Caractérisation rapide des propriétés en fatigue d'un polymère renforcé par des fibres courtes, pour une application automobile

Loïc Jégou

▶ **To cite this version:**

Loïc Jégou. Caractérisation rapide des propriétés en fatigue d'un polymère renforcé par des fibres courtes, pour une application automobile. Autre. Université de Bretagne occidentale - Brest, 2012. Français. NNT : 2012BRES0052 . tel-00858142

HAL Id: tel-00858142

https://theses.hal.science/tel-00858142

Submitted on 4 Sep 2013

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.

THESE DE DOCTORAT
DE L'UNIVERSITE DE BRETAGNE OCCIDENTALE

Sous le sceau de l'Université Européenne de Bretagne
ECOLE DOCTORALE SICMA [E.D. 373]

Mention :
Sciences Pour l'Ingénieur

Spécialité :
Mécanique des Matériaux, des Structures et des Fluides

Présentée et soutenue publiquement `a l'ENSTA Bretagne par :

Loïc JEGOU
(Professeur Agrégé)

Le 22 Novembre 2012

Caractérisation rapide des propriétés en fatigue d'un polymère renforcé par des fibres courtes, pour une application automobile.

Jury :

M. Gilles REGNIER	ENSAM ParisTech	Président
M. Lucien LAIARINANDRASANA	Mines ParisTech	Rapporteur
M. Andréa BERNASCONI	Polytechnique MILAN	Rapporteur
M. Laurent SOHIER UBO	UBO	Examinateur
M. Sylvain CALLOCH	ENSTA Bretagne	Dir. de thèse
M. Yann MARCO	ENSTA Bretagne	Co-encadrant
M. Pierre CHARRIER	TRELLEBORG	Invité
M. Gilles ROBERT	RHODIA	Invité

A mes parents,

à Sophie,

à Etienne, Lucas et Pauline.

Remerciements

Ce mémoire est le résultat de quatre années de recherche menées conjointement au Laboratoire Brestois de Mécanique et des Systèmes (à l'ENSTA Bretagne) et à l'Institut Universitaire de Technologie au département Science et Génie des Matériaux de Saint-Brieuc (IUT SGM). Cette thèse est également le fruit d'une collaboration forte avec l'équipe de recherche de la société TRELLEBORG VIBRACOUSTIC basée à Nantes.

Durant ces années, j'ai mené de front ma thèse et ma vie professionnelle en tant de que Professeur Agrégé et responsable de la Licence Professionnelle Plasturgie et matériaux Composites à l'IUT SGM de Saint-Brieuc (et ceci à plus de 150km de mon laboratoire de rattachement). Cette situation peu confortable a mis à contribution mon encadrement et toutes les personnes qui ont partagées mon quotidien durant cette période (collègues, famille, amis, etc.). Je vais tenter avec ces quelques lignes de remercier l'ensemble de ces personnes. Malgré tout, si votre nom n'y apparait pas en toutes lettres, je m'en excuse et je tiens à vous dire que je ne vous oublie pas pour autant.

Je remercie M. Gilles Régnier qui m'a fait l'honneur de présider mon jury.

Je remercie Lucien Laiarinandrasana et Andréa Bernasconi pour avoir accepté d'être les rapporteurs de cette thèse, pour l'intérêt que vous avez porté à mon travail et pour les remarques constructives qui ont accompagnées vos rapports : un grand merci !

Je remercie Laurent Sohier, Gilles Robert, Pierre Charrier, Yann Marco et Sylvain Calloch pour avoir examiné avec intérêt cette thèse. Je vous en suis très reconnaissant.

Je tiens particulièrement à remercier Yann Marco pour m'avoir fait confiance et m'avoir fait partager avec enthousiasme sa passion pour la recherche. Cette thèse a débuté sur fond de notre amitié et c'est, à mes yeux, un facteur qui a contribué à sa réussite. Yann a su tenir compte de mes contraintes professionnelles et personnelles ; il a su me soutenir lors de mes moments de doute. Sans lui, cette thèse n'existerait surement pas. Je n'oublierai jamais toutes ces heures d'expérimentation, de réflexion et au final de partage que nous avons vécues ensemble durant ces 4 années. Je retiendrais particulièrement nos moments d'enthousiasmes accompagnant certains résultats, et le coté toujours optimiste de Yann. Qu'il trouve en ces quelques mots toute ma gratitude.

Merci également à mon directeur de thèse, Sylvain Calloch dont les qualités humaines et scientifiques sont indéniables. En tant que responsable de l'équipe « fatigue » au sein du LBMS, Sylvain a servi de guide à mes travaux tout en les laissant vivre et mûrir. Je lui suis extrêmement reconnaissant pour la confiance qu'il m'a témoignée et pour ses nombreux encouragements.

Je remercie Pierre Charrier et Ludovic Chauvet qui ont été les initiateurs de cette thèse en exprimant un besoin industriel nouveau. J'ai eu l'occasion à travers nos échanges toujours fructueux de découvrir des ingénieurs passionnés et passionnants. Simultanément à notre collaboration, vous avez réussi le challenge d'industrialiser des structures en PA66GF50 pour des applications automobiles, et j'ai eu la chance de partager un peu cette aventure avec vous. Alors bravo à vous et à votre équipe (Denis, Wilfried, etc.), et un grand merci à tous pour tout ce que vous avez apporté à mes travaux de thèse.

J'ai découvert qu'une thèse est un travail d'équipe qui dépasse l'encadrement et les collaborations industriels officiels.

Je voudrais donc remercier Gilles Robert de la société RHODIA (Lyon) pour avoir suivi avec intérêt mes travaux et pour y avoir contribué lors des 2 dernières années. Gilles a fait partie d'un petit groupe de travail qui s'est progressivement constitué autour de ma thèse et s'est déplacé de nombreuses fois à Nantes ou à Brest dans ce cadre.

Je voudrais remercier Cédric Doudard et Vincent le Saux, tous deux chercheurs au LBMS, pour leur aide autant sur les mesures thermiques que sur la programmation nécessaire à une interprétation rapide et fiable des résultats. Merci également à l'ensemble de l'équipe fatigue du LBMS pour leurs conseils. Je tiens à remercier Stéphane Sire, chercheur au LBMS et ami de longue date, car il m'a hébergé plus d'une fois sur Brest durant ces quatre années.

Merci à Antoine Launay (PSA) qui a débuté sa thèse au LMS (Paris) et au LBMS en même temps que moi. Nous avons partagé la thématique de l'étude en fatigue des Polyamides renforcés et nous avons été encadrés par Yann. Antoine nous a permis notamment de bénéficier des mini-structures testées en chapitre 5 ainsi que des résultats en fatigue qui leur étaient associés.

Merci à Gaël Bourbouze, du Centre Régional Technique de Morlaix, pour les mesures réalisées à l'aide de micro-tomographie à rayons X.

Mon projet a reçu un soutien inconditionnel à l'IUT de Saint-Brieuc et à l'Université de Rennes1. Je tiens donc à remercier chaleureusement Jacques Berthoux, directeur de l'IUT, Laurent Le Gendre, directeur adjoint de l'IUT, Ronan Jaunault, Chef de département SGM, ainsi que tous les membres du Conseil d'Institut pour avoir soutenu ma demande de décharge d'enseignement lors de la dernière année universitaire.

Je tiens à remercier tous mes collègues du département SGM pour leur soutien et leur compréhension. Un grand merci à Tual, Stéphane, Jean-Pierre, Xavier, Claire, Ratiba, Yvonne, Christophe, Maël, Claude. Merci également à Nicolas et Morgan du Centre Technique ID Composite basé à l'IUT.

Je tiens à remercier mes étudiants de DUT ou de Licence Professionnelle qui ont choisi et mené à bien les projets tuteurés sur cette thématique de recherche. Vous étiez en quelques

sortes mes petites mains lorsqu'il me fallait quatre bras : de ce fait, vous m'avez fait gagner un temps précieux.

