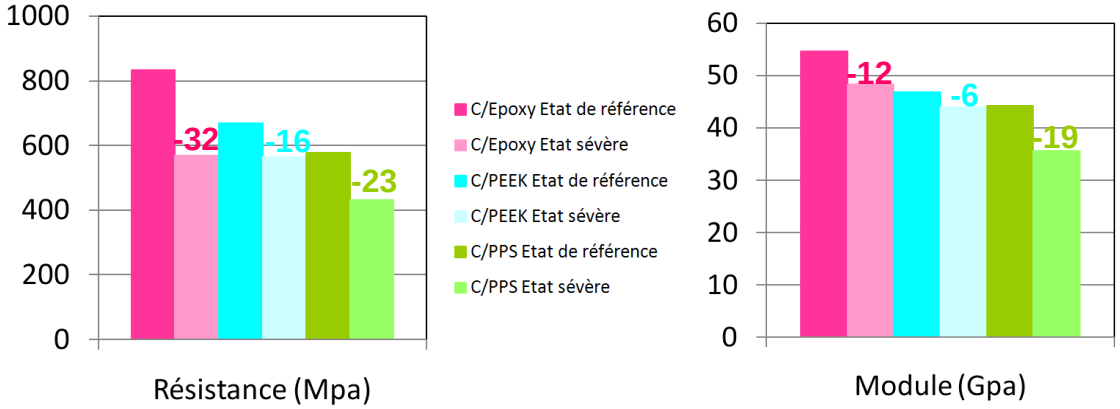


Fig. 3.49 – Influence de conditions environnementales sévères sur les propriétés en flexion des matériaux étudiés (en %)

3.3.6. Essai de Cisaillement Inter Laminaire (C.I.L.)

L'essai de cisaillement sur poutre courte SBS (Short Beam Shear) est un essai couramment utilisé pour caractériser la résistance au cisaillement interlaminaire ILSS (Interlaminar Shear Strength) des composites renforcés par des fibres (cf. Fig. 3.50a). Cette méthode d'essai est basée sur la configuration géométrique de l'essai de flexion 3 points introduits précédemment à la différence près que la distance entre les points d'appui est 8 fois plus faible (L=10mm). Ainsi l'élancement, défini par le rapport L/h≈4, est environ 8 fois plus faible que dans le cas de l'essai de flexion 3 points (L/h ≈35) si l'on considère que l'épaisseur des éprouvettes n'est pas exactement la même d'un matériau à l'autre. Comme pour l'essai de flexion, la séquence d'empilement du stratifié est $[90]_n$ (n=8 pour le C/epoxy et n=7 pour le C/PEEK et le C/PPS). Le profil élastique des contraintes normales et tangentielles dans la section médiane du stratifié est identique (cf. Fig. 3.50b).

(a) (b)

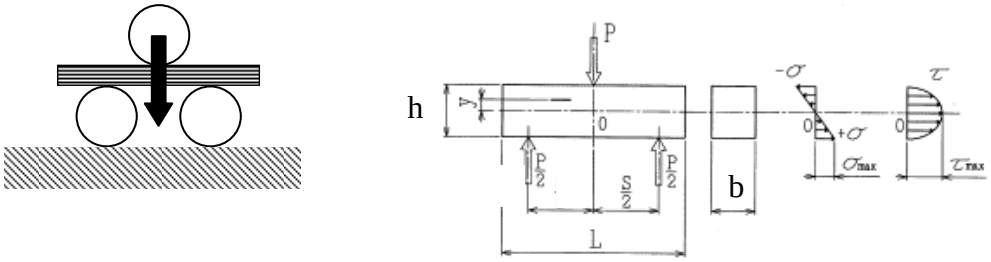


Fig. 3.50 - Cisaillement interlaminaire sur poutre courte :
(a) configuration de l'essai – (b) profil élastique des contraintes normales et tangentielles dans la section médiane d'un stratifié UD

Compte tenu des expressions introduites auparavant pour la contrainte normale (traction ou compression) $\sigma_{flexion} = \pm(3FL)/(2bh^2)$ et la contrainte de cisaillement interlaminaire $\tau_{13} = (3F)/(4bh)$, la composante normale diminue tandis que la composante de cisaillement devient prépondérante. Avec cette méthode, on vise à obtenir une rupture par cisaillement interlaminaire mais la coexistence de ces deux composantes induit des modes de rupture complexes : rupture de fibres, microflambement, fissures de cisaillement interlaminaire (cf. Fig. 3.43). On peut également préciser que cette méthode permet d'évaluer la résistance « apparente » au cisaillement interlaminaire des matériaux composites car elle n'induit pas un cisaillement pur à l'interface entre plis (cf. Fig. 3.50). Les informations obtenues grâce à cet essai sont alors généralement utilisées pour qualifier la qualité de l'adhésion de l'interface fibre/matrice. Cependant, la résistance au C.I.L. obtenue par cette méthode n'est généralement pas considérée comme un admissible matériau [WHI85] [ROS97] [LI99]. Cet admissible est plutôt obtenu par l'essai Iosipescu. Par ailleurs, la résistance au cisaillement interlaminaire obtenue par l'essai de flexion sur poutre courte implique que la séquence d'empilement du stratifié soit du type $[0]_n$ ou $[90]_n$.

3.3.6.1. Influence de la température

3.3.6.1.1. Résultats et analyse

En termes de comportement global du stratifié, l'influence de la température sur la réponse en cisaillement interlaminaire des différents types de stratifiés dépend essentiellement de la nature de la résine et dans une moindre mesure de l'état du matériau.

Pour les trois matériaux testés à l'état neuf et à l'état V.H., les courbes (charge-déplacement imposé) caractéristiques des essais de cisaillement sur poutre courte SBS sont composées de trois parties distinctes : une première partie non-linéaire, observable lors de la phase initiale du chargement, une seconde phase quasi-linéaire et une dernière phase non-linéaire.

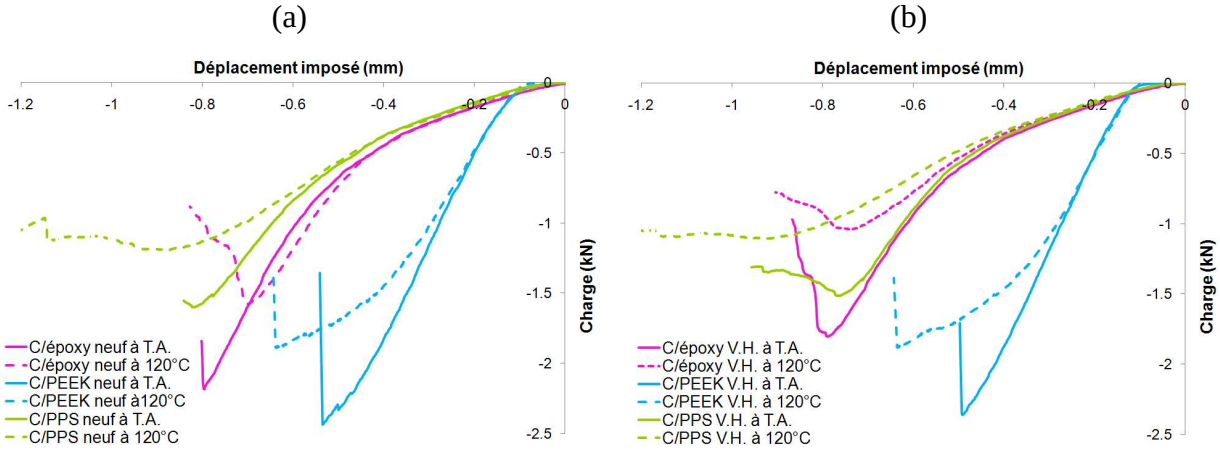


Fig. 3.51 – Influence de la température sur la réponse charge-déplacement en Cisaillement InterLaminaire : (a) Etat neuf – (b) Etat V.H.

Les stratifiés C/Epoxy possèdent 8 plis contre 7 plis pour les stratifiés à matrice TP. Ce pli supplémentaire signifie davantage de fibres (+ 14%). La comparaison des réponses charge-déplacement montre que, du point de vue du comportement élastique, le C/Epoxy et le C/PPS se comportent de manière similaire. Cette constatation tend à prouver que, dans cette

configuration d'essai, la réponse mécanique du stratifié est principalement gouvernée par le comportement de la matrice en cisaillement.

En effet, la portion non-linéaire de la courbe (charge-déplacement) en début de chargement est quasi-identique pour le C/Epoxy et le C/PPS tandis qu'elle est très discrète pour le C/PEEK. Ce comportement non-linéaire est associé à la déformation élastique de la matrice à l'interface entre plis (associée à la composante de cisaillement), laquelle dépend du module de cisaillement G_{13} de la matrice. La matrice PEEK possédant un module plus élevé que le PPS et l'Epoxy (4,2 GPa vs 3,7 GPa), la rigidification du stratifié est obtenue pour un déplacement imposé plus faible. Le profil théorique (de forme parabolique par morceaux) des contraintes de cisaillement dans l'épaisseur du stratifié montre que la déformation élastique due au cisaillement débute dans le plan médian de l'éprouvette et s'étend latéralement vers la surface de l'éprouvette.

Pour des chargements intermédiaires, le comportement des poutres courtes de stratifiés est ensuite quasi-linéaire et traduit la déformation élastique des fibres sous l'effet de la contrainte normale. Cette partie linéaire met en évidence la rigidité des fibres et la qualité de l'adhésion à l'interface fibre/matrice.

Enfin, le comportement non-linéaire observé lors de la phase ultime du chargement correspond à l'endommagement progressif et/ou à la plastification de la matrice avant la rupture de l'éprouvette. Pour le C/Epoxy, la plasticité est quasi inexistante à l'état neuf et un peu plus marquée à l'état V.H. à 120°C. Pour les stratifiés à matrice TP, à température ambiante, le comportement est légèrement plus ductile, caractère amplifié à haute température.

A l'état neuf et à T.A., le C/Epoxy présente une rupture de type fragile. A 120°C et à l'état V.H., cette rupture est plus progressive. Pour le C/PEEK dans les différentes configurations, la rupture est de type fragile. Pour le C/PPS, la rupture est progressive et correspond à l'extension des fissures dans les différents plis. Ces mécanismes d'endommagement spécifiques sont analysés dans le paragraphe suivant à la lumière des observations microscopiques.

A partir des résultats expérimentaux exprimés en termes de charge-déplacement imposé, l'expression de τ_{13} et de la déformation de traction en surface $\varepsilon = 6wh/L^2$ (avec w : déflection de la fibre neutre assimilée à celle imposée à la poutre lors de l'essai) permettent d'évaluer la contrainte de cisaillement interlaminaire et la déformation à rupture pour les matériaux testés (Etat neuf – Etat V.H.) aux deux températures d'essai (cf. Tab. 3.15).

		Etat neuf			Etat V.H.		
		C/époxy	C/PEEK	C/PPS	C/époxy	C/PEEK	C/PPS
20°C	τ_{13}^r (MPa)	68	83	54	56	80	51
	ε^r (%)	11,4	7,1	10,9	11,3	6,5	10,2
120°C	τ_{13}^r (MPa)	49	64	40	32	64	37
	ε^r (%)	10	8,4	11,6	10,5	8,4	12,2
Influence T°	τ_{13}^r (MPa)	-28%	-23%	-26%	-43%	-20%	-27%
	ε^r (%)	-14%	+18%	+7%	-8%	+29%	+20%

Tab. 3.15 – Influence de la température sur les propriétés mécaniques en Cisaillement InterLaminaire : Etat neuf – Etat V.H.

Le tableau précédent met en évidence l'influence de la température sur les propriétés mécaniques en cisaillement interlaminaire des matériaux pour un état donné. Globalement, l'augmentation de la température se traduit par un abattement important de la résistance au cisaillement interlaminaire qui varie plus ou moins (de 20 à 43%) selon la nature de la résine et l'état du matériau. En ce qui concerne la qualité de l'adhésion fibre/matrice, le C/PEEK présente une meilleure résistance que le C/Epoxy (+20%) qui lui-même possède une résistance plus élevée de 26% que le C/PPS. On peut ainsi retenir que ce dernier matériau se distingue par une adhésion relativement faible de l'interface fibre/matrice. L'information relative à la déformation de traction en surface au moment de la rupture ε^r est à nuancer car le pli externe est rompu bien avant ce niveau de déformation. En revanche, cette valeur reflète l'influence de la température sur les mécanismes d'endommagement et de plasticité au sein du stratifié. On peut ainsi noter que la déformation à rupture augmente avec la température pour les stratifiés à matrice TP, effet amplifié à l'état VH. Pour le C/Epoxy, la tendance est inverse.

3.3.6.1.2. Analyse des mécanismes d'endommagement et interprétation

Afin de mieux comprendre l'influence de la température sur le comportement de ces matériaux, des observations macroscopiques et au MEB des zones endommagées ont été réalisées. En raison de l'état de contraintes complexes (traction/compression et cisaillement), l'essai de cisaillement sur poutre courte est caractérisé par la coexistence de modes de ruptures multiples avec une prédominance de fissures de cisaillement interlaminaire et quelques fissures intralaminaires. Cet endommagement s'initie en différents sites de part et d'autre de la fibre neutre dans la section médiane de l'éprouvette là où le cisaillement interlaminaire est maximal. Les fissures interlaminaires se propagent ensuite transversalement à la direction de l'effort exercé par le rouleau supérieur (cf. Fig. 3.52).

Les clichés macroscopiques des différentes éprouvettes révèlent que la déformation résiduelle de l'éprouvette est associée à l'endommagement progressif et/ou à la plastification de la matrice observés sur les courbes force-déplacement avant rupture (cf. Fig. 3.51).

Pour le C/Epoxy, des bandes de flambement (kink bands) peuvent être observées notamment à l'état neuf à l'interface entre les plis. Elles induisent des fissures de cisaillement interlaminaire qui s'étendent et se généralisent à toutes les interfaces jusqu'à la rupture du matériau. L'élévation de température tend à faciliter l'apparition de ces bandes lors du chargement ce qui se traduit par une diminution conséquente de la résistance et de la déformation à rupture.

En raison de la ténacité très importante de la résine PEEK, les observations au MEB indiquent que le C/PEEK est caractérisé par des fissures de cisaillement interlaminaire beaucoup plus localisées que pour les autres matériaux. A T.A., on observe clairement que la ruine du stratifié est principalement due à la rupture en traction des fibres du pli externe et à la fissuration intralaminaire dans les plis à 0°, expliquant ainsi une rupture fragile de l'éprouvette. Le motif de tissage (dans cette étude un satin de 5) du renfort (identique pour les trois matériaux et que l'on peut observer nettement sur les clichés macroscopiques du C/Epoxy) semblent concorder avec les trajets de fissures de cisaillement interlaminaire dans la mesure où la structure du tissu est connue pour conditionner la progression de ces fissures (cf. Partie Coupe structure tissu) dans les plis du stratifié. Cependant, l'observation des éprouvettes à 120°C montre que la ductilité de la matrice, amplifiée par l'élévation de température, tend à limiter nettement l'apparition des fissures de cisaillement interlaminaires mais n'empêche pas la rupture en traction catastrophique des fibres dans le pli externe.

Pour le C/PPS à l'état neuf, les observations au MEB montrent que la rupture du stratifié est liée à l'extension de fissures de cisaillement intra et interlaminaire de part et d'autre de la fibre neutre ainsi qu'à une rupture par traction/compression des plis externes. Ces modes d'endommagement confirment que le stratifié n'est pas sollicité en cisaillement pur. On remarque également très nettement que les fissures interlaminaires se propagent à l'interface fibre/matrice le long de la structure du tissu. Cette propagation des dommages est liée à la faible qualité de l'adhésion à l'interface fibre/matrice. A température élevée, le comportement ductile de la matrice PPS est amplifié et contribue à absorber une partie de l'énergie mécanique apportée au matériau ce qui permet de moins solliciter l'interface fibre/matrice. Il en résulte une proportion moindre de fissures de cisaillement.

En résumé, pour les stratifiés à matrice TP, l'élévation de température favorise la déformation plastique de la résine associée à l'abaissement de la résistance au cisaillement de la résine. Il en résulte une initiation plus précoce des fissures de cisaillement interlaminaire et donc une résistance à rupture plus faible. De plus, le C/PPS semble se distinguer par une qualité de l'adhésion fibre/matrice moins bonne que celle du C/PEEK démontrée par les nombreux sites de fissuration à l'interface fibre/matrice. Pour le C/Epoxy, la température influence également la résistance au cisaillement de la matrice qui présente un comportement beaucoup moins ductile que les matrices TP. Ainsi, les fissures interlaminaires apparaissent plus tôt lors du chargement et conduisent à un abattement important de la résistance au cisaillement du stratifié.

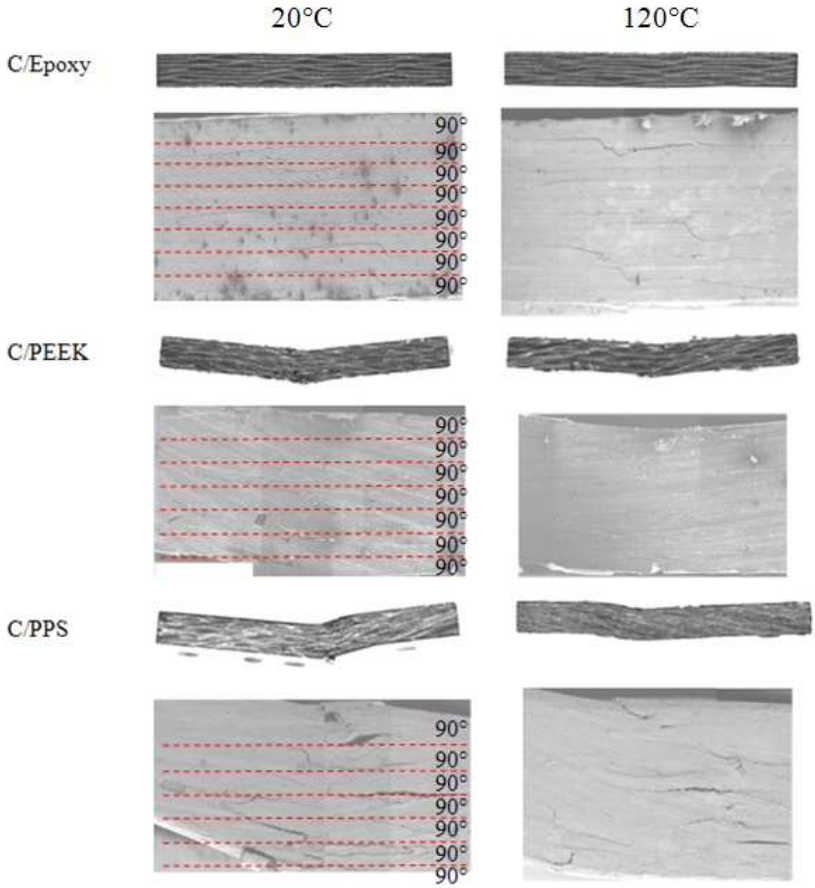


Fig. 3.52 – Essai de C.I.L. : observations macroscopiques et au MEB des matériaux à l'état neuf

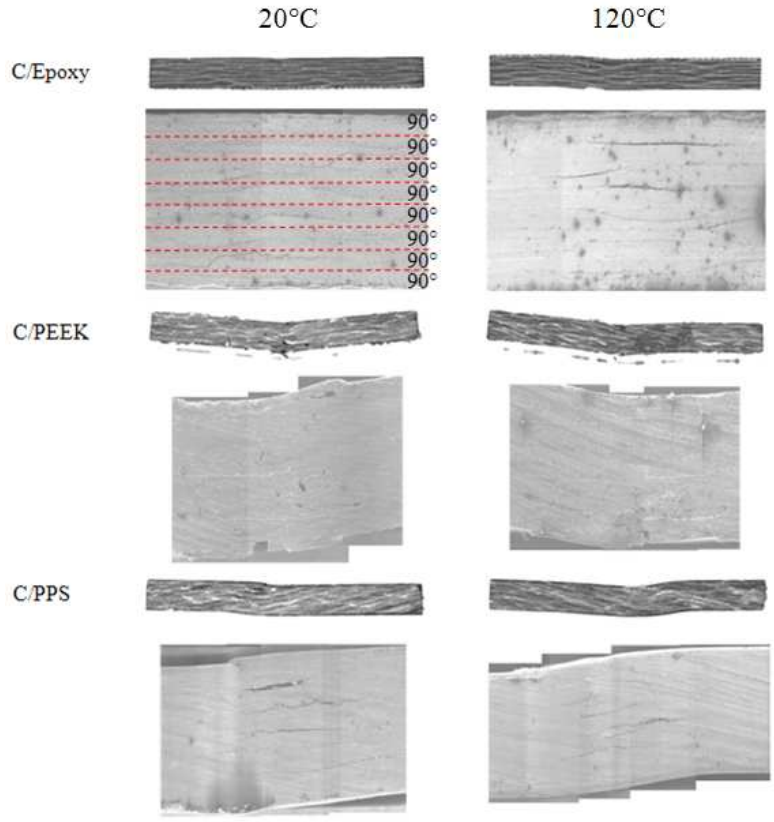


Fig. 3.53 – Essai de C.I.L. : observations macroscopiques et au MEB des matériaux à l'état V.H.

3.3.6.2. Influence du Vieillissement Humide

3.3.6.2.1. Résultats et analyse

L'observation des courbes (charge-déplacement imposé) pour les trois matériaux met en évidence que le V.H. ne modifie pas significativement la réponse mécanique des stratifiés à matrice TP à une température donnée. En revanche, le V.H. semble modifier les mécanismes d'endommagement du C/Epoxy d'autant plus que la température d'essai est élevée. L'analyse des observations au MEB des éprouvettes permettra de comprendre comment évoluent ces mécanismes.

Le tableau suivant (cf. Tab. 3.16) met en évidence l'influence du V.H. sur les propriétés mécaniques en cisaillement interlaminaire des matériaux pour une température donnée. Globalement, le V.H. se traduit par un abattement important de la résistance au cisaillement interlaminaire qui varie plus ou moins (de 18 à 35%) selon la température d'essai pour le C/Epoxy. Pour les stratifiés à matrice TP, le V.H. n'influence pas significativement la qualité de l'adhésion fibre/matrice quelle que soit la température d'essai.

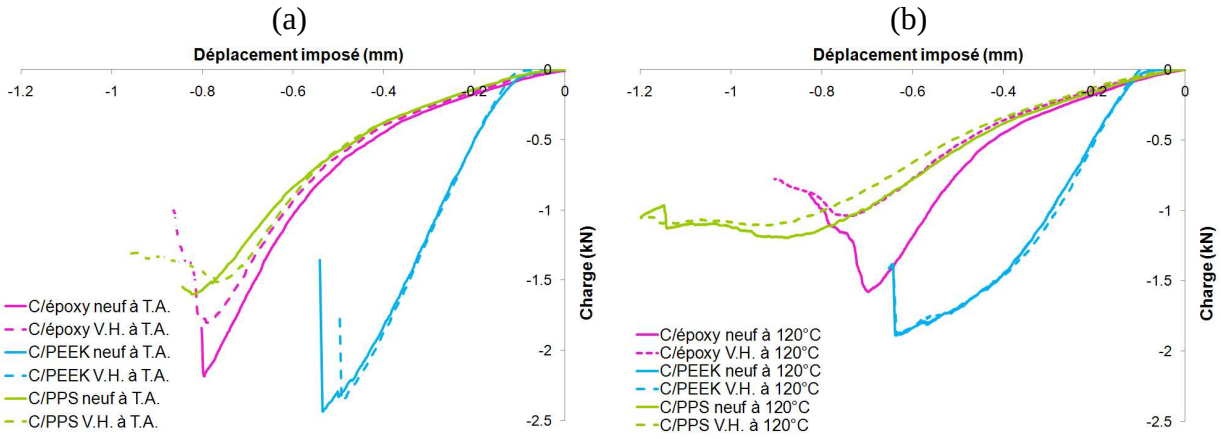


Fig. 3.54 – Influence du V.H. sur la réponse charge-déplacement en Cisaillement InterLaminaire : T.A. – (b) 120°C

		T.A.			120°C		
		C/époxy	C/PEEK	C/PPS	C/époxy	C/PEEK	C/PPS
Etat neuf	τ_{13}^{r} (MPa)	68	83	54	49	64	40
	ε^{r} (%)	11,4	7,1	10,9	10	8,4	11,6
Etat V.H.	τ_{13}^{r} (MPa)	56	80	51	32	64	37
	ε^{r} (%)	11,3	6,5	10,2	10,5	8,4	12,2
Influence V.H.	τ_{13}^{r} (MPa)	-18%	-4 %	-6%	-35%	0%	-8%
	ε^{r} (%)	-1%	-8%	-7%	+5%	0	+5%

Tab. 3.16 – Influence du V.H. sur les propriétés mécaniques en Cisaillement InterLaminaire : T.A. – 120°C

3.3.6.2.2. Analyse des mécanismes d'endommagement et interprétation

Par rapport aux observations faites à l'état neuf, la comparaison des zones endommagées à une température donnée laisse apparaître que les mécanismes d'endommagement sont peu influencés par le V.H. On observe encore la coexistence de modes de ruptures multiples avec une prédominance de fissures de cisaillement interlaminaire et quelques fissures intralaminaires.

L'observation de la réponse charge-déplacement indique que le C/Epoxy semble plus sensible au V.H. que les stratifiés à matrices TP, ce qui est conforme aux résultats proposés dans la littérature pour ce même type de matériau (cf. chapitre 2). Pour le C/Epoxy, l'absorption d'eau est plus importante que pour les stratifiés à matrice TP (cf. Chapitre 2 – Influence des conditions environnementales). Ainsi, la diffusion de l'eau va contribuer à créer des vides à l'interface fibre/matrice qui vont affecter la qualité de l'adhésion et générer de nombreuses zones de concentration de contraintes à l'origine de fissures inter et intralaminaires qui se généralisent dans l'épaisseur, se propagent et se rejoignent. De plus, dans le cas du C/Epoxy, le V.H. contribue également à amplifier le comportement ductile de la matrice, ductilité d'autant plus marquée que la température d'essai est élevée. Ainsi, à 120°C, on peut observer une déformation résiduelle légèrement plus marquée qu'à l'état neuf. Finalement, la résistance au cisaillement interfacial diminue ce qui pénalise le transfert de charge entre les fibres via la matrice. Ce mécanisme altère le comportement mécanique du matériau dont la résistance au « cisaillement » interlaminaire diminue fortement (-18% à T.A. et -35% à 120°C). Ces mécanismes d'endommagement en C.I.L sont similaires à ceux proposés par Birger et al.

[BIR89a][BIR89b] dans le cas de stratifiés tissés C/Epoxy avec un élancement équivalent L/h=3-5.

Pour le C/PEEK, le V.H. n'accentue pas le caractère ductile de la matrice et ne modifie pas sa ténacité. Ainsi, la rupture des fibres en traction prédomine encore après V.H. comme un mode de rupture catastrophique. On peut également observer la quasi superposition des réponses mécaniques à 120°C. Le mécanisme d'endommagement semble donc ne pas évoluer ce qui est confirmé par une résistance à rupture quasi-inchangée aux deux températures d'essai.
Pour le C/PPS, le V.H. modifie légèrement le comportement ductile de la matrice comme le montre la comparaison des courbes charge-déplacement à une température donnée (cf. Fig. 3.54). L'étude des zones endommagées révèle que le V.H. tend à limiter nettement l'apparition des fissures de cisaillement interlaminaires. Dans le même temps, les éprouvettes ayant subi un V.H. n'indiquent pas la rupture en traction/compression des fibres du pli externe observée à l'état neuf. La présence plus discrète des fissures de cisaillement à l'interface fibre/matrice montre que le V.H. n'altère pas la qualité de l'interface fibre/matrice. Globalement et pour un niveau de température donné, les deux mécanismes que sont fissuration interlaminaire/rupture des fibres d'une part et plasticité d'autre part s'équilibrent entre deux états du matériau pour conférer quasiment la même réponse mécanique au matériau. La diminution de la résistance en cisaillement modérée (-6% à T.A. et -8% à 120°C) résulte de ces mécanismes simultanés.

En résumé, pour les stratifiés à matrice TP, le V.H. joue un rôle mineur dans les mécanismes d'endommagement par cisaillement interlaminaire et dans l'accentuation du comportement ductile de la matrice. En conséquence, les propriétés en cisaillement de ces matériaux sont peu sensibles au V.H. Pour le C/Epoxy, le V.H. est beaucoup plus pénalisant. Il va essentiellement agir sur l'efficacité du transfert de charge en générant d'une part des zones de concentration de contraintes à l'origine de fissures inter et intralaminaires étendues et d'autre part un comportement viscoplastique de la matrice plus marqué.

3.3.6.3. Influence de conditions environnementales sévères

Pour les trois matériaux, la résistance au C.I.L. diminue fortement, notamment pour le C/Epoxy. En revanche, les conditions d'utilisation sévères contribuent à améliorer significativement la déformation à rupture des stratifiés à matrice TP tandis qu'elles altèrent légèrement celle du C/Epoxy. Comparativement, le C/PEEK possède de loin la meilleure résistance au C.I.L. (+73% par rapport au C/PPS et +100% sur le C/Epoxy).

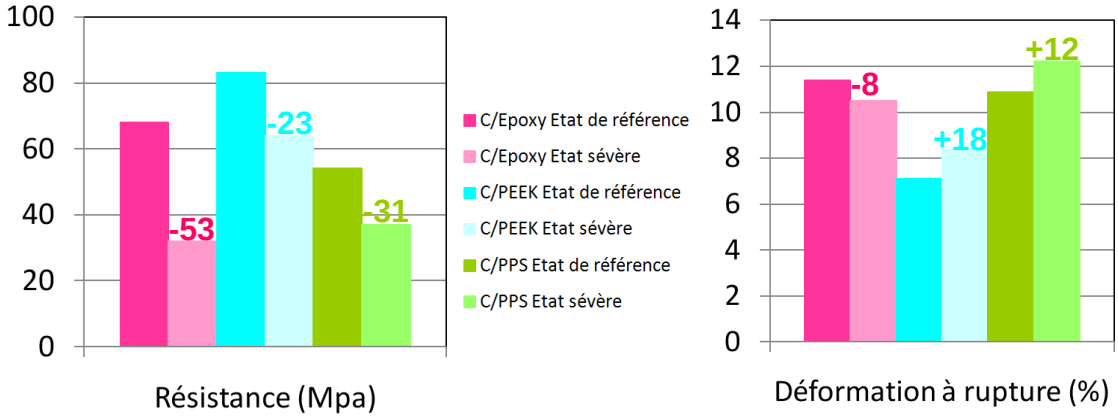


Fig. 3.55 – Influence de conditions environnementales sévères sur les propriétés en C.I.L. des matériaux étudiés (en %)

3.4. Comportements des assemblages boulonnés

Dans la conception de structures aéronautiques, les assemblages mécaniques boulonnés de structures hybrides composites/métalliques sont incontournables car ils permettent d'assurer le transfert des efforts entre les différentes parties de la structure. Cependant, leur mise en place implique le perçage des structures qui pénalise leur tenue mécanique. Par ailleurs, la présence de trous habités par un boulon/rivet réduit la section « active » du matériau et induit de forts gradients de contraintes localisés. Le perçage peut induire des endommagements en bord de trous tels que l'arrachement de fibres, le délaminage voire la dégradation thermique. La combinaison de ces endommagements et des concentrations des contraintes en bord de trou peut se traduire par une propagation des défauts de perçage à l'origine de la défaillance de la structure [GOH08]. Pour contourner ces problèmes relatifs au perçage, des solutions alternatives existent et tendent à se développer : collage ou soudage (spécifique aux composites à résine TP). Contrairement aux assemblages boulonnés, ces techniques n'affectent pas l'intégrité des structures dans la mesure où elles ne génèrent pas de concentrations de contraintes. Cependant, en raison de l'exigence de maintenance, notamment en aéronautique, les assemblages boulonnés restent très largement utilisés mais nécessitent de tenir compte de leurs spécificités. Le rivetage et le boulonnage sont les techniques d'assemblage les plus courantes. Par rapport au rivetage, le boulonnage permet un assemblage et un désassemblage aisé lors des phases de maintenance, il autorise la réparation ou le remplacement. En outre cette méthode d'amarrage est plus tolérante aux effets de l'environnement mais le joint boulonné est le lien « faible » de l'ensemble structural par lequel transitent les efforts. Il est donc primordial de réaliser une conception optimale de cette liaison mécanique pour éviter une défaillance prématurée ou catastrophique (de type rupture fragile).

3.4.1. Essais sur assemblages boulonnés composite stratifié/métal

Afin d'optimiser la conception des assemblages boulonnés, deux types d'essais mécaniques peuvent être réalisés selon les conditions d'assemblage des pièces en service. On distingue ainsi le simple recouvrement (cf. Fig. 3.56a) et le double recouvrement (cf. Fig. 3.56b) également appelés éclissage en simple ou double cisaillement. Le principe est simple puisqu'il s'agit d'un essai de traction à déplacement imposé sur l'assemblage ainsi constitué.

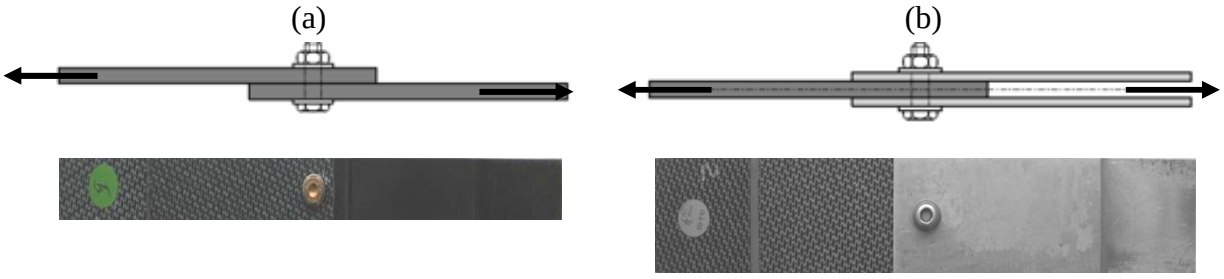


Fig. 3.56 – Représentation schématique des essais sur assemblages boulonnés :
(a) Simple recouvrement – (b) Double recouvrement

3.4.1.1. Modes de rupture des assemblages boulonnés

L'utilisation pertinente des matériaux composites comme éléments de structure passe ainsi par une compréhension des modes de défaillance et une prédiction de la résistance de ces liaisons mécaniques. Ainsi, le mode rupture et la résistance de ces assemblages dépend fortement des paramètres géométriques [STE92][CHU96][PAR01][KEL04][EKH06] (diamètre du trou D, longueur L, largeur W, épaisseur du stratifié t et distance du centre du trou au bord du stratifié E – cf. Fig. 3.57a), du mode de fixation (boulon/écrou ou rivet), du couple de serrage [KAL97][XIA05][GOH08], de la nature des matériaux assemblés (ici métal/composite), de l'orientation des fibres, de la séquence d'empilement [PAR01][MUN84] et évidemment de la nature de la matrice [XIA05].

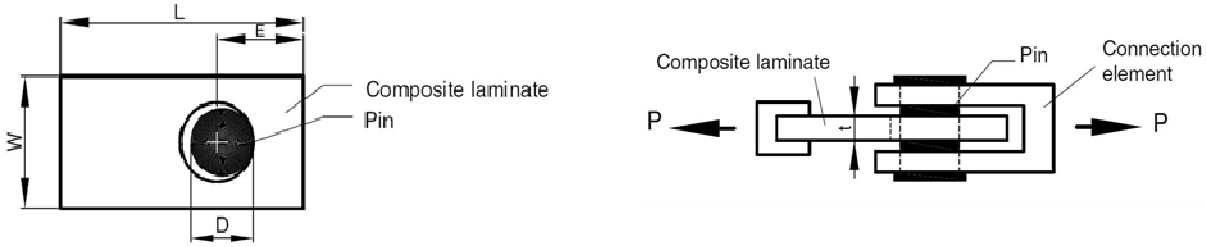


Fig. 3.57 – Paramètres géométriques des assemblages boulonnés [YYL65]

C'est cette dernière dimension que cette partie se propose d'étudier puisque les paramètres géométriques sont imposées par Aircelle ($w/d = 7.9, t/d = 0.35$ et $E/d = 2.4$ pour les essais de double recouvrement - $w/d = 5$, $t/d = 0.46$ et $E/d = 2.4$ pour les essais de simple recouvrement) de même que la séquence d'empilement du stratifié [0/45/0/45/0/45/0] et le mode de fixation (boulon/écrou avec couple de serrage imposé par la norme). Sur la base des résultats obtenus pour des stratifiés tissés C/Epoxy couramment utilisés pour des applications nacelles, cette configuration d'essai imposée doit induire une rupture de l'assemblage par matage qui est un mode de rupture préférentiel en raison de son caractère progressif. En fonction de la nature des différentes matrices testées dans cette étude, il convient de vérifier la méthode de dimensionnement retenue pour les stratifiés à matrice TD (en particulier époxy) et de déterminer si elle est applicable pour les composites à matrice TP (PPS ou PEEK).

Pour les essais sur assemblages boulonnés, on distingue différents modes de rupture référencés dans le tableau suivant [GOH08] :

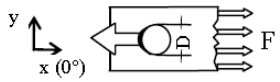
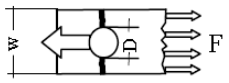
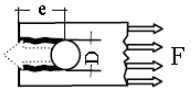
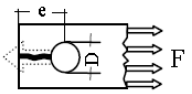
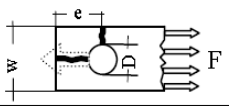
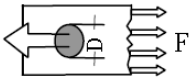
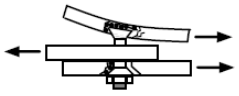
- Rupture en matage : ce mode de rupture traduit l'accumulation de dommages dus à la compression dans la zone de contact boulon/intérieur du trou (cf. Tab. 3.17). Le matage correspond pour les matériaux métalliques à une déformation plastique accompagnée d'une ovalisation du trou. Dans le cas des composites stratifiés à fibres longues, il correspond ainsi à ce même phénomène d'ovalisation du trou mais qui résulte de plusieurs types d'endommagement microscopique tels que la déformation plastique et/ou la fissuration de la matrice, la rupture des fibres et le délaminage. L'épaisseur du stratifié et notamment le rapport t/d sont prépondérants pour favoriser ce mode de rupture [MUN84][VIN89]. Par exemple, pour des stratifiés UD C/Epoxy, lorsque le rapport t/d passe de 1 à 1,45, la résistance en matage du joint augmente de 15%. En revanche, si t/d passe de 1 à 0,33, la résistance en matage diminue de presque 30%.

- Rupture en traction : ce mode de rupture est directement lié à la réduction de la surface effective de l'éprouvette en raison de la présence du trou (cf. Tab. 3.17). Il convient généralement d'augmenter le rapport w/d et la proportion de plis à 0° pour éviter ce mode de rupture. Typiquement, le dimensionnement des stratifiés de type C/Epoxy se fait alors en respectant un rapport $w/d > 6$.

- Rupture en cisaillement : ce mode de rupture se manifeste lorsque les contraintes de cisaillement induites par le boulon (ou le rivet) sont maximales dans les zones tangentes au trou et parallèles à la direction de chargement (cf. Tab. 3.17). L'augmentation du rapport E/d et la proportion des plis à ±45° (par rapport à la sollicitation) permettent d'éviter ce type de ruine. Typiquement, le dimensionnement des stratifiés de type C/Epoxy se fait alors en respectant un rapport $E/d > 3$.

- Rupture en clivage : ce mode de rupture fait initialement davantage référence à la rupture fragile transgranulaire ou intergranulaire des matériaux métalliques. Il caractérise la rupture longitudinale dans la section médiane de l'éprouvette (cf. Tab. 3.17). Il intervient généralement lorsque la distance E est trop faible et lorsque la proportion de plis à 90° est insuffisante.

- Rupture en clivage-traction (également appelé orthotraction) : ce mode de rupture est un mode combinant les deux modes précédemment décrits (cf. Tab. 3.17). Il est plus rarement rencontré et se manifeste lorsque la proportion de plis orientés à 0° est importante au détriment des plis orientés à 90°. Pour limiter le risque de rupture avec ce mode, on augmente la largeur et l'épaisseur du stratifié.

Mode de rupture	Formule	Principales conditions favorables
	Matage $\sigma_x^c \leq F/(Dt)$	- épaisseur t insuffisante / influence de l'orientation des plis
	Traction $\sigma_x^t \leq F/[(w-D)t]$	- largeur w insuffisante / influence de l'orientation des plis
	Cisaillement $\sigma_{xy} \leq F/(2et)$	- distance e insuffisante - nombre de plis à ±45° insuffisant
	Clivage $\sigma_y^t \leq F/[(e-D/2)t]$	- nombre insuffisant de plis à 90° - distance e insuffisante
	Clivage-traction $\sigma_x^t(w-D)+\sigma_{xy}e \leq 2F/t$	Mode combiné de rupture - nombre de plis à 90° et 0° insuffisant - largeur w et distance e insuffisantes
	Cisaillement du boulon $\tau_{boulon} \leq 4F/(\pi D^2)$	- diamètre D du boulon insuffisant
	Déboutonnage du boulon	- forme de la tête du boulon - faible rigidité (épaisseur) du composite

Tab. 3.17 – Modes de rupture des assemblages boulonnés – Pré-dimensionnement et conditions favorables d'apparition [GOH08]

Enfin, on peut noter que les modes de rupture que sont le cisaillement ou le déboutonnage du boulon sont plus marginaux. Parmi les différents modes de rupture décrits précédemment, on peut préciser que le matage est un mode de ruine non brutal (de type ductile) qui se caractérise par des propriétés notables en termes d'absorption d'énergie tandis que la traction, le cisaillement, le clivage et l'ortho-traction sont des modes de rupture catastrophiques (de type fragile). La rupture fragile, au contraire de celle ductile, est caractérisée par l'absence de déformation plastique macroscopique, et donc par la propagation très rapide des fissures absorbant peu d'énergie mécanique. Cette rupture catastrophique résulte de la rupture critique d'un ou plusieurs éléments de l'assemblage de sorte que le transfert de charge entre les éléments ne peut plus être assuré. La ruine signifie alors perte de la capacité structurale du matériau ou de la pièce et pas nécessairement la rupture finale de l'assemblage. On peut également préciser que, compte-tenu de l'influence des paramètres géométriques sur la tenue mécanique de l'assemblage et le mode de rupture, il est nécessaire de trouver un compromis afin de ne pas surdimensionner les différents éléments structuraux sous peine d'alourdir la structure.