Enfin je voudrais adresser de chaleureux remerciements à mes proches. Si j'en suis là aujourd'hui, c'est forcément un peu grâce à vous.

Merci à mes parents et à mon frère qui ont su me soutenir quand il le fallait.

Ce n'est pas toujours facile d'être la compagne d'un thésard, mais quand celui-ci est déjà bien occupé par son travail, la tâche devient immense ! Merci à femme Sophie qui a su faire preuve de patience et d'attention notamment lors des derniers mois consacrés à la rédaction : je lui dédie ce travail, ainsi qu'à nos enfants, Etienne, Lucas et Pauline.

Introduction

En 2009, les experts de l'IEA *(International Energy Agency, 2011)* ont chiffré que, sur 100 tonnes de pétrole extraites, plus de 90 tonnes sont transformées en carburants et ses dérivés combustibles. Sur ces 90 tonnes, près de 48 tonnes sont brûlées dans des moteurs à combustion. Seulement 3 à 4 tonnes sont utilisées comme base de la pétrochimie (polymères, caoutchouc, fibres synthétiques, etc.).

En 2012, les prix des carburants ont atteint un niveau « record ». Ce phénomène est dû principalement à la raréfaction des ressources pétrolières, à une consommation croissante (notamment des pays émergents), et à une situation politique instable de certains pays producteurs. Cette augmentation semble inexorable et les industries automobile et aéronautique sont les premières concernées.

De plus, la conscience collective concernant la problématique environnementale, contraint les industriels à produire des systèmes moins polluants et plus faciles à recycler. Le parlement européen a voté en 2008 des objectifs de réductions des émissions de CO_2 pour les véhicules automobiles *(European Parliament, 2008)*. D'ailleurs, beaucoup de constructeurs en ont fait un argument majeur de vente.

L'industrie aéronautique et l'industrie automobile sont donc confrontées à un double enjeu pour les années à venir : préserver les ressources et préserver l'environnement. Les aéronefs et les automobiles devront donc être moins consommatrices en carburant d'origine fossile et devront utiliser une part croissante de matériaux ayant un bilan écologique convenable (ex : bilan carbone réalisé à partir de l'analyse du cycle de vie du produit). Une vraie démarche « d'éco-conception » de ces produits est en cours chez de nombreux constructeurs.

Pour ce faire, il faut développer simultanément des énergies alternatives, construire des voitures et des avions plus légers et utiliser de nouveaux matériaux : moins « gourmands » en CO_2 lors de leur élaboration, mais aussi recyclables, et éventuellement déjà recyclés ou renouvelables (ex : matériaux issus d'agro-ressources i.e. « Biomatériaux ») ; Tout ceci dans un contexte économique très concurrentiel imposant une réduction régulière des coûts de développement et de fabrication.

Dans le cas de l'industrie automobile, ces nouvelles contraintes se traduisent par une exigence accrue concernant les objectifs de réduction des coûts et des masses des systèmes embarqués (impact direct sur les spécifications du cahier des charges). L'usage des matériaux polymères thermoplastiques, renforcés ou non, est ainsi accrue du fait de leur faible densité et du niveau d'industrialisation des procédés de mise en œuvre associés. Après avoir progressivement remplacé les pièces non structurelles (aménagement intérieur, capots, carters, etc.), les industriels sont confrontés à un challenge de taille : concevoir des pièces « plastiques » structurelles capables de supporter des variations de conditions climatiques (hygrométrie, température, …), et divers types de sollicitations (crach, fatigue, vieillissement, etc.). Les ingénieurs sont donc confrontés à deux problématiques complexes et connexes. La première d'entre elles est d'établir une chaîne numérique de dimensionnement en partant de la maquette numérique 3D : cela passe par la maîtrise d'une simulation rhéologique (prévision de l'orientation des fibres et propriétés mécaniques locales) et par l'utilisation d'une loi de

comportement fiable et robuste intégrant les paramètres environnementaux. La deuxième problématique est d'établir un critère de fatigue accompagné par des données expérimentales fiables et en nombre suffisant (divers paramètres influents sur la durée de vie…), et d'une loi de cumul appropriée. Pour les polymères renforcés, il n'existe pas, aujourd'hui, d'autres méthodes que les essais d'endurance « classiques », longs et coûteux, pour disposer d'une courbe S-N. L'utilisation d'un critère lié à une grandeur physique intrinsèque du matériau testé, est une chose encore peu étudiée pour les thermoplastiques renforcés.

L'objectif de cette thèse est de développer une méthode de caractérisation rapide des propriétés en fatigue d'un polymère thermoplastique renforcé par des fibres de verre courtes (un PA66GF50[1], dans notre étude). Cette démarche se compose d'une caractérisation thermomécanique basée sur les essais d'auto-échauffement, pratiqués avec succès sur les matériaux métalliques depuis de nombreuses années, et accompagnée d'un critère énergétique permettant de reconstruire une courbe S-N à 1Hz, en moins de 2 jours, avec une seule éprouvette. Cette démarche, accompagnée par une analyse systématique des indicateurs mécaniques classiques et d'une caractérisation microstructurale approfondie, permet de mieux comprendre et de mieux localiser les mécanismes en jeu. Elle permet également d'établir une hiérarchie entre différents facteurs susceptibles d'influencer la durée de vie du matériau étudié. Bien entendu, en vue d'une application industrielle, cette méthode de caractérisation rapide développée sur des éprouvettes standards doit être transposable à l'étude sous sollicitation cyclique d'une pièce réelle

Ce manuscrit est divisé en 5 chapitres. Dans le premier chapitre, nous dressons un bilan des contextes industriels et scientifiques : les problématiques soulevées par le dimensionnement en fatigue d'une pièce structurelle en thermoplastique renforcé pour une application automobile sont ainsi exposées. Nous proposons ensuite un état de l'art des connaissances sur la microstructure et le comportement des polymères semi-cristallins renforcés, et sur la caractérisation rapide à base d'essais d'auto-échauffement. A la fin de ce premier chapitre, et au regard de cet état de l'art, nos objectifs sont détaillés et justifiés.

Le deuxième chapitre présente, dans un premier temps, le matériau étudié (PA66GF50) et les familles d'éprouvettes utilisées (géométrie, mode d'obtention, fiche d'identité microstructurale, etc.). Ce chapitre explore ensuite les possibilités offertes par un protocole d'auto-échauffement appliqué au PA66GF50 sous forme d'éprouvettes : un outil d'analyse thermomécanique y est développé à partir de mesures de thermographie infrarouge. Un dépouillement graphique (à seuil) visant à estimer la limite d'endurance limitée (à $N=10^6$ cycles) est alors proposé. Il est conforté par les résultats d'une campagne d'essais d'endurance. Nous proposons également au cours de ce chapitre, une analyse des indicateurs mécaniques couramment utilisés, accompagnée par une caractérisation microstructurale visant à explorer les mécanismes en jeu (MEB, Microtomographie RX), afin de justifier le comportement à seuil observé.

Au cours du troisième chapitre, l'outil d'analyse thermomécanique développé est validé sur une autre géométrie d'éprouvette et est confronté à l'étude de l'influence de paramètres majeurs (reprise en humidité, distribution de longueur de fibres, orientation des fibres et

[1] Polyamide 66 renforcé à 50% en masse par des fibres de verre courtes

présence d'une ligne de soudure). Une hiérarchie est alors établie au regard des familles d'éprouvettes testées.

Le quatrième chapitre est celui de la mise en place et de la qualification d'une démarche de caractérisation rapide, basée sur l'indentification des termes sources de la dissipation mesurée et sur un critère en énergie dissipée : les termes sources sont quantifiés par une simplification de l'équation de la chaleur (approche 0D) qui permet de relier l'énergie dissipée par cycle en régime stabilisé, à la différence de température mesurée en surface des éprouvettes testées. Le critère, quant à lui, fait le lien entre cette énergie dissipée par cycle, et le nombre de cycles à la rupture en fatigue. Cette démarche est validée par l'étude de l'endurance d'une deuxième famille d'éprouvettes de géométrie et de microstructure différentes. Ensuite, la démarche est confrontée à l'étude de l'influence de la reprise en humidité. Une courbe unifiée reliant l'énergie dissipée au nombre de cycles à la rupture est alors établie.