L'objectif de cette étude du comportement de joints boulonnés consiste à évaluer l'influence de la température et du vieillissement humide en fonction de la nature de la matrice sur leur tenue mécanique (résistance en matage) et les mécanismes d'endommagement.

3.4.1.2. Courbe caractéristique et contraintes de matage

Que ce soit pour les essais de simple ou double recouvrement, la méthode d'essai utilisée pour déterminer la résistance au matage des plastiques renforcés par des fibres est celle préconisée par la norme EN 6037. Cette méthode indique la courbe caractéristique de réponse en matage qui se compose de différents point et zones significatives.

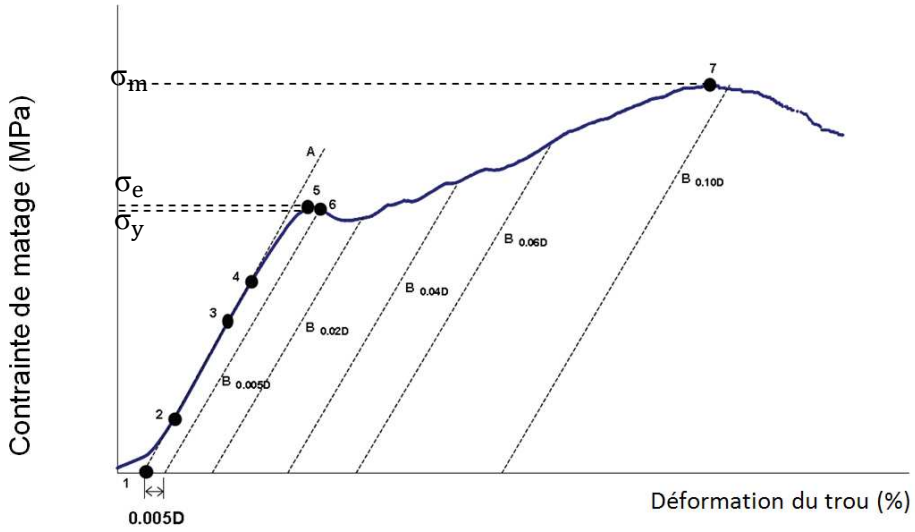


Fig. 3.58 – Courbe caractéristique de réponse en matage [AIR03]

Lors de la phase initiale du chargement, l'assemblage ne supporte aucune force substantielle jusqu'au contact entre le boulon et l'intérieur du trou, il s'agit alors de l'origine effective **1**. Ce jeu initial boulon/trou dépend des normes aéronautiques concernant les joints boulonnés (typiquement entre 2 et 72µm) [MAC02]. La valeur de ce jeu peut conditionner significativement la réponse de l'assemblage notamment dans la configuration de simple recouvrement pour laquelle on peut observer une flexion du boulon (cf. Fig. 3.78).

A partir de l'origine effective, la ligne A représente la rigidité de l'assemblage. Le point **2** est un point représentatif de l'état de l'assemblage juste après l'alignement des éléments et la mise en contact boulon/intérieur du trou. Le point **3** représente l'état de l'assemblage avant la limite de proportionnalité représentée par le point **4** auquel la rigidité de l'assemblage commence à diminuer. Le début de la non-linéarité de la courbe d'essai correspond à l'apparition des dommages en bord de trou, dans la zone de matage frontal, à 0° par rapport à la direction de l'effort. Le point **5** est important du point de vue du comportement du joint boulonné car il correspond à la contrainte de premier endommagement visible σ_e définie par :

$$\sigma_e = \frac{F_e}{D.t}$$

F_e représente alors l'effort correspondant à ce point **5.** Sur la courbe réponse, cela se traduit par une inflexion notable ou une diminution de l'effort supporté par l'ensemble. On peut ensuite définir la contrainte de matage dite décalée (offset) σ_y, correspondant au point **6**, qui est obtenu à partir de la ligne B (parallèle à la ligne A) et d'une valeur de décalage ad hoc (0,005D – 0,02D – 0,04D – 0,06D – 0,1D) :

$$\sigma_y = \frac{F_y}{D.t}$$

Où F_y est la valeur de la charge supportée au point ainsi défini. Le premier endommagement n'est pas catastrophique et le joint peut supporter des charges supérieures. La réponse du joint est ensuite caractérisée par un endommagement progressif du stratifié qui se manifeste par une perte progressive de rigidité et de résistance d'où un profil en dents de scie.

Enfin, on peut définir la contrainte de matage ultime qui est utilisée pour dimensionner les assemblages pour des applications industrielles à partir de la charge maximale supportée par l'assemblage F_m :

$$\sigma_m = \frac{F_m}{D.t}$$

La courbe précédente représente l'évolution caractéristique de la contrainte en fonction de la déformation du trou pour une rupture en matage. Ainsi, au-delà de cette charge maximale, la charge supportée par l'assemblage va diminuer progressivement au fur et à mesure que l'endommagement progresse dans le stratifié. Cependant, la rupture du joint peut se faire selon les différents modes de rupture introduits précédemment. Dans le cas d'une rupture fragile, on observerait alors sur la courbe caractéristique une diminution brutale (de type fragile) de l'effort supporté.

3.4.2. Eléments de bibliographie sur le comportement des joints boulonnés

Avant de présenter les résultats expérimentaux obtenus sur les trois matériaux, il est pertinent de faire un tour d'horizon des travaux en rapport avec le comportement des joints boulonnés. La courte revue bibliographique qui suit vise à donner des informations sur les mécanismes d'endommagements des assemblages boulonnés intégrant des stratifiés C/TP ou C/Epoxy. Peu d'études font état du comportement en température et après V.H. de ces assemblages. De plus, la plupart des références se rapportent à des stratifiés UD.

3.4.2.1. Joints boulonnés intégrant des stratifiés C/TP

Les essais réalisés par Vautey [VAU93] sur des stratifiés troués ont permis d'observer le rôle de la matrice sur le comportement au trou selon que le trou est non-habité (vide) ou habité par un boulon (cf. Fig. 3.59). Les résultats obtenus ne semblent suggérer aucune variation de contrainte à rupture en traction lorsque le trou devient habité dans le cas de la matrice PEEK (stratifié APC-2) tandis que la résistance du thermodurcissable (stratifié T300/914) diminue de 12%.

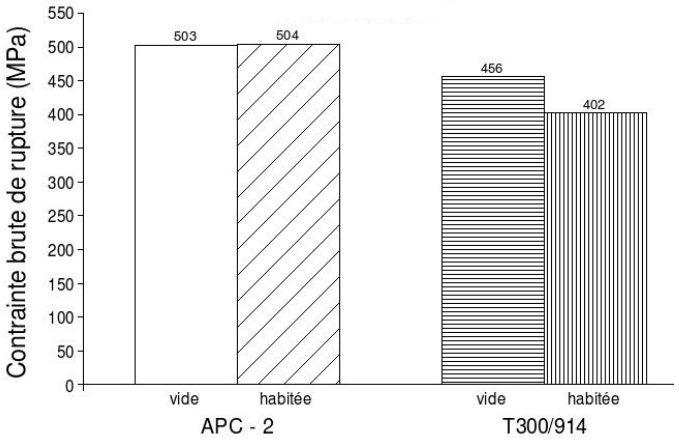


Fig. 3.59 – Influence de la présence d'un boulon sur la traction trouée quasi-isotrope ($\phi_{trou=}$6 mm) [VAU93]

Denq et al. [DEN97] ont observé l'influence des rapports E/D et W/D (E et W représentent respectivement l'épaisseur et la largeur de l'éprouvette) sur la résistance au matage de composites à résine PEEK de différents grades (poids moléculaire de la résine) renforcés par des fibres de carbone courtes. Les résultats montrent que la résistance au matage augmente pour des valeurs croissantes des rapports E/D et W/D. Cette même résistance et le mode d'endommagement dépendent également du grade de la résine et du taux volumique de fibres. Cette étude met également en évidence une région de transition pour des valeurs de E/D et S/D comprises entre 2 et 3 (S représente la distance entre l'extrémité de l'éprouvette et le centre du trou), région dans laquelle le mode d'endommagement évolu de la rupture latérale vers une rupture combinée cisaillement/latérale (cf. Fig. 3.60). On peut également noter qu'un grade de résine croissant se traduit par une résistance au matage accrue. L'influence du taux de fibres est plus nuancée dans le sens où il améliore le comportement au matage pour W/D croissant à E/D donné (cf. Fig. 3.60b) tandis que cette évolution s'atténue et s'inverse même pour E/D croissant à W/D donné (cf. Fig. 3.60a).

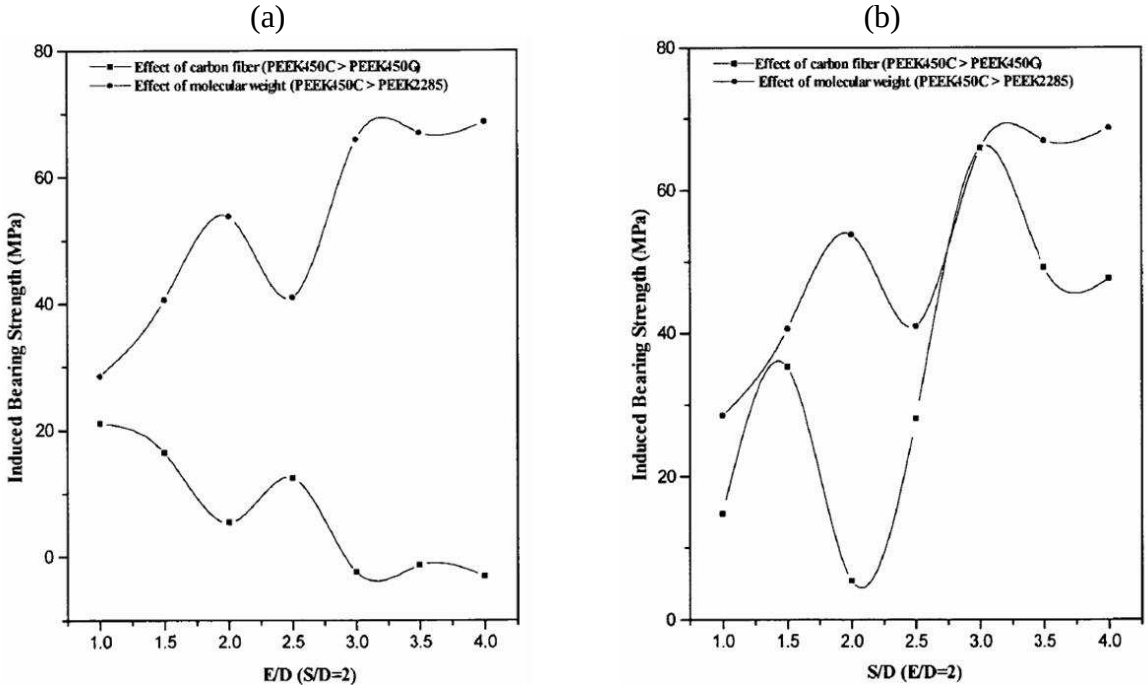


Fig. 3.60 – Influence du poids moléculaire et du taux de fibres de carbone sur le gradient de résistance au matage : (a) W/D = 2 - (b) E/D = 2 [DEN97]

Xiao et Ishikawa [XIA05] ont proposé une étude comparative des mécanismes d'endommagement dans des assemblages boulonnés pour des stratifiés C/Epoxy (IM600/Q133) et C/polyimide (TP Amorphe). Les objectifs de ces travaux sont en partie identiques aux nôtres puisqu'ils visent à évaluer l'influence du comportement de la matrice sur la réponse en matage de stratifiés quasi-isotropes $[45/0/-45/90]_{2S}$. Du point de vue du comportement global (cf. Fig. 3.61), les réponses en matage sont similaires bien que la résistance au matage soit finalement plus élevée pour le C/Epoxy : 1485 MPa vs 1326 MPa (+12%).

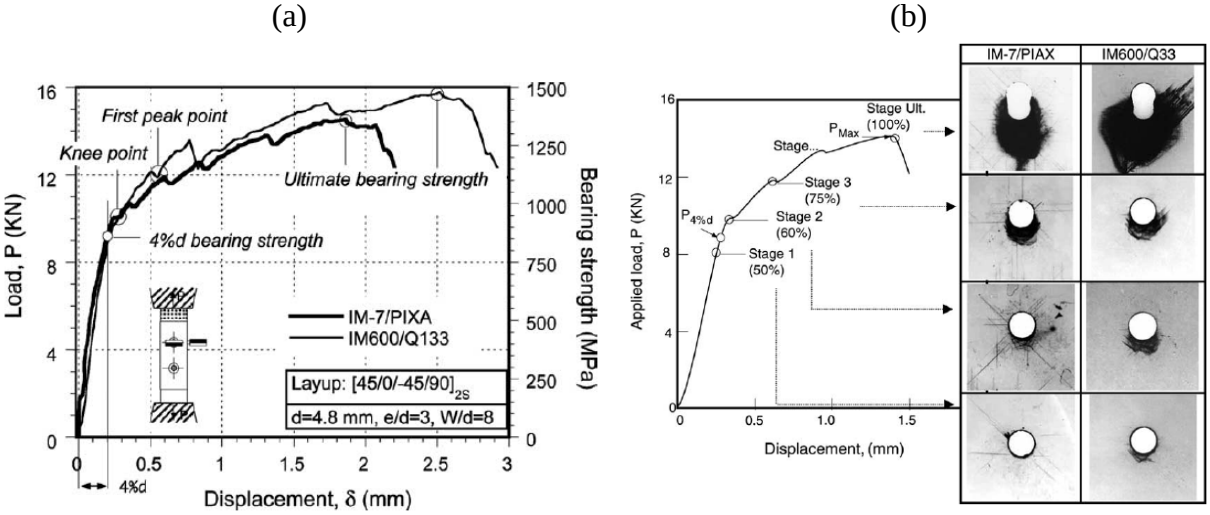


Fig. 3.61 – Essai de double-recouvrement sur stratifiés UD quasi-isotropes C/Epoxy et C/Polyimide : (a) Courbes charge-déplacement – (b) Suivi de l'endommagement par radiographie rayons X [XIA05]

D'un point de vue macroscopique, l'endommagement des stratifiés peut se décomposer en plusieurs phases : l'endommagement est d'abord localisé au bord du trou, puis la zone endommagée s'étend et induit l'initiation de ruptures localisées pour aboutir à la rupture finale du joint (cf. Fig. 3.61). Les modes dominants de rupture par matage sont associés à un flambement de paquets de fibres à 0° par rapport à la direction de sollicitation et à un délaminage. La rupture finale apparaît comme conséquence majeure de la fissuration dans l'épaisseur du stratifié due au cisaillement hors plan et du délaminage à grande échelle. La conclusion intéressante de cette étude concerne la remarquable influence de la ténacité de la matrice qui permet de contrôler les mécanismes d'endommagement. Ainsi, le stratifié à matrice époxy semble plus vulnérable à la fissuration de la matrice et au délaminage que le stratifié à matrice TP.

Yylmaz et Synmazcelik [YYL07] ont récemment étudié les performances en matage de stratifiés UD carbone/PPS pour des conditions de chargement statique. Les essais ont été réalisés sur des séquences $[0/90]_{3S}$ et $[45/-45]_{3S}$. Cette étude permet de constater que l'orientation des fibres dans le stratifié est prépondérante pour les performances en matage pour des stratifiés UD troués carbone/PPS (cf. Fig. 3.62). Pour une séquence donnée, on note également que les différents rapports entre les paramètres géométriques D, E et W présentent une influence significative sur le mode de défaillance du stratifié. L'information intéressante du point de vue du dimensionnement concerne la détermination des rapports W/D et E/D adéquats pour obtenir une défaillance de type matage, laquelle est caractérisée par un endommagement progressif et une résistance résiduelle contrairement aux autres modes de défaillance catastrophique.

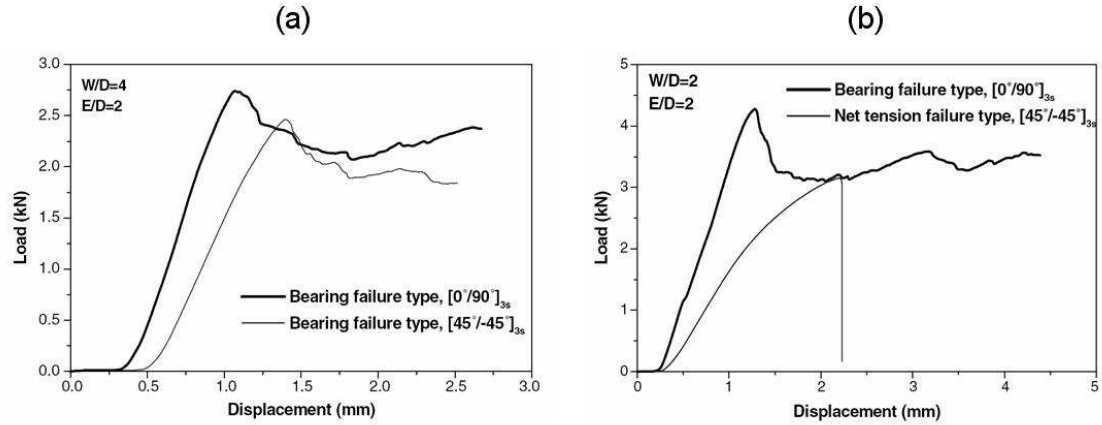


Fig. 3.62 – Courbes charge-déplacement pour des stratifiés UD carbone/PPS avec différents rapports largeur/diamètre du trou : (a) W/D=4 - (b) W/D=2 [YYL07]

3.4.2.2. Joints boulonnés intégrant des stratifiés C/TD

De nombreux travaux rapportent le comportement d'assemblages boulonnés intégrant des stratifiés UD C/Epoxy. Thoppul et al. [THO09] ont proposé une revue bibliographique complète et récente de ce type de matériaux.

L'étude expérimentale comparative réalisée par Yeole [YEO06] est intéressante car elle permet d'évaluer l'influence de la séquence d'empilement (cf. Fig. 3.63) et du type de renfort (cf. Fig. 3.63) sur la réponse de joints boulonnés en double-recouvrement. Ainsi, pour un renfort carbone de type tissu satin de 5, une séquence d'empilement quasi-isotrope permet d'obtenir une résistance au matage maximale. Pour ce même drapage, la comparaison de la

résistance au matage de stratifiés UD et de stratifiés à plis tissés (satin de 5 et toile) montre que le composite UD est plus résistant d'environ 20%. Toujours selon cette étude, on peut retenir les informations suivantes quant à l'évolution de la résistance au matage des stratifiés tissés C/Epoxy en fonction de différents paramètres :

- Quand le jeu boulon-trou passe de 0.025mm à 0.15 mm, la résistance au matage diminue de 25%,
- L'augmentation du couple de serrage de 0 N.m à 35 N.m permet d'accroître la résistance au matage de 20%,
- L'augmentation de la température de l'ambiante à 80°C se traduit par une diminution d'environ 25% de la résistance au matage,
- Pour des rapports e/d et w/d croissants, le mode de ruine du joint boulonné est le matage à partir de e/d=6 et w/d=3.

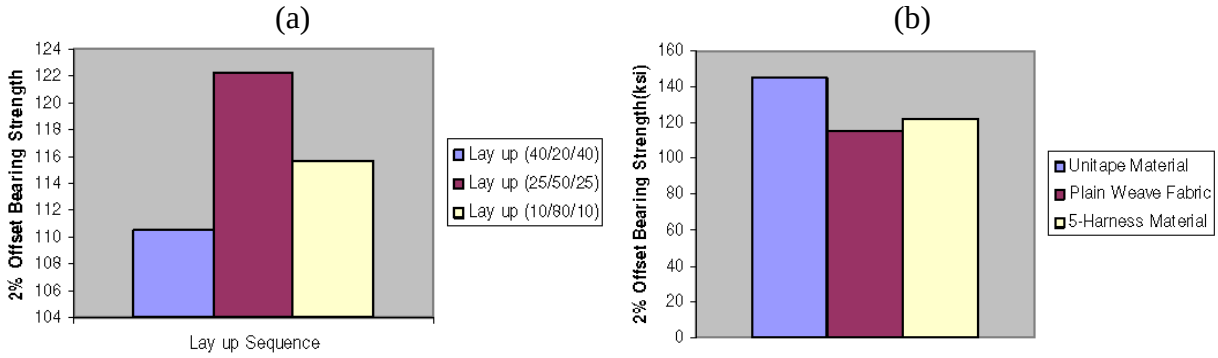


Fig. 3.63 – Evolution de la résistance en matage décalée à 2% du diamètre du trou :
(a) Influence de la séquence d'empilement sur un tissu satin de 5
(b) Influence du type de renfort

Au-delà de l'influence du type de renfort sur la réponse des joints boulonnés de type C/Epoxy, les références suivantes relatent l'influence des conditions environnementales (température et/ou V.H.) sur les mécanismes d'endommagement et la résistance au matage.
Kim et Whitney [KIM76] ont proposé la première étude traitant des effets de la température et de l'humidité sur la réponse au matage de stratifiés UD C/Epoxy (T300/Namco 5208) pour différents drapages. Pour les trois séquences, des conditions environnementales sévères (V.H. tel que le gain massique lié à l'humidité est égal à 1,6% - Température égale à 127°C) induisent une diminution de 40% de la résistance au matage par rapport à la configuration de référence (Etat sec – T.A.).

Counts et al. [COU92] ont réalisé une étude comparative sur l'influence de la température (T.A. et 177°C) sur le comportement de joints boulonnés en double recouvrement. Les matériaux testés sont des stratifiés UD quasi-isotrope à renfort fibre de carbone et à matrice TP polyimide amorphe (K3B) ou polyimide à ténacité améliorée (PETI-5). L'augmentation de température se traduit par un abattement de 20% de la résistance ultime au matage (731MPa à T.A. et 578MPa à 177°C) pour le PETI-5 tandis que l'abattement est de l'ordre de 35% (721MPa à T.A. et 471MPa à 177°C) pour le K3B. Cette étude révèle qu'un comportement plus ductile permet de conserver dans des proportions acceptables la tenue mécanique du joint. Dans les deux cas, les mécanismes d'endommagement impliqués étaient principalement le délaminage et le flambement des plis à 0°.

Dans leur étude du comportement en température (à 150°C) du comportement en matage de stratifiés quasi-isotrope C/Epoxy (T800/3631) dont la température de transition vitreuse est

180°C, Hirano et al. [HIR04][HIR07] font état des principaux mécanismes d'endommagement dans ce matériau : fissuration matricielle longitudinale (splitting), délaminage, flambement des fibres à 0°. Une des conclusions intéressantes révèle que la résistance au matage est étroitement liée à la résistance en compression des plis orientés à 0°. En outre, pour une séquence quasi-isotrope, la résistance au matage diminue environ de 30% (658 MPa à T.A. et 457MPa à 150°C i.e. bien en dessous de T_g).

Kallmeyer et al. [KAL97] ont proposé une étude sur l'influence de la température (T.A. – 100°C - 150°C) sur la tenue mécanique en matage de stratifiés UD C/Epoxy quasi-isotrope $[45/0/-45/90]_{2s}$ pour une sollicitation en traction monotone. Il apparaît que la température n'affecte que très peu la résistance ultime en matage (-12%) pour une sollicitation monotone. En revanche, la rigidité initiale de l'assemblage est considérablement altérée par un accroissement de température (-38%) tandis que la déformation à rupture du trou augmente de 33% (cf. Fig. 3.64a). Pour évaluer la durabilité de ces joints boulonnés, des essais de fluage ont été réalisés à ces différentes températures. Pour des niveaux de charge et des températures élevées, la déformation du trou dépend significativement du temps (cf. Fig. 3.64b). Enfin, le couple de serrage, qui permet de faire évoluer la contrainte latérale, influence la réponse en matage car la déformation du trou évolue d'un facteur 2 à 4 à couple croissant (d'un serrage manuel jusqu'à un couple de 5,65 N.m).

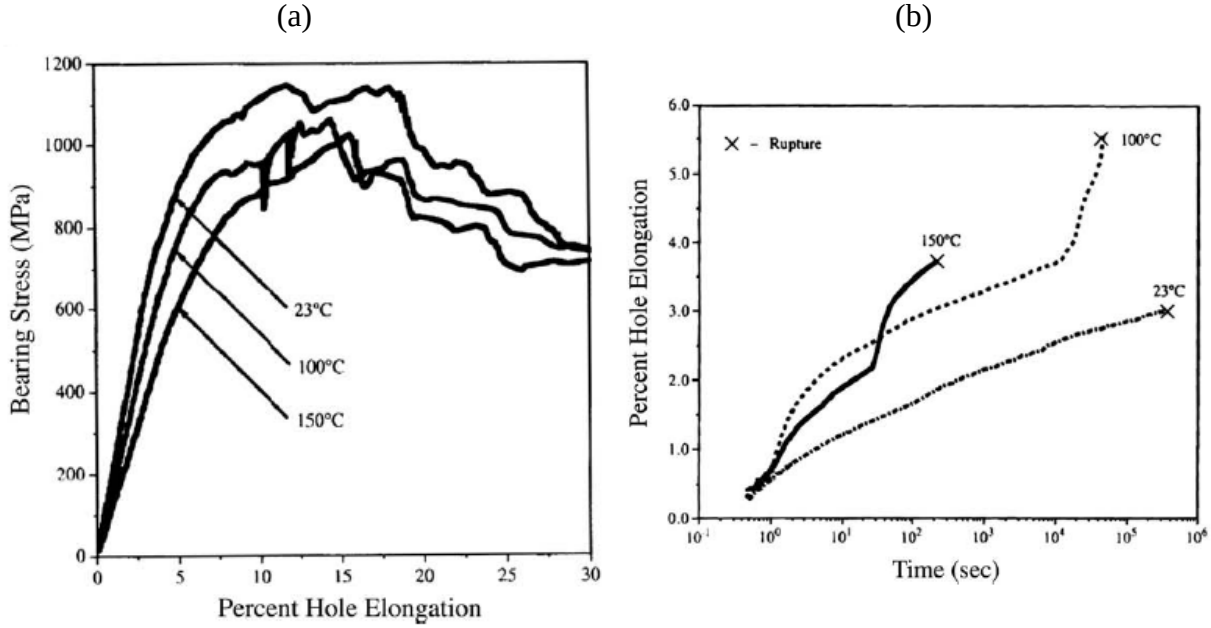


Fig. 3.64 – Influence de la température sur la réponse en matage de stratifiés UD C/Epoxy quasi-isotrope : (a) Essai monotone – (b) Essai de fluage [KAL97]

Dans l'optique de la comparaison ultérieure avec nos résultats expérimentaux obtenus pour le C/Epoxy, les travaux de Parida et al. [PAR97] sont très intéressants car leur configuration d'essai est similaire à la notre. Ils ont étudié l'influence des conditions environnementales et des paramètres géométriques sur le comportement d'assemblages boulonnés C/époxy avec un renfort UD ou tissu de type satin de 5 (Fraction volumique de fibres =60%). Le vieillissement humide imposé consiste à placer les matériaux dans un environnement à 70°C et 85% d'Humidité Relative jusqu'à saturation (16 à 25 semaines). La teneur massique est humidité est alors de 1,25 à 1,6% (cf. Fig. 3.65).

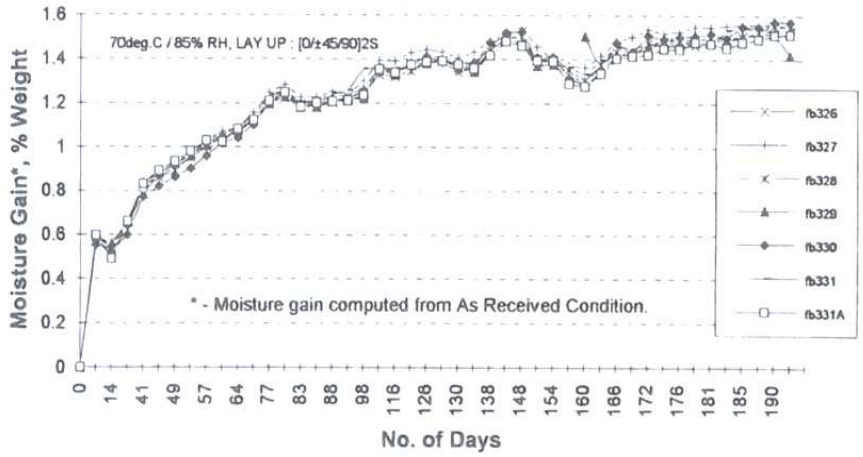


Fig. 3.65 – Evolution de la teneur massique en humidité pour des composites C/époxy à plis tissés dans un environnement à 70°C et 85% d'Humidité Relative [PAR97]

Sur la figure suivante (cf. Fig. 3.66), 58/17/17/8 indique les fractions volumiques des plis à 0°, +45°, -45° et 90°. En fonction de la nature du boulon (Acier ou titane), la résistance en matage est comparée entre l'état de référence (RT/AR : Température ambiante/Sec) et l'état chaud/humide (H/W : 100°C et 85% HR). Le premier signe d'endommagement significatif, repéré par une chute de la charge supportée par le joint boulonné (First load drop), diminue ainsi d'environ 30% pour les deux types de fixation tandis que la contrainte de matage, représentée par la charge ultime de matage (Ultimate Bearing Load), décroit environ de 25% pour les deux fixations.

(a) (b)

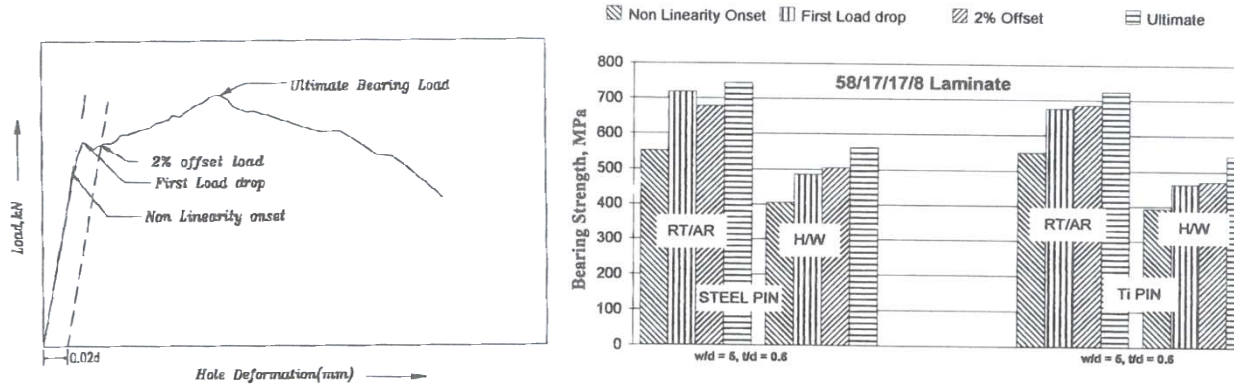


Fig. 3.66 – Essai de double recouvrement sur des stratifiés C/époxy à plis UD [PAR97] : (a) Localisation des valeurs significatives sur la courbe de matage – (b) Evolution de la résistance au matage en fonction des conditions environnementales

Cette étude met également en évidence l'importance des paramètres géométriques w/d et t/d (w : largeur de l'éprouvette – d : diamètre du trou – t : épaisseur du stratifié) sur le mode rupture du joint et donc la résistance en matage. La figure suivante illustre cette dépendance dans le cas d'un stratifié C/époxy à plis tissés avec une séquence d'empilement [50/25/25/0] pour différentes conditions environnementales. On observe ainsi que le couple (w/d=5 – t/d=0.6) permet d'optimiser la résistance au matage avec toutefois une dispersion importante (cf. Fig. 3.67).

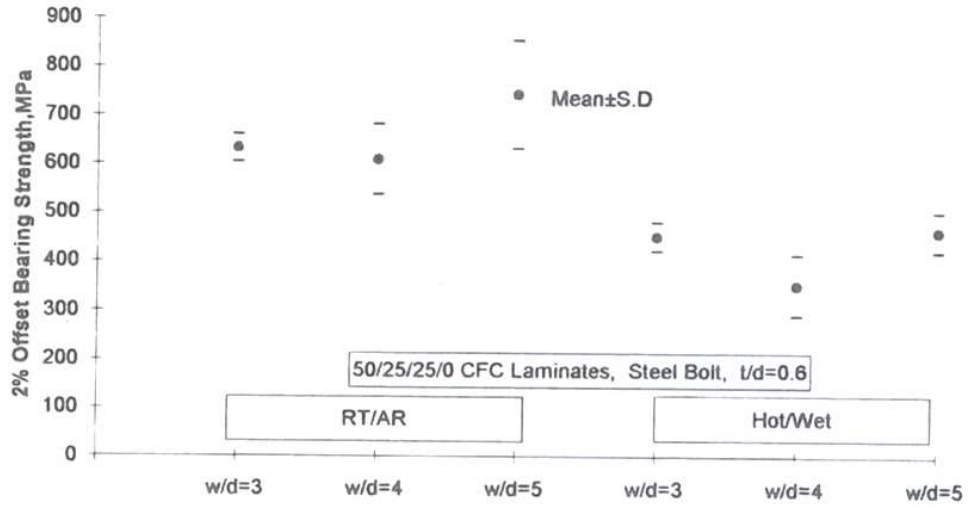


Fig. 3.67 – Influence du rapport w/d pour différentes conditions environnementales sur la charge à 2% de déformation du trou de stratifiés C/époxy à plis UD [PAR97]

La séquence d'empilement joue également un rôle prépondérant sur cette même résistance en matage. Il est en effet nécessaire de trouver un compromis entre la proportion des plis à 0° et à 45° pour maximiser cette résistance. La séquence d'empilement [50/25/25/0] permet ainsi d'obtenir une résistance moyenne en matage d'environ 918 MPa dans l'état de référence (avec une dispersion importante), laquelle diminue fortement (environ -24%) dans un environnement chaud/humide pour un boulon en acier S contre -9% pour un boulon en titane T (cf. Fig. 3.68). Globalement, pour différents types de boulon et séquences d'empilement, l'abattement de la résistance en double recouvrement varie de 10 à 30%.

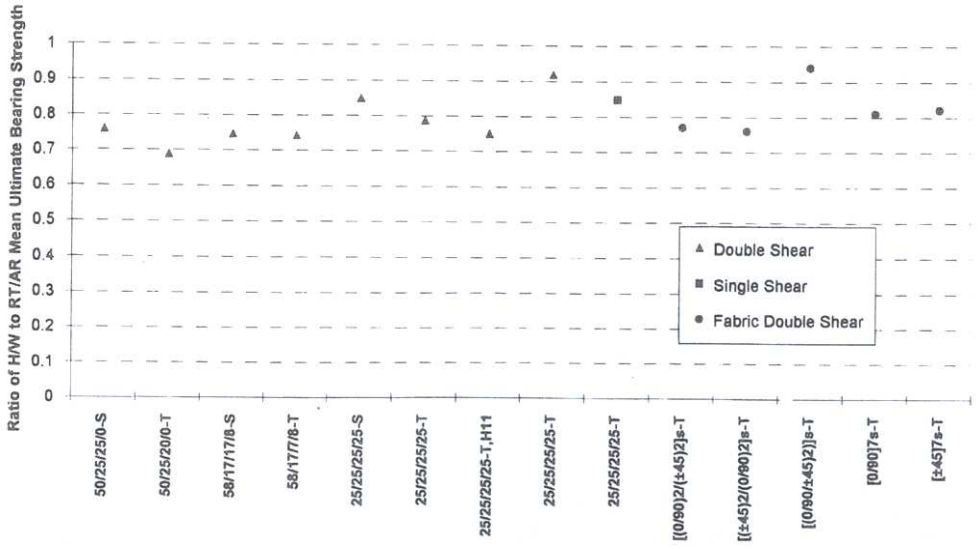


Fig. 3.68 – Influence des conditions environnementales sur la résistance en matage de stratifiés C/époxy à plis UD ou tissés selon la séquence d'empilement et le type de chargement [PAR97]

Enfin, le mode de chargement (simple ou double recouvrement) permet d'obtenir une résistance en matage plus élevée principalement en raison de l'excentricité de la charge induite par la géométrie du joint à simple recouvrement. Ainsi, pour un stratifié à plis UD une séquence d'empilement quasi-isotrope (25/25/25/25 i.e. $[0/\pm45/90]_{3s}$), l'abattement lié aux

conditions environnementales est minimal et inférieur à 10% en double recouvrement et environ égal à 15% en simple recouvrement. Pour des stratifiés à plis tissés avec différents drapages, la résistance en matage diminue de 18 à 31% dans des conditions d'utilisation sévères (cf. Tab. 3.18). L'abattement est supérieur pour une séquence quasi-isotrope. La variation de l'abattement en fonction de la séquence d'empilement ou de la nature du renfort dépend de la contribution de la résine époxy à la réponse mécanique du stratifié. La plastification plus ou moins marquée de la résine influence directement le mode d'endommagement du joint boulonné. Par exemple, dans le cas d'un stratifié à plis tissés $[0/90]_{7s}$, on observe un mode d'endommagement par matage dans l'état de référence et une ruine par ortho-traction (net tension) dans un environnement chaud/humide. Cette évolution semble indiquer une fissuration transverse de la matrice associée à un affaiblissement de la cohésion interfaciale fibre/matrice sous l'effet combiné de la température et du vieillissement humide.

	Résistance au matage moyenne (MPa)		
Drapage	Etat de référence (Sec-20°C)	Etat VH à 100°C	Abattement (%)
$[(0/90)_2/(\pm 45)_2]_s$	766	526	-31
$[0/90]_{7s}$	662	542	-18
$[+/-45]_{7s}$	671	551	-18

Tab. 3.18 – Evolution de la résistance au matage en fonction des conditions environnementales pour différentes séquences d'empilement de stratifiés C/époxy à plis tissés avec w/d=5 et t/d=0.8 [PAR97]

3.4.3. Essai de double recouvrement

3.4.3.1. Influence de la température

3.4.3.1.1. Résultats et analyse

En termes de réponse globale du joint boulonné, les courbes charge-déplacement présentent une évolution similaire (cf. Fig. 3.69) mais l'influence de la température est variable selon l'état du matériau et le type de matériau. La rigidité de l'assemblage, bien que non quantifiée dans cette étude, semble être identique pour les différents stratifiés pour un état donné, ce qui est logique a priori dans la mesure où le renfort et la séquence d'empilement sont les mêmes. Sur ces différentes courbes, on retrouve les différents points caractéristiques précisés antérieurement. Un autre niveau d'information révélé par ces réponses concerne le type de rupture puisque la diminution brutale de la charge supportée par le joint indique une rupture catastrophique. Le mode de rupture sera qualifié au moyen des observations macroscopiques des éprouvettes endommagées.

A partir des valeurs expérimentales issues de ces courbes et des définitions données précédemment, les propriétés mécaniques calculées pour quantifier les performances en double recouvrement sont la contrainte de premier endommagement σ_e et la contrainte de matage σ_m.

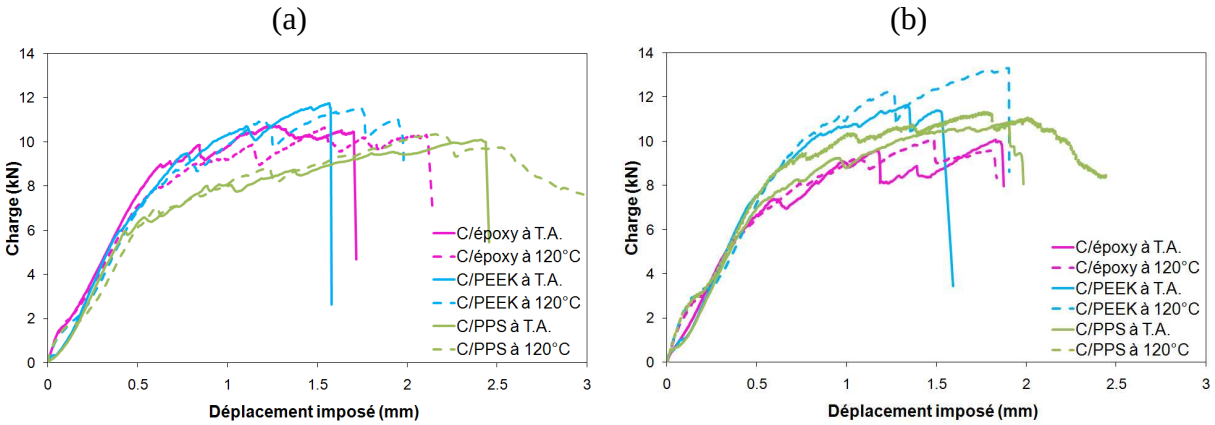


Fig. 3.69 – Influence de la température sur la réponse charge-déplacement imposé en double recouvrement : (a) Etat neuf – (b) Etat V.H.

		Etat neuf			Etat V.H.		
		C/époxy	C/PEEK	C/PPS	C/époxy	C/PEEK	C/PPS
T.A.	σ_e (MPa)	690	670	415	555	744	554
	σ_m (MPa)	804	840	723	765	845	777
120°C	σ_e (MPa)	678	659	504	636	788	650
	σ_m (MPa)	810	825	740	791	943	825
Influence T°	σ_e	-2 %	-2 %	+21%	+14 %	+6 %	+17 %
	σ_m	+1 %	-2 %	+7 %	+3 %	+12 %	+6 %

Tab. 3.19 – Influence de la température sur les propriétés mécaniques en double recouvrement : Etat neuf – Etat V.H.