Le dernier chapitre est celui du changement d'échelle d'observation et du développement d'une démarche d'analyse, toujours basée sur les essais d'auto-échauffement, mais plus appropriée à l'étude de structures complexes (limite de l'approche 0D). Ainsi, la première partie de ce chapitre vise à explorer les possibilités offertes par les mesures thermiques dans le cadre de l'étude de l'hétérogénéité des termes sources au sein de la microstructure d'une éprouvette standard (mesures sur la tranche après usinage de la peau). La deuxième partie concerne la mise en place d'une démarche de caractérisation rapide sur des éprouvettes de structure présentant une concentration de contraintes due à un effet géométrique, et à l'orientation des fibres au cours de l'injection. Nous explorons alors les possibilités offertes par la thermographie infrarouge pour détecter les points chauds et suivre la fissuration. Une nouvelle méthode d'analyse, dite en $\dot{\theta}_0$, nous permet de quantifier l'énergie dissipée par cycle et ainsi d'entrevoir la possibilité d'appliquer le critère énergétique. Enfin, l'ensemble des points, étudiés avec succès sur les éprouvettes de structure, est transposé à l'étude de la durée de vie d'une pièce prototype (support moteur). Cette dernière étude montre la possibilité d'appliquer le critère énergétique identifié sur éprouvettes standards au cas d'une pièce complexe. Une courbe de fatigue unifiée en énergie dissipée est proposée.

Ce manuscrit se termine par une conclusion permettant de dresser un bilan des différents travaux réalisés. Elle permet également de proposer des perspectives visant à orienter les futurs travaux de recherche dans le domaine de l'étude en fatigue d'un polymère renforcé pour des applications automobiles.

Sommaire

REMERCIEMENTS…… iii
INTRODUCTION…… vi
SOMMAIRE…… ix
TABLE DES FIGURES…… xiv
LISTE DES TABLEAUX…… xxviii
LISTE DES NOTATIONS ET ABREVIATIONS…… xxx

Sommaire du Chapitre 1

1 CONTEXTE INDUSTRIEL…….... 3
1.1 CAHIER DES CHARGES D'UNE PIECE INDUSTRIELLE AUTOMOBILE…… 4
1.2 CHOIX DU MATERIAU ET DU PROCEDE DE FABRICATION……..... 4
1.2.1 Choix du matériau et du procédé. *4*
1.2.2 Description du procédé d'injection des polymères thermoplastiques *6*
1.3 OUTILS ET DEMARCHE UTILISES PAR LES INDUSTRIELS…… 9
1.4 PROBLEMATIQUES INDUSTRIELLES SOULEVEES……..... 9
1.5 APPORT DE NOS TRAVAUX VIS-A-VIS DE CE CONTEXTE INDUSTRIEL…… 10

2 LES MATERIAUX THERMOPLASTIQUES RENFORCES : ETAT DE L'ART…… 12
2.1 DESCRIPTION DES SGFRT A MATRICE SEMI-CRISTALLINE : MICROSTRUCTURE ET PARAMETRES INFLUENTS…….. 13
2.1.1 Présentation des polymères semi-cristallins *13*
2.1.2 Thermoplastiques semi-cristallins renforcés par des fibres de verre courtes *21*
2.2 COMPORTEMENT DES SGFRT……..... 31
2.2.1 Description du comportement des SGFRT *32*
2.2.2 Modélisation du comportement des SGFRT *34*
2.3 FATIGUE DES POLYMERES RENFORCES (SGFRT)……... 36
2.3.1 Mécanismes d'endommagement *36*
2.3.2 Paramètres influents sur la tenue en fatigue *39*
2.3.3 Bilan des critères utilisés *50*
2.4 BILAN ET PERSPECTIVES : « ALLER PLUS VITE »…… *53*

3 CARACTERISATION RAPIDE DES PROPRIETES EN FATIGUE D'UN MATERIAU : ESSAIS D'AUTO-ECHAUFFEMENT SOUS SOLLICITATION CYCLIQUE……... 55

3.1 BREF HISTORIQUE ET PRINCIPE DE BASE……. 55
3.1.1 Bref historiqu *55*
3.1.2 Principe de base illustré par le cas des matériaux métalliques *56*
3.2 CADRE D'INTERPRETATION THERMODYNAMIQUE D'UN ESSAI D'AUTO-ECHAUFFEMENT…… 57
3.2.1 Premier principe *58*
3.2.2 Second principe *59*
3.2.3 Equation de la chaleur *60*
3.2.4 Hypothèses simplificatrices dans le cas d'essais d'auto-échauffement sous sollicitations cycliques *61*
3.3 APPLICATION AUX MATERIAUX METALLIQUES…… 62
3.4 APPLICATIONS AUX POLYMERES……... 63
3.4.1 Cas des matériaux élastomères *63*
3.4.2 Cas des thermoplastiques *65*

4 PROPOSITION D'UNE DEMARCHE ET OBJECTIFS VISE…… 67

Sommaire du chapitre 2

1 MATERIAU, PROCEDES ET EPROUVETTES……... 71
1.1 MATERIAU ET PROCEDES……. 71
1.1.1 Injection de granulés « neufs » *72*
1.1.2 Injection de granulés issus de rebroyage *75*
1.1.3 Usinage d'éprouvettes à partir de plaques injectées *75*
1.2 EPROUVETTES : GEOMETRIE ET MICROSTRUCTURE INITIALE……..... 77
1.2.1 Géométrie des éprouvettes testées *77*
1.2.2 Présentation des outils d'analyse utilisés pour l'indentification de la microstructure *79*
1.2.3 Analyse de la microstructure initiale et influence des facteurs majeurs *89*
1.2.4 Bilan *105*

2 PROPOSITION D'UN PROTOCOLE D'AUTO-ECHAUFFEMENT ET PREMIERES ANALYSES…….. 106
2.1 PROTOCOLE DES ESSAIS D'AUTO-ECHAUFFEMENT……..... 106
2.1.1 Mesures par thermographie infrarouge *106*
2.1.2 Dispositif expérimental et éprouvette *112*
2.1.3 Conditions expérimentales *114*
2.1.4 Résultat d'un essai d'auto-échauffement et première analyse *115*
2.2 ANALYSE DES DONNEES MECANIQUES…… 116
2.2.1 Aire des boucles d'hystérésis *118*
2.2.2 « Endommagement » scalaire *119*
2.2.3 Déformation résiduelle *120*
2.3 ANALYSE DES INDICATEURS MICROSTRUCTURAUX……... 121
2.3.1 Micro-tomographie RX *122*
2.3.2 Microscopie optique *134*
2.3.3 MEB *134*
2.3.4 Conclusion *139*
2.4 CORRELATION AUX RESULTATS OBTENUS EN FATIGUE ET PROPOSITION D'UNE DEMARCHE PRAGMATIQUE D'EVALUATION DE LA CONTRAINTE D'ENDURANCE A 10^6 CYCLES……. 140
2.4.1 Essais de fatigue *140*
2.4.2 Proposition de dépouillement graphique *141*

3 SYNTHESE ET PERSPECTIVES……... 143

Sommaire du chapitre 3

1 ETUDE DE L'INFLUENCE DE LA GEOMETRIE DE L'EPROUVETTE…... 148
1.1 COMPARAISON DES COURBES D'AUTO-ECHAUFFEMENT……... 148
1.2 ANALYSE DES FACIES DE RUPTURE…….. 149
1.3 CORRELATION AUX ESSAIS DE FATIGUE……. 151
1.4 SYNTHESE……. 152