Comme cela a déjà été évoqué précédemment pour d'autres essais, le C/Epoxy possède un taux volumique de fibres de 60 % (comparé à 50% pour le C/PPS) ce qui signifie 20% de fibres en plus par pli soit 10% de fibres en plus dans chaque direction (trame et chaîne) puisque le tissu est équilibré. Cette différence de taux de fibres ne semble pas prépondérante puisque le C/PEEK possède une contrainte de matage supérieure dans toutes les configurations. A l'état neuf, la température ne modifie quasiment pas la tenue mécanique du joint boulonné pour le C/Epoxy et le C/PEEK. Pour le C/PPS, la légère augmentation de σ_m peut résulter de l'apparition plus tardive du premier endommagement visible révélée par l'augmentation de σ_e (+21%). A l'état V.H., l'influence de la température est plus notable. Globalement, l'augmentation de σ_e semble concorder avec l'augmentation de σ_m pour les trois matériaux mais l'apparition plus tardive des premiers endommagements impacte de manière différente la résistance en matage en raison des mécanismes d'endommagement spécifiques à chaque matériau analysé par la suite.

En résumé, il apparaît que la température influence la réponse en double recouvrement des différents types de stratifiés. Les modifications de comportement (révélées par la réponse charge-déplacement) et de propriétés mécaniques avec l'élévation de la température dépendent de la nature de la résine et significativement de l'état du matériau.

3.4.3.1.2. Analyse des mécanismes d'endommagement

Les observations macroscopiques des zones endommagées permettent, en lien avec les courbes charge-déplacement, de préciser le mode de rupture prédominant pour chaque type de

stratifié. Les observations au MEB de la tranche supérieure des éprouvettes révèlent des fissures de clivage ou l'extension de la zone de matage associée à un flambement des fibres, une fissuration de la matrice et/ou une décohésion de l'interface fibre/matrice.

A l'état neuf et quelle que soit la température d'essai, le mode de rupture est globalement catastrophique (clivage pour le C/Epoxy - cisaillement ou clivage pour le C/PEEK) bien que semblant être associé à un phénomène de matage. En effet, pour les différents matériaux testés, on observe une zone de matage plus ou moins étendue selon la nature de la matrice, l'état initial du matériau et la température d'essai. Pour le C/PPS, l'augmentation de température au-delà de la T_g du C/PPS permet de passer d'un mode catastrophique (clivage) à un mode de rupture par matage. La zone de matage plus importante montre que la déformation plastique est facilitée par le comportement plus ductile de la matrice, ce qui justifie l'augmentation de 20% de σ_e.

A l'état V.H. et quelle que soit la température, le C/Epoxy et le C/PPS sont caractérisés par une rupture en matage. Comme pour le matériau dans l'état neuf, l'augmentation de la température induit un comportement plus ductile de la matrice ce qui se traduit par une zone de matage plus étendue. On peut préciser que l'extension de la zone de matage au bord supérieur de l'éprouvette se traduit par une fissuration de la matrice ainsi qu'une décohésion de l'interface fibre/matrice révélée par le cheminement des fissures en accord avec la structure du tissu. Comme précédemment, la prédominance de la déformation plastique permet de retarder l'apparition des premiers signes d'endommagement significatif des matériaux, ce qui se traduit par une contrainte σ_e sensiblement plus élevée.

Pour le C/PEEK, le mode de rupture à T.A. semble combiner plusieurs modes : cisaillement, clivage et matage. Comme à l'état neuf, l'augmentation de température semble modifier le mode de rupture puisque la rupture par cisaillement n'apparaît plus à 120°C. La fissure de clivage est clairement observable sur la tranche supérieure des éprouvettes. La zone de matage est également légèrement plus importante à 120°C ce qui peut être corrélé, là encore, à la légère augmentation de la contrainte de premier endommagement. On peut ainsi attribuer partiellement l'augmentation de la résistance en matage au retardement de l'apparition de l'endommagement. Le clivage résulte de la fissuration longitudinale dans la section médiane de l'éprouvette. Cette fissuration associe la rupture des fibres transverses sollicitées en flexion, et la fissuration de la matrice dans la direction du chargement.

En résumé, l'influence de la température sur la tenue mécanique du joint et le mode de rupture dépend significativement de l'état initial du matériau et de la nature de la matrice. Considérant que les trois matériaux ont le même renfort tissu de fibres de carbone, la nature ductile de la matrice thermoplastique semble contribuer plus particulièrement au transfert de la charge entre les plis en dissipant une partie de l'énergie mécanique par déformation plastique. Comme l'indiquent les conclusions des travaux de Xiao et al. [XIA05], la ductilité de la matrice joue un rôle prépondérant sur le contrôle des mécanismes d'endommagement. Les stratifiés C/Epoxy semblent être plus vulnérables à la fissuration de la matrice que les stratifiés de type C/TP. Malgré un mode de rupture catastrophique, les stratifiés C/PEEK présentent à l'état neuf une résistance au matage plus importante que celle du C/PPS (+16% à T.A. et +11% à 120°C) et similaire à celle du C/Epoxy (+5% à T.A. et +2% à 120°C). A l'état V.H., le constat reste vrai : (+9% à T.A. et +14% à 120°C) pour le C/PPS et (+10% à T.A. et +20% à 120°C) pour le C/Epoxy. On peut donc en déduire que les mécanismes d'endommagement propres au C/PEEK (rupture des fibres transverses et fissuration longitudinale de la matrice) sont moins pénalisants que le mécanisme de plasticité dominant la rupture par matage.

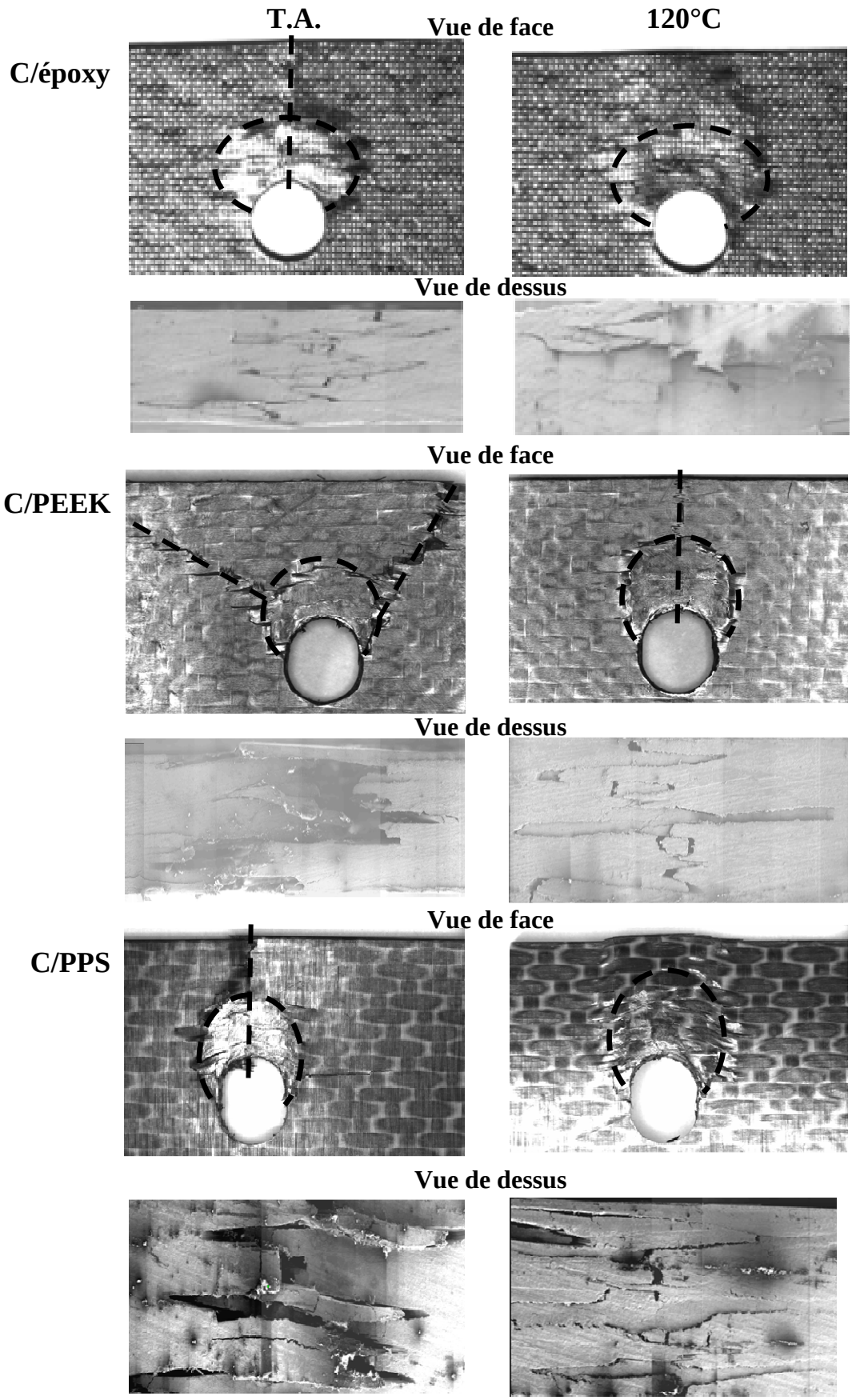


Fig. 3.70 – Essai de double recouvrement : observations macroscopiques et au MEB des zones endommagées des matériaux à l'état neuf

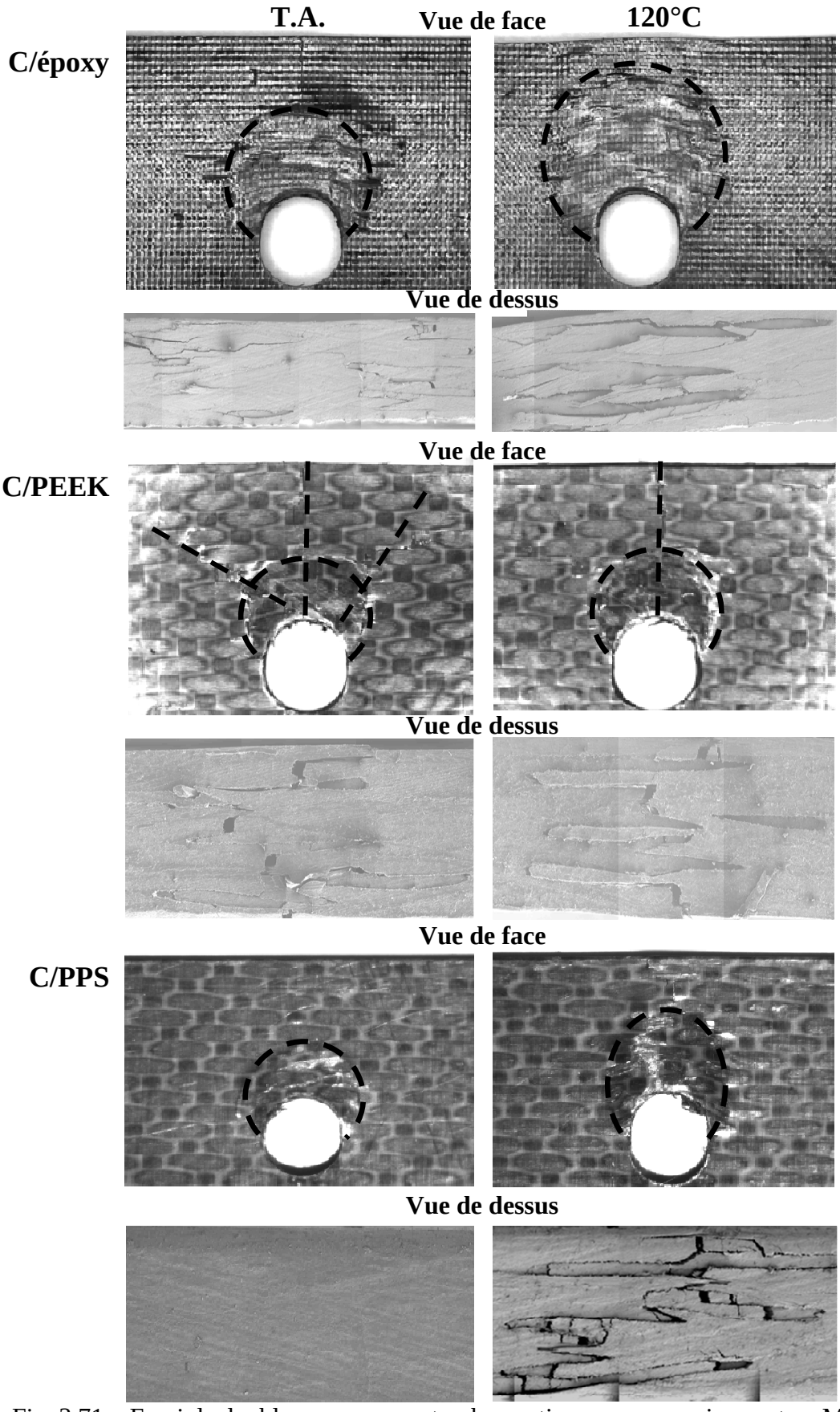


Fig. 3.71 – Essai de double recouvrement : observations macroscopiques et au MEB des zones endommagées des matériaux à l'état V.H.

Bien que l'influence des paramètres géométriques ne soit pas étudiée dans ce travail, il est intéressant de vérifier la pertinence des règles de dimensionnement dérivant des essais sur des matériaux de type C/Epoxy. On rappelle les rapports caractéristiques choisis pour réaliser les éprouvettes en double recouvrement : $w/d = 7.9$, $t/d = 0.35$ et $E/d = 2.4$. Quelle que soit la température d'essai, les modes de rupture obtenus pour le C/Epoxy V.H. et le C/PPS V.H. sont effectivement le matage tandis que le mode de rupture du C/PEEK à l'état neuf et à l'état V.H. est un mode catastrophique. A l'état neuf, le mode de rupture est catastrophique même si la zone de matage est relativement étendue. En d'autres termes, il faut être prudent quant à l'utilisation de critères de dimensionnement des joints boulonnés de type UD C/TD pour les stratifiés tissés de type C/TP. Dans leur étude à température ambiante sur l'influence de ces paramètres sur la réponse de stratifiés UD troués habités C/PPS, Yylmaz et al. [YYL07] ont montré que des rapports $w/d > 4$ et $E/d > 2$ permettent d'obtenir une rupture en matage pour une séquence d'empilement $[0/90]_{3s}$. Bien que ne correspondant pas à une configuration de double recouvrement, ces résultats concordent avec les observations faites précédemment dans le cas de stratifiés tissés C/PPS à séquence quasi-isotrope.

3.4.3.2. Interprétation des mécanismes d'endommagement dans les joints boulonnés

Pour bien comprendre les mécanismes d'endommagement s'opérant dans les joints boulonnés intégrant des stratifiés tissés à séquence quasi-isotrope, on peut cependant s'intéresser aux mécanismes dominant la rupture de joints boulonnés intégrant des stratifiés UD C/Epoxy à séquence quasi-isotrope [GOH08]. Comme indiqué précédemment, le début de la non-linéarité des courbes charge-déplacement est associé à la mise en contact et à l'endommagement de la zone de contact entre le trou et le boulon. A ce stade du chargement, les fibres à 0° subissent des micro-flambements et la matrice commence à se fissurer et se propager dans le sens transverse. La flexion du boulon peut également causer les premiers endommagements sur les faces extérieures du stratifiés (cf. Fig. 3.72). Ensuite les premiers signes d'endommagement apparaissent sur la courbe charge-déplacement lorsque les micro-flambements des fibres à 0° et ±45° provoquent la rupture de l'interface fibre/matrice. La perte de rigidité du joint après pic de premier endommagement est une conséquence macroscopique de ces mécanismes d'endommagement. Une partie de l'énergie mécanique apportée est ainsi dissipée par ces mécanismes. Par conséquent, la charge est supportée par les fibres à 0° et ±45° non endommagées de chaque coté de la zone de matage, ce qui justifie l'augmentation de la rigidité (cf. Fig. 3.69). Ces fibres subissent ensuite les mêmes mécanismes que ceux décrits précédemment. Il en résulte des fissures inter et intra-laminaire ainsi qu'une dégradation des plis externes conduisant à une augmentation de l'épaisseur du stratifié dans la zone de matage au-dessus du boulon. Ce phénomène, associé à des contraintes hors plan (cf. Fig. 3.72b), contribue à absorber une partie de l'énergie mécanique fournie par le boulon au stratifié. Compte tenu de la distribution précédente des contraintes au sein des différents plis du stratifié (cf. Fig. 3.72a), il est possible d'utiliser un critère simple prédisant la charge maximale qu'un joint boulonné peut supporter avant la rupture de l'assemblage. Il est basé sur la résistance en compression σ_c^u d'un stratifié tissé $[0]_n$ (ou $[90]_n$) et sur le pourcentage des fibres orientées à 0° et ±45°. Par ailleurs, il peut tenir compte du couple de serrage exercé par la tête du boulon de diamètre D_b sur la surface de l'éprouvette. Finalement, un stratifié sollicité en double recouvrement est considéré rompu lorsque survient une diminution progressive de l'effort transmis ce qui correspond à la charge maximale supportée par le joint boulonné sur les courbes des essais de double recouvrement. Pour la séquence d'empilement [0/45/0/45/0/45/0] des stratifiés testés, les plis à 0° et à ±45° sont

fortement sollicités en compression sens fibres. L'effort total appliqué à l'assemblage est donc la somme de l'effort transmis localement par les fibres à 0° et de l'effort transmis par les fibres à ±45° projeté dans la direction de l'effort appliqué (cf. Fig. 3.72) et ceci pondéré par le pourcentage des fibres dans chaque direction.

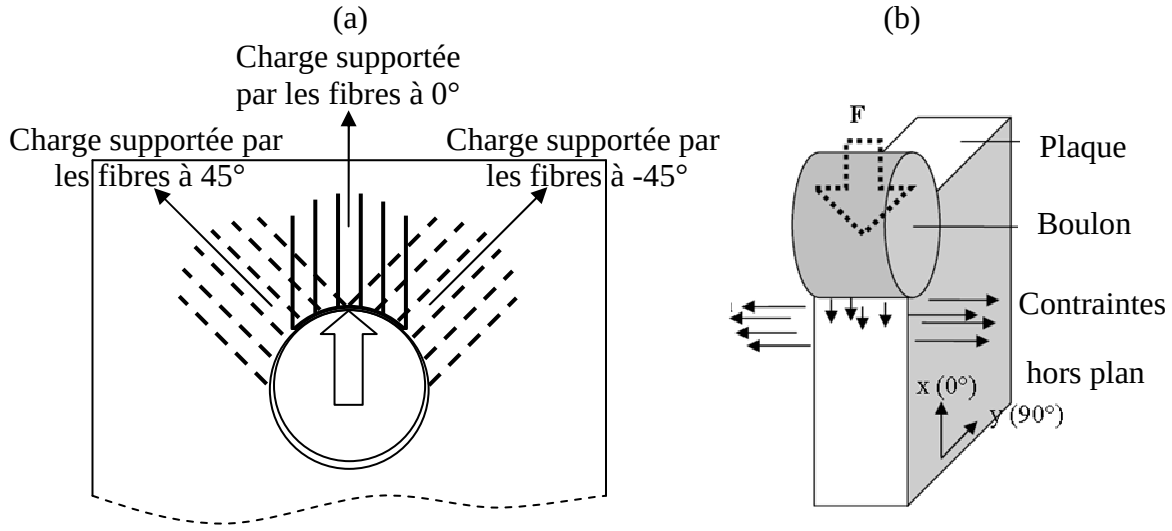


Fig. 3.72 – Essai de double recouvrement [GOH08] :
(a) Répartition de la charge en fonction de l'orientation des fibres
(b) Effets hors plan induits par les contraintes en compression exercé par le boulon

Ainsi, la force maximale supportée par un joint boulonné en double recouvrement peut être estimée en utilisant l'équation suivante :

$$F_B = \sigma_c^u . \frac{\pi D_b}{2} . \left[(\%\ 0° \text{ plies}) . t_{0°} + \frac{\sqrt{2}}{2} (\%\ \pm 45° \text{ plies}) . t_{\pm 45°} \right]$$

Où $t_{0°}$ et $t_{\pm 45°}$ sont les épaisseurs totales respectives des plis à 0°et à ±45°. Ce critère simple a été appliqué aux matériaux étudiés afin de vérifier sa validité. Pour la séquence d'empilement considérée, le ratio des fibres orientées à 0° est de 57,14% et 42,86% pour les fibres à 45°.

	Epaisseur du stratifié (mm)	Résistance en compression (MPa)	Charge maximale calculée (kN)	Charge maximale expérimentale (kN)	Ecart relatif (%)
C/Epoxy	2,08	731	12,42	10,72	+16
C/PPS	2,2	511	9,15	10,1	-10
C/PEEK*	2,2	716	12,87	11,73	+10

Tab. 3.20 – Application d'un critère simple de matage pour le dimensionnement d'assemblages boulonnés à T.A. (* : Donnée fournisseur Porcher - 3106-P17 C/PEEK Pi preg)

D'après le tableau précédent, il est possible d'évaluer l'exactitude du critère par rapport aux résultats expérimentaux pour les deux matériaux. Pour le C/époxy et le C/PEEK, cette règle simplifiée de conception surestime la charge que peut supporter l'assemblage (Respectivement +16% et +10%). Pour le C/PPS, ce critère est légèrement trop conservatif (-10%). Globalement, ce critère est intéressant car, malgré sa simplicité, il permet de prévoir avec une approximation acceptable la tenue au matage des assemblages boulonnés.

Par ailleurs, la norme utilisée impose un couple de serrage égal à 0,35 dAN.m ce qui limite les déformations hors plan. Ainsi la propagation des fissurations et le flambement des fibres sont retardés et décalés en dehors de la zone de serrage. L'endommagement est donc réparti sur une plus grande surface et non seulement en bord de trou, d'où la meilleure tenue au matage des assemblages avec serrage.

3.4.3.3. Influence du Vieillissement Humide

3.4.3.3.1. Résultats et analyse

En termes de réponse globale du joint boulonné, les courbes charge-déplacement sont similaires (cf. Fig. 3.73) et l'influence du V.H. est variable selon l'état du matériau et le type de matériau. En effet, la première observation générale qui ressort de ces réponses indique clairement que le V.H. semble avoir un impact positif sur la résistance en matage des assemblages intégrant des stratifiés de type C/TP. Cette tendance se renforce même à 120°C. En revanche, pour les joints boulonnés à base de C/Epoxy, le V.H. semble pénalisant.

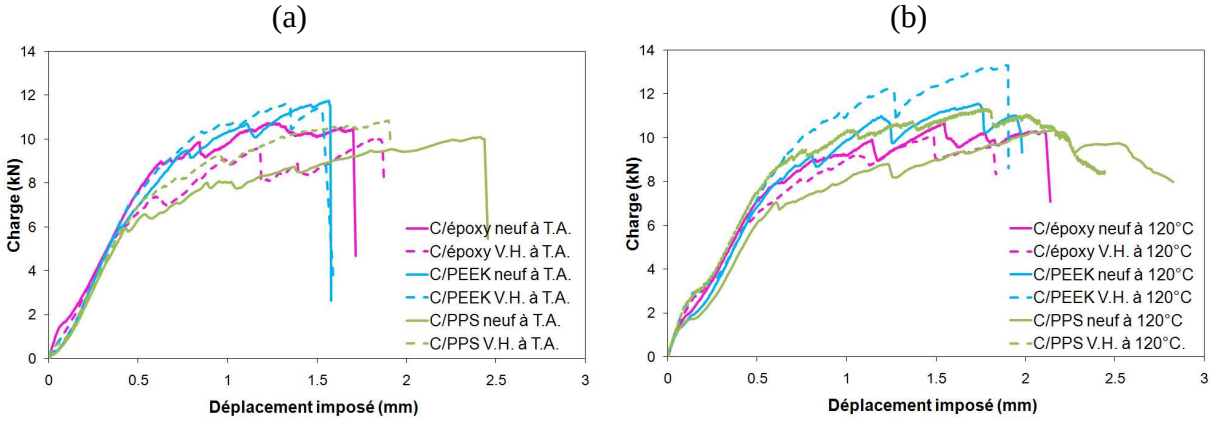


Fig. 3.73 – Influence du V.H. sur la réponse charge-déplacement en double recouvrement : (b) T.A. – (b) 120°C

Le calcul des contraintes de premier endommagement σ_e et de matage σ_m pour les différents matériaux permet de quantifier cette influence de la température (cf. Tab. 3.21). Pour les deux températures d'essais, le V.H. modifie légèrement la tenue mécanique de l'assemblage avec du C/Epoxy. Pour les stratifiés C/TP, le V.H. permet de retarder significativement l'apparition des premiers dommages visibles (premier pic de rupture). Cette augmentation de σ_e va se traduire par une augmentation conjointe de la résistance au matage qui est d'autant plus importante que la température d'essai augmente. Ainsi, par rapport à la configuration de référence (Etat neuf à T.A.), la configuration sévère d'essai (Etat V.H. à 120°C), la résistance au matage augmente de 12% pour le C/PEEK et de 14% pour le C/PPS. A priori, ce résultat semble surprenant compte-tenu de l'influence observée du V.H. sur les propriétés mécaniques élémentaires de ces matériaux (traction, compression, flexion, CIL). Les observations au MEB devraient apporter des réponses concernant les mécanismes d'endommagement afin de comprendre pourquoi la combinaison du V.H. et de la température permettent d'améliorer la tenue mécanique en matage de ces matériaux.

		T.A.			120°C		
		C/époxy	C/PEEK	C/PPS	C/époxy	C/PEEK	C/PPS
Etat neuf	σ_e (MPa)	690	670	415	678	659	504
	σ_m (MPa)	804	840	723	810	825	740
Etat V.H.	σ_e (MPa)	555	744	554	636	788	650
	σ_m (MPa)	765	845	777	791	943	825
Influence V.H.	σ_e	-20 %	+11 %	+33 %	-6 %	+20 %	+29 %
	σ_m	-5 %	+1 %	+7 %	-2 %	+14 %	+11 %

Tab. 3.21 – Influence du V.H. sur les propriétés mécaniques en double recouvrement : T.A. – 120°C

3.4.3.3.2. Analyse des mécanismes d'endommagement et interprétation :

Les observations macroscopiques et au MEB introduites précédemment (cf. Fig. 3.71) indiquent que pour une température d'essai donnée, le V.H. permet de favoriser une rupture non catastrophique dans le cas du C/Epoxy et du C/PPS tandis que celle du C/PEEK demeure catastrophique.

Pour le C/Epoxy après V.H., on observe davantage de décohésion à l'interface fibre/matrice en particulier à 120°C où l'endommagement met en évidence la structure du tissu. Des fissures matricielles apparaissent également. A T.A., le V.H. se traduit par une rupture en matage et non plus par clivage comme c'était le cas à l'état neuf. La zone de matage semble être également plus étendue après V.H. pour une température donnée (notamment à 120°C) ce qui signifie que la matrice possède un comportement plus ductile après V.H. Cette ductilité ne se reporte pas vraiment sur l'apparition des premiers dommages. Ceci semble suggérer que le mécanisme de déformation plastique n'est pas prépondérant et qu'il se met en œuvre parallèlement à un mécanisme d'endommagement plus pénalisant. Ces résultats peuvent être comparés à ceux obtenus par Pareda et al. [PAR97] sur des stratifiés C/Epoxy avec un renfort tissu satin de 5 et un taux volumique de fibres égal à 60% (i.e. exactement le même renfort que dans notre étude). Pour une séquence d'empilement quasi-isotrope, la résistance au matage passe de 766 MPa dans l'état de référence (Etat neuf – 20°C) à 526 MPa dans l'état le plus sévère (V.H. à 70°C et 85% d'humidité relative pendant 25 semaines - 100°C) ce qui signifie une altération de 31% de la résistance au matage comparativement à une diminution de 2% dans notre cas. Cette différence d'abattement peut s'expliquer par un nombre de plis du stratifié plus important (16 contre 7 dans notre étude) qui constituent davantage de zones d'absorption d'eau. De plus, la durée d'exposition au V.H. est de 175 jours contre 100 jours dans notre étude. Compte-tenu des résultats présentés dans la bibliographie de cette partie, ce laps de temps se traduit par une absorption d'eau plus importante puisque le gain massique passe alors de 1,2 à 1,4%. La saturation en eau du stratifié ne semble atteinte qu'après 200 jours d'exposition. Finalement, ces caractéristiques induisent un affaiblissement de l'adhésion interfaciale fibre/matrice sous l'effet combiné de la température et du vieillissement humide dont résulte une résistance au matage plus faible. Par ailleurs, les paramètres géométriques des joints étudiés sont légèrement différents ($w/d = 5, t/d = 0.8$ contre $w/d = 7.9, t/d = 0.35$ dans notre cas) ce qui justifie également la différence d'abattement de la résistance au matage car l'augmentation du rapport w/d tend à améliorer la résistance au matage des stratifiés [DEN97].

Pour le C/PPS à T.A., on constate ainsi que l'observation au MEB de l'arête supérieure du matériau après V.H. ne révèle aucun endommagement. Pour le C/PPS à 120°C, les faciès de

rupture sont similaires et indiquent une décohésion de l'interface fibre/matrice ainsi qu'une fissuration transversale de la matrice.

Pour le C/PEEK après V.H., les faciès de rupture sont similaires à ceux observés à l'état neuf. Malgré la nature ductile de la matrice PEEK qui se traduit par une zone de matage non négligeable, la rupture par clivage est le mode d'endommagement préférentiel dans des conditions d'utilisation en service (Après V.H.). On peut également souligner que la fissuration longitudinale associée au clivage s'accompagne d'une décohésion localisée de l'interface fibre/matrice qui semble amplifiée par le V.H.

Pour les stratifiés C/TP, on peut souligner que la contrainte de premier endommagement visible augmente respectivement de 18% (C/PEEK) et 57% (C/PPS). Là encore, cette augmentation n'est pas en corrélation directe avec la taille de la zone de matage qui n'évolue quasiment pas avec le V.H. En effet, la zone de matage représente l'accumulation de la déformation plastique de la matrice et de l'endommagement des fibres (rupture, flambement). Ainsi, l'endommagement peut apparaître au sein du matériau en même temps que la matrice se déforme plastiquement. On peut interpréter les différents mécanismes d'endommagement s'opérant lors d'un essai de double-recouvrement en décomposant les différentes phases. Au-début de la charge, passée la phase de mise en contact du boulon avec l'intérieur du trou du stratifié, lorsque le boulon transfère la charge au stratifié, ce sont les fibres orientées à 0° et à ±45° qui supportent principalement l'effort en travaillant en compression (cf. explication précédente) procurant ainsi une certaine rigidité au matériau.

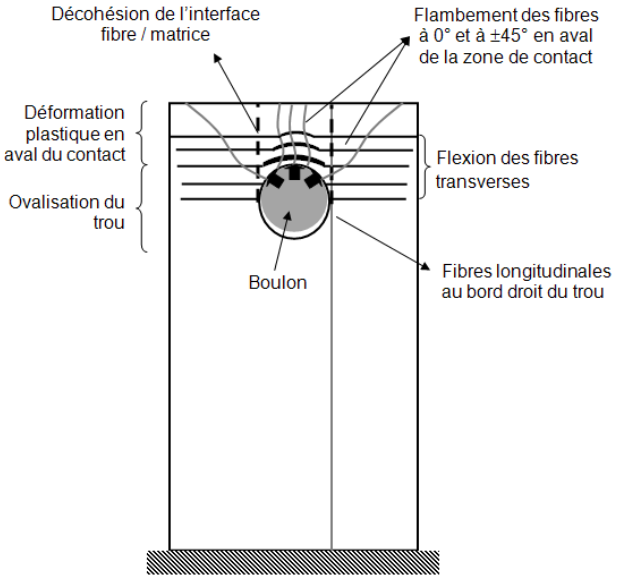


Fig. 3.74 – Interprétation schématique des mécanismes d'endommagement dans les stratifiés C/PPS

Au-delà d'une certaine limite, les fibres les plus sollicitées commencent à flamber en aval de la zone de contact tandis que les fibres tangentes au trou subissent un cisaillement (cf. Fig. 3.74) dans le cas du C/PPS. Lors de la rupture de ces fibres, la matrice assure le transfert de charge aux fibres adjacentes. Cette phase induit la déformation plastique de la résine jusqu'à ce que les fibres adjacentes opposent une résistance en compression au mouvement vertical du boulon. Ainsi, lorsque les fibres à 0° et à ±45° les plus sollicitées commencent à flamber, on observe l'ovalisation du trou (associée à une déformation plastique de la matrice) tandis que les fibres transversales fléchissent et finissent par rompre. Dans le même temps, le

cisaillement des fibres tangentes au trou semble provoquer une décohésion à l'interface fibre/matrice (conformément à la vue au MEB de l'arête supérieure de l'éprouvette) indiquant que le V.H. fragilise l'adhésion entre les fibres et la matrice.

Dans le cas du C/PEEK, des mécanismes similaires s'opèrent mais la déformation à rupture étant plus élevée pour la résine PEEK, cela se traduit par une déformation plastique locale plus importante. Ce qui permet au stratifié C/PEEK de supporter des charges comparativement plus grandes que le C/PPS quand les premiers endommagements s'initient (+34% à T.A. et +21% à 120°C pour σ_e). Cet endommagement apparaît dans le zones les plus contraintes en compression entre les fibres à 0° et celles à ±45°. Il s'agit d'un flambement des fibres, accompagné d'une décohésion de l'interface fibre/matrice comme semble l'indiquer l'observation MEB de l'arête supérieure de l'éprouvette mais également un cisaillement des fibres à ±45° qui induit également une décohésion interfaciale. La progression de ces dommages dans ces directions provoque alors la rupture des fibres transverses. Il en résulte finalement une fissuration longitudinale aboutissant à la rupture par clivage à 0° associée à une rupture par cisaillement à ±45° à T.A. notamment.

On peut supposer que la ductilité importante des matrices PPS et PEEK (accrue par la température et/ou le V.H.) favorise la déformation plastique en aval de la zone de contact boulon/trou. Pour le C/PPS, cette ductilité est considérablement amplifiée au-delà de T_g. Par ailleurs, lors du transfert de la charge par le boulon au stratifié, le mécanisme de plasticité contribue également à retarder l'apparition de l'endommagement au sein du matériau. Ensuite, l'augmentation de la température d'essai induit également un affaiblissement de l'adhésion à l'interface fibre/matrice dans le cas du C/PPS. Ce mécanisme d'endommagement ne semble toutefois pas compenser l'augmentation de σ_e. Il en résulte finalement une résistance au matage plus élevée (+14%). Dans le cas du C/PEEK, le bénéfice lié au retard de l'apparition (+18%) se reporte relativement bien sur la résistance au matage (+12%) ce qui signifie que l'endommagement par clivage est peu influencé par l'action combinée de la température et du V.H.

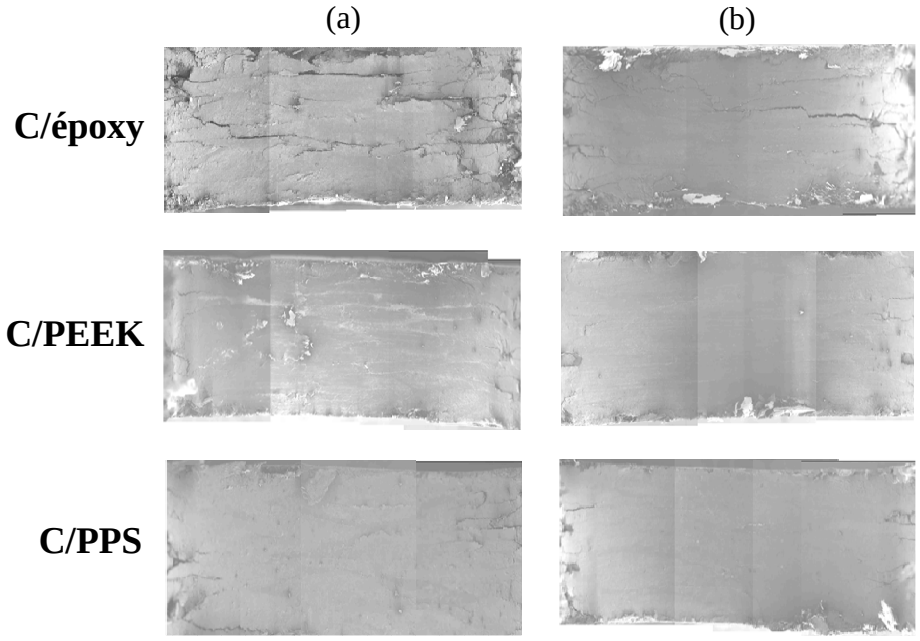


Fig. 3.75 – Observations au MEB de la zone de contact boulon/intérieur du trou :
(a) Configuration de référence – (b) Configuration sévère

On peut compléter les informations obtenues sur les mécanismes d'endommagement à partir des observations (Vue de dessus – Vue de face) des éprouvettes de double-recouvrement en observant au MEB la zone de contact entre le boulon et le stratifié. Cette vue permet également de qualifier et de quantifier l'initiation d'éventuels endommagements dus à la compression exercée par le boulon sur la surface intérieure du trou. Afin d'évaluer l'impact du V.H. et de la température sur le comportement des assemblages, la comparaison a été faite entre la configuration de référence (Etat neuf à T.A.) et la configuration la plus sévère de conditions en service (Etat V.H. à 120°C).

Pour le C/Epoxy, les observations au MEB précédentes indiquaient la coexistence d'un mécanisme de plasticité en aval de la zone de contact et d'un mécanisme d'endommagement. L'observation de la zone de contact donne des renseignements sur la nature de ces endommagements. En effet, des fissures transverses de la matrice associées à un délaminage ponctuel peuvent être observées assez clairement dans la configuration de référence tandis que l'observation de la zone endommagée dans la configuration sévère est caractérisée par des fissures transverses de la matrice beaucoup plus rares et très localisées. La tendance au délaminage du matériau semble réduite par l'amplification de la ductilité de la résine dans la configuration sévère. En effet, la plastification de la matrice plus importante à 120°C dans la zone de contact contribue à retarder l'apparition de l'endommagement comme c'est le cas pour les stratifiés C/TP. Cependant le V.H., même s'il tend à rendre le comportement de la matrice plus ductile, dégrade fortement la qualité de l'adhésion fibre/matrice (mis en évidence par davantage de décohésion sur l'arête supérieure de l'éprouvette après V.H. – cf. Fig. 3.75). Il en résulte une diminution de la contrainte de premier endommagement (-20% à T.A. et -6% à 120°C) et un léger fléchissement de la résistance au matage compensée par la ductilité de la matrice, notamment à 120°C.

Pour le C/PPS et le C/PEEK, l'observation de la zone de contact ne révèle aucun endommagement visible ce qui est cohérent avec les mécanismes d'endommagement décrits précédemment. En effet, la ductilité importante des matrices PPS et PEEK favorise la déformation plastique localement très importante de la matrice dans cette zone de contact. Ce mécanisme de plasticité absorbe l'essentiel de l'énergie mécanique transitant dans cette zone, ce qui ne permet pas l'initiation d'autres modes d'endommagement au niveau du contact boulon/trou.

3.4.3.3.3. Influence de conditions environnementales sévères

L'action combinée de la température et du V.H., si elle n'affecte pas le comportement des stratifiés C/Epoxy, contribue à retarder l'apparition des premiers endommagements significatifs au sein du matériau et améliore notablement la résistance au matage des stratifiés C/TP (12% pour le C/PEEK et 14% pour le C/PPS par rapport à la configuration de référence). De plus, le C/PEEK possède une résistance au matage largement plus élevée que celle du C/PPS (+14%) et que celle du C/Epoxy (20%).

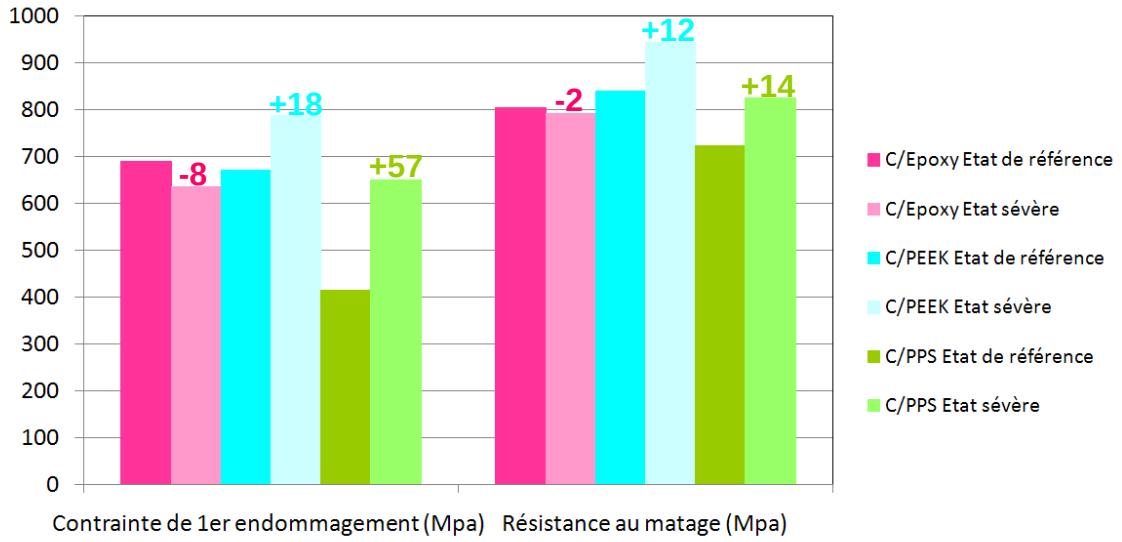


Fig. 3.76 – Influence de conditions environnementales sévères sur les propriétés des joints boulonnés en double recouvrement des matériaux étudiés

3.4.4. Essai de simple recouvrement

3.4.4.1. Influence de la température

3.4.4.1.1. Résultats et analyse

En termes de réponse globale du joint boulonné, les courbes charge-déplacement présente une évolution similaire (cf. Fig. 3.77) mais l'influence de la température est variable selon l'état du matériau et le type de matériau. Ainsi les modes de rupture dépendent significativement de la température d'essai. D'un point de vue qualitatif, la rigidité de l'assemblage diffère selon le type de matériau et la température d'essai pour un état donné. Sur ces différentes courbes, on peut identifier les différents points caractéristiques représentatifs des propriétés mécaniques des assemblages boulonnés.

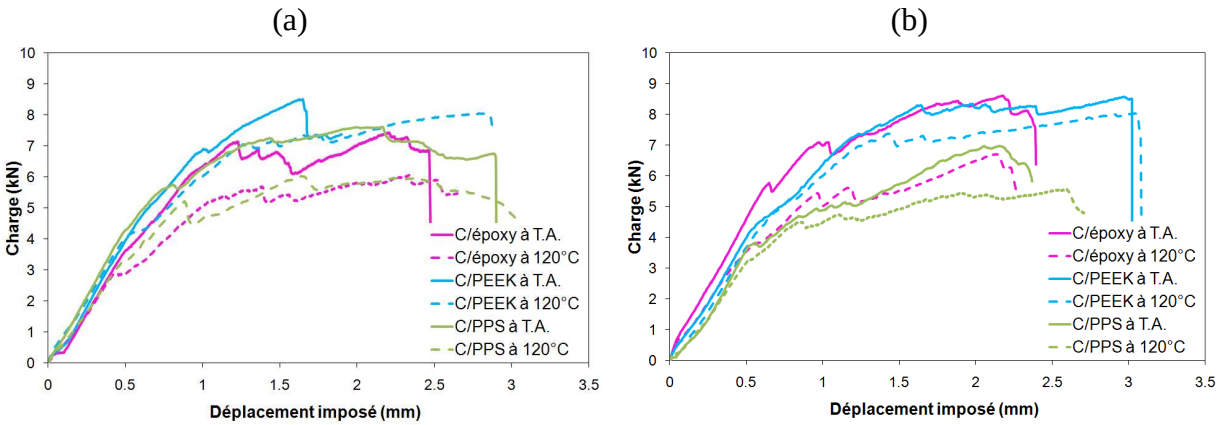


Fig. 3.77 – Influence de la température sur la réponse charge-déplacement imposé en simple recouvrement : (a) Etat neuf – (b) Etat V.H.

En utilisant les définitions des différentes contraintes introduites précédemment, on peut évaluer l'influence de la température sur la contrainte de premier endommagement σ_e et la contrainte de matage ultime σ_m (cf. Tab. 3.22). Pour le C/Epoxy et le CPPS, l'augmentation de température contribue à dégrader fortement la tenue mécanique des joints boulonnés en simple recouvrement. A l'état V.H., la tendance est même renforcée (-22%) pour le C/Epoxy. En revanche, le C/PEEK conserve de bonnes propriétés à haute température avec un abattement très modéré (environ 6%). Il ressort de ces valeurs que l'influence de la température va dépendre de l'état du matériau pour le C/Epoxy. Globalement, pour les matériaux C/TP, l'influence de la température ne dépend pas de l'état du matériau.

		Etat neuf			Etat V.H.		
		C/époxy	C/PEEK	C/PPS	C/époxy	C/PEEK	C/PPS
T.A.	σ_e (MPa)	413	639	400	581	543	355
	σ_m (MPa)	719	806	720	882	826	660
120°C	σ_e (MPa)	292	666	297	554	506	302
	σ_m (MPa)	622	763	568	689	775	526
Influence T°	σ_e	-29,3%	-4,2%	-25,7%	-4,6%	-6,8%	-14,9%
	σ_m	-13,5%	-5,3%	-21,1%	-21,8%	-6,2%	-20,3%

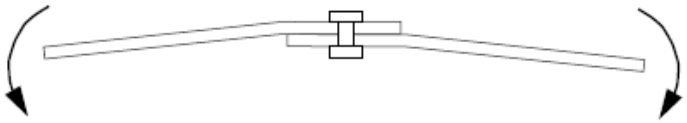
Tab. 3.22 – Influence de la température sur les propriétés mécaniques en simple recouvrement : Etat neuf – Etat V.H.

3.4.4.1.2. Phénomènes de flexion dans les assemblages boulonnés en simple-recouvrement

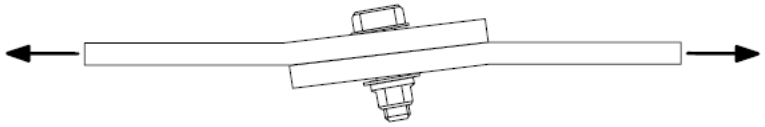
Afin de bien interpréter l'influence des conditions environnementales (température et/ou V.H.) sur la tenue mécanique des joints boulonnés en simple recouvrement, il est indispensable de prendre en compte la dissymétrie de la géométrie de l'assemblage. Celle-ci va induire des phénomènes de flexion dans l'assemblage qui vont principalement se traduire par une déformation hors plan du stratifié.

La détermination du gradient de contraintes local dans les stratifiés boulonnés est un problème 3D dans la plupart des cas. L'état de contraintes 3D est associé aux effets de flexion et de serrage de l'assemblage. En raison de la géométrie non symétrique de certains assemblages, notamment en simple recouvrement, on distingue trois types d'effets de flexion : flexion primaire, secondaire de l'assemblage et flexion de la pièce de fixation (cf. Fig. 3.78).

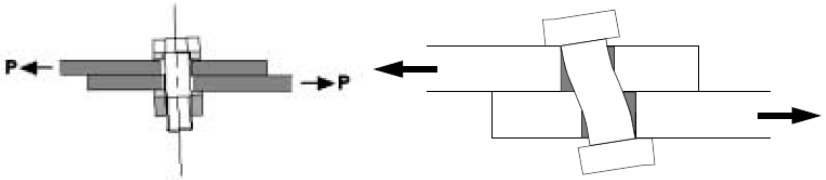
La flexion primaire est causée par un moment de flexion extérieur appliqué à l'assemblage tandis que la flexion secondaire est liée à l'excentricité de la charge. La flexion de la pièce de fixation peut se produire dans une certaine mesure dans tous les assemblages où la pièce de fixation subit un cisaillement. L'inclinaison de la pièce de fixation induit l'apparition d'un gradient de contraintes non uniforme dans l'épaisseur du stratifié comme le montre (cf. Fig. 3.79a) où la distribution de la contrainte de contact normalisée relative au contact boulon/trou est représentée. Cette concentration de contraintes apparaît au bord du trou à proximité de la surface de cisaillement du joint. La distribution non uniforme de la contrainte de contact peut également entraîner une flexion hors plan de la plaque, origine de la flexion secondaire lorsque le jeu boulon/trou est trop faible. Dans le cas contraire (jeu suffisant), à charge croissante, la surface de contact augmente et permet une relaxation des contraintes autour du trou.



(a) Flexion primaire associée à un moment de flexion extérieur [IRE99]



(b) Flexion secondaire associée à l'excentricité de la charge [EKH06]



(c) Flexion du boulon associée au jeu boulon/trou [LAW02]

Fig. 3.78 – Différents types d'effets de flexion dans un joint boulonné simple recouvrement

(a) (b)

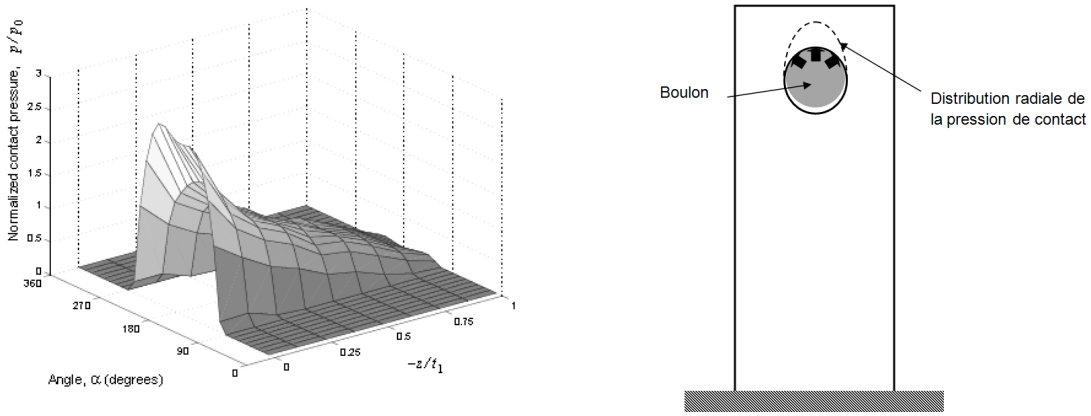


Fig. 3.79 – Distribution de la contrainte de contact dans un joint boulonné simple recouvrement : (a) Représentation 3D [IRE99] – (b) Distribution radiale

On observe également une distribution quasi cosinusoïdale des contraintes radiales (cf. Fig. 3.79 b). Dans le cas des matériaux composites stratifiés, une telle représentation ne se vérifie que dans le cas de drapages quasi-isotropes [TEM98].

3.4.4.1.3. Analyse des mécanismes d'endommagement et interprétation

Afin d'examiner les mécanismes d'endommagement s'opérant dans les stratifiés dans la configuration simple recouvrement, trois types d'observations ont été utilisés : la vue de face macroscopique permet d'identifier le mode de rupture, la vue de dessus macroscopique permet d'observer l'amplitude de la déformation hors plan (caractérisée par un bourrelet de matière) associée à la flexion secondaire, la vue de dessus au MEB représente l'accumulation

de dommages au sein du stratifié en aval de la zone de contact (la plus contrainte) et permet potentiellement d'interpréter le type de dommage subi par le stratifié.

Pour le C/Epoxy, le mode de rupture préférentiel semble être le matage et ne change pas avec la température d'essai. La taille de la zone de matage, indiquant l'accumulation de la déformation plastique et de l'endommagement, ne semble pas évoluer avec la température. Les règles de dimensionnement du stratifié troué ($w/d = 5$, $t/d = 0.46$ et $E/d = 2.4$) visant à obtenir une rupture par matage sont vérifiées. Les observations au MEB de l'arête supérieure de l'éprouvette n'indiquent aucun endommagement visible à l'état neuf alors que les vues à l'état V.H. montrent des fissures transverses de la matrice associées à une décohésion de l'interface fibre/matrice voire du délaminage à 120°C. La température n'amplifie pas la déformation hors plan résultant de la flexion secondaire quel que soit l'état du matériau.

En ce qui concerne les modes de rupture des stratifiés C/TP, ils évoluent avec la température. Pour le C/PPS, la température permet de passer d'un mode de rupture catastrophique (clivage et ortho-traction) à l'état neuf à un mode de rupture progressif (matage). A l'état V.H., le mode de rupture (matage) n'évolue pas avec la température. La vue au MEB de l'arête supérieure montre bien la fissure de clivage à T.A. et à l'état neuf. Dans les autres cas, la rupture par matage est caractérisée par une décohésion de l'interface fibre/matrice qui reproduit le motif de tissage du renfort dans l'épaisseur du stratifié ce qui est clairement observable à 120°C et à l'état neuf et un peu moins marqué à T.A. à l'état V.H.. Dans ces cas, on peut préciser que cette décohésion traduit l'extension de la zone de matage au bord supérieur de l'éprouvette ce qui est aisément identifiable sur la vue de face à 120°C et l'état neuf. Ainsi, à 120°C et à l'état V.H., l'arête supérieure n'indique aucun endommagement visible. En revanche, la taille de la zone de matage croît avec la température en raison du comportement viscoplastique de la matrice PPS. Une autre information intéressante pour interpréter les mécanismes d'endommagement est obtenue par l'observation macroscopique des tranches supérieures des éprouvettes. Ces vues mettent en évidence le phénomène de flexion secondaire et la déformation hors-plan associée. Ainsi, la déformation hors plan est beaucoup plus marquée que pour le C/PEEK et le C/Epoxy mais ne semble pas évoluer avec la température.

Pour le C/PEEK, on observe une rupture en clivage et/ou ortho-traction avec une zone de matage peu étendue à T.A. pour les deux états. L'augmentation de la température d'essai se traduit par une rupture en matage à l'état neuf et une rupture en clivage avec zone de matage à l'état V.H. L'observation au MEB des tranches supérieures confirme la fissure de clivage et indique l'absence d'endommagement pour la rupture en matage. Contrairement au cas du C/PPS, la déformation hors plan liée à la flexion secondaire n'est pas très importante et n'est pas amplifiée par un accroissement de température.

Dans le cas des joints boulonnés en simple recouvrement, aux mécanismes d'endommagement explicités dans la partie sur les essais sur joints boulonnés en double recouvrement, s'ajoutent les effets de déformation hors plan induits par les contraintes hors plan (cf. Fig. 3.72b). Alors qu'ils étaient limités par les plaques de recouvrement situées de part et d'autre du stratifié dans le cas du double recouvrement, ces effets hors plan sont amplifiés dans le cas du simple recouvrement par la flexion secondaire d'une part et par l'absence de plaque (simplement un écrou) d'autre part. Du point de vue de la tenue mécanique globale du joint, l'augmentation de la température se traduit par une apparition plus précoce du premier endommagement, notamment pour le C/Epoxy et le C/PPS, ce qui

entraîne une diminution de la résistance au matage de l'assemblage. A l'état V.H., l'influence de la température sur la contrainte de premier endommagement est toutefois moins nette qu'à l'état neuf. Cette évolution indique que, la déformation plastique en aval de la zone de contact, amplifié par la température et le V.H., se combine avec le mécanisme de déformation hors plan. La contribution de l'un et l'autre varie en fonction des conditions d'essai mais globalement, un comportement plus ductile de la matrice va pénaliser la résistance au matage. On peut interpréter cette altération comme étant le résultat d'un flambement des fibres à 0° et à ±45° (dans le plan et hors plan) facilité par la déformation plastique de la matrice.

Par ailleurs, la norme utilisée impose un couple de serrage égal à 0,35 daN.m ce qui limite les déformations hors plan sous la rondelle et contribuer à reporter l'endommagement (déformation plastique et flambement des fibres en surface) en dehors de la zone de serrage. Pour conclure cette partie, on peut comparer les valeurs de résistance au matage des différents matériaux à chaque température d'essai. A l'état neuf, le C/PEEK est plus résistant que le C/Epoxy (+12% à T.A. et +23% à 120°C) qui lui-même est aussi résistant que le C/PPS à T.A. et plus résistant que le C/PPS à 120°C (+10%). A l'état V.H., le C/Epoxy est légèrement plus résistant que le C/PEEK (+7%) à T.A. et moins résistant à 120°C (-12%). Le C/PPS reste le moins résistant dans tous les cas (-25% à T.A. et -32% à 120°C) par rapport au matériau le plus résistant en matage. Comme dans le cas des joints boulonnés en double recouvrement, un mode de rupture privilégiant la déformation plastique dans le plan (matage) et hors plan induit une résistance au matage moins élevée que celle obtenue avec un mode de rupture catastrophique.

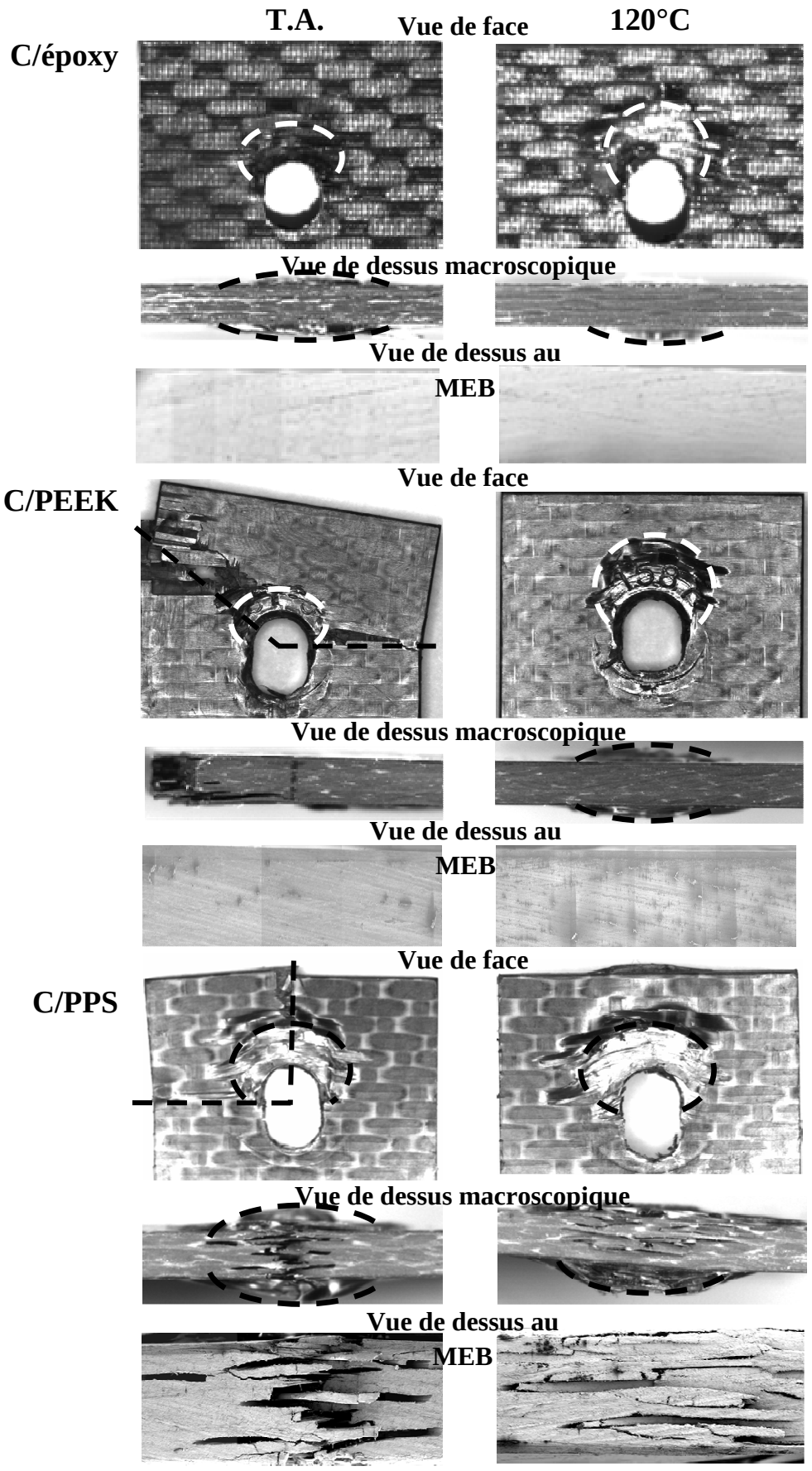


Fig. 3.80 – Essai de simple recouvrement : observations des zones endommagées à l'état neuf

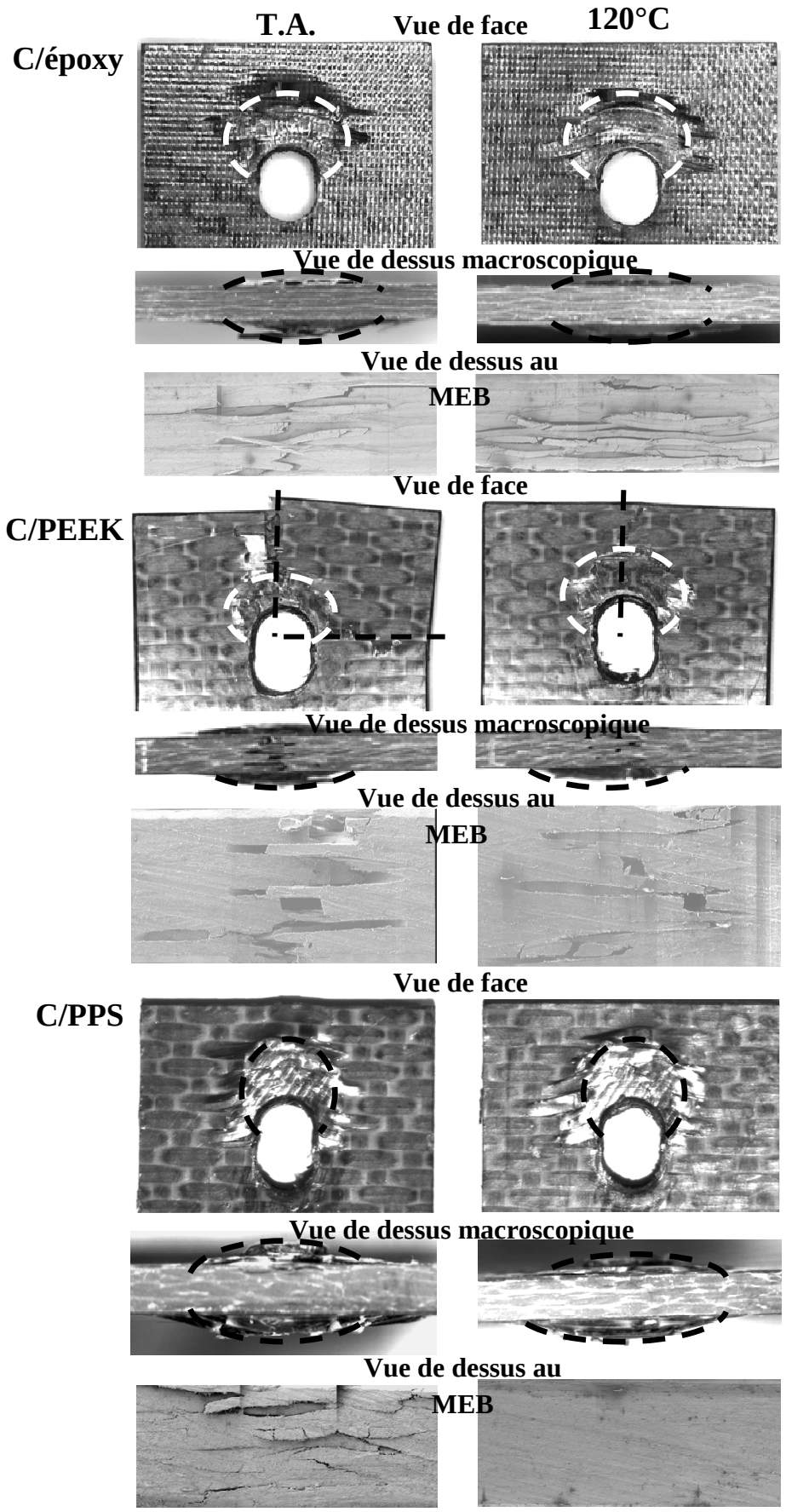


Fig. 3.81 – Essai de simple recouvrement : observations à l'état V.H.

3.4.4.2. Influence du Vieillissement Humide

3.4.4.2.1. Résultats et analyse

L'effet du V.H. sur la réponse mécanique du joint dépend significativement de la température d'essai (cf. Fig. 3.82). D'emblée, on remarque que le V.H. améliore la tenue mécanique de l'assemblage intégrant un stratifié C/Epoxy.

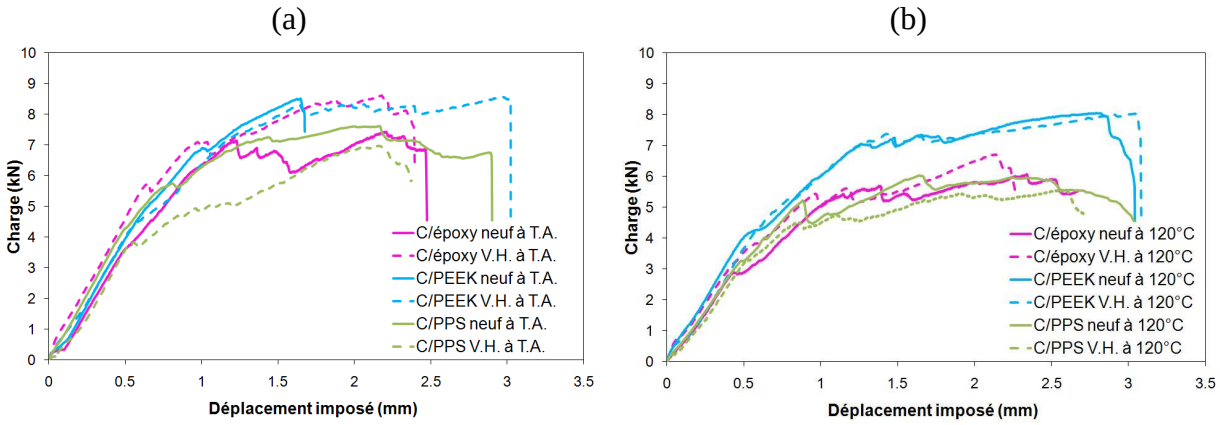


Fig. 3.82 – Influence du V.H. sur la réponse charge-déplacement en simple recouvrement : T.A. – (b) 120°C

Quelle que soit la température d'essai, le V.H. n'influence quasiment pas la tenue mécanique du C/PEEK bien que les premiers endommagements visibles apparaissent plus tôt lors de la sollicitation. Pour le C/PPS, le V.H. altère légèrement la résistance au matage (environ -8% aux deux températures d'essai). Contrairement à l'effet néfaste du V.H. sur la plupart des propriétés du C/Epoxy, notamment en configuration de double recouvrement, celui-ci semble bénéfique à la tenue mécanique en simple recouvrement avec une évolution favorable de 23% à T.A. et de 11% à 120°C. La contrainte de premier endommagement augmente fortement (+41% à T.A. et +90% à 120°C) ce qui soulève l'interrogation suivante : le décalage conséquent de l'apparition de l'endommagement au sein du matériau justifie-t-il à lui seul une augmentation de la résistance au matage ? L'analyse des zones endommagées tentera de répondre à cette question.

		T.A.			120°C		
		C/époxy	C/PEEK	C/PPS	C/époxy	C/PEEK	C/PPS
Etat neuf	σ_e (MPa)	413	639	400	292	666	297
	σ_m (MPa)	719	806	720	622	763	568
Etat V.H.	σ_e (MPa)	581	543	355	554	506	302
	σ_m (MPa)	882	826	660	689	775	526
Influence V.H.	σ_e	+40,7%	-15%	-11,2%	+89,7%	-24%	+1,7%
	σ_m	+22,7%	+2,5%	-8,3%	+10,8%	+1,6%	-7,4%

Tab. 3.23 – Influence du V.H. sur les propriétés mécaniques en simple recouvrement : T.A. – 120°C

3.4.4.2.2. Analyse des mécanismes d'endommagement et interprétation

La complexité de l'état de contrainte induit par l'essai sur joint boulonné en simple recouvrement rend difficile l'analyse des mécanismes d'endommagement ainsi que leur interprétation.

Pour le C/Epoxy, la comparaison des vues macroscopiques de face et de dessus pour une température donnée montrent que le V.H. ne semble pas modifier significativement les mécanismes de déformation plastique. Le V.H. amplifie généralement le comportement ductile de la matrice époxy comme cela a été observé dans le cas des sollicitations élémentaires présentées dans cette étude. Aux deux températures d'essai, la zone de matage s'étend légèrement. Dans le même temps, la déformation hors-plan n'évolue pas. Ces constatations signifient que les mécanismes de déformation plastique ne sont pas prépondérants devant d'autres modes d'endommagement à une température d'essai donnée, mais quels sont ces mécanismes ? Généralement, le V.H. déprécie la qualité de l'adhésion de l'interface fibre/matrice pour les stratifiés de type C/Epoxy. Les observations au MEB des arêtes supérieures révèlent que le V.H. induit davantage de décohésion à l'interface fibre/matrice voir du délaminage, ce qui signifie que ces mécanismes d'endommagement vont « étrangement » contribuer à améliorer la tenue mécanique du joint boulonné. Dans la zone de contact (cf. Fig. 3.83), on peut également observer des fissures matricielles, du délaminage et de l'écrasement de paquets de fibres. Comme on peut l'observer dans le cas des stratifiés C/Epoxy troués, ce type d'endommagement, au lieu d'être défavorable du point résistance mécanique, peut contribuer à une relaxation locales des contraintes dans le stratifié ce qui permet finalement d'obtenir un assemblage plus résistant. Ces micros endommagements n'altèrent pas la rigidité de l'ensemble, c'est pourquoi la contrainte relative aux premiers endommagements significatifs augmente.

Pour le C/PPS, la déformation plastique dans le plan ou hors plan amplifiée par le V.H. et/ou la température induit un mode de rupture non-catastrophique. Les observations au MEB des arêtes supérieures révèlent que les décohésions interfaciales sont moins marquées après V.H. à T.A. et même inexistantes après V.H. à 120°C. La déformation hors plan n'évolue pas avec le V.H. pour une température donnée. Dans la zone de contact, le V.H. est caractérisé par un écrasement des paquets de fibres et la déformation plastique de la matrice.

Pour le C/PEEK, l'influence du V.H. sur l'évolution des mécanismes d'endommagement est plus difficile à évaluer dans la mesure où les modes de rupture changent. On note toutefois que le V.H. semblent induire la rupture par clivage comme le montrent les fissures de clivage observées au MEB sur les arêtes supérieures (cf. Fig. 3.81). La déformation hors plan est relativement peu marquée. Dans la zone de contact, le V.H. est caractérisé par un écrasement des paquets de fibres et la déformation plastique de la matrice. L'apparition plus précoce de l'endommagement, à 120°C notamment, peut être lié à la transition d'un mode de rupture non-catastrophique (matage à l'état neuf) à un mode de rupture catastrophique (clivage à l'état V.H.).

Globalement, pour les stratifiés à matrice TP, le V.H. ne semble pas modifier significativement la tenue mécanique de l'assemblage pour une température d'essai donnée.

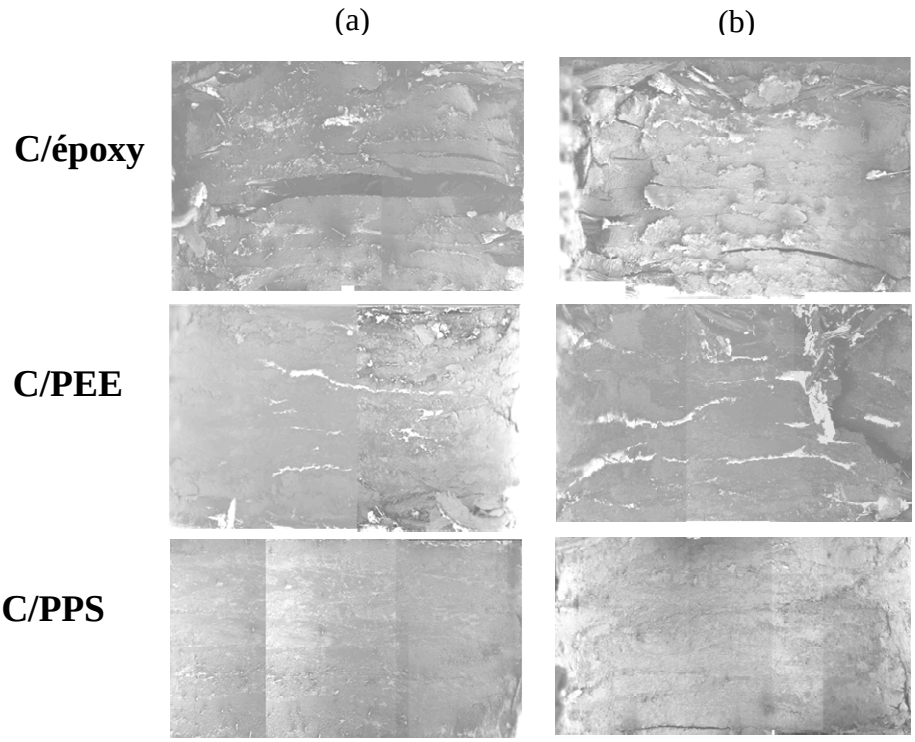


Fig. 3.83 – Observations au MEB de la zone de contact boulon/intérieur du trou :
(a) Configuration de référence – (b) Configuration sévère

Là encore, ces résultats peuvent être comparés à ceux obtenus par Pareda et al. [PAR97] sur des stratifiés C/Epoxy avec un renfort identique à celui de notre étude dans des conditions de V.H. similaires. Pour une séquence d'empilement quasi-isotrope, la résistance au matage passe de 655 MPa dans l'état de référence (Etat neuf – 20°C) à 589 MPa dans l'état le plus sévère (V.H. - 100°C) ce qui signifie une altération de 10% de la résistance au matage. Comparativement à nos résultats, l'abattement lié à des conditions environnementales sévères est légèrement inférieur (4%). Dans la configuration de simple recouvrement, les paramètres géométriques des joints étudiés sont similaires ($w/d = 5, t/d = 0.8$ contre $w/d = 5, t/d = 0.46$ dans notre cas) ce qui indique, par rapport aux résultats obtenus précédemment dans le cas du double recouvrement, que même si l'absorption d'eau par les stratifiés 16 plis pendant 25 semaines est plus importante, cela n'altère pas significativement la résistance au matage en simple recouvrement. Par ailleurs, cette comparaison indique que les résultats obtenus pour le C/Epoxy et présentés dans cette partie sont cohérents avec la littérature.

3.4.4.3. Influence de conditions environnementales sévères

L'action combinée de la température et du V.H. contribue à retarder l'apparition des premiers endommagements significatifs au sein du C/Epoxy. Cependant, des conditions environnementales sévères n'affectent pas la tenue globale de joints boulonnés en simple recouvrement intégrant des matériaux C/Epoxy et C/PEEK mais se traduisent par un abattement important de la résistance au matage du C/PPS. Enfin, le C/PEEK possède une résistance au matage plus élevée que celle du C/Epoxy (+13%) et que celle du C/PPS (47%).

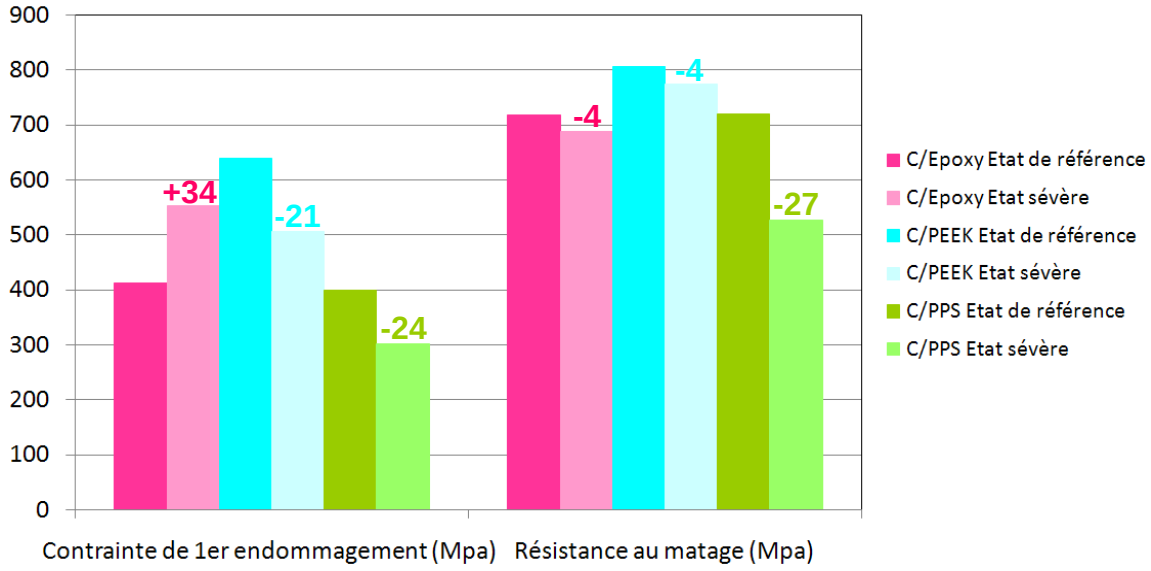


Fig. 3.84 – Influence de conditions environnementales sévères sur les propriétés des joints boulonnés en simple recouvrement des matériaux étudiés (en %)

3.5. Conclusion

A l'issue de ces essais expérimentaux (cf. Tab. 3.24), il s'avère que l'influence des conditions environnementales sévères soit globalement la même pour les trois matériaux. La diminution des modules de rigidité est plus ou moins importante suivant le type d'essai et la nature de la matrice. L'évolution de la résistance est la même sauf pour l'essai de double recouvrement. Le C/Epoxy s'avère plus sensible au vieillissement humide que les composites à matrice thermoplastique, et le C/PEEK se révèle le plus performant.

			Etat neuf			Etat V.H.		
			C/époxy	C/PEEK	C/PPS	C/époxy	C/PEEK	C/PPS
20°C	Traction lisse	σ^r_{lisse} (MPa)	532	494	514	521	465	466
		E_L (GPa)	45,22	46,67	41,95	43,45	41,53	42,77
		ε^r_{lisse} (%)	1,23	1,17	1,35	1,26	1,19	1,2
	Traction trouée	$\sigma^r_{trouée}$ (MPa)	276	265	255	315	246	257
		E_L (GPa)	44,99	46,11	42,8	49,05	43,76	43,65
		Ct	0,52	0,54	0,5	0,6	0,53	0,55
		$\varepsilon^r_{trouée}$ (%)	0,63	0,58	0,64	0,66	0,61	0,62
	Comp.	σ^r_{22} (MPa)	731	689	511	758	-	491
	Flexion 3 points	$\sigma^r_{flexion}$(MPa)	833	670	578	985	645	585
		τ^r_{13} (MPa)	12,41	8,92	7,95	14,77	8,63	8,04
		E_f (GPa)	54,65	46,82	44,23	55,07	47,32	41,22
	C.I.L.	τ^r_{13} (MPa)	68	83	54	56	80	51
		ε^r (%)	11,4	7,1	10,9	11,3	6,5	10,2
	Matage	σ_e (MPa)	690	670	415	555	744	554
		σ_m (MPa)	804	840	723	765	845	777
	Enture	σ_e (MPa)	413	639	400	581	543	355
		σ_m (MPa)	719	806	720	882	826	660
120°C	Traction lisse	σ^r_{lisse} (MPa)	505	458	472	453	450	436
		E_L (GPa)	43,29	44,74	40,49	37,14	39,63	37,3
		ε^r_{lisse} (%)	1,23	1,11	1,28	1,34	1,22	1,25
	Traction trouée	$\sigma^r_{trouée}$ (MPa)	292	281	251	304	276	238
		E_L (GPa)	42,11	44,51	40,63	44,55	42,43	39,03
		Ct	0,58	0,61	0,53	0,67	0,6	0,55
		$\varepsilon^r_{trouée}$ (%)	0,71	0,65	0,66	0,7	0,7	0,62
	Comp.	σ^r_{22} (MPa)	551	635	385	538	-	359
	Flexion 3 points	$\sigma^r_{flexion}$(MPa)	851	599	401	568	565	432
		τ^r_{13} (MPa)	12,68	7,82	5,51	8,52	7,56	5,78
		E_f (GPa)	51,12	43,43	37,72	48,29	44,03	35,68
	C.I.L.	τ^r_{13} (MPa)	49	64	40	32	64	37
		ε^r (%)	10	8,4	11,6	10,5	8,4	12,2
	Matage	σ_e (MPa)	678	659	504	636	788	650
		σ_m (MPa)	810	825	740	791	943	825
	Enture	σ_e (MPa)	292	666	297	554	506	302
		σ_m (MPa)	622	763	568	689	775	526

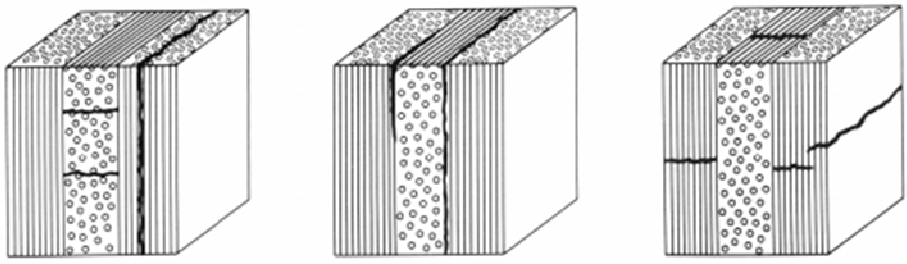
Tab. 3.24 – Bilan des propriétés mécaniques des trois matériaux

Chapitre 4 :
Critères de rupture et simulation du comportement de stratifiés tissés troués

Un matériau composite renforcé par des fibres longues et comportant un trou subit une réduction importante de sa résistance mécanique. Ce type de matériau se rencontre lorsque des problèmes d'assemblage de pièces conduisent à percer des trous dans des structures en composite. Il faut donc pouvoir prévoir le comportement d'un tel matériau. Pour cela plusieurs étapes sont nécessaires. Tout d'abord, il faut comprendre les phénomènes de dégradation du matériau qui conduisent à la rupture finale et développer différents critères qui permettent de prévoir l'apparition du premier endommagement auquel ils correspondent (fissure de la matrice, rupture des fibres ou délaminage). D'autre part, dans la perspective d'effectuer le dimensionnement de structures assemblées, il est important de déterminer le profil des surcontraintes au bord du trou et d'y associer un critère de rupture. En fonction du comportement mécanique et du type de chargement d'une plaque, il existe différentes solutions aux problèmes de mécanique des milieux continus d'une plaque stratifiée trouée. On peut citer de manière non exhaustive l'approche purement éléments finis, la solution de type Whitney et Nuismer [WHI74], Savin [SAV61] ou Lekhnitskii [LEK63]. En outre, à la modélisation du champ des contraintes autour du trou, il faut associer un critère de rupture. Ces différentes approches ont été développées pour des composites unidirectionnels ayant un comportement élastique fragile de type carbone/époxy. L'un des objectifs de ce chapitre est de vérifier la possibilité d'utiliser ces critères pour des stratifiés tissés à matrice thermoplastique.

4.1. Prédiction de la rupture des stratifiés lisses

Les critères de rupture ont pour objectif de prédire la capacité d'un matériau à supporter un certain type de sollicitation et de permettre au concepteur d'évaluer la résistance mécanique. La résistance mécanique d'un matériau correspond, d'une manière générale à la rupture du matériau qui peut survenir pour une contrainte proche de la limite d'élasticité pour les matériaux fragiles. Dans les composites, lorsque la limite du domaine élastique est atteinte, on peut observer différents mécanismes d'endommagement : fissuration de la matrice, ruptures des fibres, décohésion fibre-matrice, délaminage... (cf. Fig. 4.1). En fonction de la nature du composite, la rupture peut revêtir un caractère « fragile » ou « ductile ».