2 ETUDE DE L'INFLUENCE DU TAUX D'HUMIDITE DANS LE POLYAMIDE……... 153
2.1 COMPARAISON DES COURBES D'AUTO-ECHAUFFEMENT……... 153
2.2 ANALYSE DES INDICATEURS MECANIQUES…… 154
2.2.1 Endommagement scalaire *154*
2.2.2 Déformation résiduelle *154*
2.3 ANALYSE DES FACIES DE RUPTURE…….. 155
2.4 COURBES DE FATIGUE……... 157

2.5 SYNTHESE…….. 158

3 INFLUENCE DE L'ORIENTATION ET DE LA DISTRIBUTION DE LONGUEUR DES FIBRES……. 159
3.1 INFLUENCE DE L'ORIENTATION DES FIBRES…….. 159
3.1.1 Etude du comportement sous sollicitation monotone 159
3.1.2 Etude du comportement lors des essais d'auto-échauffement 162
3.1.3 Observation et analyse des faciès de rupture sous sollicitation cyclique 163
3.1.4 Corrélation aux données disponibles en fatigue 164
3.1.5 Synthèse 165
3.2 INFLUENCE DE LA DISTRIBUTION DE LONGUEURS DES FIBRES (FLD)…… 166
3.2.1 Etude du comportement sous sollicitation monotone 166
3.2.2 Etude du comportement lors des essais d'auto-échauffement 167
3.2.3 Corrélation avec les résultats disponibles en fatigue 169
3.2.4 Synthèse 170

4 INFLUENCE DES PARAMETRES D'INJECTION……... 170
4.1 RAPPEL DE NOTIONS SUR L'ANALYSE DES RESULTATS ISSUS D'UN PLAN D'EXPERIENCES…….. 171
4.2 ETUDE DE L'INFLUENCE DES FACTEURS ETUDIES SUR LE COMPORTEMENT MECANIQUE EN TRACTION-RUPTURE……. 172
4.3 EVALUATION DE L'INFLUENCE DES FACTEURS ETUDIES SOUS SOLLICITATION CYCLIQUE, A TRAVERS LES ESSAIS D'AUTO-ECHAUFFEMENT…… 174

5 INFLUENCE DU PROCEDE SUR LA TENUE D'UNE LIGNE DE SOUDURE……. 175
5.1 ETUDE DE L'INFLUENCE D'UNE LIGNE DE SOUDURE SUR LE COMPORTEMENT MECANIQUE SOUS EN TRACTION-RUPTURE…….. 176
5.1.1 Contrainte à la rupture 176
5.1.2 Module d'Young 177
5.1.3 Faciès de rupture 178
5.2 EVALUATION DE L'INFLUENCE D'UNE LIGNE DE SOUDURE ET DE LA PRESSION DE MAINTIEN ASSOCIEE, SOUS SOLLICITATION CYCLIQUE, A TRAVERS LES ESSAIS D'AUTO-ECHAUFFEMENT…… 179
5.2.1 Influence de la présence d'une ligne de soudure 179
5.2.2 Influence de la pression de maintien sur la réponse thermomécanique d'une ligne de soudure 181
5.3 CORRELATION AUX RESULTATS OBTENUS EN FATIGUE……. 182
5.4 SYNTHESE…….. 183

6 BILAN DE L'INFLUENCE DES FACTEURS ETUDIES SUR LA REPONSE THERMOMECANIQUE LORS DES ESSAIS D'AUTO-ECHAUFFEMENT……... 183
6.1 COMPARAISON DES FACTEURS INFLUENTS SUR LES EPROUVETTES ISO527……. 184
6.2 COMPARAISON DES FACTEURS INFLUENTS SUR LES EPROUVETTES H2……. 184
6.3 SYNTHESE…….. 185

7 CONCLUSION ET PERSPECTIVES 185

Sommaire du Chapitre 4

1 IDENTIFICATION D'UN CRITERE ENERGETIQUE SUR EPROUVETTES ISO527 RH40%..... 189
1.1 ESTIMATION DE L'ENERGIE DISSIPEE PAR CYCLE A PARTIR D'ESSAIS D'AUTO-ECHAUFFEMENT……..……. 190
1.1.1 Equation de chaleur et hypothèses simplificatrices 190

1.1.2 Dissipation intrinsèque et température moyenne stabilisée *191*
1.1.3 Application au cas d'une éprouvette ISO527 RH40 *193*
1.2 CRITERE ENERGETIQUE ET PREVISION DE LA COURBE DE « WÖHLER »……. 195
1.2.1 Choix d'un critère énergétique *195*
1.2.2 Identification des paramètres du modèle sur éprouvette ISO527 RH40% *196*
1.2.3 Comparaison de la prédiction du critère et des essais de fatigue *196*

2 VALIDATION DU CRITERE ENERGETIQUE…… 197
2.1 CONFRONTATION DU CRITERE IDENTIFIE SUR LES EPROUVETTES ISO527 RH40% AU CAS DES EPROUVETTES H2 RH40%..... 198
2.1.1 Application de la démarche avec un critère connu *198*
2.1.2 Application de la démarche sans paramètres à priori connus pour le critère énergétique *201*
2.2 APPLICATION DU CRITERE POUR DIFFERENTS TAUX DE REPRISE EN HUMIDITE…. 202
2.3 PROPOSITION D'UNE COURBE DE REFERENCE EN ENERGIE DISSIPEE……. 204
2.4 CONFRONTATION DU DEPOUILLEMENT GRAPHIQUE ET DE L'EVALUATION FAITE PAR LE CRITERE ENERGETIQUE APPLIQUE A L'INFLUENCE DE L'ORIENTATION DES FIBRES, DE LA LONGUEUR DES FIBRES ET D'UNE LIGNE DE SOUDURE SUR LA LIMITE D'ENDURANCE…… 205

3 CONCLUSION…….. 206

Sommaire du chapitre 5

1 EVALUATION DES CHAMPS DE TERMES SOURCES A PARTIR DE L'ANALYSE EN « $\dot{\theta}_0$»…… 210

2 ESTIMATION DE L'EVOLUTION DES TERMES SOURCES DANS L'EPAISSEUR D'UNE EPROUVETTE ISO527…….. 211
2.1 PREPARATION DE L'EPROUVETTE ET PRINCIPE DE L'ESSAI……... 211
2.2 COURBE D'AUTO-ECHAUFFEMENT……. 212
2.3 EVOLUTION DE LA TEMPERATURE ET DES TERMES SOURCES DANS L'EPAISSEUR 214
2.4 SYNTHESE ET PERSPECTIVES……... 219

3 EVALUATION DES CHAMPS D'ENERGIE DISSIPEE ET APPLICABILITE DE LA DEMARCHE DE CARACTERISATION RAPIDE A DES EPROUVETTES DE STRUCTURE……..… 220
3.1 EPROUVETTES ET MATERIAU……... 220
3.2 ESSAIS D'AUTO-ECHAUFFEMENT ET CHAMPS DE TEMPERATURE…… 222
3.2.1 Protocole d'essai *223*
3.2.2 Analyse des champs de température *223*
3.2.3 Analyse des champs de sources et durée de vie *231*
3.3 CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES……... 236

4 APPLICABILITE DE LA DEMARCHE DE CARACTERISATION RAPIDE A UN PROTOTYPE DE SUPPORT MOTEUR…… 237
4.1 PRESENTATION DU PROTOTYPE DE SUPPORT MOTEUR ET DU PROTOCOLE D'ESSAI……. 237
4.1.1 Prototype de support moteur *237*
4.1.2 Protocole d'essai *239*
4.2 ANALYSE DES CHAMPS DE TEMPERATURES……...…… 241
4.2.1 Analyse du couplage thermoélastique *241*
4.2.2 Détection des points chauds et des fissures *242*
4.2.3 Analyse des essais d'auto-échauffement en θ de la zone de fissuration *243*
4.3 ANALYSE DES CHAMPS DE SOURCES ET CONFRONTATION AU CRITERE ENERGETIQUE……. 247

4.3.1 Illustration de la limite de l'approche « 0D » *247*
4.3.2 Evaluation de l'applicabilité de l'approche en $\dot{\theta}_0$ *247*
4.4 CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES…... 250

5 CONCLUSIONS……. 250

Bibliographie

BIBLIOGRAPHIE…… 257

Sommaire des annexes

1 ANNEXE 1 : COMPORTEMENT DES PHASES AMORPHES ET CRISTALLINES D'UN POLYMÈRE…… 265
1.1 COMPORTEMENT DES PHASES AMORPHES…….. 265
1.2 COMPORTEMENT DES LAMELLES CRISTALLINES…….. 266

2 ANNEXE 2 : NOTION DE TENSEUR D'ORIENTATION DES FIBRES…….. 268

3 ANNEXE 3 : MODELISATION DES PROPRIETES A LA RUPTURE ET DU MODULE ELASTIQUE D'UN POLYMERE RENFORCE EN TRACTION UNI-AXIALE……. 270
3.1 CONTRAINTE À LA RUPTURE EN TRACTION UNI-AXIALE ET ORIENTATION DES FIBRES……... 270
3.2 CONTRAINTE EXERCEE DANS UNE FIBRE ET INTERFACE FIBRE-MATRICE…… 271
3.3 CONTRAINTE A LA RUPTURE : PRISE EN COMPTE DE L'INTERFACE ET DE L'ORIENTATION……... 272
3.4 MODELISATION DU MODULE ELASTIQUE ET FLD……... 273

4 ANNEXE 4 : NOTIONS SUR LA FATIGUE DES MATERIAUX…… 274
4.1 DÉFINITIONS……..… 274
4.2 INFLUENCE DE LA CONTRAINTE MOYENNE…… 276
4.3 AMORÇAGE ET PROPAGATION……. 277
4.3.1 Amorçage et indicateurs mécaniques classiques *277*
4.3.2 Propagation 278
4.4 DURÉE DE VIE ET CRITÈRES ASSOCIÉS…….. 279
4.4.1 Lois de cumul de dommage *279*
4.4.2 Critères pour l'endurance limitée *280*
4.4.3 Critères pour l'endurance oligocyclique *281*
4.4.4 Critères énergétiques *281*

5 ANNEXE 5 : ARTICLE SUR LA CARACTERISATION RAPIDE DU PA66GF50…….. 283

Table des figures

Figures du chapitre 1

Figure 1.1: Mise en situation des pièces antivibratoires au niveau d'un groupe motopropulseur. (Source Trelleborg-Vibroacoutic)…….. 3
Figure 1.2: Diagramme Module d'Young/ Masse volumique : mise en évidence de l'intérêt des polymères et composites. (Source Logiciel CES4)……..... 4
Figure 1.3: Carrosserie Lotus "Elise" réalisée en RTM. (Source SORA Composites)…… 5
Figure 1.4: « Répartiteur d'air à l'admission » en Polyamide 6.6 renforcé à 35% en masse par des fibres de verre courtes (PA66GF35). (Source PSA)……..... 5
Figure 1.5 : Description du procédé d'injection des polymères thermoplastiques (Trotignon, 1996)……..... 7
Figure 1.6 : Démarche de conception d'une pièce structurelle en PA66GF50…….. 9
Figure 1.7 : Schéma global de la problématique de dimensionnement d'une pièce structurelle en PA66GF50 pour application automobile……..... 11
Figure 1.8 : Structure chimique d'un Polyamide 6.6…… 14
Figure 1.9 : représentation schématique d'un sphérolite et des lamelles cristallines le constituant (Gourgues-Lorenzon, 2006) (Callister, 2001)…… 14
Figure 1.10 : Illustration des déformations aux différentes échelles structurales d'un polymère semi-cristallin. (Schultz, 1984)……. 15
Figure 1.11 : Schéma idéalisé du mécanisme d'endommagement (a) par cavitation dans les zones amorphes confinées entre des lamelles rigides, (b) par fragmentation des cristallites en cisaillement. (Fond, 2002)……. 16
Figure 1.12 : Observations en tomographie d'agglomérats de cavités. (Regrain, 2009)….. 17
Figure 1.13 : Interprétation de l'évolution de l'endommagement d'une éprouvette sollicitée en traction : (a) microstructure initiale et présence d'un défaut, (b) et (c) croissance du défaut et diminution de la densité de matière à la frontière, (d) présence de fibrilles très étirée, rompues ou non, (e) rencontre de deux zones ductiles et initiation de la rupture finale. (Regrain, 2009)……. 17
Figure 1.14 : Influence de la température sur le comportement en traction d'un PA 6.6 d'après Dupont de Nemours. (Trotignon, 1996)…… 18
Figure 1.15 : Résultats obtenus en DMA pour un PA66GF50 DAM : évolution du module E' et tan δ en fonction de la température…….. 18
Figure 1.16 : Courbes de comportement en traction uni-axiale d'un PA 6 à 25°C pour différente teneurs en humidité (Ferreiro, 2000)…… 19
Figure 1.17 : Influence de la teneur en humidité sur la Tg. (Launay, 2012)…… 19
Figure 1.18 : Mise en évidence par microscopie à lumière polarisée de la microstructure cœur-peau d'un polymère semi-cristallin injecté et schématisation (Viana, 2005)……. 20
Figure 1.19 : (a) Modélisation en 5 couches de l'orientation des fibres vis-à-vis de la direction d'écoulement (notée MFD), (b) photo MEB en section transversale de la structure cœur-peau dans la zone centrale d'une plaque injectée en PA 6-6 GF30, (c) Image 3D de la structure cœur-peau d'un échantillon de PPGF30. (Horst, 1997) (Bernasconi, 2007b) (Mégally, 2005)…… 22
Figure 1.20 : Schématisation de la rotation d'une fibre soumise à un écoulement divergent. (Mégally, 2005)…… 22