Rupture de la matrice Rupture de l'interface Rupture des fibres

Fig. 4.1 – Représentation des principaux modes de ruptures

Pour les matériaux composites, la rupture peut être abordée de différentes façons :

- par des concepts de résistance des matériaux conduisant à des modèles de ruptures classiques,
- par la mécanique de la rupture qui se préoccupe de l'amorçage et de la propagation des défauts dans le matériau,
- par la mécanique de l'endommagement.

Les modèles de ruptures classiques sont caractérisés par une fonction scalaire du tenseur des contraintes. Il n'y a pas rupture du matériau tant que les contraintes au sein de ce matériau ne dépassent pas les contraintes ultimes.

4.1.1. Critères tensoriels quadratiques

Gol'Denblat et Kopnov [GOL65] furent les premiers à proposer une formulation générale pour un critère de rupture en utilisant des tenseurs des fragilités. L'équation générale de ce critère peut s'écrire comme étant :

$$(F_i\sigma_i)^\alpha + \left(F_{ij}\sigma_i\sigma_j\right)^\beta + \left(F_{ijk}\sigma_i\sigma_j\sigma_k\right)^\gamma + \cdots = 1$$

Avec F_i vecteur de fragilité de rang 6
F_{ij} matrice de fragilité de rang 6
F_{ijk} tendeur de fragilités de rang 4

L'écriture quadratique de cette formulation généralisée devient, pour des matériaux sollicités en contraintes planes :

$$F_i\sigma_i + F_{ij}\sigma_i\sigma_j = 1 \quad pour\ i,j = 1,2,6$$

Cette équation se simplifie et s'écrit, sous sa forme développée, pour un matériau orthotrope exprimée dans son repère d'orthotropie :

$$F_{11}\sigma_1^2 + F_{22}\sigma_{22}^2 + F_{66}\sigma_6^2 + F_1\sigma_1 + F_2\sigma_2 + 2F_{12}\sigma_1\sigma_2 = 1 \quad avec\ \sigma_6 = \tau_{12}$$

Différentes formulations de ce critère existent dans la littérature. Ces formes diffèrent exclusivement de l'approximation faite pour calculer les termes de la matrice de fragilité. Ces critères peuvent être regroupés en deux familles selon qu'elles considèrent ou non la dissymétrie des propriétés mécaniques en traction et compression.

4.1.2.1 Critères ne distinguant pas la dissymétrie traction-compression

Ces critères ont leurs termes linéaires nuls et peuvent s'écrire sous la forme :

$$\left(\frac{\sigma_1}{X_t}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_2}{Y_t}\right)^2 + \left(\frac{\tau_{12}}{S}\right)^2 - 2F_{12}\sigma_1\sigma_2 < 1$$

Avec X_t résistance en traction dans la direction 1 (trame)
Y_t résistance en compression dans la direction 1
S contrainte de résistance en cisaillement dans le plan (1,2)

Il n'y a que le terme de couplage F_{12} qui diffère suivant le critère (cf. Tab. 4.1).

Théorie	F_{12}
Norris	$-\frac{1}{2X_tY_t}$
Fischer	$-\frac{E_1(1-\nu_{21})+E_2(1-\nu_{12})}{2X_tY_t}$
Tsaï-Hill	$-\frac{1}{2X_t^2}$

Tab. 4.1 – Expression des termes de couplages

Le principal défaut de ces critères est qu'ils ne tiennent pas compte des différences de comportement entre la traction et la compression, or ces différences sont souvent importantes dans le cas des matériaux composites.

4.1.2.2. Critères distinguant la dissymétrie traction-compression

Ces critères s'écrivent sous la forme générale :

$$\frac{\sigma_1^2}{X_tX_c} + \frac{\sigma_2^2}{Y_tY_c} + \left(\frac{\tau_{12}}{S}\right)^2 + \left(\frac{1}{X_t} - \frac{1}{X_c}\right)\sigma_1 + \left(\frac{1}{Y_t} - \frac{1}{Y_c}\right)\sigma_2 + 2F_{12}\sigma_1\sigma_2 < 1$$

Avec X_c résistance en traction dans la direction 2 (chaîne)
Y_c résistance en compression dans la direction 2

Il n'y a que le terme de couplage F_{12} qui diffère suivant le critère (cf. Tab. 4.2).

Théorie	F_{12}
Hoffman	$-\frac{1}{2X_tY_t}$
Von Mises généralisé	$-\frac{1}{2\sqrt{X_tX_cY_tY_c}}$
Tsaï-Wu	$-\frac{1}{2\sigma_1\sigma_2}\left\{1 - \frac{\sigma_1^2}{X_tX_c} - \frac{\sigma_2^2}{Y_tY_c} - \frac{\tau_{12}^2}{S^2} - \left(\frac{1}{X_t} - \frac{1}{X_c}\right)\sigma_1 - \left(\frac{1}{Y_t} - \frac{1}{Y_c}\right)\sigma_2\right\}$

Tab. 4.2 – Expression des termes de couplages

4.1.2. Critères phénoménologiques

Afin de cerner de plus près les phénomènes de rupture, des critères permettent de prédire le mode de rupture du matériau.

4.1.2.1. Critère de la contrainte maximale

Le critère le plus simple est basé sur la théorie de la contrainte maximale. Il fait l'hypothèse que la rupture de n'importe quel plan principal d'un stratifié se produit sous une contrainte combinée lorsqu'une des contraintes atteint la résistance du matériau en traction uniaxiale, compression ou cisaillement pur.
Le critère de la contrainte maximale fait intervenir les contraintes à la rupture suivant les axes longitudinal et transversal, ainsi que la contrainte à la rupture en cisaillement plan. Les contraintes dans les directions principales doivent être inférieures aux limites de rupture correspondant à ses directions. Ce critère est très simpliste, il permet une approche facile et peut donner une première approximation du résultat réel. En contraintes planes, la zone de non rupture est définie par :

$$-X_c < \sigma_1 < X_t$$
$$-Y_c < \sigma_2 < Y_t$$
$$-S < \tau_{12} < S$$

4.1.2.2. Critère de Hashin

Le critère de Hashin [HAS80] s'applique aux composites unidirectionnels et est basé sur quatre modes de rupture du matériau définis par des critères tensoriels quadratiques. Il y a rupture du matériau si une des quatre inégalités suivantes est violée :

- Rupture en traction des fibres : Critère de Yamada-Sun

$$\left(\frac{\sigma_1}{X_t}\right)^2 + \left(\frac{\tau_{12}}{S}\right)^2 < 1 \; si \; \sigma_1 > 0$$

- Rupture en compression des fibres

$$\frac{\sigma_1}{-X_t} < 1 \; si \; \sigma_1 < 0$$

- Rupture en traction de la matrice

$$\left(\frac{\sigma_2}{Y_t}\right)^2 + \left(\frac{\tau_{12}}{S}\right)^2 < 1 \; si \; \sigma_2 > 0$$

- Rupture en compression de la matrice

$$\left(\frac{\sigma_2}{2Q}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_2}{Y_t}\right)\left\{\left(\frac{Y_c}{2Q}\right)^2 - 1\right\} + \left(\frac{\tau_{12}}{S}\right)^2 < 1 \; si \; \sigma_2 > 0$$

4.1.3. Application des critères de rupture aux stratifiés étudiés

Afin de vérifier la validité de ces critères dans le cas des stratifiés tissés, deux de ces critères ont été appliqués aux différents matériaux. Cette limitation du nombre de critère vise notamment à faciliter la lecture des enveloppes de rupture sur les graphiques. De plus, le terme de couplage entraîne peu de modifications sur la forme et le positionnement de ces enveloppes. Le choix s'est ainsi porté sur les critères de Tsaï-Hill et de Tsaï-Wu. Les paramètres nécessaires à l'utilisation de ces critères sont regroupés dans le Tab. 4.3.

	Carbone/époxy	Carbone/PPS	Carbone/PEEK
X_t(MPa)	690	702	716
X_c (MPa)	676	710	716
E_t (GPa)	63.3	56.5	59.4
E_c(GPa)	63.3	59.3	59.1
Y_t(MPa)	690	718	713
Y_c(MPa)	616	707	713
S(MPa)	120	115	147
G_{12}(GPa)	5.1	4.08	4.04
ν_{12}	0.04	0.04	0.04

Tab. 4.3 – Propriétés mécaniques, de composites tissés en satin de 5, utilisées pour l'application des critères de rupture [CHE08]

A partir des résultats expérimentaux, le calcul des contraintes dans chaque pli du stratifié est réalisé au moyen au moyen du logiciel Lamkit développé par EADS. Ce logiciel intègre notamment la théorie des stratifiés, basée sur les principes de superposition et de compatibilité de déformations, avec l'hypothèse d'une liaison parfaite entre les couches est parfaite. Sous la forme proposée, elle ne permet pas de prendre en compte les composantes de cisaillement transverse. Pour les essais de traction lisse, la couche la plus sollicitée est celle dont les fibres sont orientées à 0°. L'état de contraintes planes calculé par Lamkit dans les plis à 0° des différents matériaux est reporté dans Tab. 4.4. A partir de cet état de contrainte, il est alors possible d'appliquer les critères de rupture et d'obtenir les enveloppes de ruptures correspondantes (cf. Fig. 4.2). Cette représentation 3D permet de placer les différents points expérimentaux obtenus en traction, en compression et en cisaillement plan. Les enveloppes ovoïdales ont la forme « d'un ballon de rugby » et les points expérimentaux se trouvent en périphérie de ces enveloppes. Le rayon de cette surface correspond à la contrainte maximale que peut supporter le matériau pour une sollicitation donnée. Ces enveloppes peuvent être représentées par une ellipsoïde pour une contrainte de cisaillement donnée. Cela revient à faire la coupe des enveloppes suivant un plan parallèle au plan (σ_1, σ_2). La Fig. 4.3 représente les enveloppes de ruptures avec une contrainte cisaillement τ_{12} nulle. Sur cette même figure sont représentés les points expérimentaux correspondant à la rupture du stratifié quasi-isotrope en traction pour les 3 matériaux. Les résultats obtenus en compression pour le carbone/époxy $[0]_8$ et carbone/PPS $[0]_7$ sont également représentés sur la Fig. 4.2.

	Carbone/Epoxy $[0/45/45/0]_s$	Carbone/PPS [0/45/0/45/0/45/0]	Carbone/PEEK [0/45/0/45/0/45/0]
$\sigma_{rupture}$ (MPa)	532	494	514
σ_1 du pli à 0° (MPa)	721.64	657.18	638.19
σ_2 du pli à 0° (MPa)	-189.64	-151.95	-143.31
τ_{12} du pli à 0° (MPa)	0	0	0

Tab. 4.4 – Contrainte à rupture en traction du stratifié quasi-isotrope et état de contraintes calculé par Lamkit dans les plis à 0°

Il est important de noter que la validité des critères dépend fortement des paramètres du Tab. 4.5 correspondant aux propriétés mécaniques du pli élémentaire de chaque matériau. Les résultats en compression montrent que ces paramètres ne correspondent pas exactement à nos matériaux. En effet, dans le cas du carbone/époxy cette valeur est sous estimée de 7% tandis que celle du carbone/PPS est surestimée de 39%. Toutes les prédictions de ruptures des stratifiés en traction lisse sous estiment la résistance des trois matériaux. Compte tenu des valeurs calculées, il apparaît que les prédictions sont plus précises pour les thermoplastiques mais cette précision demeure liée aux propriétés mécaniques du pli élémentaire de chaque matériau.

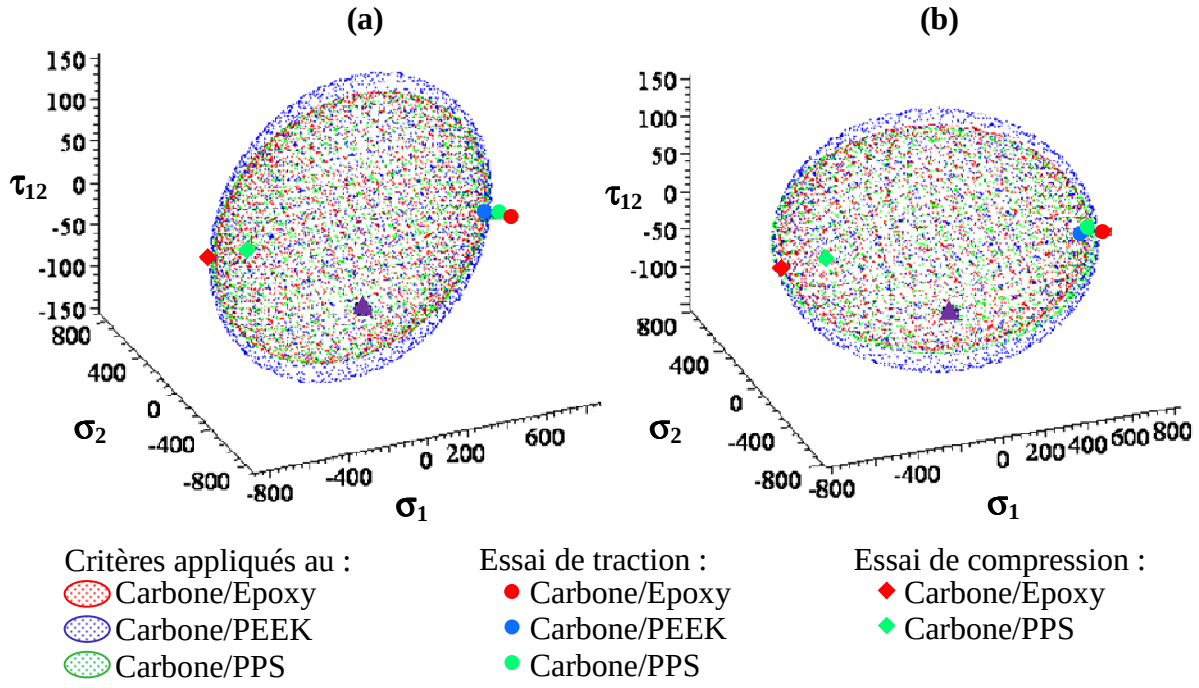


Fig. 4.2 – Positionnement des points expérimentaux sur les enveloppes de ruptures : (a) Critère de Tsaï-Hill – (b) Critère de Tsaï-Wu

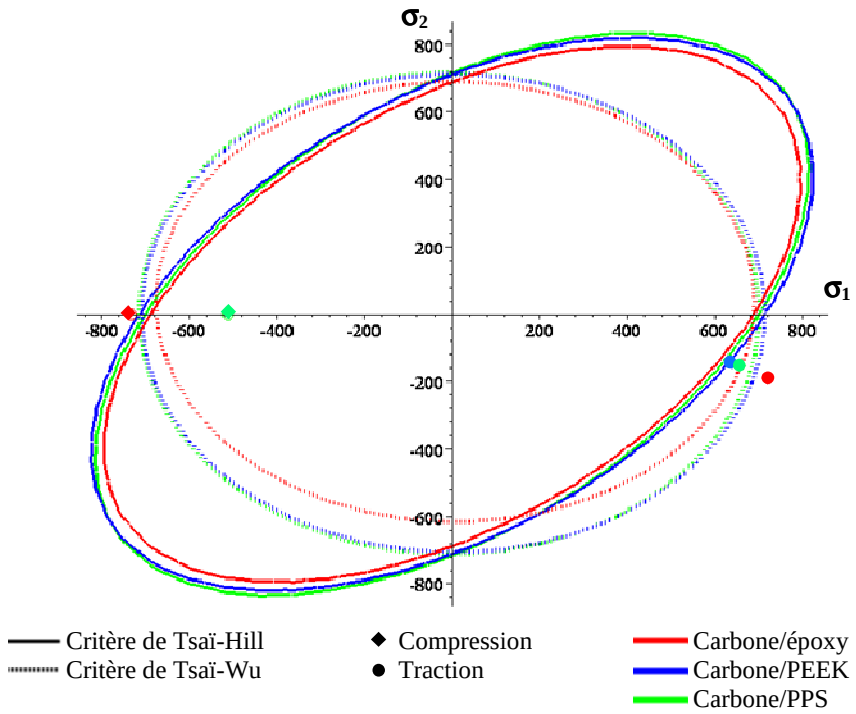


Fig. 4.3 – Comparaison des critères de rupture pour les trois matériaux pour τ_{12}=0MPa

	Carbone/Epoxy	Carbone/PPS	Carbone/PEEK
$\sigma_{rupture}^{Tsaï-Hill}$ (MPa)	443	484	490
E.R. (%)	-16.7	-5.8	-0.8
$\sigma_{rupture}^{Tsaï-Wu}$ (MPa)	452	481	490
E.R. (%)	-15	-6.4	-0.8

Tab. 4.5 – Prédiction de la résistance du stratifié lisse et erreur relative par rapport à l'expérience

Afin de vérifier la validité de ces critères également dans le cas d'un essai hors axes, et plus particulièrement pour un essai de cisaillement plan (traction hors axes à ±45°), ces mêmes critères ont été appliqués au carbone/époxy et carbone/PPS. En suivant la même démarche que précédemment, on peut tracer les enveloppes de rupture ainsi que les points expérimentaux obtenus en cisaillement plan. La Fig. 4.4 est une représentation zoomée des enveloppes de rupture autour des valeurs expérimentales. La comparaison des prédictions et des valeurs expérimentales (cf. Tab. 4.6) indique que les deux critères de ruptures sont applicables dans le cas de sollicitation hors axes pour le C/Epoxy et le C/PPS.

Pour conclure, ces critères de rupture quadratiques en contraintes permettent de prédire la valeur à rupture de stratifiés tissés indépendamment de la nature de la matrice (TP ou TD) pour un drapage donné. La précision de ces valeurs dépend cependant des propriétés de résistance à rupture du pli élémentaire.

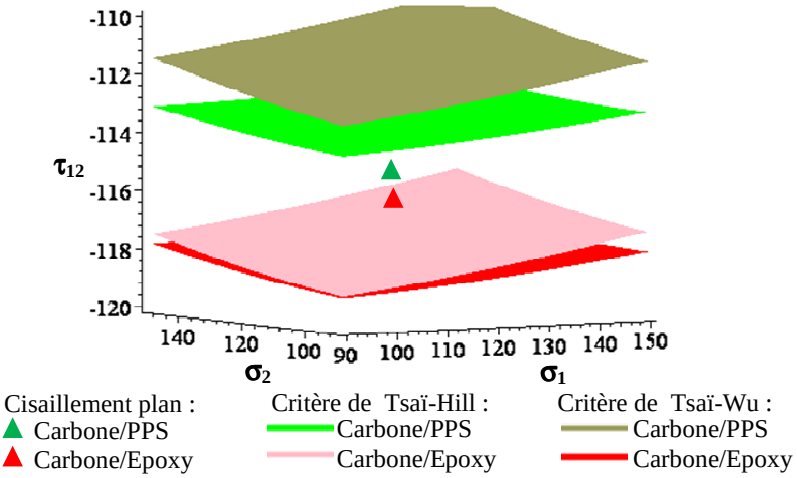


Fig. 4.4 – Comparaison des critères de rupture pour un essai en cisaillement plan

	Carbone/Epoxy	Carbone/PPS
$\sigma_{rupture}^{Tsaï-Hill}$ (MPa)	236	227
E.R. (%)	1.7	-1.3
$\sigma_{rupture}^{Tsaï-Wu}$ (MPa)	250	227
E.R. (%)	7.7	-1.3

Tab. 4.6 – Prédiction de la résistance du stratifié en cisaillement plan et erreur relative par rapport à l'expérience

4.2. Prédiction de la rupture des stratifiés troués

Il existe deux grandes orientations de modélisation visant à décrire le comportement de structures présentant une entaille. La première est associée à l'utilisation des résultats de la mécanique de la rupture. La seconde tente d'appréhender les phénomènes de dégradation qui existent en pointe d'entaille au travers de critères plus ou moins associés aux différents constituants du matériau composite.

4.2.1. Critères de Whitney et Nuismer

Whitney et Nuismer [WHI74] ont développé deux critères pour prédire la rupture de plaques stratifiées endommagées par un trou circulaire soumis à un chargement uni-axial. Ces deux critères utilisent le champ des contraintes pour prédire la résistance ultime des stratifiés troués. Le développement de ces critères est basé sur l'observation des champs de contraintes autour du trou. Timoshenko [TIM79] à montré que la distribution des contraintes pour une plaque isotrope comportant un trou circulaire est donné par :

$$\frac{\sigma_x}{\sigma_n^\infty} = 1 + \frac{1}{2}\left(\frac{R}{y}\right)^2 + \frac{3}{2}\left(\frac{R}{y}\right)^4$$

4.2.1.1. Critère du Point Stress ou de la contrainte locale

Également appelé critère de la distance critique, le critère du point stress est un critère semi-empirique basé sur un comportement élastique-fragile des composites stratifiés (matrice TD). Il est couramment utilisé en aéronautique par les bureaux d'études pour le dimensionnement des stratifiés troués. Son application demeure intéressante pour des stratifiés à matrice TP car cette approche peut être étendue afin de prendre en compte le comportement ductile des résines TP.

Pour une plaque orthotrope de longueur infinie, de largeur *b*, d'épaisseur *h*, présentant un trou circulaire de rayon *R*, soumise à un effort de traction *F* (cf. Fig. 4.5), on définit la contrainte brute longitudinale σ_x à l'infini, notée σ_b^∞, par :

$$\sigma_b^\infty = \frac{F_t}{b \cdot h}$$

La contrainte longitudinale maximale est obtenue en (0, R) au bord droit du trou telle que [SAV61] :

$$\sigma_x(0,R) = \sigma_n^\infty \left\{ 1 + \sqrt{2\left(\sqrt{\frac{E_{xx}}{E_{yy}}} - \upsilon_{xy}\right) + \frac{E_{xx}}{G_{xy}}} \right\}$$

Où σ_n^∞ est la contrainte nette, contrainte uniforme à l'infini, définie par :

$$\sigma_n^\infty = \frac{\sigma_b^\infty \cdot b}{b - 2R}$$

Avec E_{xx} module d'élasticité dans la direction 1
E_{yy} module d'élasticité dans la direction 2
υ_{xy} coefficient de Poisson dans le plan (1,2)
G_{xy} module de cisaillement dans le plan (1,2)

On peut alors définir le coefficient de concentration des contraintes qui est maximal au point (0, *R*). Ce coefficient, également appelé coefficient de surcontrainte élastique, est noté K_T^∞ et peut être défini à partir des propriétés élastiques du stratifié orthotrope équivalent selon la relation :

$$K_T^\infty = \frac{\sigma_x(0,R)}{\sigma_n^\infty} = 1 + \sqrt{2\left(\sqrt{\frac{E_{xx}}{E_{yy}}} - \upsilon_{xy}\right) + \frac{E_{xx}}{G_{xy}}}$$

Sur la base des travaux de Savin [SAV61], Whitney et Nuismer [WHI74] ont proposé une formulation approximative de la distribution des contraintes longitudinales $\sigma_x(0,y)$, à une distance *y*-*R* du bord du trou d'une plaque stratifiée de longueur infinie selon la relation :

$$\sigma_x(0,y) = \frac{\sigma_n^\infty}{2}\left\{2 + \left(\frac{R}{y}\right)^2 + 3\left(\frac{R}{y}\right)^4 - (K_T^\infty - 3)\left(5\left(\frac{R}{y}\right)^6 - 7\left(\frac{R}{y}\right)^8\right)\right\} \; avec\; y > R$$

Cette relation permet de définir le profil des surcontraintes $K_T(0,y)$:

$$K_T(0,y) = \frac{\sigma_x(0,y)}{\sigma_n^{\infty}} = \frac{1}{2}\left\{2 + \left(\frac{R}{y}\right)^2 + 3\left(\frac{R}{y}\right)^4 - (K_T^{\infty} - 3)\left(5\left(\frac{R}{y}\right)^6 - 7\left(\frac{R}{y}\right)^8\right)\right\}$$

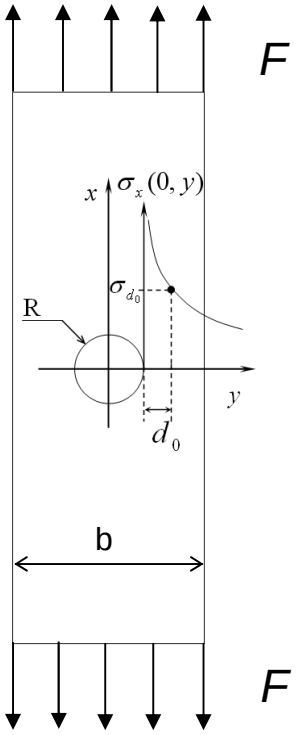


Fig. 4.5 – Représentation schématique du critère du Point Stress

Le critère du point stress stipule que la rupture du stratifié troué intervient lorsque la contrainte longitudinale à une distance d_0 du trou est égale ou supérieure à la contrainte à rupture de l'éprouvette non trouée σ_l^r, également appelée contrainte lisse à rupture. On doit ainsi vérifier :

$$\sigma_{d_0} = \sigma_x(0, R + d_0) \leq \sigma_l^r$$

Avec $\sigma_l^r = \frac{F_l^r}{b \cdot h}$

Par ailleurs, le coefficient de trou expérimental C_t, représentant l'abattement de résistance lié à la présence du trou dans l'éprouvette, permet de déterminer la distance critique d_0. Il est donné par :

$$C_t = \frac{\sigma_n^r}{\sigma_l^r}$$

Où σ_n^r est la contrainte nette à la rupture de l'éprouvette trouée définie par :

$$\sigma_n^r = \frac{F_t^r}{(b - 2R) \cdot h}$$

A la rupture, le critère du point stress permet alors de vérifier :

$$\frac{1}{C_t} = K_T^{PS}(0, R + d_0)$$

$$\frac{1}{C_t} = \frac{1}{2}\left\{2 + \left(\frac{R}{R + d_0}\right)^2 + 3\left(\frac{R}{R + d_0}\right)^4 - (K_T^{\infty} - 3)\left(5\left(\frac{R}{R + d_0}\right)^6 - 7\left(\frac{R}{R + d_0}\right)^8\right)\right\}$$

On obtient alors finalement la distance critique d_0 qui est une valeur représentative pour un matériau donné. Cependant, cette valeur dépend de la stratification du matériau. Ainsi pour obtenir une distance critique représentative pour un même matériau, il faut réaliser un certain nombre d'essai et choisir la distance d_0, la plus conservatrice par exemple.

Une fois que cette distance critique est connu pour un matériau donné, pour estimer la contrainte à rupture du stratifié troué, il faut calculer la contrainte à rupture de ce stratifié lisse en utilisant la théorie des stratifié associé à un critère de rupture. Ensuite, en remplaçant ces valeurs dans l'équation suivante, on obtient la contrainte à rupture du stratifié troué.

$$\sigma_n^r = \frac{2\sigma_l^r}{2 + \left(\frac{R}{R+d_0}\right)^2 + 3\left(\frac{R}{R+d_0}\right)^4 - (K_t^\infty - 3)\left[5\left(\frac{R}{R+d_0}\right)^6 - 7\left(\frac{R}{R+d_0}\right)^8\right]}$$

On peut également remarquer que la région où des surcontraintes apparaissent est d'autant plus étendue que le diamètre du trou est important (cf. Fig. 4.6). Ainsi la résistance de l'éprouvette est plus faible lorsque le diamètre du trou augmente (sachant qu'il doit être petit par rapport aux dimensions de l'éprouvette).

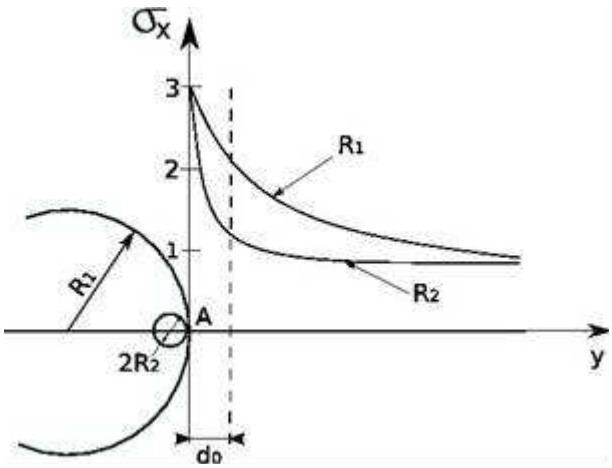


Fig. 4.6 - Influence du diamètre du trou sur la valeur de la contrainte

4.2.1.2. Critère de la contrainte moyenne

Ce critère est basé sur les mêmes principes que celui du point stress, à la seule différence qu'il examine la contrainte moyenne à partir d'une distance caractéristique au lieu de considérer la contrainte en un point. En d'autres termes, ce critère suppose qu'il y a rupture lorsque la contrainte moyenne, σ_{a_0}, pour une distance du bord du trou, a_0, est égale ou supérieure à la contrainte lisse de rupture σ_l^r :

$$\sigma_{a_0=\frac{1}{a_0}} \int_r^{r+a_0} \sigma_x(0,y) \cdot dy$$

En intégrant la distribution des contraintes longitudinales $\sigma_x(0,y)$ sur l'intervalle [R ; R+a_0], la contrainte moyenne devient :

$$\sigma_{a_0} = \frac{\sigma_n^\infty y}{2a_0}\left\{2 - \left(\frac{R}{y}\right)^2 - \left(\frac{R}{y}\right)^4 + (K_T^\infty - 3)\left(\left(\frac{R}{y}\right)^6 - \left(\frac{R}{y}\right)^8\right)\right\}$$

A partir de cette équation, la détermination de la distance critique a_0 peut se faire de la même

façon que pour la méthode du point stress. Et dans ce cas, à la rupture, le critère de la contrainte moyenne permet alors de vérifier :

$$\frac{1}{C_t} = K_T^{AS}(0, R + a_0)$$

$$\frac{1}{C_t} = \frac{R + a_0}{2a_0}\left\{2 - \left(\frac{R}{R + a_0}\right)^2 - \left(\frac{R}{R + a_0}\right)^4 + (K_T^{\infty} - 3)\left(\left(\frac{R}{R + a_0}\right)^6 - \left(\frac{R}{R + a_0}\right)^8\right)\right\}$$

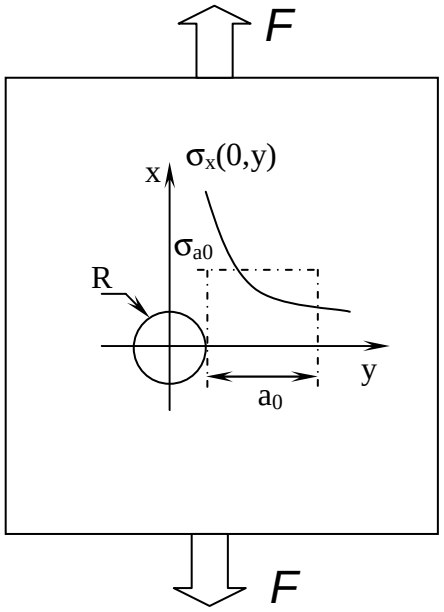


Fig. 4.7 – Représentation du critère de l'Average Stress

Les critères du Point Stress et de l'Average Stress contiennent toutes les deux, deux inconnus : la contrainte lisse de rupture et la distance caractéristique. Ces inconnus doivent être déterminés expérimentalement.
L'utilisation de ces longueurs caractéristiques, lorsque le matériau a un comportement inélastique non-linéaire ou des imperfections dans les trous, peuvent expliquer que la valeur théorique de la concentration maximum des contraintes n'est pas atteinte avant la rupture du matériau. Ces deux critères ont été largement utilisés et ont attiré énormément l'attention pour la conception de structure pour des conditions de simple chargement. Bien que les effets de micro-dommages autour des trous peuvent être pris en compte dans la longueur caractéristique, les détails des mécanismes de défaillance ne peuvent être analysés avec cette approche simplifiée.

4.2.2. Critère de Pipes

Pipes et al [PIP79] ont modifié le critère du point stress. Contrairement à Whitney et Nuismer, ils considèrent la dimension caractéristique d0 comme une fonction du rayon du trou et suppose une relation exponentielle entre ces deux dimensions en posant $d0=\alpha R^m$ et en introduisant un facteur de sensibilité au trou c :

$$d_0 = \frac{\left(R/R_0\right)^m}{c}$$

Avec R_0 le rayon de référence

Les paramètres c, m et Kt étant couplés, plusieurs combinaisons doivent être testées afin de corréler les prédictions du critère avec des résultats expérimentaux.
Le paramètre exponentiel m mesure l'influence de la taille du trou sur la résistance à la rupture avec 0<m<1. Pour m=0, on retrouve le critère du point stress ; et pour m=1, $^{\sigma n}/_{\sigma 0}$ est indépendant de la taille du trou.
Le paramètre de sensibilité au trou c mesure l'effet du facteur de concentration Kt sur la réduction de la résistance de la plaque trouée.

4.2.3. Volume Caractéristique de Rupture

Les stratifiés constitués de plis tissés montrent une très bonne tenue au délaminage et ne présentent aucun phénomène de rupture transverse prématurée sur toute l'épaisseur du pli en raison du tissage [HOC01]. De plus, pour des chargements statiques, la rupture du premier pli conduit à la rupture du stratifié et de la structure. Par rapport à une approche de type Point Stress ou Average Stress, ce critère non-local est indépendant de la séquence d'empilement du stratifié et du diamètre du trou, ce qui est intéressant du point de vue de l'économie d'essais expérimentaux.

4.2.3.1. Comportement endommageable des plis tissés

Hochard et al. [HOC01] ont développé un modèle de comportement pour des stratifiés à plis tissés équilibrés ou non dans les directions chaîne et trame. La cinématique d'endommagement utilise trois variables internes pour l'endommagement (d_1, d_2 et d_{12}) qui sont associées respectivement à la rupture fragile en traction sens chaîne, à la rupture fragile sens trame et à la chute progressive de rigidité en cisaillement. L'évolution de l'endommagement progressif d_{12} dépend des contraintes de cisaillement, de traction sens chaîne et trame qui participent à la création de petites fissures, réparties de manière homogène à l'échelle du pli, parallèles aux directions chaîne et trame.
Sous les hypothèses des contraintes planes et des petites perturbations, on peut écrire l'énergie de déformation d'un pli tissé en termes de contraintes :

$$\mathrm{E_D^{cp}} = \frac{1}{2}\left[\frac{\langle\sigma_1\rangle_+^2}{E_1^0(1-d_1)} + \frac{\langle\sigma_1\rangle_-^2}{E_1^0} - 2\frac{\nu_{12}^0}{E_1^0}\sigma_1\sigma_2 + \frac{\langle\sigma_2\rangle_+^2}{E_2^0(1-d_2)} + \frac{\langle\sigma_2\rangle_-^2}{E_2^0} + \frac{\sigma_{12}^2}{G_{12}^0(1-d_{12})}\right]$$

Les énergies de traction et de compression sont dissociées afin de prendre en compte le caractère unilatéral d'ouverture et de fermeture des fissures. Les forces thermodynamiques associées aux variables internes pour l'endommagement sens chaîne, trame et de cisaillement sont définies par :

$$Y_{d_i} = \frac{\partial E_D^{cp}}{\partial d_i} = \frac{\langle\sigma_i\rangle_+^2}{2E_i^0(1-d_i)^2} \text{ avec } i = 1,2$$

$$Y_{d_{12}} = \frac{\partial E_D^{cp}}{\partial d_{12}} = \frac{\sigma_{12}^2}{2G_{12}^0(1-d_{12})}$$

Les évolutions de ces variables d'endommagement dépendent des forces associées. En traction, l'évolution de d_1 et d_2 est brutale afin de décrire le comportement fragile des directions chaîne et trame. De plus, de façon à prendre en compte le couplage

traction/cisaillement pour décrire l'évolution de l'endommagement progressif de cisaillement d_{12}, une force thermodynamique équivalent est utilisée.

4.2.3.2. Critère non local

De manière à ne plus sous-estimer l'effort à rupture et ne plus dépendre de la séquence d'empilement, l'approche utilise un critère non local basé sur un volume caractéristique défini à l'échelle du pli : V=hS. Avec h l'épaisseur du pli et S la surface dans le plan du pli. Ce critère non local, qui utilise des quantités moyennées sur un volume caractéristique peut être appliqué en tous les points dont la surface caractéristique est incluse dans la structure. Ce critère utilise la force moyennée sur le volume pour prédire la rupture :

$$\bar{Y}_{d_i} = \frac{1}{V}\int_V Y_{d_i} dV \; et \; \bar{Y}_{d_i} < Y_{d_i}^{max}$$

Si l'évolution de l'endommagement est brutale, ce critère est équivalent à un critère en contrainte maximale moyennée sur V.

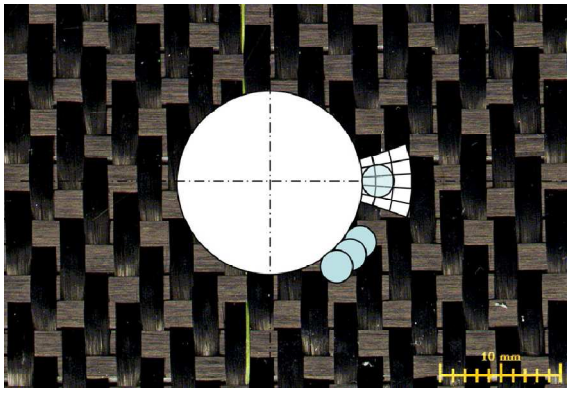


Fig. 4.8 – Critère non local basé sur un volume caractéristique à l'échelle du pli

4.2.4. Application du critère du Point Stress aux stratifiés étudiés

Afin de vérifier la validité de ce critère dans le cas de stratifiés tissés et plus particulièrement dans le cas de stratifiés à matrice thermoplastique, le critère du point stress a été appliqué aux différents matériaux. En suivant la démarche explicitée au paragraphe 2.1.1, il s'agit d'une méthode en plusieurs étapes qui permet de calculer la contrainte à rupture des stratifiés troués. Pour pouvoir déterminer la distance critique d'un matériau stratifié, il est tout d'abord nécessaire de préciser les propriétés élastiques du stratifié orthotrope équivalent : E_{xx}, E_{yy}, G_{xy} et ν_{xy} (cf. Tab. 4.8). Pour chaque matériau, ces propriétés sont calculées, au moyen du logiciel Lamkit développé par EADS, à partir des propriétés élastiques du pli élémentaire données dans Tab. 4.7.

	Carbone/Epoxy	Carbone/PPS	Carbone/PEEK*
E_1 (GPa)	63.3	56,5	59,4
E_2 (GPa)	63.3	59,3	59,1
G_{12}(GPa)	5,1	4,08	4,04
ν_{12}	0,04	0,04	0,04
X_t(MPa)	690	702	716
Y_t(MPa)	690	718	713
S(MPa)	120	115	147

Tab. 4.7 – Propriétés mécaniques à température ambiante du pli élémentaire pour chaque matériau étudié (* : valeurs fournisseur)

	E_{xx} (GPa)	E_{yy} (GPa)	G_{xy} (GPa)	ν_{xy}
Carbone/Epoxy	46,18	46,18	17,76	0,299
Carbone/PPS	43,78	45,28	14,25	0,258
Carbone/PEEK	45,55	45,39	14,48	0,266

Tab. 4.8 – Propriétés élastiques du stratifié orthotrope équivalent à température ambiante

A partir des valeurs expérimentales de résistance à rupture des stratifiés lisses et troués regroupées dans Tab. 4.9, on obtient une distance critique expérimentale d_0.

	$\sigma_{lisse}^{exp.}$(MPa)	$\sigma_{brute}^{exp.}$(MPa)	d_0 (mm)
Carbone/époxy	532	276	1,012
Carbone/PPS	514	255	0,547
Carbone/PEEK	494	265	0,659

Tab. 4.9 – Résistance à rupture des stratifiés lisses et troués à température ambiante – Distance critique correspondante

En utilisant le critère de Tsai-Hill et les propriétés mécaniques indiquées dans Tab. 4.7, on peut calculer la contrainte à rupture théorique $\sigma_{lisse}^{calculée}$ pour la séquence d'empilement considérée i.e. [0/45/0/45/0/45/0] (cf. Tab. 4.9). A partir de cette valeur et de la valeur de la distance critique d_0 relative à chaque matériau, le critère du Point Stress permet enfin de calculer la contrainte à rupture du stratifié troué $\sigma_{brute}^{calculée}$. L'erreur relative, obtenue pour cette valeur calculée par rapport à la valeur expérimentale, montre que cette méthode de dimensionnement des stratifiés troués est relativement précise pour des stratifiés présentant un drapage quasi-isotrope i.e. un comportement mécanique de type élastique-fragile. Déjà largement éprouvé avec les composites à matrice thermodurcissable, il s'avère que le critère du Point Stress peut être utilisé pour le dimensionnement des stratifiés troués à renfort tissé. Avec un drapage quasi-isotrope pour les résines thermoplastiques notamment, le caractère ductile ne peut s'exprimer, ce qui permet d'appliquer le critère du Point Stress aux stratifiés tissés à matrice thermoplastique.
Afin de généraliser la valeur de la distance critique à un type de matériau donné, il est nécessaire de réaliser des essais sur des stratifiés avec d'autres drapages pour déterminer les valeurs d_0 correspondantes et retenir une seule valeur significative (en général la plus faible). C'est la principale limite de cette méthode : elle est coûteuse en essais car elle dépend du drapage et du diamètre du trou. Elle est toutefois encore largement utilisée en raison de sa simplicité et de sa précision.