Figure 1.21 : Tracé du tenseur a2 obtenu après mesure optique et reconstruction numérique d'un échantillon de PPGF30 fibres longues prélevé dans une plaque de 1.8mm d'épaisseur. (Mégally, 2005)……. 24
Figure 1.22 : Prévision moyenne des tenseurs d'orientation (composante a11) obtenue par le logiciel Moldflow dans une plaque de 1mm d'épaisseur (a) ou de 3mm d'épaisseur (b), (c) Prévision dans l'épaisseur de la composante a11 pour les 2 plaques et comparaison avec les mesures expérimentales. Matériau Polyarylamide renforcé à 30% en masse. (Dray, 2006)…….. 25
Figure 1.23 : Données expérimentales montrant la réduction de l'erreur sur la prévision d'orientation en fonction du modèle utilisé et de la fraction massique de fibres de verre. (Moldflow, 2006)……... 26
Figure 1.24 : Schéma de la déformation de la matrice autour d'une fibre soumise à une contrainte de traction. (Callister, 2001)……..……. 27
Figure 1.25 : Faciès de rupture d'un PA66 renforcé obtenu par MEB. (Fu, 2005)……..…. 27
Figure 1.26 : (a) mécanisme de rupture d'un Polymère renforcé en 5 étapes : (1) initiation d'une fissure en bout de fibre (2) les fissures se propagent dans la matrice à l'interface (3) les fissures croisent dans la matrice accompagnée d'une déformation plastique de la matrice (4) les zones de matrice microfissurées et déformées plastiquement coalescent, la propagation est stable et la rupture ductile (5) Une fois une taille critique atteinte, la propagation devient instable et le matériau se rompt de manière fragile. (b) photo MEB des mécanismes de rupture pour un PA66GF15 d'après (Sato, 1991)…….. 28
Figure 1.27 : FLD obtenus après pyrolyse de PA6GF10 (a), PA6GF20 (b), PA6GF30 (c) et Moyenne pondérée Lw. (Bernasconi, 2011)…….…… 29
Figure 1.28 : Influence du Vf sur la contrainte à la rupture (a) et sur la déformation à la rupture (b) de Nylon renforcés de fibres de verre courtes (SGN), de fibres de verre longues (LGN), de fibres de carbone courtes (SCN) et de fibres de carbone longues (LCN) d'après (Curtis, 1978) ; (c) Courbes de comportement d'un PA66 avec différents taux massiques de renforts à 23°C d'après (Mouhmid, 2006)……. 29
Figure 1.29 : Mise en évidence de « clusters » et de zones de déplétion de fibres, sur une photo prise au MEB par (Dray, 2006) dans le plan d'écoulement d'une plaque de 1mm en Polyamide aromatique chargé à 30% en masse de fibres de verre…….……. 30
Figure 1.30 : Observation de la structure cristalline dans un polyamide renforcé de fibres de verre par microscopie optique à polarisation croisée. (Mourglia, 2009)…….. 31
Figure 1.31 : Schéma de la structure multicouche d'un PA66GF30 : (1) épaisseur 10µm, FV non orientées, structure cristalline non sphérolitique ; (2) épaisseur 10µm, FV orientées, structure cristalline non sphérolitique ; (3) FV orientées, structure cristalline sphérolitique ; (4) (2) épaisseur 500µm, FV moins orientées, structure cristalline sphérolitique. (Mourglia, 2009)……...…… 31
Figure 1.32 : (a) Courbes de traction-rupture à différentes vitesses de sollicitation sur un PA66GF35 DAM et RH50%. (Launay, 2011)……. 32
Figure 1.33 : (a) Courbes contrainte-déformation issues de tests type « trapèzes » avec palier de maintien, piloté en contrainte, pour un PA66GF35 RH50% à 25 MPa/s et (b) évolution de la contrainte et de la déformation au cours du temps. (Launay, 2011)…….…. 33
Figure 1.34 : Résultats de tests cycliques en traction-traction sur un PA66GF35: (a) piloté en contrainte avec une vitesse de 2.5 MPa/s, (b) piloté en contrainte à une vitesse de 250 MPa/s. (Launay, 2011)……... 34
Figure 1.35 : Schéma d'homogénéisation en 2 étapes. (Doghri, 2005)……..…… 35

Figure 1.36 : Description des mécanismes d'endommagement d'un PA renforcé pour T<Tg (a) et pour T>Tg (b) d'après (Noda, 2001)…… 37
Figure 1.37 : (a)Schématisation de la différence de faciès de rupture en fonction de la reprise en humidité ; (b) et (c) Photo MEB d'un faciès de rupture en fatigue respectivement pour un PA renforcé DAM et RH50%. (Horst, 1997)…….. 37
Figure 1.38 : Photo MEB après cryofracture d'échantillons en PA 6 renforcé, sollicité en fatigue, (a) Vides créés autour des fibres par l'endommagement, (b) rupture de fibres au-delà d'une certaine longueur critique. (Horst, 1997)…….. 38
Figure 1.39 : Evolution de la tenue en fatigue d'un PA66GF35 en fonction de la longueur des fibres : (a) courbe de Wöhler pour différents taux de matériau rebroyé et (b) Contrainte d'endurance à 106 cycles pour différentes longueurs moyennes pondérées issues de FLD. (Bernasconi, 2007a)……. 40
Figure 1.40 : Courbe de Wöhler d'une pièce structurelle en PA66GF35 (a) comparaison entre matériau non rebroyé et 100% rebroyé, (b) courbe « normalisée » et comparaison à une campagne de fatigue sur ISO527-1. (Bernasconi, 2010)…….. 41
Figure 1.41 : (a) Influence de la température ambiante sur la courbe de Wöhler d'un PA66GF33, (b) Relation en température ambiante et pente de la courbe de Wöhler. (Handa, 1999)…… 41
Figure 1.42 : Courbe de Wöhler réalisée pour un PA66GF30, à R=-1, 10Hz, 23°C pour des échantillons contenant 0.2% d'eau en masse (points bleus) et 3.5% d'eau en masse (points rouges). (Barbouchi, 2007)…….. 42
Figure 1.43 : (a) Influence des conditions expérimentales sur l'endurance d'un PA6GF33 ; (b) courbe de Wöhler « maîtresse » et conditions expérimentales pour un PA6GF33 et un PA66GF33. (Jia, 1998)……. 42
Figure 1.44 : (a) orientation à cœur dans une plaque en PA renforcé injectée en nappe, (b) courbe de Wöhler pour différentes positions d'éprouvettes : croix AL, rond BL, carré CL, losange noir éprouvette non renforcée. (Horst, 1997)……..... 43
Figure 1.45 : (a) Courbe de Wöhler pour différentes orientations de fibres dans un PA6GF30, (b) Courbe de Wöhler « normalisée » pour différentes orientations de fibres dans un PA6GF30, (c) Application du critère de Tsai-Hill. (Bernasconi, 2007b)…….. 44
Figure 1.46 : Courbe de Wöhler obtenu en traction-torsion sur éprouvettes « diabolos tubulaires » injectées en PA66GF35 et sollicité à R=0, à température ambiante (a) influence de l'interaction bi-axialité/déphasage, (b) influence de la bi-axialité. (De Monte, 2009)…… 45
Figure 1.47 : Diagramme de Haigh (σa-σm) ave tracé de paraboles de Gerber pour un PA66GF33. (Mallick, 2004)…… 45
Figure 1.48 : Influence de la fréquence sur l'endurance d'un PA66GF33. (Handa, 1999)…… 46
Figure 1.49 : Auto-échauffement mesuré à la surface d'échantillons en PA66GF30 sollicités en fatigue à 50% de leur duré de vie, pour des fréquences de 1Hz ; 2Hz et 4Hz, en fonction de l'énergie dissipée par unité de temps. (Bernasconi, 2009)…….. 47
Figure 1.50 : Etude en fatigue d'un PA66GF30 (a) évolution du module élastique en fonction de la fréquence à différentes températures, (b) courbe de Wöhler normalisée par le module élastique pour différentes fréquences et températures. (Mourglia, 2009)…….. 47
Figure 1.51 : Température mesurée à la surface d'un échantillon en PA66GF30 RH45%, à température ambiante, et sollicité à R=-1. (Bellenger, 2006)……. 48

Figure 1.52 : (a)Influence de l'orientation des fibres et d'une ligne de soudure, (b) du diamètre d'un trou, sur la tenue en fatigue d'un PA66GF33. (Zhou, 2006) ; (c) Influence de la concentration de contrainte au sein d'éprouvettes entaillées (Kt), sur l'endurance d'un PA66GF35. (Sonsino, 2007)…… 49
Figure 1.53 : Influence de la température d'injection (a), de la pression de maintien (b) en fonction de la direction de sollicitation et de la présence d'une ligne de soudure ; (c) évolution des paramètres du critère de fatigue en fonction de la pression de maintien pour les 2 directions de sollicitation et en présence d'une ligne de soudure. (Zhou, 2011)…… 50
Figure 1.54 : Détermination de la limite à la fatigue dans la direction de chargement en fonction de l'orientation des fibres dans un repère matériel local. (Gaier, 2010)…… 52
Figure 1.55 : densité d'énergie de déformation et modèle énergétique dans des cas de sollicitations différentes, des géométries différentes, pour un PBT+PET GF30 à R=-1 (a) et R=0.1 (b). (Klimkeit, 2009)…… 53
Figure 1.56 : Schéma présentant les besoins en essais d'endurance dans le développement de pièces industrielles…… 54
Figure 1.57 : Exemple de courbes de Wöhler obtenues pour diverses orientations, diverses températures nécessaires à la localisation de la rupture en fatigue d'une biellette en PA6T GF50. (Guster, 2011)…… 54
Figure 1.58 : Historique sur le développement des essais d'auto-échauffement d'après (Munier, 2012)…… 56
Figure 1.59 : Essais d'auto-échauffement (AE) sur acier dual phase DP60 ; (a) succession de blocs de chargement d'amplitude croissante, (b) évolution de la température moyenne durant un bloc, (c) courbe d'AE [θ,σa] et dépouillement empirique, (d) courbe de Wöhler moyenne. (Doudard, 2004)…… 57
Figure 1.60 : Différences entre les conditions aux limites du problème thermique en fonction de l'approche considérée. (Munier, 2012)…… 61
Figure 1.61 : (a) Indentification des paramètres du modèle sur les courbes d'auto-échauffement d'un acier grade A après une pré-déformation plastique en cisaillement ; (b) Prévision de l'évolution des propriétés en fatigue d'un acier grade A après pré-déformation plastique dans les directions d1 et d3. (Munier, 2012)…… 63
Figure 1.62 : Champs 2D thermiques obtenus pour un palier à 315 MPa au centre d'une l'éprouvette en acier ; (a) champ de température expérimental ; (b) champ de température calculé ; (c) erreur sur la température ; (d) terme source. (Munier, 2012)…… 63
Figure 1.63 : Essais d'auto-échauffement sur éprouvettes de fatigue en caoutchouc naturel : (a) courbe d'AE caractéristique et dépouillement empirique, (b) cartographie des températures en AE stabilisé obtenue par caméra IR, à R=0, 0.5Hz, εmax=149%. (Le Saux, 2010)…… 64
Figure 1.64 : (a) densité volumique de défauts en fonction de εmax, (b) prévision d'une courbe de Wöhler pour un élastomère en fonction de la précision du coefficient C. (Le Saux, 2010)…… 65
Figure 1.65 : (a) Courbes d'auto-échauffement pour un PP testé à f=1Hz, R=0 et R=-1 en traction et en torsion ; (b) courbes de fatigue correspondantes. (Berrehili, 2010)…… 66
Figure 1.66 : Echauffement mesurée par thermographie infrarouge à la surface d'un polymère renforcé en fonction de sa fraction de durée de vie. (Klimkeit, 2009)…… 66

Figures du chapitre 2

Figure 2.1: PA66GF50 sous forme de granulé (a) et sous forme de plaque moulée (b)….. 71
Figure 2.2: Dispositif d'étuvage du PA66GF50…….……. 72
Figure 2.3: Masse d'un échantillon témoin de PA66GF50 au cours de l'étuvage à 90°C….. 73
Figure 2.4 : Schéma descriptif du système d'alimentation avec « obturateur » pour l'injection des éprouvettes « H2 avec ou sans Ligne de soudure »…….. 73
Figure 2.5 : Moulée obtenue sur presse Billion® suivant la norme ISO525-2-1A ……..…… 74
Figure 2.6 : Procédure d'obtention d'éprouvette ISO527 « 100% rebroyées »…….. 75
Figure 2.7 : Montage d'usinage des plaques injectées sur CUCN C2 Réalméca®…… 76
Figure 2.8 : Eprouvette ISO527-2-1A (a) et ISO527-2-1BA (b) et (c) (ISO-527-1, 1993) 78
Figure 2.9 : Vue 3D d'une éprouvette ISO avec son repère orthonormé de référence..…... 78
Figure 2.10 : Différents types de maillage du logiciel Moldflow®. (Source société Moldflow corporation)……..…. 80
Figure 2.11 : Microscope optique LEICA DMLN® et système vidéo LEICA Q5001W® 80
Figure 2.12 : (a) Electron secondaire, (b) Electron rétrodiffusé, (c) Electron Auger, (d) Photon X…….……... 81
Figure 2.13 : MEB JEOL JSM-5600 équipé d'un détecteur de rayons X « EDS » Oxford Inca energy (a) et Schéma de principe de la colonne électronique (b)…… 82
Figure 2.14 : Micro-tomographe haute résolution V-TOME-X 240D au CRT de Morlaix…….…….. 82
Figure 2.15 : principe de mesure en MTRX. Source (GE Sensing & Inspection Technologies®)…….……. 83
Figure 2.16 : Schéma explicatif de la construction numérique de voxels en MTRX. (GE Sensing & Inspection Technologies®)…….……. 84
Figure 2.17 : ATG/ATD TA Instruments® SDT 2960…….…….. 85
Figure 2.18 : DSC METTLER TOLEDO DSC1…….……. 86
Figure 2.19 : Prévision de la composante a11 du tenseur d'orientation des fibres, en peau, après injection des éprouvettes « ISO527 » - simulation rhéologique Moldfow®…….…. 89
Figure 2.20 : Vue de l'évolution de la microstructure dans l'épaisseur d'une éprouvette ISO527 (au centre de la zone utile), obtenue par microscopie optique…… 89
Figure 2.21 : ISO527 vue en coupe (X ; Y) obtenue en MTRX et mise en évidence de la structure en « caisson »……. 90
Figure 2.22 : ISO527 vue en coupe (Y ; Z) obtenue en MTRX ; (a) dans le plan médian de l'éprouvette ; (b) dans un plan intermédiaire…….. 90
Figure 2.23 : ISO527 vue en coupe (X ;Z) obtenue en MTRX ; (a) zone de surface ; (b) zone de peau ; (c) plan médian de l'éprouvette……..……. 91
Figure 2.24 : Modélisation de la structure d'orientation des fibres pour les éprouvettes ISO527……... 91
Figure 2.25 : H2 vue en coupe (X ;Y) obtenue en MTRX et mise en évidence de la structure en « caisson »……..……. 92
Figure 2.26 : H2 vue en coupe (Y ;Z) obtenue en MTRX dans le plan médian de l'éprouvette…….…… 92
Figure 2.27 : H2 vue en coupe (X ;Z) obtenue en MTRX ; (a) zone de surface ; (b) zone de peau ; (c) plan médian de l'éprouvette…….. 93
Figure 2.28 : Modélisation de la structure d'orientation des fibres d'une éprouvette H2..… 93
Figure 2.29 : Prévision de la composante a11 du tenseur d'orientation des fibres, en peau, après injection des plaques - simulation rhéologique Moldfow®…….……... 94
Figure 2.30 : H2 « usinée » vue en coupe (X ; Z) obtenue en microscopie optique…..…… 94