	$\sigma_{lisse}^{calculée}$ (MPa)	$\sigma_{brute}^{calculée}$ (MPa)	E.R. (%)
Carbone/époxy	443	273	+4,2
Carbone/PPS	484	244	-4,5
Carbone/PEEK	490	263	-0,8

Tab. 4.10 – Prédiction à température ambiante de la résistance du stratifié lisse par le critère de Tsai-Hill et de la résistance du stratifié troué par le critère du Point Stress et erreur relative par rapport à l'expérience

4.3. Comportement élasto-plastique orthotrope de stratifiés tissés à matrice thermoplastique à haute température

Sur la base des résultats présentés dans le chapitre précédent, une étude numérique du comportement en température de stratifiés à matrice thermoplastique PolyPhenyleSulfide (PPS) renforcée par un tissu de fibres de carbone a été réalisée sur des séquences d'empilement $[45]_7$ et [0/45/0/45/0/45/0]. Afin de mieux cerner les mécanismes de redistribution des contraintes s'opérant autour des trous dans ces matériaux composites à haute température, un modèle de plasticité anisotrope à un paramètre a été implémenté dans le code éléments finis Cast3m. La formulation de ce modèle phénoménologique est basée sur la thermodynamique des processus irréversibles avec variables internes et les lois constitutives du modèle dérivent d'un pseudo-potentiel de dissipation plastique anisotrope. Les résultats expérimentaux disponibles permettent de valider partiellement le modèle numérique développé. Ce modèle très simple fournit des informations quant à l'accommodation des contraintes dans les stratifiés troués avec des séquences d'empilement dont la réponse mécanique est plus ou moins dominée par le comportement viscoplastique de la résine PPS.

4.3.1. Modèle de plasticité anisotrope à un paramètre

Pour rendre compte du comportement élasto-plastique de composites à renfort unidirectionnel (UD), de nombreux auteurs ont exploité le modèle phénoménologique de plasticité à un paramètre développé par Sun et Chen pour des matériaux composites UD bore/aluminium [SUN89] [SUN91]. Le paramètre unique suffit à traduire la part d'anisotropie dans l'écoulement plastique. Basés sur ce modèle, ces différents modèles macroscopiques dérivent de la plasticité ou de la viscoplasticité classique et permettent de représenter le comportement non-linéaire de matériaux composites stratifiés sollicités hors axes des fibres [SUN92][CHE93][XIE95][WEE98][KAW01][KAW03][DEN04][DIN05a][DIN05b][DIN06] et possédant une matrice au comportement plus ou moins ductile. Ainsi, cette approche a été mise à profit et validée pour simuler le comportement non-linéaire de différents types de stratifiés à matrice thermodurcissable [SUN89][XIE95][OGI02][REI06] (carbone/époxy UD, verre/époxy tissé) et plus largement de stratifiés UD à matrice thermoplastique hautes performances telle que le PEEK [SUN92][CHE93][WEE98][KAW01][KAW03][DIN05a] [DIN05b][DIN06] ou le PPS [DEN04]. On peut également préciser que ce modèle n'a pas

encore été mis en œuvre pour simuler la réponse de stratifiés à plis tissés et à matrice thermoplastique. Dans la continuité de ces travaux, Winn et al. ont examiné la précision de ce modèle à un paramètre pour les composites UD [WIN01]. Cette étude a permis de constater que ce modèle est relativement précis pour décrire le comportement d'un pli UD mais n'est pas adapté pour simuler la réponse jusqu'à la rupture d'un stratifié sollicité hors axes des fibres dans la mesure où le modèle ne prend pas en compte les mécanismes d'endommagement spécifiques des stratifiés (microfissurations dans la direction transverse au chargement, délaminage). Cependant, une identification du paramètre d'anisotropie plastique faite sur un large éventail d'orientations hors axes des fibres permet d'obtenir des résultats avec une précision acceptable. Enfin, plus récemment, Yokozeki et al. ont étendu le modèle de plasticité à un paramètre pour intégrer la dépendance au sens de chargement (traction ou compression) du comportement de composites UD carbone/époxy [YOK07]. En résumé, les différentes approches proposées dans ces travaux s'accordent sur la simplicité de ce modèle (peu de paramètres à identifier), sa précision et sa validité par rapport aux résultats expérimentaux. Pour ces raisons, ce modèle a été étendu au cas des stratifiés à plis tissés pour comparer la distribution des contraintes autour du trou dans des stratifiés C/PPS possédant des séquences d'empilement favorisant, soit le comportement ductile de la matrice, soit le comportement fragile des fibres. De plus, la dépendance de certains paramètres avec la température doit à terme permettre de prendre en compte l'influence de la température sur le comportement ductile du stratifié et également sur le gradient des contraintes dans les stratifiés troués.

4.3.2. Lois constitutives du modèle

Compte tenu de la géométrie de plaque mince des stratifiés étudiés (contrainte normale nulle), on adopte, sous l'hypothèse de contraintes planes, la restriction 2D (1 : direction des fibres sens chaîne – 2 : direction des fibres sens trame) du modèle 3D proposé par Chen et al. [XIE95] pour des stratifiés UD. La restriction 2D est basée sur la fonction générale d'écoulement orthotrope proposée initialement par Hill [HIL50] :

$$2.\mathrm{f}(\boldsymbol{\sigma},\mathrm{p},\mathrm{T}) = (\sigma_{22}^2 + 2\mathrm{N}.\sigma_{12}^2) - \sigma_0^2(\mathrm{p},\mathrm{T}) = \bar{\boldsymbol{\sigma}}^{\mathbf{2}} - \sigma_0^2(\mathrm{p},\mathrm{T}) \qquad \text{(eq. 1)}$$

Dans cette expression :
$\boldsymbol{\sigma}$ est le tenseur des contraintes de Cauchy dans le repère d'orthotropie,
$\bar{\boldsymbol{\sigma}} = \sqrt{\boldsymbol{\sigma}:\mathbf{H}:\boldsymbol{\sigma}}$ est la contrainte équivalente avec $\mathbf{H}$ tenseur symétrique orthotrope de Hill,
$\mathrm{p} = \bar{\boldsymbol{\varepsilon}}^{\mathrm{p}}$ est la déformation plastique cumulée,
T représente la température,
N (classiquement appelé a_{66} dans les références précédemment citées) est le paramètre traduisant l'anisotropie de l'écoulement plastique, $\sigma_0(\mathrm{p},\mathrm{T}) = \tau_y(\mathrm{T}) + \mathrm{a}(\mathrm{T}).\mathrm{p}^{\mathrm{b}}$ représente la contrainte seuil où $\tau_y(\mathrm{T})$ est la limite d'élasticité (fonction de la température) et $\mathrm{a}(\mathrm{T})$ est un paramètre matériau dépendant de la température selon une loi d'activation thermique de type Arrhenius $\mathrm{a}(\mathrm{T}) = \mathrm{e}^{\alpha.\mathrm{T}+\beta}$ valable pour des matériaux composites à matrice organique dans l'état vitreux (i.e. pour $\mathrm{T} \leq \mathrm{T_g}$). La loi d'Arrhenius est généralement utilisée pour rendre compte de l'effet de la température sur le comportement mécanique des polymères [AUD07]. Enfin, l'exposant b est un paramètre matériau supposé indépendant de la température.

A partir des résultats expérimentaux, on constate que le comportement plastique n'est pas observé pour des sollicitations selon l'axe des fibres (chaîne et trame). La composante σ_{22} n'intervient donc pas dans l'écoulement plastique au même titre que la composante σ_{11}. En

d'autres termes, seule une sollicitation hors axes des fibres peut induire une déformation plastique du stratifié et le paramètre d'anisotropie N, supposé constant, est directement identifié à partir d'essais de traction hors axes. Ainsi, pour un stratifié tissé, la fonction d'écoulement plastique s'écrit simplement :

$$2.\,f(\boldsymbol{\sigma}, p, T) = \boldsymbol{\sigma}:\mathbf{H}:\boldsymbol{\sigma} - \sigma_0^2(p, T) = 2N.\,\sigma_{12}^2 - \sigma_0^2(p, T) \qquad \text{(eq. 2)}$$

En première approximation, on se place dans le cadre de petites perturbations, ce qui constitue une hypothèse forte dans la mesure où des essais hors axes peuvent induire des déformations totales de l'ordre d'une dizaine de %. Ainsi et selon une approche classique en élasto-plasticité, la déformation totale $\boldsymbol{\varepsilon}$ peut se décomposer en une partie élastique $\boldsymbol{\varepsilon}^e$ et une partie plastique $\boldsymbol{\varepsilon}^p$:

$$\boldsymbol{\varepsilon} = \boldsymbol{\varepsilon}^e + \boldsymbol{\varepsilon}^p \qquad \text{(eq. 3)}$$

L'inégalité de Clausius-Duhem permet d'une part d'obtenir la loi d'état :

$$\dot{\boldsymbol{\sigma}} = \mathbf{C} : \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^e = \mathbf{C} :(\dot{\boldsymbol{\varepsilon}} - \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^p) \qquad \text{(eq. 4)}$$

Avec $\mathbf{C}$ tenseur de comportement élastique et d'autre part les lois d'évolution plastique :

$$\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^p = \dot{\lambda}\frac{\partial f}{\partial \boldsymbol{\sigma}} = \dot{\lambda}\mathbf{H}:\boldsymbol{\sigma}$$

$$\dot{p} = \dot{\lambda}\bar{\sigma} = \dot{\lambda}\sqrt{\boldsymbol{\sigma}:\mathbf{H}:\boldsymbol{\sigma}} \qquad \text{(eq. 5)}$$

Où $\dot{\lambda}$ est un multiplicateur de Lagrange qui est obtenu à partir de la condition de cohérence $\dot{f} = 0$.
Ces lois d'évolution peuvent être intégrées numériquement au moyen de méthodes implicites par le biais de la règle du mi-point généralisée.

4.3.3. Intégration numérique des lois d'évolution : la règle du mi-point généralisée

Pour les lois constitutives élasto-dissipatives établies précédemment, le problème qui se pose sur chaque incrément correspondant à deux instants distincts t_n et t_{n+1} est d'intégrer entre ces deux instants la quantité $\dot{\lambda}.\,h(\sigma)$ avec $\dot{\lambda} \geq 0$ et $\sigma = \sigma(t)$:

$$\Delta\boldsymbol{\varepsilon} = \int_{t_n}^{t_{n+1}} \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}\mathrm{d}t$$

$$\Delta\boldsymbol{\varepsilon}^p = \int_{t_n}^{t_{n+1}} \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^p\mathrm{d}t$$

Pour réaliser cette intégration temporelle, dans le cas unidimensionnel, on utilise le théorème des valeurs intermédiaires qui s'énonce de la manière suivante. Soit f une fonction scalaire continue positive et g une fonction scalaire continue alors :

Il existe un instant $t_{n+\beta}$ (avec $\beta \in [0,1]$) appartenant à l'intervalle $[t_n, t_{n+1}]$ tel que :

$$\int_{t_n}^{t_{n+1}} f(t)g(t)\mathrm{d}t = g(t_{n+\beta})\int_{t_n}^{t_{n+1}} f(t)\mathrm{d}t$$

En effet, f étant positive et g continue, on a :

$$\mathrm{Min(g)}.\int_{t_n}^{t_{n+1}} f(t)\,\mathrm{dt} \leq \int_{t_n}^{t_{n+1}} f(t)g(t)\mathrm{dt} \leq \mathrm{Max(g)}.\int_{t_n}^{t_{n+1}} f(t)\mathrm{dt}$$

En posant f=$\dot{\lambda}$ et g=h, il vient alors :

$$\int_{t_n}^{t_{n+1}} \dot{\lambda}.\,\mathrm{h}(\sigma(t))\mathrm{dt} = \mathrm{h}\left(\sigma\left(t_{n+\beta}\right)\right)\int_{t_n}^{t_{n+1}} \dot{\lambda}\mathrm{dt} = \Delta\lambda.\,\mathrm{h}\left(\sigma\left(t_{n+\beta}\right)\right) \qquad , \beta \in [0,1]$$

Avec :

$\sigma\left(t_{n+\beta}\right) = \sigma(t_n + \beta\Delta t) = \sigma_n + \beta\Delta\sigma$

$\Delta\sigma = \sigma_{n+1} - \sigma_n$

$\Delta t = t_{n+1} - t_n$

Cette intégration temporelle correspond au schéma d'intégration dit du « mi-point ». Cependant, le théorème des valeurs intermédiaires, sur lequel repose ce schéma, est généralisé au cas des fonctions à variables tensorielles :

$$\int_{t_n}^{t_{n+1}} \dot{\lambda}.\,\mathrm{h}(\boldsymbol{\sigma})\mathrm{dt} = \Delta\lambda.\,\mathrm{h}\left(\boldsymbol{\sigma}_{n+\beta}\right) \qquad , \beta \in [0,1]$$

La méthode du mi-point généralisée est incondionnellement B-stable pour $\beta \geq 0.5$ [SIM91] et sa précision est optimale pour $\beta = 0.5$. Cependant, pour des incréments importants, cette précision tend vers celle d'une intégration purement implicite $\beta = 1$ [BOU94] qui présente l'avantage d'être particulièrement simple à mettre en œuvre. C'est ce schéma d'intégration implicite, également appelé Euler arrière, qui a été utilisé pour obtenir les lois incrémentales du modèle élasto-plastique orthotrope adopté.

4.3.4. Formulation discrète pour une analyse par Eléments Finis

La formulation discrète d'un modèle élasto-plastique anisotrope du comportement de stratifiés thermoplastiques à plis tissés suggère l'utilisation d'un schéma classique de prédiction-correction (algorithme de retour radial) pour déterminer l'état des contraintes dans le matériau. Les lois constitutives du comportement sont discrétisées en utilisant un schéma d'intégration temporelle (règle du mi-point généralisée) puis implémentées dans le code E.F. Cast3m. Dans le cadre d'une méthode incrémentale associée au schéma itératif de Newton, le problème consiste à actualiser l'état du matériau $(\boldsymbol{\sigma}_n, p_n)$ à partir de l'incrément de déformation totale $\Delta\boldsymbol{\varepsilon}$ (problème à déplacement imposé) sur un intervalle de temps $[t_n, t_{n+1}]$:

$$(\boldsymbol{\sigma}_n, p_n) \quad + \quad \Delta\boldsymbol{\varepsilon} \quad \rightarrow \quad (\boldsymbol{\sigma}_{n+1}, p_{n+1}) \qquad \text{(eq. 6)}$$

Où $(.)_n$ et $(.)_{n+1}$ représentent respectivement les quantités en début d'incrément t_n et en fin d'incrément t_{n+1}. Les relations entre ces quantités sont obtenues à partir des équations constitutives du modèle établies précédemment (eq. 4 et eq. 5). Le schéma d'intégration implicite de type Euler arrière appliqué à (eq. 4) sur l'intervalle de temps $[t_n, t_{n+1}]$ permet d'écrire la relation contrainte-déformation suivante dans le repère d'orthotropie de chaque pli du stratifié :

$$\boldsymbol{\sigma}_{n+1} = \boldsymbol{\sigma}^*_{n+1} - \mathbf{C} : \Delta\boldsymbol{\varepsilon}^p \qquad \text{(eq. 7)}$$

Où $\boldsymbol{\sigma}^{*}_{n+1} = \boldsymbol{\sigma}_n + \mathbf{C} : \Delta\boldsymbol{\varepsilon}$ est l'état de contrainte d'essai élastique. L'intégration de (eq. 5) donne alors les lois d'évolution plastique incrémentales :

$$\Delta\boldsymbol{\varepsilon}^{p} = \boldsymbol{\varepsilon}^{p}_{n+1} - \boldsymbol{\varepsilon}^{p}_{n} = \Delta\lambda \mathbf{H} : \boldsymbol{\sigma}_{n+1}$$

$$\Delta p = p_{n+1} - p_n = \Delta\lambda \bar{\boldsymbol{\sigma}}_{n+1} = \Delta\lambda \sqrt{\boldsymbol{\sigma}_{n+1} : \mathbf{H} : \boldsymbol{\sigma}_{n+1}} \qquad \text{(eq. 8)}$$

La combinaison de ces équations (eq. 7 et eq. 8) permet alors de déterminer l'état de contrainte à la fin de l'incrément t_{n+1} dans le repère d'orthotopie de chaque pli du stratifié :

$$\boldsymbol{\sigma}_{n+1} = \mathbf{G}^{-1} : \boldsymbol{\sigma}^{*}_{n+1} \quad \text{(eq. 9)}$$

Où $\mathbf{G} = \mathbf{I} + \Delta\lambda \mathbf{CH}$ est l'opérateur de correction des contraintes avec $\mathbf{I}$ tenseur d'identité d'ordre 4.

L'équation non-linéaire obtenue peut être résolue au moyen d'un schéma itératif de Newton qui permet de calculer l'incrément du multiplicateur de plasticité à l'itération $i + 1$:

$$\Delta\lambda_{i+1} = \Delta\lambda_i - f(\Delta\lambda_i).\left(\frac{\partial f}{\partial \Delta\lambda}\right)^{-1}_{i} \qquad \text{(eq. 10)}$$

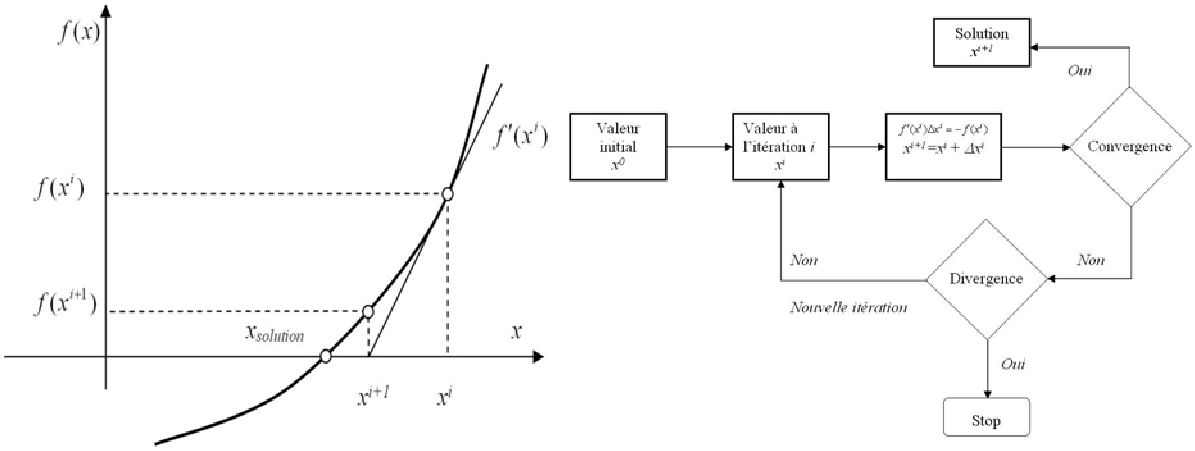


Fig. 4.9 – Méthode de résolution itérative de Newton

4.3.4.1. Calcul de l'incrément du multiplicateur de plasticité $\Delta\lambda$

L'incrément de multiplicateur de plasticité $\Delta\lambda$ est déterminé en forçant la condition d'écoulement à la fin du pas de chargement $f(\boldsymbol{\sigma}_{n+1}, p_{n+1}, T) = 0$ (eq. 2) :

$$2.f(\Delta\lambda) = \boldsymbol{\sigma}_{n+1} : \mathbf{H} : \boldsymbol{\sigma}_{n+1} - \sigma_0^2(p_{n+1}, T)$$

On en déduit :

$$\frac{\partial f}{\partial \Delta\lambda} = \left(\frac{\partial \boldsymbol{\sigma}_{n+1}}{\partial \Delta\lambda}\right) : \mathbf{H} : \boldsymbol{\sigma}_{n+1} - \sigma_0(p_{n+1}, T)\frac{\partial \sigma_0(p_{n+1}, T)}{\partial p_{n+1}}\frac{\partial p_{n+1}}{\partial \Delta\lambda} \qquad \text{(eq. 11)}$$

Plusieurs termes doivent être explicités dans cette expression. Tout d'abord, compte-tenu de la relation (eq. 9), on obtient :

$$\frac{\partial \boldsymbol{\sigma}_{n+1}}{\partial \Delta\lambda} = \frac{\partial\left(\mathbf{G}^{-1} : \boldsymbol{\sigma}^{*}_{n+1}\right)}{\partial \Delta\lambda} = \frac{\partial\left[(\mathbf{I} + \Delta\lambda \mathbf{CH})^{-1}\right]}{\partial \Delta\lambda} : \boldsymbol{\sigma}^{*}_{n+1} = -\mathbf{G}^{-1}(\mathbf{CH})\mathbf{G}^{-1} : \boldsymbol{\sigma}^{*}_{n+1} \qquad \text{(eq. 12)}$$

D'autre part, à la fin du pas de chargement, la condition d'écoulement (eq. 2) donne :

$$\sigma_0(p_{n+1}, T) = \sqrt{\boldsymbol{\sigma}_{n+1} : \mathbf{H} : \boldsymbol{\sigma}_{n+1}} = \sqrt{(\mathbf{G^{-1}} : \boldsymbol{\sigma}^*_{n+1}) : \mathbf{H} : (\mathbf{G^{-1}} : \boldsymbol{\sigma}^*_{n+1})} \quad \text{(eq. 13)}$$

Ensuite :

$$\frac{\partial \sigma_0(p_{n+1}, T)}{\partial p_{n+1}} = \frac{\partial [\tau_y(T) + a(T).{p_{n+1}}^b]}{\partial p_{n+1}} = a(T).{p_{n+1}}^{b-1} \qquad \text{(eq. 14)}$$

Enfin, la relation (eq. 8) permet d'écrire :

$$\begin{aligned}\frac{\partial p_{n+1}}{\partial \Delta\lambda} &= \frac{\partial \left(p_n + \Delta\lambda \sqrt{\boldsymbol{\sigma}_{n+1} : \mathbf{H} : \boldsymbol{\sigma}_{n+1}}\right)}{\partial \Delta\lambda} = \sqrt{\boldsymbol{\sigma}_{n+1} : \mathbf{H} : \boldsymbol{\sigma}_{n+1}} + \Delta\lambda \frac{\partial \left[\sqrt{\boldsymbol{\sigma}_{n+1} : \mathbf{H} : \boldsymbol{\sigma}_{n+1}}\right]}{\partial \Delta\lambda} \\ &= \sqrt{\boldsymbol{\sigma}_{n+1} : \mathbf{H} : \boldsymbol{\sigma}_{n+1}} + \frac{\Delta\lambda}{\sqrt{\boldsymbol{\sigma}_{n+1} : \mathbf{H} : \boldsymbol{\sigma}_{n+1}}} \left(\frac{\partial \boldsymbol{\sigma}_{n+1}}{\partial \Delta\lambda}\right) : \frac{\partial \left[\sqrt{\boldsymbol{\sigma}_{n+1} : \mathbf{H} : \boldsymbol{\sigma}_{n+1}}\right]}{\partial \boldsymbol{\sigma}_{n+1}} \\ &= \sqrt{\boldsymbol{\sigma}_{n+1} : \mathbf{H} : \boldsymbol{\sigma}_{n+1}} + \frac{\Delta\lambda}{\sqrt{\boldsymbol{\sigma}_{n+1} : \mathbf{H} : \boldsymbol{\sigma}_{n+1}}} \left(\frac{\partial \boldsymbol{\sigma}_{n+1}}{\partial \Delta\lambda}\right) : \mathbf{H} : \boldsymbol{\sigma}_{n+1}\end{aligned}$$

La relation (eq. 13) permet de simplifier l'écriture de l'expression précédente :

$$\frac{\partial p_{n+1}}{\partial \Delta\lambda} = \sigma_0(p_{n+1}, T) + \frac{\Delta\lambda}{\sigma_0(p_{n+1}, T)} \left(\frac{\partial \boldsymbol{\sigma}_{n+1}}{\partial \Delta\lambda}\right) : \mathbf{H} : \boldsymbol{\sigma}_{n+1} \quad \text{(eq. 15)}$$

En reportant la relation (eq.15) dans la relation (eq. 11), l'expression de $\frac{\partial f}{\partial \Delta\lambda}$ devient :

$$\begin{aligned}\frac{\partial f}{\partial \Delta\lambda} = \frac{\partial \boldsymbol{\sigma}_{n+1}}{\partial \Delta\lambda} &: \mathbf{H} : \boldsymbol{\sigma}_{n+1} \\ &- \sigma_0(p_{n+1}, T) \frac{\partial \sigma_0(p_{n+1}, T)}{\partial p_{n+1}} \left[\sigma_0(p_{n+1}, T) + \frac{\Delta\lambda}{\sigma_0(p_{n+1}, T)} \left(\frac{\partial \boldsymbol{\sigma}_{n+1}}{\partial \Delta\lambda}\right) : \mathbf{H} : \boldsymbol{\sigma}_{n+1}\right]\end{aligned}$$

En factorisant, on obtient alors :

$$\frac{\partial f}{\partial \Delta\lambda} = \frac{\partial \boldsymbol{\sigma}_{n+1}}{\partial \Delta\lambda} : \mathbf{H} : \boldsymbol{\sigma}_{n+1} \left[\mathbf{1} - \Delta\lambda \frac{\partial \sigma_0(p_{n+1}, T)}{\partial p_{n+1}}\right] - [\sigma_0(p_{n+1}, T)]^2 \frac{\partial \sigma_0(p_{n+1}, T)}{\partial p_{n+1}}$$

Finalement, les relations (eq. 12) et (eq. 14) donnent :

$$\begin{aligned}\frac{\partial f}{\partial \Delta\lambda} = &-[\mathbf{G^{-1}}(\mathbf{CH})\mathbf{G^{-1}} : \boldsymbol{\sigma}^*_{n+1}] : \mathbf{H} : [\mathbf{G^{-1}} : \boldsymbol{\sigma}^*_{n+1}] \left[\mathbf{1} - \Delta\lambda . a(T) . {p_{n+1}}^{b-1}\right] \\ &-[\sigma_0(p_{n+1}, T)]^2 . a(T) . {p_{n+1}}^{b-1} \qquad \text{(eq. 16)}\end{aligned}$$

4.3.4.2. Algorithme de retour radial : schéma prédicteur-correcteur

On adopte un schéma classique de prédiction-correction pour le calcul de l'état des contraintes en fin de pas de chargement. Cet algorithme, également appelé algorithme de retour sur la surface de charge, consiste à effectuer une première étape de prédiction élastique suivie éventuellement d'une seconde étape de correction inélastique pour restaurer la cohérence avec le critère de charge.

Prédiction élastique

Dans cette étape, on suppose que le comportement du matériau est élastique. On vérifie alors que l'état de contrainte d'essai élastique calculé $\boldsymbol{\sigma}^*_{n+1} = \boldsymbol{\sigma}_n + \mathbf{C} : \Delta\boldsymbol{\varepsilon}$ satisfait l'inégalité

$f(\boldsymbol{\sigma}^*_{n+1}, p, T) \leq 0$. Si cette condition est vérifiée alors le matériau se situe effectivement dans le domaine élastique. L'état du matériau en fin d'incrément est défini par :

$$\begin{aligned} \boldsymbol{\sigma}_{n+1} &= \boldsymbol{\sigma}^*_{n+1} = \boldsymbol{\sigma}_n + \mathbf{C} : \Delta\boldsymbol{\varepsilon} \\ p_{n+1} &= p_n \end{aligned} \qquad \text{(eq. 17)}$$

Par contre, lorsque $f(\boldsymbol{\sigma}^*_{n+1}, p, T) > 0$ alors le critère est violé et il est nécessaire de corriger l'état de contrainte d'essai élastique $\boldsymbol{\sigma}^*_{n+1}$.

Correction plastique

Dans cette étape, on procède à la correction de l'état de contrainte d'essai élastique $\boldsymbol{\sigma}^*_{n+1}$ afin de restaurer la condition d'écoulement $f(\boldsymbol{\sigma}_{n+1}, p_{n+1}, T) = 0$ en effectuant un retour sur la surface de charge**.** On utilise alors la relation (eq. 7) afin d'obtenir un état de contrainte $\boldsymbol{\sigma}_{n+1}$ satisfaisant cette condition :

$$\begin{aligned} \boldsymbol{\sigma}_{n+1} &= \boldsymbol{\sigma}^*_{n+1} - \mathbf{C} : \Delta\boldsymbol{\varepsilon}^p \quad \text{avec} \quad \Delta\boldsymbol{\varepsilon}^p = \Delta\lambda \mathbf{H} : \boldsymbol{\sigma}_{n+1} \\ p_{n+1} &= p_n + \Delta\lambda \sqrt{\boldsymbol{\sigma}_{n+1} : \mathbf{H} : \boldsymbol{\sigma}_{n+1}} \end{aligned} \qquad \text{(eq. 18)}$$

En résumé, l'état de contrainte de prédiction élastique $\boldsymbol{\sigma}^*_{n+1}$ est ramené sur la surface de charge en fin d'incrément f_{n+1} par la projection suivant la normale à la surface de charge $\frac{\partial f}{\partial \boldsymbol{\sigma}} = \mathbf{H} : \boldsymbol{\sigma}_{n+1}$ (cf. Fig. 4.9). L'incrément du multiplicateur de plasticité $\Delta\lambda$ est alors obtenu par la méthode itérative présentée précédemment.

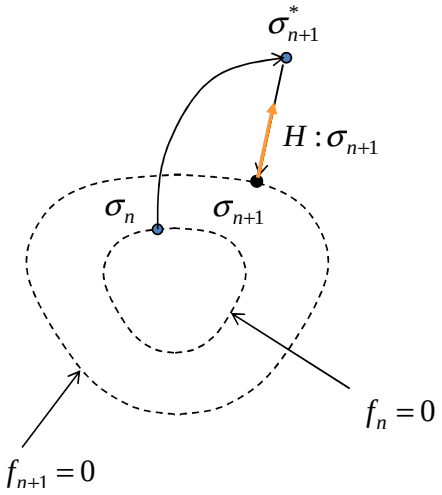


Fig. 4.10 – Interprétation géométrique du retour sur la surface de charge par la méthode du mi-point généralisée dans le cas d'une intégration implicite

4.3.5. Identification des paramètres du modèle

Afin de pouvoir simuler, par exemple, la réponse de stratifiés troués soumis à une sollicitation en traction et possédant n'importe quel drapage, il est nécessaire d'identifier plusieurs paramètres. Tout d'abord, il faut connaître les propriétés élastiques du pli élémentaire qui sont obtenues à partir d'essais de traction sur des stratifiés avec des séquences d'empilement $[0]_7$ et $[45]_7$. Dans la mesure où le comportement du pli élémentaire, orienté à 0° par rapport à la direction de chargement, est dominé par le comportement du renfort tissé à fibres de carbone dont la réponse mécanique est indépendante de la température (cf. chapitre expérimental), on peut considérer que les modules E_{11} et E_{22} ainsi que le coefficient de

Poisson ν_{12} sont indépendants de la température. Compte-tenu du caractère équilibré du tissu dans les directions chaîne et trame, on suppose que la rigidité est identique dans ces deux directions. Le tableau (cf. Tab. 4.11) regroupe les propriétés mécaniques dans le plan (1-2) et dans le repère d'orthotropie d'un pli élémentaire tissé en carbone/PPS à température ambiante.

E_{11} (Gpa)	E_{22} (Gpa)	ν_{12}
56.5	56.5	0.042

Tab. 4.11 – Propriétés mécaniques dans l'axe des fibres d'un pli élémentaire tissé C/PPS à température ambiante

Cependant, le comportement du pli élémentaire, orienté à 45° par rapport à la direction de chargement, est dominé par le comportement viscoplastique de la résine PPS amplifié par une augmentation de température (cf. chapitre expérimental). Le Tab. 4.12 permet d'observer l'évolution avec la température du module de cisaillement d'un pli élémentaire tissé en carbone/PPS.

	T.A.	90°C	120°C
G_{12} (Gpa)	4,083	2,718	1,35

Tab. 4.12 – Evolution avec la température du module de cisaillement plan d'un stratifié C/PPS

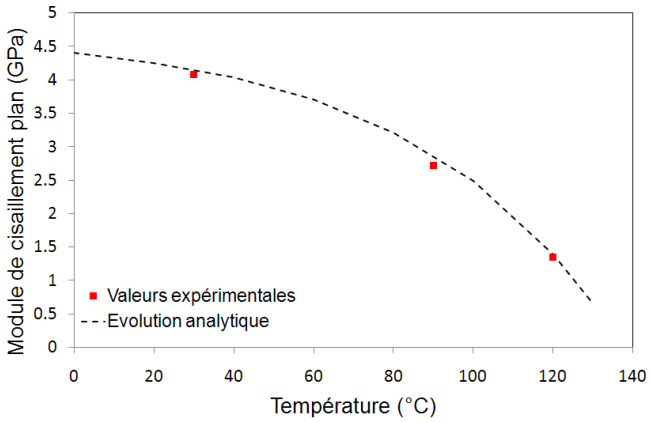


Fig. 4.11 – Evolution de G_{12} avec la température pour un stratifié tissé C/PPS $[45]_7$

Dans une gamme de température limitée à l'état vitreux et à la transition vitreuse (i.e. $T \in$ [20°C, 120°C] pour un stratifié C/PPS), une fonction analytique permet de déterminer l'évolution du module de cisaillement plan G_{12} avec la température (cf. Fig. 4.11) :

$$G_{12}(T) = 4{,}7 - 0{,}3 * \exp(0{,}02 * T)$$

Les paramètres spécifiques au modèle élasto-plastique anisotrope présenté auparavant peuvent alors être déterminés : $\tau_y(T)$, N, a(T) et b. Comme annoncé précédemment, la plasticité ne peut être induite que pour des sollicitations hors axes des fibres chaîne et trame. Dans l'absolu, il faut donc réaliser des essais de traction pour diverses températures et différents angles θ (formés par la direction des fibres sens chaîne et la direction de chargement). En effet, l'anisotropie de l'écoulement plastique, traduite par le paramètre N, est une caractéristique intrinsèque du matériau et ne doit pas dépendre de l'angle θ. Du point de vue expérimental, seule l'orientation $\theta = 45°$ a été testée dans la mesure où la séquence d'empilement des stratifiés testés dans cette étude ([0/45/0/45/0/45/0] et $[45]_7$) présentent

uniquement des plis hors axes avec cette orientation. Cette orientation est particulièrement significative car elle correspond à un couplage maximum entre traction et cisaillement. En outre, l'inflexion de la courbe force-déplacement (à environ 10mm) correspond à la rotation des fibres lors de cet essai. Cette rotation n'est pas prise en compte par le modèle et traduit une légère rigidification de l'éprouvette quand les fibres tendent à s'aligner avec la direction de chargement (cf. Fig. 4.11). Elle s'accompagne également d'un endommagement par délaminage important ainsi qu'une striction très marquée.

A partir d'essais de traction sur ces séquences d'empilement, les paramètres du modèle ont été identifiés. On doit ainsi être prudent quant à l'utilisation de ces paramètres pour simuler le comportement de n'importe quel drapage de stratifiés C/PPS. Pour généraliser au matériau C/PPS le caractère anisotrope de la plasticité, des essais hors axes sur des stratifiés avec différents angles θ devraient être effectués. Le premier paramètre à identifier est la limite d'élasticité en cisaillement plan $\tau_y(T)$. Ainsi les stratifiés avec un drapage $[45]_7$ ont permis d'identifier la limite d'élasticité axiale à 0,2% $\sigma_y(T)$ à partir d'essais de traction à différentes températures : T.A. – 90°C – 120°C (cf. Tab. 4.13).

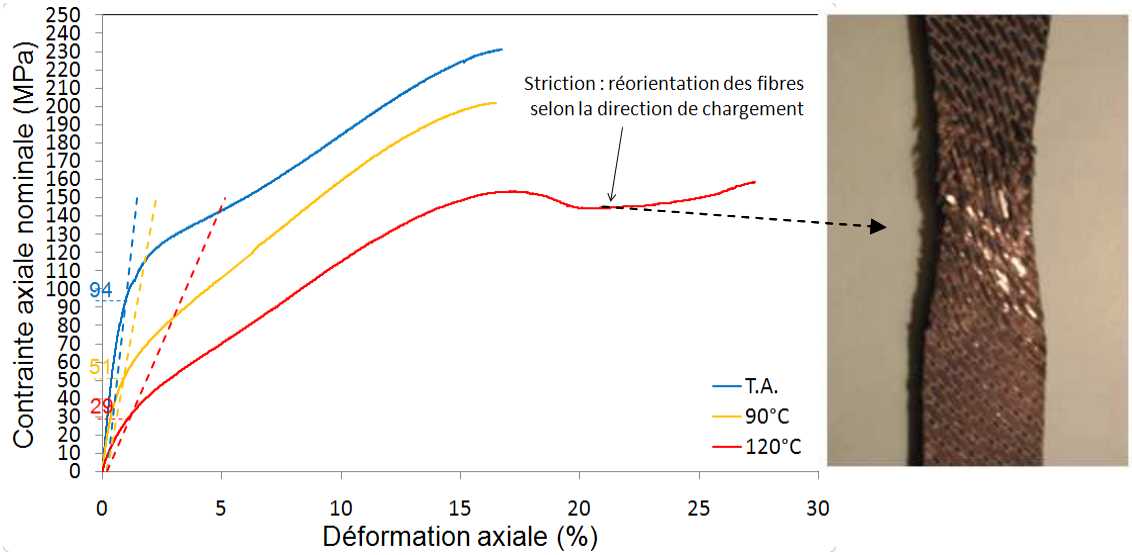


Fig. 4.12 – Identification de σ_y – limite d'élasticité axiale à 0,2% - à parti d'essais de traction sur des stratifiés tissés C/PPS $[45]_7$ à différentes températures

	T.A.	90°C	120°C
σ_y (Mpa)	94	51	29

Tab. 4.13 – Evolution de la limite d'élasticité axiale à 0,2%

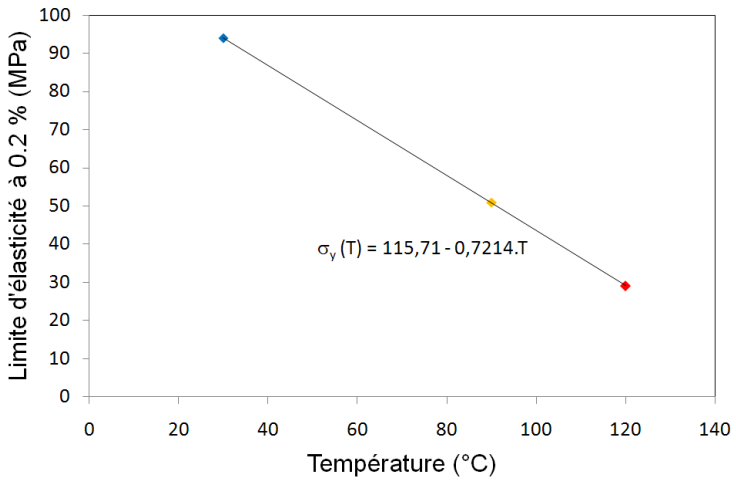


Fig. 4.13 – Evolution de σ_y en fonction de la température pour un stratifié tissé C/PPS $[45]_7$

L'évolution de la limite d'élasticité en cisaillement plan $\tau_y(T)$ (dans les axes principaux du pli) avec la température peut être approximée par une régression linéaire (cf. Fig. 4.13) :

$$\tau_y(T) = \frac{\sigma_y(T)}{2} = 57{,}855 - 0{,}361.T$$

A partir de cette limite d'élasticité, le paramètre N qui traduit l'anisotropie de l'écoulement plastique peut être identifié. Reprenant l'expression de la fonction de chargement formulée dans la relation (eq. 2), on peut écrire que, lorsque la plasticité débute (p=0) :

$$2N.\sigma_{12}^2 = \sigma_0^2(p,T) = \left[\tau_y(T)\right]^2$$

Soit encore :

$$\sqrt{2N}.\sigma_{12} = \tau_y(T)$$

Comme indiqué précédemment, N est une caractéristique intrinsèque du matériau et ne doit pas dépendre de l'angle d'orientation θ des fibres dans chaque pli. Du point de vue expérimental, la seule orientation hors axes des fibres étudiée est $\theta = 45°$. En d'autres termes, N ne peut être identifié que pour cette orientation ce qui limite la généralisation des paramètres pour la simulation de n'importe quelle séquence d'empilement. Cependant, dans l'attente de pouvoir identifier une valeur de N indépendante de l'orientation des fibres, l'orientation $\theta = 45°$ correspond à un couplage maximum entre traction et cisaillement. La plasticité dans les plis à $45°$ débute lorsque $\sigma_{12} = \tau_y(T)$ c'est-à-dire lorsque $N = 0{,}5$.

A partir de la relation (eq. 2), les paramètres $a(T)$ et b peuvent être identifiés en utilisant l'expression suivante :

$$2N.\sigma_{12}^2 = \left[\tau_y(T) + a(T).p^b\right]^2$$

Que l'on peut réécrire sous la forme suivante :

$$\sqrt{2N}.\sigma_{12} = \tau_y(T) + a(T).p^b$$

Soit encore :

$$\ln\left[\sqrt{2N}.\sigma_{12} - \tau_y(T)\right] = \ln\left[a(T).p^b\right]$$

Donc :

$$\ln\left[\sqrt{2N}.\sigma_{12} - \tau_y(T)\right] = \ln[a(T)] + b.\ln[p]$$

Et comme $a(T) = e^{\alpha.T+\beta}$, alors :

$$\ln\left[\sqrt{2N}.\sigma_{12} - \tau_y(T)\right] = \alpha.T + \beta + b.\ln[p]$$

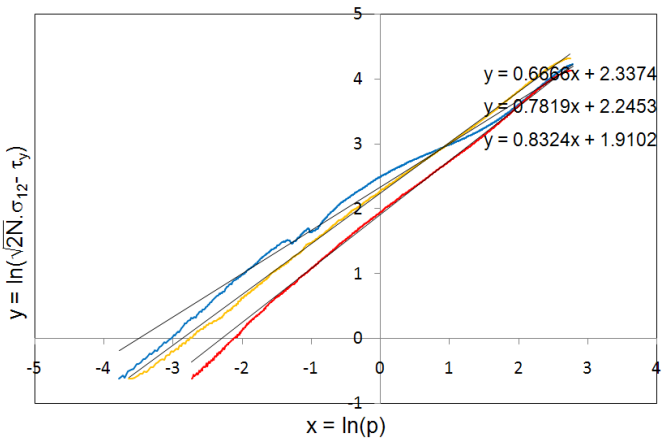


Fig. 4.14– Identification des paramètres a(T) et b à partir d'essais de traction sur des stratifiés tissés C/PPS $[45]_7$ à différentes températures

Pour chaque température, on peut alors tracer l'évolution de la fonction $y(x) = \ln\left[\sqrt{2N}.\sigma_{12} - \tau_y(T)\right] = \alpha.T + \beta + b.x$ où $x = \ln[p]$. En utilisant une régression linéaire sur chaque courbe, on obtient le tableau de valeurs suivant (cf. Tab. 4.14).

	T.A.	90°C	120°C
$\ln[a(T)] = \alpha.T + \beta$	2,3374	2,2453	1,9102
b	0,6666	0,7819	0,8324

Tab. 4.14 – Identification des paramètres a(T) et b pour des stratifiés tissés C/PPS

Le paramètre b est supposé indépendant de la température. La moyenne b=0,76 des valeurs précédentes peut alors être choisie pour les simulations numériques ultérieures du comportement de stratifiés C/PPS. Pour déterminer les coefficients α et β de la loi d'activation thermique, on peut faire une régression linéaire à partir des valeurs obtenues à différentes températures (cf. Fig. 4.14).

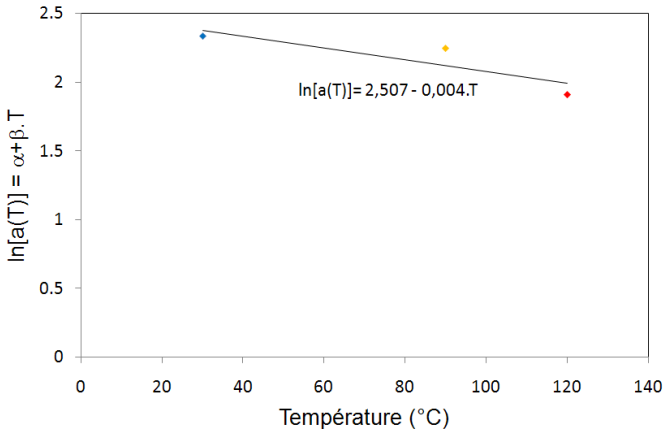


Fig. 4.15 – Identification du paramètre $a(T) = e^{\alpha.T+\beta}$ pour un stratifié tissé C/PPS

On obtient alors directement α et β tels que le paramètre $a(T)$ est donné par l'expression suivante :

$$a(T) = e^{(2,507-0,004.T)}$$

Les paramètres identifiés sont finalement reportés dans (cf. Tab. 4.15). A ce stade, ils permettent de rendre compte numériquement de l'influence de la température sur la redistribution des contraintes par accommodation plastique pour un stratifié à matrice thermoplastique dans une gamme de températures limitée à l'état vitreux et à la transition vitreuse i.e. $T \in [20°C, 120°C]$.

N	$\tau_y(T)$ (Mpa)	a(T)	b
0,5	57,855-0,361.T	$e^{(2,507-0,004.T)}$	0,76

Tab. 4.15 – Paramètres identifiés du modèle de comportement élasto-plastique orthotrope pour des stratifiés tissés C/PPS à une température T

A partir de ces paramètres, on peut vérifier leur cohérence en comparant les réponses expérimentales et numériques pour des stratifiés tissés carbone/PPS $[45]_7$ sollicités en traction à T.A., 90 et 120°C (cf. Fig. 4.15). On remarque que les réponses obtenues concordent de manière satisfaisante.

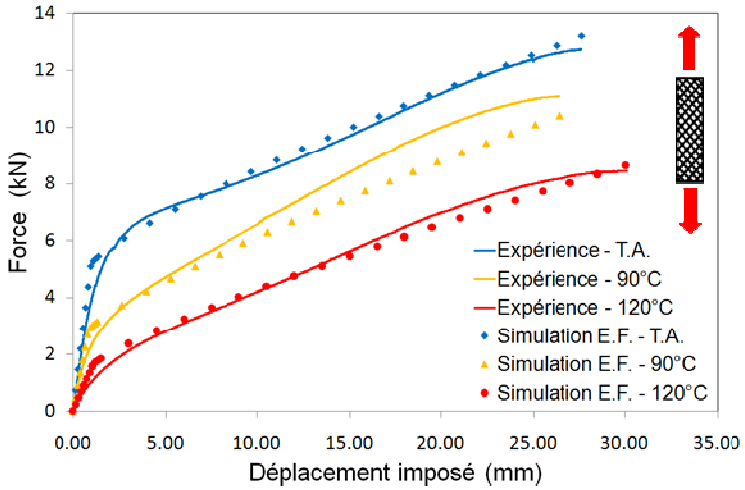


Fig. 4.16 – Comparaison des réponses expérimentales et numériques pour des stratifiés tissés C/PPS $[45]_7$ à différentes températures

4.3.6. Essais de simulation numérique : traction sur stratifié troué

L'essai de traction sur stratifié troué est intéressant car il est représentatif d'un état de contraintes 3D et constitue un premier pas vers la validation du modèle numérique quelle que soit la température ambiante. En raison de la symétrie du problème, un quart de plaque a été maillé par 3264 éléments de coque à 4 nœuds. Dans cette configuration, deux séquences d'empilement ont été simulées : [0/45/0/45/0/45/0] (quasi-isotrope) et [45]7 (plis croisés). La géométrie de l'éprouvette testée est identique à celle des essais expérimentaux correspondants : L=150 mm, l=24 mm et ϕ_{trou}= 4,8 mm.

4.3.6.1. Séquence d'empilement quasi-isotrope [0/45/0/45/0/45/0]

A T.A. et à 120°C, les simulations E.F. reproduisent bien les réponses expérimentales de type élastique-fragile d'un stratifié à drapage Q.I. (quasi-isotrope) (cf. Fig. 4.18a). Ces résultats sont cohérents dans la mesure où la réponse mécanique en traction de stratifiés à drapage quasi-isotrope est essentiellement gouvernée par le comportement mécanique en traction des fibres à 0° (57% des plis pour ce stratifié), lequel est quasi-indépendant de la température (cf. chapitre 3).

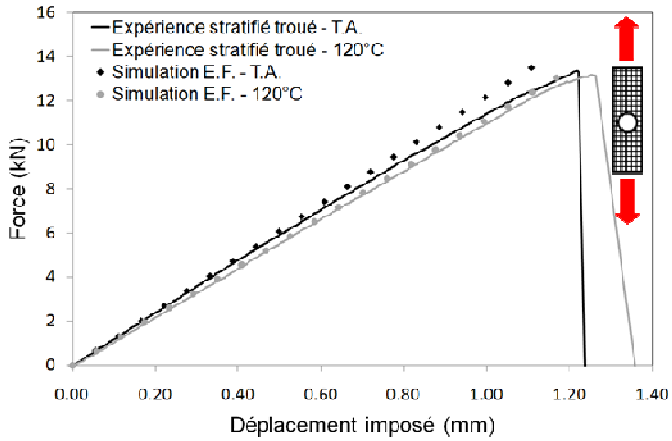


Fig. 4.17 – Comparaison des réponses expérimentales et numériques pour un stratifié tissé troué C/PPS quasi-isotrope à différentes températures

Les fibres à 0°, supportant principalement la charge mécanique appliquée au stratifié, contribuent à limiter la plastification de la résine dans les plis adjacents à 45°. Cette analyse est confirmée par l'observation de la distribution de la déformation plastique cumulée dans les plis à 45° (cf. Fig. 4.18) qui montre que le mécanisme de plasticité est négligeable à T.A. et à 120°C.

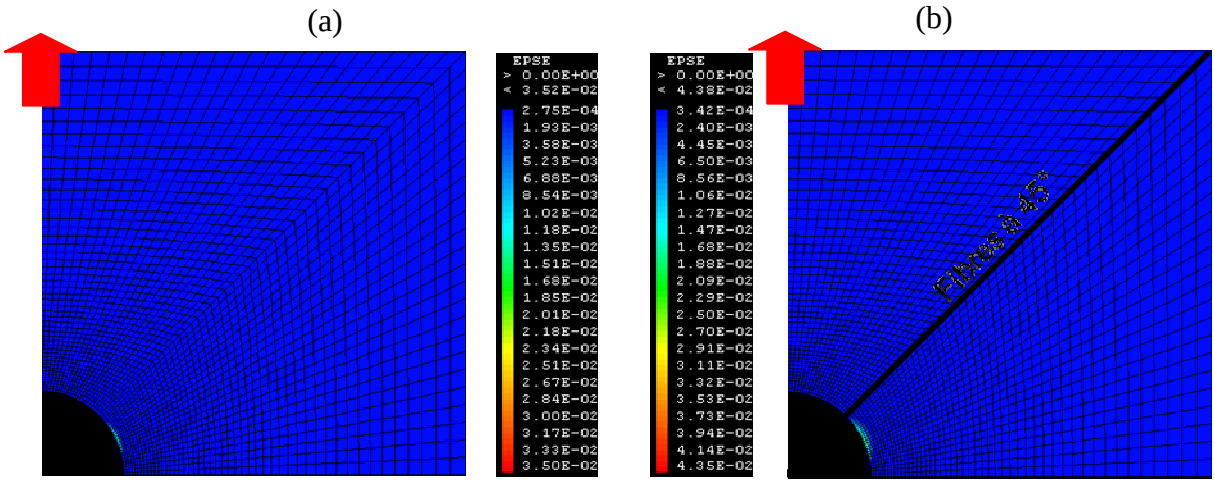


Fig. 4.18 – Distribution de la déformation plastique cumulée dans les plis à 45° lors d'un essai de traction trouée sur stratifié tissé C/PPS quasi-isotrope : (a) T.A.- (b) 120°C

A température ambiante, pour un niveau de charge correspondant à la rupture (F≈13500N), l'observation des composantes longitudinales d'effort généralisé N_{11} dans les plis à 0° et 45° (cf. Fig. 4.18) indiquent que loin du trou, les quatre plis à 0° supportent environ 9600 N (=4*24*100) tandis que les trois plis à 45° supportent environ 3900 N (=3*24*54). La surcontrainte observée est maximale au bord droit du trou et est égale à 3,4 dans les plis à 0° et à 45°. Ainsi, pour une charge globale d'environ 13500 N (=9600 + 3900) appliquée au stratifié quasi-isotrope, le stratifié rompt lorsque les plis à 0° qui supportent 71% de la charge cassent. Pour déterminer le coefficient de surcontrainte, on peut préciser que la valeur de l'effort généralisé utilisée est relevée aux extrémités de l'éprouvette (i.e. loin du trou).

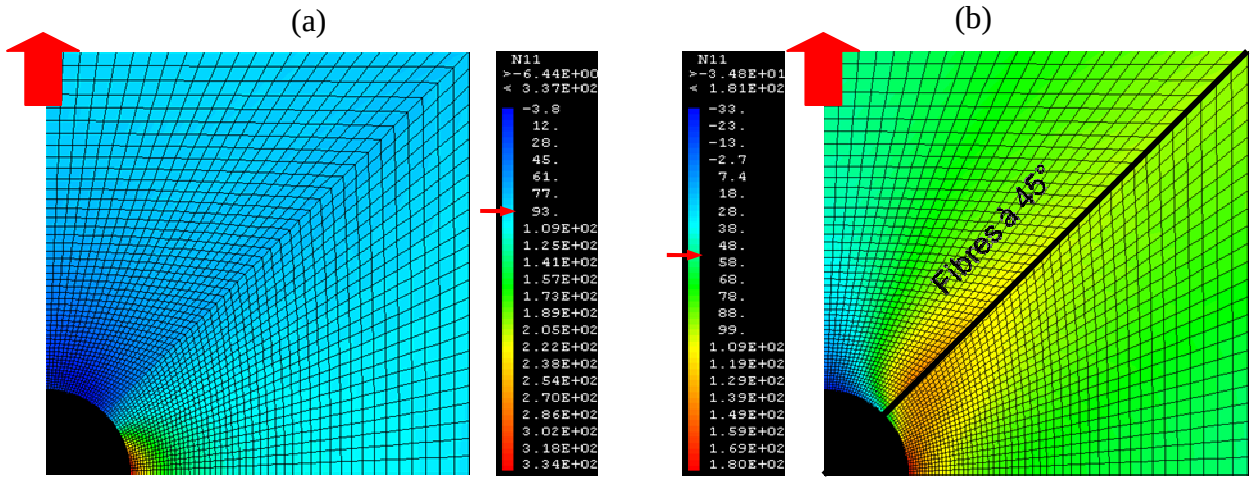


Fig. 4.19 – Distribution de la composante N_{11} lors d'un essai de traction trouée sur stratifié tissé C/PPS quasi-isotrope à température ambiante : (a) plis à 0°- (b) plis à 45°

A 120°C, pour un niveau de charge correspondant à la rupture (F≈13080N), l'observation des composantes longitudinales d'effort généralisé N_{11} dans les plis à 0° et 45° (cf. Fig. 4.19) révèlent que les quatre plis à 0° supportent maintenant 9888N (=4*24*103) soit presque 76% de la charge globale du stratifié. En raison de la température plus élevée, les plis à 45° présentent un comportement légèrement plus ductile (via un module de cisaillement presque 4 fois plus faible qu'à température ambiante) et contribuent un peu moins à supporter l'effort global. Il en résulte une rupture plus précoce des plis à 0° suivie immédiatement de la ruine du

stratifié.

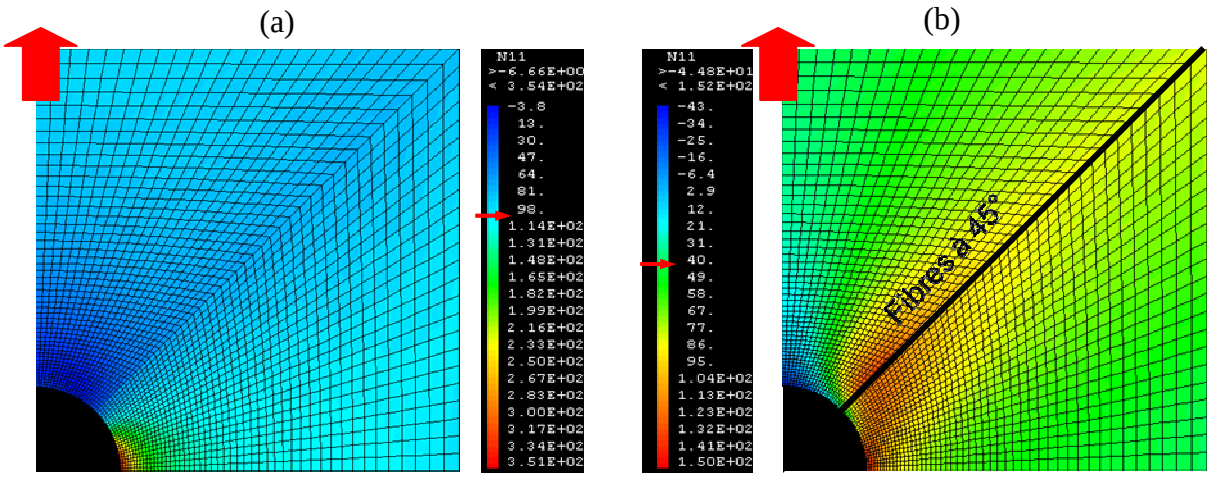


Fig. 4.20 – Distribution de la composante N_{11} lors d'un essai de traction trouée sur stratifié tissé C/PPS quasi-isotrope à 120°C : (a) plis à 0°- (b) plis à 45°

4.3.6.2. Séquence d'empilement à plis orientés [45]7

Contrairement à la simulation de l'essai précédent sur un stratifié Q.I. pour lequel le caractère ductile de la résine n'apparaît quasiment pas, la simulation de l'essai de traction sur stratifié troué avec un drapage $[45]_7$ est intéressante car elle met en évidence l'influence de la nature viscoplastique de la résine sur la réponse de stratifiés tissés en carbone/PPS (cf. Fig. 4.22a). Ainsi, par rapport aux valeurs obtenues à T.A., on observe à 120°C une augmentation de 70% de la déformation à rupture pour une diminution de 7% de la contrainte rupture. A T.A. et à 120°C, la comparaison des réponses expérimentales et numériques montrent que le modèle numérique développé permet de reproduire correctement le comportement mécanique de stratifiés troués avec des plis orientés à 45° par rapport à la direction de la charge. Dans la configuration $[45]_7$, on rappelle que la réponse du stratifié est principalement gouvernée par le comportement de la matrice. En d'autres termes, le comportement viscoplastique de la résine est bien pris en compte par le modèle.

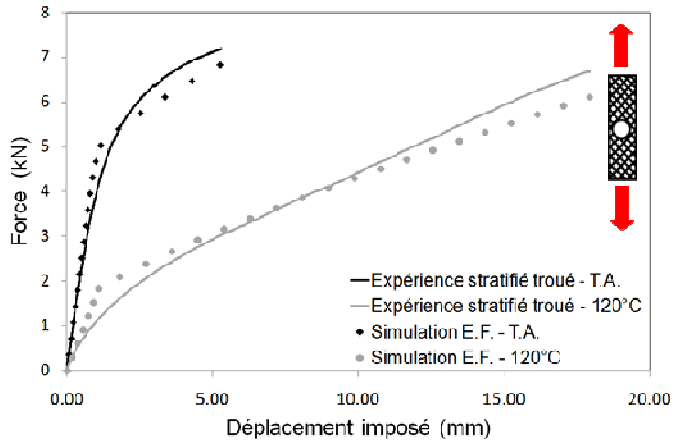


Fig. 4.21 – Comparaison des réponses expérimentales et numériques pour un stratifié tissé troué C/PPS à plis orientés à différentes températures

Au-delà du comportement global du stratifié en termes de réponse force-déplacement, on peut d'abord observer l'évolution de la distribution de la déformation plastique cumulée dans les plis à 45° lors d'essais de traction à T.A. et à 120°C. Ces distributions confirment également le caractère viscoplastique de la résine puisque la déformation plastique cumulée, qui est maximale au bord droit du trou, augmente de plus de 200% (cf. Fig. 4.21).

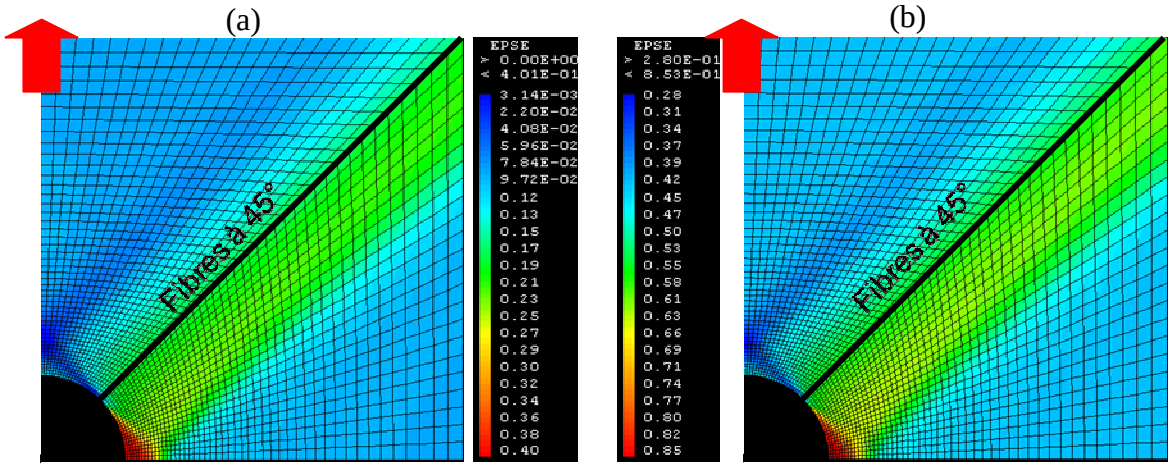


Fig. 4.22 – Distribution de la déformation plastique cumulée dans les plis à 45° lors d'un essai de traction trouée sur stratifié tissé C/PPS $[45]_7$: (a) T.A.- (b) 120°C

Ensuite, il apparaît clairement que le mécanisme de plasticité s'initie et se développe le long des fibres à 45° au bord droit du trou, ce qui correspond évidemment à la distribution des composantes longitudinales d'effort généralisé N_{11} (cf. Fig. 4.22). Cependant, la surcontrainte n'est pas maximale au bord droit du trou et se concentre le long des fibres à 45° au bord droit du trou. Cette surcontrainte est égale à 10 (≈415/41) à T.A. contre 6,7 (=242/36) à 120°C, ce qui montre que la redistribution des contraintes par accommodation plastique dans les stratifiés troués carbone/PPS $[45]_7$ est plus efficace à température élevée. Ce résultat est cohérent puisque l'énergie mécanique apportée au matériau lors de l'essai se dissipe d'autant plus que la plastification de la matrice s'étend à 120°C.

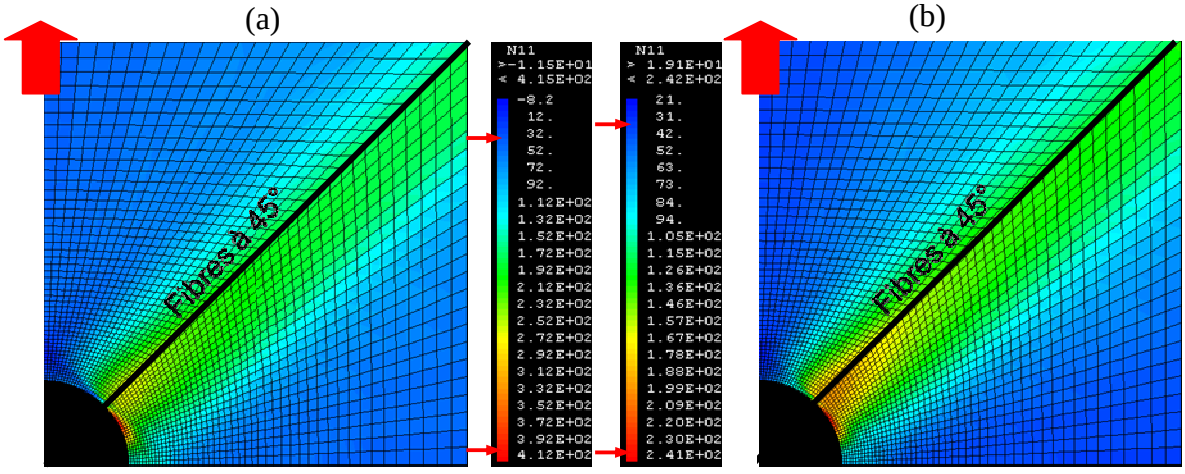


Fig. 4.23 - Distribution de la composante N_{11} dans les plis à 45° lors d'un essai de traction trouée sur stratifié tissé C/PPS $[45]_7$: (a) T.A.- (b) 120°C

4.3.7. Evolution des profils de surcontrainte longitudinale

Le tracé des profils de surcontrainte longitudinale au bord droit du trou est nécessaire dans la perspective d'une application de critères de dimensionnement des stratifiés troués du type Point stress (cf. §4.2.1.1). Il permet de connaître l'évolution du coefficient de surcontrainte K_t en fontion de la distance au bord du trou. Pour les deux séquences d'empilement étudiées dans cette partie, il est possible d'observer l'influence de la température sur ce profil dans chaque pli et de le comparer avec le profil élastique obtenu à partir de la formulation analytique et des propriétés élastiques du stratifié orthotrope équivalent à chaque type de stratifié (cf. Tab. 4.16 et Tab. 4.17).

4.3.7.1. Séquence d'empilement quasi-isotrope [0/45/0/45/0/45/0]

Dans ce cas, le profil élastique analytique du stratifié orthotrope équivalent obtenu à partir des propriétés élastiques fournies dans (cf. Tab. 4.16) montre principalement deux choses. La première concerne la valeur du coefficient de surcontrainte qui vaut environ 3 comme c'est le cas pour les matériaux isotropes. La seconde est relative à la non dépendance à température du profil ce qui est cohérent avec les résultats expérimentaux dans la mesure où le comportement mécanique élastique-fragile du stratifié Q.I. est quasi indépendant de la température.

	E_{xx} (Gpa)	E_{yy} (Gpa)	G_{xy} (Gpa)	ν_{xy}
T.A.	43,44	43,44	13,92	0,26
120°C	41,31	41,31	12,19	0,30

Tab. 4.16 – Propriétés mécaniques du stratifié orthotrope équivalent au stratifié Q.I. en fonction de la température (calculées avec le logiciel Lamkit)

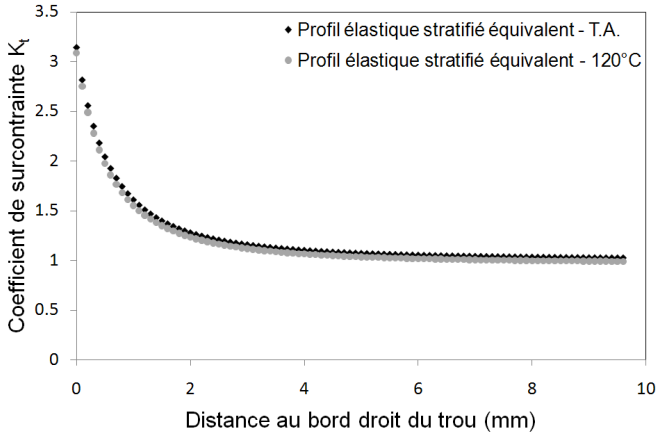


Fig. 4.24 – Comparaison des profils élastiques du stratifié orthotrope équivalent à T.A. et à 120°C

Partant du constat précédent, dans les deux figures suivantes, un seul profil élastique de stratifié équivalent sera comparé aux réponses issues des simulations E.F. à T.A. et à 120°C.

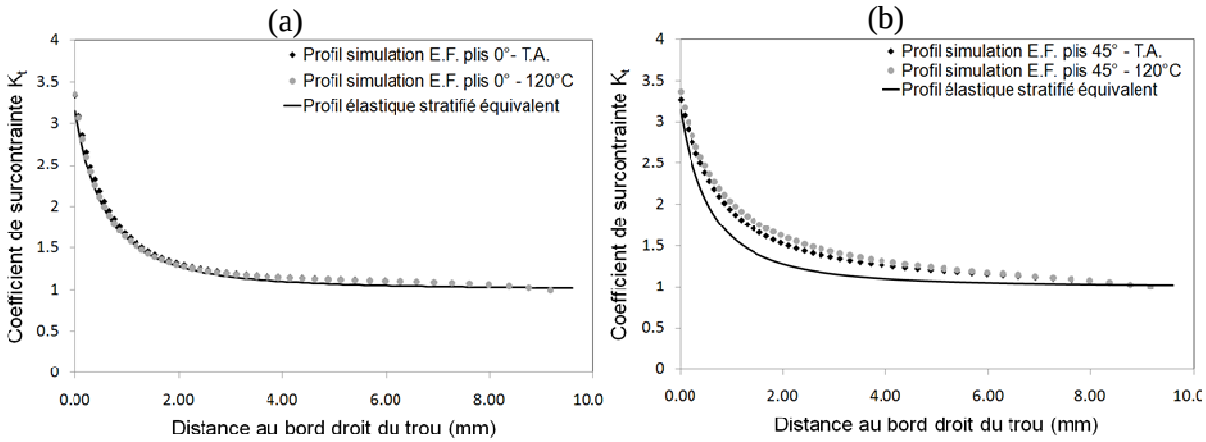


Fig. 4.25 – Influence de la température sur les profils de surcontrainte : (a) plis à 0° - (b) plis à 45°

Dans les plis à 0°, les profils numériques et analytiques se superposent, ce qui confirme la remarque précédente sur la non dépendance à la température du profil de surcontrainte ainsi que le comportement élastique-fragile des plis à 0°. Dans les plis à 45°, les profils numériques diffèrent légèrement du profil élastique en raison de la faible étendue de la déformation plastique, laquelle s'amplifie très modérément à 120°C. Pour ce type de stratification, l'application du critère du Point Stress est justifiée.

4.3.7.2. Séquence d'empilement à plis orientés [45]7

Dans un premier temps, les profils élastiques peuvent être comparés en utilisant les propriétés élastiques données par le Tab. 4.17 à chaque température. On remarque ainsi que le coefficient de surcontrainte au bord droit du trou est très localement influencé par la température puisqu'il diminue au maximum de 25% (de 2 à 1,5) quand la température passe de l'ambiante à 120°C (cf. Fig. 4.26). Cette différence est notamment liée à la dépendance à la température du module de cisaillement plan G_{12} (cf. chapitre 3 2.1.2) laquelle induit des propriétés élastiques différentes. Cependant, cette dépendance du profil à la température disparaît rapidement (à 0,3 mm) dès que la distance au bord du trou augmente.

	E_{xx} (Gpa)	E_{yy} (Gpa)	G_{xy} (Gpa)	ν_{xy}
T.A.	14,33	14,33	27,04	0,76
120°C	4,06	4,06	27,04	0,93

Tab. 4.17 – Propriétés mécaniques du stratifié orthotrope équivalent au stratifié $[45]_7$ en fonction de la température (calculées avec le logiciel Lamkit)

Dans un second temps, la comparaison des profils « élastoplastiques » issus des simulations E.F. révèle que le coefficient de surcontraintes maximal diminue environ de 40% quand la température d'essai augmente. Globalement, l'élévation de température pour un stratifié croisé sollicité en traction se traduit par un écrêtage de la surcontrainte au bord droit du trou en raison du développement de la plasticité le long des fibres à 45°. Cette évolution confirme l'information obtenue précédemment lors de l'analyse de la distribution des composantes longitudinales d'effort généralisé, c'est-à-dire que la redistribution des contraintes par accommodation plastique dans les stratifiés troués carbone/PPS $[45]_7$ est plus efficace à

température élevée. Parmi les essais représentés, on peut également souligner que ces différences de gradients de contraintes sont très localisées autour du trou puisque qu'à une distance assez faible du trou (environ 4 mm), les profils se superposent. Enfin, les critères de dimensionnement de stratifiés troués ne sont plus applicables dans cette configuration puisqu'ils sont basés sur un comportement élastique-fragile des stratifiés. L'utilisation de méthodes non-locales telles que celle développée par Hochard et al. [HOC01] pourrait permettre de prendre en compte le comportement élasto-plastique des stratifiés à matrice thermoplastique à haute température, lequel est caractérisé par des niveaux de déformation importants.

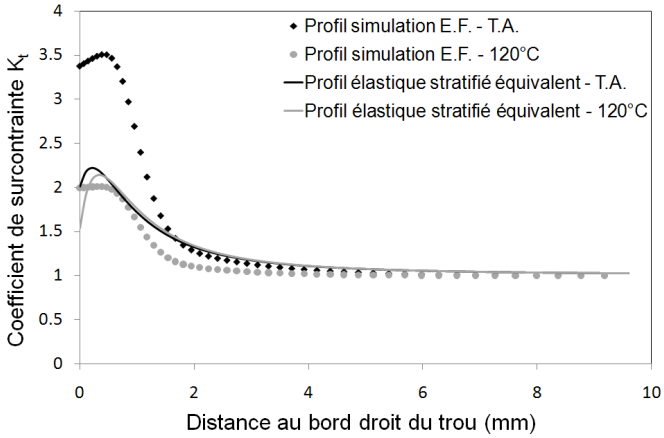


Fig. 4.26 – Influence de la température sur les profils de surcontrainte

4.3.8. Validation du modèle numérique

La validation d'un modèle ne se résume évidemment pas à la comparaison de la réponse numérique et expérimentale pour un état de sollicitation 2D et une séquence d'empilement donnée. Le travail exposé dans cette partie doit être complété par d'autres essais en température sur d'autres séquences d'empilement. Cependant, la mise en œuvre expérimentale d'une technique de mesures de champ par interpolation d'images (présentée dans le chapitre précédent) a donné des éléments de réponse quantitatifs et qualitatifs pour le drapage quasi-isotrope en termes de distribution des iso-valeurs de déformation longitudinale dans les stratifiés tissés troués [0/45/0/45/0/45/0] et $[45]_7$ aux deux niveaux de température testés.

4.3.8.1. Séquence d'empilement quasi-isotrope [0/45/0/45/0/45/0]

Dans ce cas, la précision du modèle numérique développé peut être évaluée en comparant les distributions des iso-valeurs de déformation longitudinale dans les plis à 0° issues de la simulation E.F. et de la corrélation d'image à T.A. (cf. Fig. 4.27). D'un point de vue qualitatif, le modèle permet de reproduire de manière satisfaisante le champ de déformation longitudinal autour du trou. De plus, pour une déformation imposée à rupture égale à 0,65%, la surdéformation induite au bord droit du trou s'élève expérimentalement à 2,2 % pour une valeur numérique de 2,42 %, ce qui représente un écart relatif de 10 %. Ainsi, d'un point de vue quantitatif, le modèle numérique fournit une estimation acceptable de la surdéformation maximale subie localement par le stratifié troué. Les résultats obtenus sont similaires à 120°C. Enfin, on peut souligner que la mesure de champ fournit une information relative au

comportement de la face externe de l'éprouvette et qu'il est donc impossible de comparer la distribution des iso-valeurs de déformation longitudinale dans les plis à 45°.

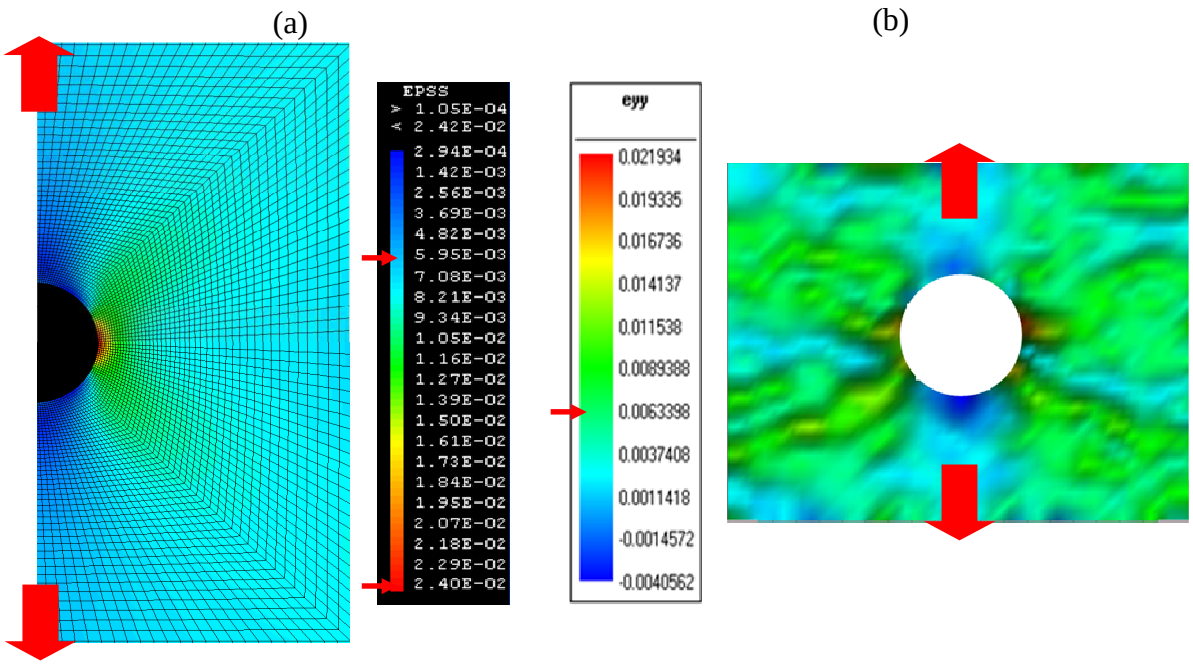


Fig. 4.27 – Distribution des iso-valeurs de déformation longitudinale dans les plis à 0° de stratifiés tissés C/PPS [0/45/0/45/0/45/0] à T.A. : (a) Numérique - (b) Expérimental

4.3.8.2. Séquence d'empilement à plis croisés $[45]_7$

Pour éprouver le modèle numérique présenté, cet autre cas de figure est plus significatif que le précédent puisque la part du mécanisme de plasticité est bien plus importante. La comparaison des distributions des iso-valeurs de déformation longitudinale dans les plis à 45° montre que le modèle numérique permet de reproduire assez fidèlement le champ de déformation longitudinal dans l'éprouvette trouée quelle que soit la température d'essai. De plus, pour une déformation imposée à rupture égale à environ 3,5% à T.A., la surdéformation induite au bord droit du trou s'élève expérimentalement à 14,1 % pour une valeur numérique de 11,4 %, ce qui représente un écart relatif de 19 % (cf. Fig. 4.28). A 120°C, pour une déformation imposée à rupture égale à environ 12 %, la surdéformation induite au bord droit du trou s'élève expérimentalement à 37 % pour une valeur numérique de 22,6 %, ce qui représente un écart relatif de 60 % (cf. Fig. 4.29). Ainsi, d'un point de vue quantitatif, le modèle numérique donne une estimation trop conservative de la surdéformation maximale, conservatisme du modèle d'autant plus marqué que la température augmente.

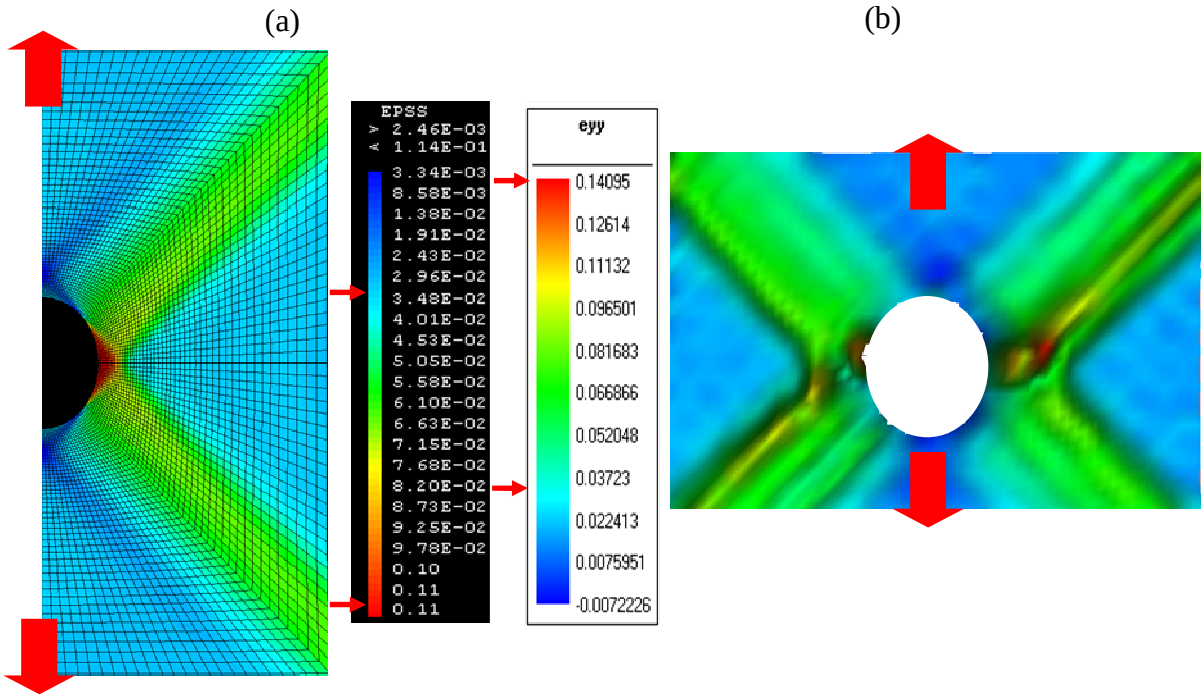


Fig. 4.28 – Distribution des iso-valeurs de déformation longitudinale dans les plis à 45° de stratifiés tissés C/PPS $[45]_7$ à température ambiante : (a) Numérique - (b) Expérimental

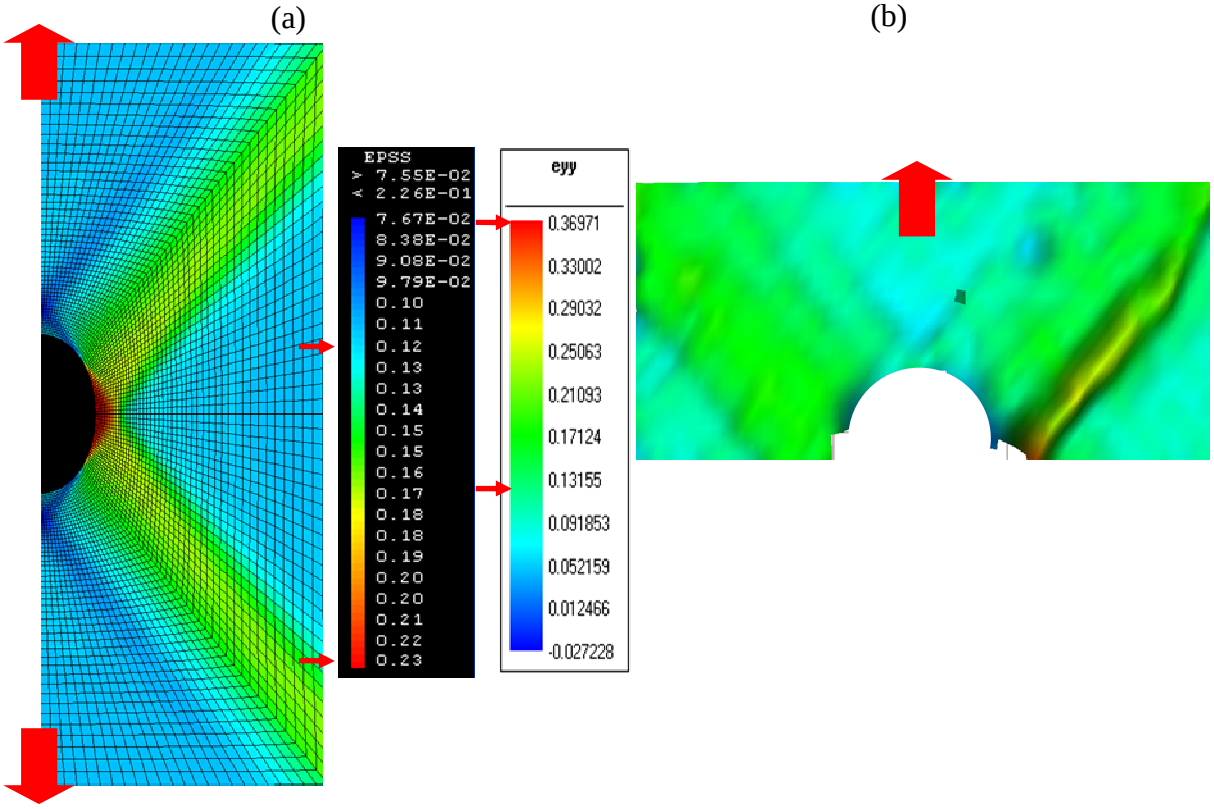


Fig. 4.29 – Distribution des iso-valeurs de déformation longitudinale dans les plis à 45° de stratifiés tissés C/PPS $[45]_7$ à 120°C : (a) Numérique - (b) Expérimental

Ce manque de précision du modèle numérique peut d'abord être nuancé par le manque de précision de la technique expérimentale de mesure de champ qui apparaît lorsque les fibres tournent au sein du stratifié lors de l'essai comme c'est le cas pour cette stratification. Ce mouvement des fibres est d'autant plus important que la température augmente. Ensuite, le modèle développé est basé sur une formulation en petites perturbations alors que le niveau de déformation observé justifierait une formulation spécifique en grandes transformations (grandes rotations, grands déplacements, grandes déformations). La précision du modèle diminue alors quand le niveau de déformation augmente.

4.3.9. Conclusion

Dans cette partie, l'objectif consistait à mettre au point un modèle numérique de comportement élasto-plastique orthotrope de stratifiés tissés à matrice thermoplastique. Un modèle phénoménologique de plasticité à un paramètre d'anisotropie a été étendu au cas de stratifié tissés puis implémenté dans le code E.F. Cast3m. Il a été choisi en raison de sa simplicité (peu de paramètres à identifier), sa précision et sa validité relative par rapport aux résultats expérimentaux. Sous sa forme actuelle, il offre la possibilité de comparer qualitativement la distribution des contraintes et des déformations autour du trou dans des stratifiés à matrice thermoplastique possédant des séquences d'empilement favorisant soit le comportement viscoplastique de la matrice, soit le comportement fragile des fibres. De plus, la dépendance de certains paramètres avec la température permet de rendre compte de l'influence de la température sur le comportement mécanique du stratifié et également sur les mécanismes de redistribution des contraintes dans les stratifiés troués (écrêtage de la surcontrainte à température croissante). Enfin, pour obtenir un outil numérique autorisant une prédiction quantitative exploitable pour le dimensionnement des composites stratifiés, il sera nécessaire d'inscrire ce modèle dans un formalisme de transformations finies.

Conclusion

Les composites à matrice TP hautes performances sont-ils éligibles pour des applications dans un environnement de nacelles de moteur d'avion ? Pour y répondre, ce travail prétendait apporter des réponses qualitatives sur le comportement mécanique et les mécanismes d'endommagement ainsi que des éléments de comparaison quantitatifs sur les propriétés mécaniques monotones de stratifiés tissés C/PEEK, C/PPS et C/Epoxy.

La portée de ce travail était multiple. Le premier objectif était une caractérisation expérimentale assez large en termes de sollicitations mécaniques et de conditions environnementales (Température, V.H.). Au-delà de la comparaison quantitative des propriétés mécaniques des matériaux étudiés, ce travail a permis d'apporter des éléments de réponse concernant l'influence de conditions réelles d'utilisation en service (V.H. et 120°C) sur les mécanismes d'endommagement.

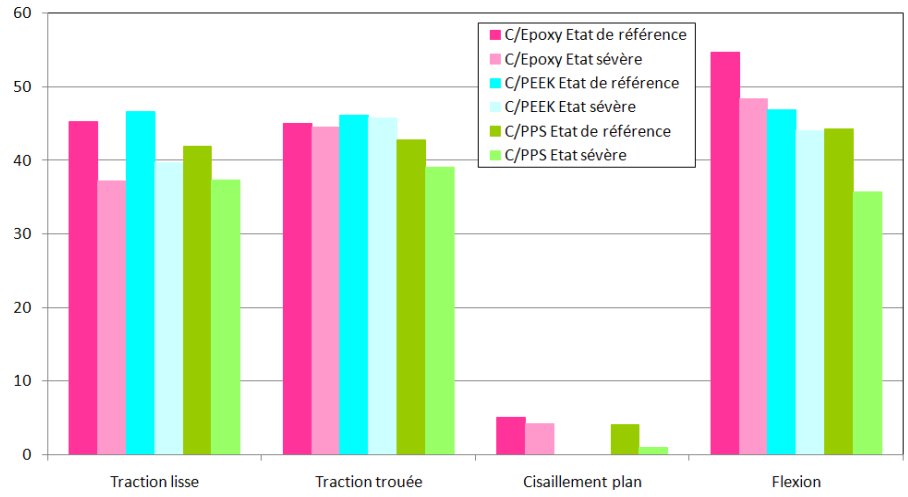


Fig. 1 – Influence de conditions environnementales sévères sur la rigidité (GPa) des matériaux étudiés pour différentes sollicitations

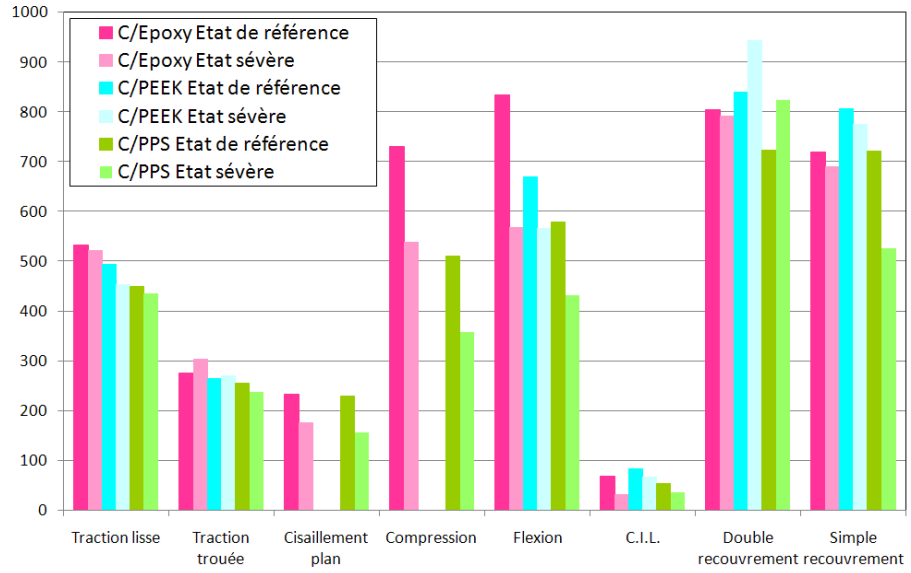


Fig. 2 – Influence de conditions environnementales sévères sur la résistance (MPa) des matériaux étudiés pour différentes sollicitations

D'un point de vue qualitatif, les modules de rigidité des trois matériaux suivent la même évolution : on observe un abattement plus ou moins important suivant le type d'essai et la nature de la matrice (cf. Fig. 1). En termes de résistance du matériau dans différentes configurations de chargement, la tendance est identique pour tous les essais sauf pour l'essai de traction sur les joints boulonnés en double recouvrement (cf. Fig. 2). Le C/PEEK se révèle globalement plus performant que le C/Epoxy qui est pourtant un matériau réputé pour ses excellentes propriétés mécaniques à haute température.

Le C/Epoxy est indiscutablement plus sensible au V.H. (sauf en traction trouée) que les composites à matrice TP. Dans les composites à matrice polymère renforcés par des fibres de carbone, l'absorption et la diffusion d'eau s'opèrent à l'interface fibre/matrice et vont créer des vides à l'interface fibre/matrice. Ces mécanismes affectent la qualité de l'adhésion et ces vides constituent des zones de concentration de contraintes. De plus, le V.H. amplifie le caractère ductile de la matrice époxy mais cette ductilité reste bien moins marquée que celle des matrices PEEK et PPS. Les résultats obtenus ont confirmé les tendances observées dans la littérature concernant les comportements mécaniques spécifiques des composites à matrice TD.

Par ailleurs, bien qu'il soit moins cher (63€/kg), le C/PPS possède des propriétés inférieures à celles du C/Epoxy pour tout type de sollicitation exceptée la résistance en matage en double recouvrement. Sa température de transition vitreuse (environ 107°C) inférieure à la température d'utilisation en service explique cette place en retrait par rapport aux deux autres matériaux. Par ailleurs, le V.H. semble également contribuer à détériorer l'adhésion fibre/matrice qui est à la base relativement faible.

Considérant l'équation initiale simplifiée (masse+coût+certification = ?) mais peu simple à laquelle il fallait apporter des éléments de réponse, l'intérêt des composites à matrice TP est réel notamment en ce qui concerne le C/PEEK. Pour compenser un coût 20% plus élevé que celui du C/Epoxy (95€/kg), l'utilisation les composites à matrice PEEK se révèle pertinente car ce matériau permet de réaliser des pièces plus complexes au moyen du procédé d'estampage.

Au-delà des nombreux essais expérimentaux réalisés, le deuxième objectif consistait à mieux comprendre les mécanismes de redistribution des contraintes s'opérant autour des trous dans les composites à matrice TP à haute température. C'est pourquoi un modèle numérique de comportement élasto-plastique orthotrope de stratifiés tissés à matrice TP a été implémenté dans le code E.F. Cast3m. Il a été choisi en raison de sa simplicité (peu de paramètres à identifier), sa précision et sa validité relative par rapport aux résultats expérimentaux. Il permet de comparer qualitativement la distribution des contraintes et des déformations autour du trou dans des stratifiés à matrice thermoplastique possédant des séquences d'empilement favorisant soit le comportement viscoplastique de la matrice soit le comportement fragile des fibres. De plus, la dépendance de certains paramètres avec la température permet de rendre compte de l'influence de la température sur le comportement mécanique du stratifié et également sur les mécanismes de redistribution des contraintes dans les stratifiés troués (écrêtage de la surcontrainte à température croissante). Enfin, pour obtenir un outil numérique autorisant une prédiction quantitative exploitable pour le dimensionnement des composites stratifiés, il sera nécessaire d'inscrire ce modèle dans un formalisme de transformations finies.

A l'issue de cette thèse, le projet TOUPIE continue, et la question à laquelle il faut répondre maintenant concerne l'influence du procédé d'estampage sur le comportement mécanique des stratifiés à matrice TP. Lors de la mise en forme par thermoformage, de nombreux paramètres interviennent (complexité de la forme, pression, vitesse de refroidissement, contact poinçon/matrice) et influencent significativement les propriétés physicochimiques et mécaniques du matériau constituant la pièce : formation de plissement, taux de cristallinité, distribution de l'épaisseur sur la surface de la pièce.

Ces travaux en appellent d'autres puisque les perspectives offertes par cette étude sont nombreuses. Différentes études ont mis en évidence l'avantage d'une matrice TP par rapport à une matrice TD du point de vue de la tolérance aux dommages avec notamment la réduction des fissurations transverses et des surfaces de délaminage. Lors d'impacts à faible niveau d'énergie, les surcontraintes dynamiques locales sont principalement diffusées par adaptation plastique de la résine, évitant ainsi la décohésion fibres/matrice qui est souvent le premier stade d'endommagement du composite. La ductilité de la résine et la forte adhésion fibres/matrice, notamment dans le cas du C/PEEK, sont alors profitables pour le comportement après impact. En contre partie, ces caractéristiques engendrent une plus forte sensibilité au trou en traction. En effet, ces propriétés ne permettent plus la croissance diffuse de dommage autour du trou qui induit une relaxation des fibres surcontraintes par extension de la zone de concentration. Par conséquent, il est nécessaire de réaliser des essais de compression après impact afin d'évaluer la tolérance aux dommages des différents matériaux.

Par ailleurs, pour le dimensionnement des structures aéronautiques, l'essai de compression trouée habitée monotone est couramment utilisé pour calculer l'abattement des contraintes admissibles associé aux agressions en service dus à l'environnement.

Généralement, dans la phase de conception, les problèmes de fatigue dans les structures composites à matrice TD sont évités par le dimensionnement statique en traction/compression qui est reconnu comme le mode de sollicitation majeur des structures aéronautiques. Cependant, s'il est relativement bien admis que les composites à matrice TD sont insensibles au fluage, la richesse de la littérature sur le comportement en fatigue des composites à matrice TP (cf. Chapitre 2) indique qu'une caractérisation en fatigue de ces matériaux est essentielle pour prendre en compte notamment l'interaction fluage-fatigue dans l'estimation de la durée de vie des structures.

Bibliographie

[AIM07] Y. Aimene, Approche hyperelastique pour la simulation des renforts fibreux en grandes transformations, thèse, 2007.

[AIR03] Airbus Test Method. Fibre reinforced plastics. Determination of bearing strength by either pin or bolt bearing configuration. AITM 1-0009, 3, pp. 1-13, 2003.

[AUD07] L. Audouin , X. Colin , B. Fayolle , J. Verdu. Sur l'utilisation de la loi d'Arrhenius dans le domaine du vieillissement des polymères. Matériaux et techniques vol. 95, n°3, pp. 167-177, 2007.

[AYM00] F. Aymerich and M.S. Found. Response of notched as4/peek and carbon epoxy laminates subjected to tension fatigue loading. Fatigue and fracture of Engineering Materials and Structures, 23(8) :675-682, 2000.

[AZZ65] V.D. Azzi. and S.W. Tsai. Anisotropic strength of components. Exper. Mech., 5, 286-288, 1965.

[BAR05] E. Baranger. Stratégie de calcul et utilisation de séries de Fourier pour les tubes composites dégradés. Thèse de Doctorat de l'Ecole Normale Supérieure de Cachan ENSC-2005 n°63, 2005.

[BER02] L. Berreur, B. de Maillard, S. Nösperger, Etude prospective stratégique sur les matériaux composites. L'industrie française des matériaux composites, 2002.

[BER05] J. M. Berthelot. Matériaux composites : comportement mécanique et analyse des structures, 4e édition, Lavoisier, 2005.

[BIL94] F. Billaut and F.J. McGarry. Damage and residual properties of notched $[0/\pm45/90]^s$ and $[0/90]^{2s}$ graphite/peek woven laminates under reversed fatigue. J. of Thermoplastic Composite Materials,7(3) :230-242, 1994.

[BIR89a] S. Birger, A. Moshonov and S. Kenig. Failure mechanisms of graphite-fabric epoxy composites subjected to flexural loading. Composites, 20(2), pp. 136-144, 1989.

[BIR89b] S. Birger, A. Moshonov and S. Kenig. The effects of thermal and hygrothermal ageing on the failure mechanisms of graphite-fabric epoxy composites subjected to flexural loading. Composites, 20(4), pp. 341-348, 1989.

[BIS85] S.M. Bishop The mechanical performance and impact behaviour of carbon-fibre reinforced PEEK. Composite Structures, 3(3-4), pp 295-318, 1985.

[BON05] B. Bonnet. Comportement au choc de matériaux composites pour applications automobiles. Thèse de Doctorat de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2005.

[BOU94] M.L. Boubakar. Contribution à la simulation numérique de l'emboutissage des tôles. Prise en compte du comportement élastoplastique anisotrope. Thèse de Doctorat n°418, Université de Franche-Comté, 1994.

[BOW72] P.B. Bowden and J.A. Jukes. The Plastic Flow of Isotropic Polymers, Journal of Materials Science, Vol. 7, pp. 52-63, 1972.

[COU02] W.A. Counts and W.S. Johnson. Temperature effects on ultimate bearing strength of polymeric composite joints. J. of composites technology and Research, vol. 24, n°1, pp. 17-23, 2002.

[COW97] K.D. Cowley and P.W.R. Beaumont. Damage accumulation at notches and the fracture stress of carbon-fibre/polymer composites: Combined effects of stress and temperature. Composites Science and Technology 57 (9-10), pp. 1211-1219, 1997.

[CAR89a] D.R. Carlile, D.C. Leach, D.R. Moore, and N. Zahlan. Mechanical properties of the carbon/PEEK composite AS-4/APC-2 for structural applications. Advances in Thermoplastic Matrix Composite Materials, ASTM STP 1044, 1989.

[CAR89b] L.A. Carlson, C.G. Aronsson, and J. Backlund. Notch sensitivity of thermoset and thermolastic laminates loaded in tension. Journal of materials science, 24 :1670-1682, 1989.

[CAR04] Centre d'animation régional en matériaux avancés, glossaire des matériaux composite, 2004.

[CHA98] M. Chatain, Matières thermoplastiques, Techniques de l'ingénieur, dossier n°AM3305, 1998.

[CHA82] F.K. Chang, R.A. Scott et G.S. Springer. Strength of mechanically fastened composite joints. J. Compos. Mater., 16, 470-494, 1982.

[CHE93] J.L. Chen and C.T. Sun. A plastic potential function suitable for anisotropic fiber composites. J. of Composite Mat., Vol. 27(14), pp. 1379-1390, 1993.

[CHE08] N. Chevalier. Projet TOUPIE : cahier des charges matériau et sélection matériau, rapport n°DITT-08-0248, 2008.

[CHU96] S. Chutima and A.P. Blackie. Effect of pitch distance, row spacing, end distance and bolt diameter on multifastened composite joints. Composites Part A, Applied science and manufacturing, 27(2), pp. 105-110, 1996.

[COL77] T.A. Collings. The strength of bolted joints in multi-directional CFRP laminates. Composites, 8, 43-54, 1977.

[COT91] C. Cottenot. Comparaison des modes de comportement élémentaires des composites à matrices thermodurcissable et thermoplastique. Thèse de Doctorat de l'Université de Poitiers n°432, 1991.

[DAN08] I.M. Daniel, J-J. Luo and P.M. Schubel. Three-dimensional characterization of textile composites. Composites: Part B 39, 13–19, 2008.

[DEN97] B.L. Denq, W.Y. Chiu, and H.C. Tseng. Influence of edge-distance ratio and hole-size ratio on bearing strength of peek and its composites. J. of Applied Polymer Science 66(10), pp. 1847-1853, 1997.

[DEN04] S. Deng, X. Li, H. Lin, Y.J. Weitsman. The non-linear response of quasi-isotropic composite laminates. Composites Sc. and Tech., Vol. 64(10-11), pp. 1577-1585, 2004.

[DIA97b] X. Diao, L. Ye, and Y.W. Mai. Fatigue behaviour of CF/PEEK composite laminates made from commingled prepreg. Part I : experimental studies. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 28(8) :739-747, 1997.

[DIN05a] S.R. Ding, J.W. Tong and M. Shen. Numerical simulation of elastic-plastic behavior of thermoplastic composites. J. of Reinforced Plastics and Composites, Vol. 24, pp. 649-655, 2005.

[DIN05b] S.R. Ding, J.W. Tong and M. Shen. The three-dimensional elastic-plastic analysis of interlaminar stresses in notched thermoplastic composites. J. of Reinforced Plastics and Composites, Vol. 24, pp. 1151- 1158, 2005.

[DIN06] S.R. Ding Y.Z. Huo, J.W. Tong, M. Shen, F. Aymerich, P. Priolo. Viscoplastic analysis of the off-axis rate-dependent inelastic behavior of unidirectional AS4/PEEK. J. of Reinforced Plastics and Composites, Vol. 25(5), pp. 475-482, 2006.

[DOR85] G. Dorey, S.M. Bishop and P.T. Curtis. On the impact performance of carbon fibre laminates with epoxy and PEEK matrices. Composites Science and Technology, 23(3), pp 221-237, 1985.

[DUB01] S. Dubord. Introduction to plastics, IAPD, 9th edition, 2001.

[EHR00] G.W. Ehrenstein et F. Montagne. Matériaux polymères: structure, propriétés et applications, Hermès science publications, 2000.

[EKH06] J. Ekh. Multi-Fastener Single-lap Joints in Composite Structures. PhD thesis of the Royal Institute of Technology, ISBN n° 91-7178-396-2, Stockholm, 2006.

[FIE05] B. Fiedler, T. Hobbiebrunken, M. Hojo, K. Schulte. Influence of stress state and temperature on the strength of epoxy resins. ICF11, 11th International Conference On Fracture, Turin, Italy, March 20-25 2005.

[GOH08] G. Gohorianu. Interaction entre les défauts d'usinage et la tenue en matage d'assemblages boulonnés en carbone/époxy. Thèse de Doctorat n° 3248 de l'Université Paul Sabatier – Toulouse III, 2008.

[GOL65] I. Gol'denblat and V.A. Kopnov. Strength of glass-reinforced plastics in complex stress state. Mekhanika Polimerov, 1, 70-78, 1965.

[GRA98] J.A. Grape and V. Gupta. The effect of temperature on the strength and failure mechanisms of a woven carbon/polyimide laminate under compression. Mechanics of Materials, 30, 165-180, 1998.

[GUY89] E.G. Guynn, W.L. Bradley, and W. Elber. Micromechanics of compression failures in open hole composite laminates. Composite Materials: Fatigue and fracture, ASTM STP 1012, 2nd volume, 1989.

[HAQ92] A. Haque and S. Jeelani. Environmental Effects on the Compressive Properties: Thermosetting vs. Thermoplastic Composites. J. of Reinforced Plastics and Composites, Vl. II, pp. 146-157,1992.

[HAR78] L.J. Hart-Smith. Mechanically-fastened joints for advanced composites phenomenological considerations and simple analysis. Douglas Paper, 6748, 92-105, 1978.

[HAS80] Z. Hashin. Failure criteria for unidirectional fiber composites. ASME. Journal Applied Mechanics, 47, 329-334, 1980.

[HIL50] R. Hill. The mathematical theory of plasticity. The Oxford Engineering Science Series, 1950.

[HIR04] N. Hirano, Y. Takao, T. Matsubara and W.X. Wang. Fundamental investigation on the bearing strength of a CF/Epoxy joint under various temperatures. J. of Japan society of composite materials, 30(3), pp. 102-110, 2004.

[HIR07] N. Hirano, Y. Takao and W-X. Wang. Effects of temperature on the bearing strength of CF/epoxy Pinned joints. J. of composite materials, 41(3), pp. 335-351, 2007.

[HOC01] C. Hochard, P.A. Aubourg and J.P. Charles. Modeling of the mechanical behaviour of woven-fabric CFRP laminates up to rupture. Composite sciences and technology, 61, 221-230, 2001.

[IRE99] T. Ireman. Design of Composite Structures Containing Bolt Holes and Open Holes. Department of Aeronautics, Royal Institute of Technology, Stockholm, Sweden, Report No. 99-03, ISSN 0280-4646, 1999.

[JAN08] R.N. Jana and H. Bhunia. Hygrothermal degradation of the composite laminates from woven carbon/SC-15 epoxy resin and woven glass/SC-15 epoxy resin. Polymer Composites, pp. 664-669, 2008.

[JEN06] M.H.R Jen, Y.C. Tseng, S.C. Chang, and M. Chen. Mechanical properties in notched AS4/PEEK APC-2 composite laminates at elevated temperature. J. of Composite Materials, 40(11) :955-969, 2006.

[JIN05] J. Cao and L. Chen. Effect of thermal cycling on carbon fiber-reinforced PPS composites. Polymer Composite, 26 : 713-716, 2005.

[JON75] R.M. Jones. Mechanics of composite materials, Mc Graw-Hill Company, 1975.

[KAL97] A.R. Kallmeyer and R.I. Stephens. Creep elongation of bolt holes subjected to bearing loads in a polymer–matrix composite laminate. Comp. Mat.: Fatigue and Fracture, ASTM STP 1285, vol. 6. Armanois EA, editor. American Society for Testing and Materials, pp. 452–67, 1997.

[KAR94] M. Karayaka and P. Kurath. Deformation and failure behavior of woven composite laminates. Journal of engineering materials and technology, ASME, vol. 116, n°2, pp. 222-232, 1994.

[KAW01] M. Kawai, Y. Masuko, Y. Kawase and R. Negishi. Micromechanical analysis of the off-axis rate-dependent inelastic behavior of unidirectional AS4/PEEK at high temperature. Int. J. of Mech. Sc., Vol. 43, pp. 2069-2090, 2001.

[KAW01a] M. Kawai, S. Yajima, A. Hachinohe, Y. Takano. Off-axis fatigue behavior of unidirectional carbon fiber-reinforced composites at room and high temperatures. J Compos Mater, 35(76):545–76, 2001.

[KAW01b] M . Kawai, S. Yajima, A. Hachinohe, Y. Kawase, High-temperature off axis fatigue behaviour of unidirectional carbon fiber-reinforced composites with different resin matrices. Compos Sci Technol, 61(9), pp. 1285–302, 2001.

[KAW03] M. Kawai and Y. Masuko. Macromechanical modeling and analysis of the viscoplastic behavior of unidirectional fiber-reinforced composites. J. of Composite Mat., Vol. 37(21), pp. 1885-1902, 2003.

[KAW06] M. Kawai and T. Taniguchi. Off-axis fatigue behavior of plain weave carbon/epoxy fabric laminates at room and high temperatures and its mechanical modeling. Composites: Part A 37, 243–256, 2006.

[KEL04] G. Kelly and S. Hallström. Bearing strength of CF/epoxy laminates: effects of bolt-hole clearance. Composites Part B: engineering, 35, pp. 331-343, 2004.

[KIM76] K.Y. Kim and J.M. Whitney. Effect of temperature and moisture on pin bearing strength of composite laminates. J. Compos. Mater. 10, pp. 149–155, 1976.

[KRE85] G. Kretsis and F.L. Matthews. The strength of bolted joints in glass fibre/epoxy laminates. Composites, 16, 92-105, 1985.

[LAC97] F. Lachaud et L. Michel. Etude de l'endommagement de matériaux composites carbones à matrice thermodurcissable et thermoplastique. Mécanique industrielle et matériaux, 50(2), pp. 52-57, 1997.

[LAF94] M.C. Lafarie-Frenot and F. Touchard. Comparative in-plane shear behaviour of long-carbon-fibre composites with thermoset or thermoplastic matrix. Composites Science and Technology 52(3), pp. 417-425, 1994.

[LAF96] F. Touchard, M. C. Lafarie-Frenot and D. Guédra-Degeorges. Mechanical behaviour characteristics of a thermoplastic composite used in structural components. Composites Science and Technology 56(7), pp. 785-791, 1996.

[LAG86] P.A. Lagace. Notch sensitivity of graphite/epoxy fabric laminates, Composite Science and Technology, 26 (2), pp. 95–117, 1986.

[LAG93] P.A. Lagace, N.V. Bhat, and A. Gundogdu. Response of notched graphite/epoxy and graphite/peek systems. Composite Materials : Fatigue and Fracture, ASTM STP 1156, 1993.

[LAG05] F. Lagattu, M.C. Lafarie-Frenot, T.Q. Lam, and J. Brillaud. Experimental characterisation of overstress accommodation in notched CFRP composite laminates. Composite Structures, 67 :347-357, 2005.

[LAW02] V.P. Lawlor, W.F. Stanley, M.A. McCarthy. Characterization of damage development in single-shear bolted composite joints. Journal of Plastics, Rubber and Composites, The Institute of Materials, London, 31(3), pp. 126-133, 2002.

[LI99] M. Li, R. Matsuyama and M. Sakai. Interlaminar shear strength of C/C-composites : the dependence on test methods. Carbon, 37(11), pp. 1749-1757, 1999.

[LOU85] A.Y. Lou and T.P. Murtha. In 17th National SAMPE Technical Conference, pp 274-285, 1985.

[LOV00] J.S. Loverich, B.E. Russell, SW. Case, and K.L Reifsnider. Life prediction of PPS composites subjected to cyclic loading at elevated temperatures. Time Dependent and Nonlinear Effects in Polymers and Composites, ASTM STP 1357, 2000.

[LUB90] S.J. Lubowinski, E.G. Guynn, W. Elber, and Withcomb J.D. Loading rate sensitivity of open-hole composite specimens in compression. Composite Materials : Testing and Design, ASTM STP 1059, 1990.

[MA91] C.C.M. Ma and S-W. Yur. Environmental Effects on the Water Absorption and Mechanical Properties of Carbon Fiber Reinforced PPS and PEEK Composites. Part II. Polymer Eng. and Sc., Vol. 31, N° 1, 34-39, 1991.

[MA92] C.C.M. Ma, C-L. Lee, M-J. Chang and N-H. Tai . Effect of Physical Aging on the Toughness of Carbon Fiber-Reinforced Poly(etheretherketone) and Poly(pheny1ene sulfide) Composites. Part I. Polymer Composites, Vol. 13, No. 6, 441-447, 1992.

[MAC96] P.V.D. McLaughlin, H.A. McShane, R. Cochran and E. Armstrong-Carroll. Effects of High Heat on the Strength and Fatigue Life of Unidirectional Polymer-Matrix Composites. Proceedings of the ASME Aerospace and Materials Divisions, AD-Volume 51/MD-Volume 73, pp. 427-441, 1996.

[MAC02] M.A. Mc Carthy, V.P. Lawlor, W.F. Stanley and C.T. Mc Carthy. Bolt-hole clearance effects and strength criteria in single-bolt single-lap composites bolted joints. Composite Sc. And Tech., 62, pp. 1415-1431, 2002.

[MAH02] CA Mahieux and C Scheurer. Elevated temperature bending stress rupture behavior AS4/APC2 and comparison with AS4/PPS. Composites : Part A, 33 : 935 938, 2002.

[MAL93] P.K. Mallick. Fiber-Reinforced Composites : Materials, Manufacturing, and Design, CRC Press, p. 303-309, 1993.

[MEY94] M.R. Meyer, R.A. Latour and H.D. Shutte. Long-Term Durability of Fiber/Matrix Interfacial Bonding in Hygrothermal Environments. J. of Thermoplastic Composite Materials, 7(3), pp 180-191, 1994.

[MUN84] A.K. Munjal and R.K. Wilks. Optimization of pin bearing joint strength for segmented graphite/epoxy filament wound case in space shuttle. NASA, 1984.

[MYI94] Y. Miyano, M.K. McMurray, J. Enyama, and M. Nakada. Loading rate and temperature dependence of flexural fatigue behavior of a satin woven CFRP laminate. Journal of Composite Materials 28(4), pp. 1250-1260, 1994.

[OBS96] A.W. Obst, M.R. VanLandingham, R.F. Eduljee, J.W.Jr. Gillespie, G.E. Griesheim and K.F. Tosi. The effect of hygrothermal cycling on the microcracking behavior of fabric laminates, Technology Transfer in a Global Community International SAMPE Technical Conference, Volume 28, pp. 994-1002, 1996.

[OGI96] K. Ogi, N. Takeda, S. Koyabashi, D.Y. Song. Effect of temperature on nonlinear tensile stress-strain behavior of CF/Epoxy composites. J. Soc. Mat. Sci. Japan, 45(5), pp. 478-483, 1996.

[OGI02] S. Ogihara and K.L. Reifsnider. Characterization of nonlinear behavior in woven composite laminates. Applied Composites Mat., Vol. 9, pp. 249-263, 2002.

[OUD94] C. Oudet, Polymères Structure et Propriétés, Introduction, Ed. MASSON, p 123-142, 1994.

[OYA97] N. Oya and H. Hamada. Mechanical properties and failure mechanisms of carbon fibre reinforced thermoplastic laminates. Composites Part A, 28A, 823-832, 1997.

[PAR65] P.C. Paris and G.C. Sih, Stress Analysis of Cracks, Fracture Toughness Testing and Its Applications. ASTM 381, American Society for Testing and Materials, Philadelphia, 30-85, 1965.

[PAR97] B.K. Parida, R.V. Prakash, P.D. Mangalgiri and K. Vijayaraju. Influence of environmental and geometric parameters on the behavior of fastener joints in advanced composites. Composite Materials: Fatigue and Fracture, ASTM STP 1285, pp. 432-451, 1997.

[PAR01] H.-J. Park. Effects of stacking sequence and clamping force on the bearing strengths of mechanically fastened joints in composite laminates. Composite Structures, 53, pp. 213-221, 2001.

[PAT00] S.R. Patel and S.W. Case. Durability of a graphite/epoxy woven composite under combined hygrothermal conditions. Int. J. Fatigue, 22, 809–20, 2000.

[PAT02] S.R. Patel and S.W. Case. Durability of hygrothermally aged graphite/epoxy woven composite under combined hygrothermal conditions. Int. J. of Fatigue, 24(12), pp. 1295-1301, 2002.

[PIP79] R.B. Pipes, R.C. Wetherhold and J.W.Jr. Gillespie. Notched strength of composite materials. Journal of Composite Materials 12, 148-160, 1979.

[RAM89] J. Ramey and A. Palazotto. A study of graphite/PEEK under high temperatures. Advances in Thermoplastic Matrix Composite Materials, ASTM STP 1044, 1989.

[REI98] K. Reifsnider and S. Case. Strength-based predictive methods for large-scale combined degradation effects. Structures, Structural Dynamics, and Materials Conference and Exhibit, 39th, Long Beach, CA, Apr. 20-23, 1998.

[REI06] K.L. Reifsnider, V. Tamuzs, S. Ogihara. On nonlinear behavior in brittle heterogeneous materials. Composites Sc. and Tech., Vol. 66(14), pp. 2473-2478, 2006.

[ROS97] F. Rosselli and M. H. Santare. Comparison of the short beam shear (SBS) and interlaminar shear device (ISD) tests. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 28(6), pp. 587-594, 1997.

[SAV61] G.N. Savin. Stress concentration around holes. Pergamon Press, New York, 1961.

[SIM91] J.C. Simo and S. Govindjee, Non-linear B-stability and symmetry preserving return mapping algorithms for plasticity and viscoplasticity. Int. Journal for Numerical Methods in Eng., Vol. 31, p. 151-176, 1991.

[SMI01] L.V. Smith, B.D. Campbell, K. Peterson, A comparative study of the environmental durability of thermoplastic composites. 33rd International SAMPE Technical Conference. Advancing Affordable Mat. Tech. - Seattle, WA, 2001.

[SOR99] E. de Azevedo Soriano and S.F.M. de Almeida. Notch sensitivity of carbon/epoxy fabric laminates. Composites Science and Technology, 59, 1143-1151, 1999.

[SPA88] T. Spamer and N.O. Brink. In: Proceedings of the 33rd Int. SAMPE Symposium, p. 284-295, march 7-10, 1988.

[SPR04] J.E. Spruiell and Chris J. Janke. A review of the measurement and development of crystallinity and its relation to properties in neat poly(phenylene sulfide) and its fiber reinforced composites. Technical report, Metals and Ceramics Division, 2004.

[STA01] R. Starikov. Quasi-static and fatigue behavior of composite bolted joints. PhD thesis of the Royal Institute of Technology, ISBN n° 0280-4646, Stockholm, 2001.

[STE92] K. Stellbrink. Preliminary Design of Composite Joints. DLR Electronic Library, Scientific Commons-Germany, 1992.

[SUN89] C.T. Sun and J.L. Chen. A simple flow rule for characterizing nonlinear behavior of fiber composites. J. Composite Mat., Vol. 23, pp. 1009-1020, 1989.

[SUN91] C.T. Sun and J.L. Chen. A micromechanical model for plastic behavior of fibrous composites. Composites Sc. and Tech., Vol. 40, pp. 115-129, 1991.

[SUN92] C.T. Sun and K.J. Yoon. Elastic-plastic analysis of AS4/PEEK composite laminate using a one-parameter plasticity model. J. of Composite Mat., Vol. 26(2), pp. 293-308, 1992.

[TAN91] S.C. Tan. A progressive failure model for composite laminates containing openings. Journal of Composite Materials, 25, 556-577, 1991.

[TEC09] P. Krawczak. Essais des plastiques renforcés. Techniques de l'Ingénieur AM 5 405, pp. 1-26, 2009.

[TEM98] Y. Temblador. Analyse et comportement des réparations dans des structures composites endommagées par un trou non-circulaire. Thèse de Doctorat n° 3248 de l'Université Paul Sabatier – Toulouse III, 1998.

[TEN03] CETEX - PPS Guide Lines; TenCate Advanced Composites : Nijverdal, Netherlands, p 32, 2003.

[THO09] S.D. Thoppul, J. Finegan, R.F. Gibson. Mechanics of mechanically fastened joints in polymer–matrix composite structures – A review. Composites Science and Technology 69, pp. 301–329, 2009.

[TIM79] S.P. Timoshenko and J.P. Goodier. Theory of Elasticity, Third Edition. New York, NY:McGraw-Hill, p. 92, 1979.

[TOU96] F. Touchard-Lagattu and M. C. Lafarie-Frenot. Damage and inelastic deformation mechanisms in notched thermoset and thermoplastic laminates. Composites Science and Technology, 56(5), pp. 557-568, 1996.

[USI07] L'usine Nouvelle n°3060, Juin 2007.

[VAU90] P. Vautey and J.P. Favre. Fibre/matrix load transfer in thermoset and thermoplastic composites - Single fibre models and hole sensitivity of laminates, Comp. Sci. Technol. 38, pp. 271–288, 1990.

[VAU93] P. Vautey. Bilan des performances mécaniques des composites carbone/TP pour l'aéronautique. Thèse de Doctorat de l'Université de Technologie de Compiègne, 1993.

[VIN89] J.R. Vinson. Mechanical Fastening of Polymer Composites. Polymer Eng. And Sciences, 29(79), pp. 1332-1339, 1989.

[WAL98] B.M. Walther. An Investigation of the Tensile Strength and Stiffness of Unidirectional Polymer-Matrix, Carbon-Fiber Composites under the Influence of Elevated Temperatures, in: Master's Thesis in Engineering Science and Mechanics, Virginia Polytechnic Institute and State University, 1998.

[WEE98] C.A. Weeks and C.T. Sun. Modeling non-linear rate-dependent behavior in fiber-reinforced composites. Composites Sc. and Tech., Vol. 58, pp. 603–611, 1998.

[WEI90] Y. Weitsman. Moisture in Composites: Sorption and Damage. Composite Materials Series: Fatigue of Composites, K. L. Reifsnider, ed., New York: Elsevier Science Publishers, Vol. 4, pp. 385-429, 1990.

[WHI74] J.M. Whitney and R.J. Nuismer. Stress fracture criteria for laminated composites containing stress concentrations. J. Compos. Mater., 8, 253-265, 1974.

[WHI85] J.M. Whitney and C.E. Browning. On Short-Beam Shear Tests for Composite Materials. Experimental Mechanics, 25(3), pp. 294-300, 1985.

[WIN01] V.M. Winn and S. Sridharan. An investigation into the accuracy of a one-parameter nonlinear model for unidirectional composites. J. of Composite Mat., Vol. 35(16), pp. 1491-1507, 2001.

[XIA05] Y. Xiao and T. Ishikawa. Bearing strength and failure behavior of bolted composite joints (Part I: Experimental investigation). Composites Science and Technology 65, pp. 1022–1031, 2005.

[XIE95] M. Xie and D.F. Adams. A plasticity model for unidirectional composite materials and its applications in modeling composites testing. Composites Sc. and Tech., Vol. 54, pp. 11-21, 1995.

[YAM78] F.K. Yamada and C.T. Sun. Analysis of laminate strength ant its distribution. J. Compos. Mater., 12, 275-284, 1978.

[YAU91] S.-S. Yau, V.H. Rhodes, D. A. Soules, P. J. Cheng, In 23rd International SAMPE Technical Conference, Vol. 23, 1991.

[YEO06] A. Yeole. Experimental investigation and analysis for bearing strength behavior of composite laminates. Master Thesis of the Wichita State University, 2006.

[YOK07] T. Yokozeki and S. Ogihara, S. Yoshida, T. Ogasawara. Simple constitutive model for nonlinear response of fiber-reinforced composites with loading-directional dependence. Composites Sc. and Tech., Vol. 67(1), pp. 111-118, 2007.

[YYL07] T. Yylmaz and T. Synmazcelik. Investigation of load bearing performances of pin connected C/PPS composites under static loading conditions. Materials and Design, 28, pp. 520-527, 2007.

Résumé :

Cette thèse consiste en une étude comparative des propriétés thermomécaniques de composites tissés à matrice thermoplastique (PEEK ou PPS) et thermodurcissable (époxy). Une analyse bibliographique a permis la comparaison les comportements des ces stratifies en fonction de la nature de la matrice, de la sollicitation et des conditions environnementales. Une étude expérimentale a conduit à une base de données des trois matériaux sous diverses sollicitations mécaniques (essais monotones élémentaires et structures) et différentes conditions environnementales (température et V.H.). Des essais sur assemblages boulonnes (simple et double recouvrement) ont également été réalisés. Une technique de mesure de champ par corrélation d'images numériques a permis d'étudier le comportement de stratifies troues. Enfin, un modèle de comportement élastoplastique orthotrope de stratifies tisses a matrice thermoplastique a été implémenté dans le code E.F. cast3m et valide pour différentes températures.

Mots clefs :

Matériaux composites, thermoplastique, thermodurcissable, carbone/PPS, carbone/PEEK, carbone/époxy, Joints boulonnés, température, vieillissement humide

Abstract:

This PhD thesis consists in a comparative study of the thermomechanical properties of woven plies composites with a thermoplastic (PEEK or PPS) or a thermosetting (epoxy) matrix. A literature review allowed the comparison between the behaviors of these laminates depending on the matrix nature, the stress state and the environmental conditions. An experimental study led to a database of the three materials for different mechanical loads (monotonic and structural tests) under specific environmental conditions (temperature and wet ageing). Bolted joints tests (single bolt single lap and double lap) have also been performed. A digital pictures correlation technique permitted to study the behavior of circular notched laminates. At last, a model of orthotropic elastoplastic behavior for woven plies laminates with a thermoplastic matrix has been implemented in the F.E. code cast3m and has been validated for different temperatures.

Key words:

Laminates, thermoplastic, thermoset, carbon/PPS, carbon/PEEK, carbon/epoxy, bolted joints, temperature, wet ageing