Figure 2.31 : Modélisation de la structure d'orientation des fibres pour une éprouvette H2 usinée……..…….. 95
Figure 2.32 : H2 « usinée » réputée à 0° par rapport à la DPE et brute d'usinage, vue dans le plan (X ; Z) obtenue au MEB ; (a) au bord ; (b) au milieu……... 95
Figure 2.33 : H2 injectée vue dans le plan (X ; Z) obtenue au MEB ; (a) au milieu ; (b) au bord……..…... 96
Figure 2.34 : H2 « usinée » après polissage vue en coupe (X ; Z) obtenue au MEB ; (a) au milieu ; (b) au bord……... 96
Figure 2.35 : Microstructure d'une ligne de soudure vue au microscope optique…..…….... 97
Figure 2.36 : Microstructure d'une ligne de soudure vue au MEB…….……. 97
Figure 2.37 : Exemple de fenêtre de mesure pour mesure type FLD sur PA66GF50……. 98
Figure 2.38 : Exemple de FLD à partir d'échantillons prélevés dans les zones « utiles » (ZU) de 3 éprouvettes ISO527 identiques – Données traitées à l'aide de Statistica®…..….. 99
Figure 2.39 : Etude FLD comparative « granulé/carotte » menée sur éprouvette H2. Données traitées à l'aide de Statistica®…… 100
Figure 2.40 : Exemple de FLD à partir d'échantillons prélevés dans les zones utiles de 4 éprouvettes ISO527 rebroyées – Données traitées à l'aide de Statistica®……..…… 101
Figure 2.41 : ATG réalisée sur échantillon PA66GF50 prélevé sur éprouvette ISO527 au centre de la zone utile…… 102
Figure 2.42 : Cliché MEB dans la ZU d'une éprouvette ISO527 en coupe transversale (90° par rapport à la direction d'écoulement principale)…….. 103
Figure 2.43 : Vue en micro-tomographie à rayons X dans la zone utile d'une éprouvette H2, avec une résolution spatiale de 7µm…….…... 103
Figure 2.44 : Courbe DSC sur PA66GF50……... 104
Figure 2.45 : Graphe de réponses individuelles du plan d'expériences 23 sur le taux de cristallisation du PA66GF50…….……. 105
Figure 2.46 : Décomposition des 3 contributions du rayonnement mesurées par une caméra IR, d'après (Gaussorgues, 1984)……... 108
Figure 2.47 : Images issues de mesures avec caméra IR pour différents niveaux de correction (Le Saux, 2010)…… 110
Figure 2.48 : Dispositif expérimental des essais d'auto-échauffement……..…… 112
Figure 2.49 : Dispositif expérimental utilisé pour les mesures thermiques sur INSTRON® (Le Saux, 2010)……..… 113
Figure 2.50 : Evolution des températures moyennes dans les 3 zones (T température zone utile, « T lower grip » température mors du bas, « T upper grip » température mors du haut) lors d'un essai d'auto-échauffement……..….... 114
Figure 2.51 : évolution de la température θ durant un palier d'auto-échauffement à une amplitude de contrainte de 30MPa, R=0, f=1Hz, Tamb=23°C……..……. 115
Figure 2.52 : Evolution de la température de stabilisation θ en fonction de l'amplitude de contrainte σa, pour différents essais…….. 116
Figure 2.53 : Exemple d'évolution des boucles d'hystérésis pour le 2ème et le 2000ème cycle des paliers 5 et 6 du test 2 : module sécant (en pointillé) tracé sur chaque cycle et aire d'hystérésis en hachuré sur le cycle 2000 du palier 6 (σmax=98 MPa)…….……. 117
Figure 2.54 : Comparaison du module sécant E0 (en rouge) tracé sur une courbe de traction monotone (15kN.min-1) d'une éprouvette ISO527 RH40% pour σmax=98MPa et du module cyclique Ecycl du cycle 2 du palier 6 (σmax=98MPa)……... 118
Figure 2.55 : Evolution de l'aire des boucles d'hystérésis en début et en fin de palier d'auto-échauffement pour les Test 1, 2 et 3 (en fonction de σa)……..……... 119

Figure 2.56 : Evolution de l'endommagement scalaire en début et en fin de palier d'auto-échauffement pour les Tests 1,2 et 3…….…….. 120
Figure 2.57 : Evolution de la déformation résiduelle en début et en fin de palier d'auto-échauffement pour les Tests 1, 2 et3…….…… 121
Figure 2.58 : Exemple de visualisation des résultats de mesure MTRX sur le logiciel myVGL2.0®…….…….. 123
Figure 2.59 : Vue 3D du dispositif d'étalonnage (à gauche) et courbes d'intensité du signal mesuré par rapport au niveau de gris (à droite)……. 124
Figure 2.60 : Illustration des indicateurs retenus en MTRX pour caractériser les ZAF…….. 125
Figure 2.61 : Evolution de la fraction volumique de « défauts » en fonction de l'amplitude de contrainte…….. 126
Figure 2.62 : Evolution de la densité volumique de défauts en fonction de l'amplitude de contrainte……..... 126
Figure 2.63 : Evolution du volume de plus gros « défaut » en fonction de l'amplitude de contrainte……... 127
Figure 2.64 : Evolution du volume du pavé moyen équivalent en fonction de l'amplitude de contrainte…….…….. 128
Figure 2.65 : Vue 3D (grâce au logiciel myVGL2.0®) du plus gros défaut sur ISO527 sollicitée 2000 cycles à une amplitude de contrainte de 39MPa : (a) les 3 zones mesurées ; (b) plus gros défaut en niveau de gris ; (c) plus gros défaut en couleur…… 128
Figure 2.66 : Evolution des projections des « défauts » suivant les axes X, Y et Z respectivement en (a), (b) et (c), et évolution des coefficients d'anisotropie (d), en fonction de l'amplitude de contrainte…….. 130
Figure 2.67 : Vue 3D des « défauts » grâce au logiciel myVGL2.0®……. 130
Figure 2.68 : Positions dans la section (X ; Y) des défauts > 100 voxels pour les différentes amplitudes de contrainte…… 132
Figure 2.69 : Positions dans la section (X ; Y) des défauts > 500 voxels pour les différentes amplitudes de contrainte…… 133
Figure 2.70 : Porosités « sphériques » dans un PA66GF50 vues au MEB…….. 135
Figure 2.71 : Mise en évidence au MEB de l'endommagement d'un PA66GF50 sollicité à une amplitude de contrainte de 52MPa pendant 2000 cycles……... 135
Figure 2.72 : Localisation des faciès de rupture obtenu au MEB sur ISO527 RH40%..... 136
Figure 2.73 : Clichés MEB du faciès de rupture sous sollicitation cyclique dans la zone de peau d'une éprouvette ISO527 RH40% en PA66GF50…… 137
Figure 2.74 : Clichés MEB du faciès de rupture sous sollicitation cyclique dans les coins d'une éprouvette ISO527 RH40% en PA66GF50……. 138
Figure 2.75 : Clichés MEB du faciès de rupture sous sollicitation cyclique dans la zone de cœur (f), et à l'interface cœur-peau (g), d'une éprouvette ISO527 RH40% en PA66GF50…. 138
Figure 2.76 : Courbe d'endurance du PA66GF50 réalisée sur éprouvettes ISO527 RH40% et température ambiante, à 1Hz et R=0. Limite d'endurance à N=106 Cycles en pointillés rouges…… 141
Figure 2.77 : Proposition de dépouillement « pragmatique » sur courbe d'auto échauffement pour un PA66GF50 (ISO527 RH40)…….. 141
Figure 2.78 : Evaluation de la courbe S-N à partir du dépouillement d'un essai d'auto-échauffement……. 142

Figures du chapitre 3

Figure 3.1 : Comparaison de courbes obtenues lors d'essais d'auto-échauffement pour 2 géométries différentes (ISO527 et H2)……. 149
Figure 3.2 : Localisation des faciès de rupture obtenu au MEB sur H2 RH40%..... 149
Figure 3.3 : Clichés MEB du faciès de rupture sous sollicitation cyclique d'une éprouvette H2 RH40% en PA66GF50. (a) vue de la moitié de la section avec mise en évidence de la zone de cœur et (b) vue zoomée sur la zone de cœur…… 150
Figure 3.4 : Clichés MEB du faciès de rupture sous sollicitation cyclique d'une éprouvette H2 RH40% en PA66GF50. (a) vue de la moitié de la section avec mise en évidence de la zone de peau principalement orientée dans la direction de sollicitation et (b) vue zoomée sur la zone de peau……..…… 150
Figure 3.5 : Evaluation de la courbe S-N à partir des points obtenus en auto-échauffement pour les éprouvettes H2 RH40% et comparaison aux résultats obtenus en fatigue…….. 151
Figure 3.6 : Comparaison des essais de fatigue réalisés sur un PA66GF50 pour des éprouvettes ISO527 RH40% et des éprouvettes H2 RH40%, à R=0, f=1Hz et Tamb=23°C... 152
Figure 3.7 : Comparaison des courbes d'auto-échauffement d'un PA66GF50 pour différents taux d'humidité, sur éprouvettes ISO527, à température ambiante, R=0 et f=1Hz……. 153
Figure 3.8 : Evolution de l'endommagement scalaire en début de palier (cycle 2) et fin de palier (cycle 2000) pour les essais d'auto-échauffement sur ISO527 RH25%..... 154
Figure 3.9 : Evolution de la déformation résiduelle en début de palier (cycle 2) et fin de palier (cycle 2000) pour les essais d'auto-échauffement sur ISO527 RH25%..... 155
Figure 3.10 : Localisation des faciès de rupture cyclique obtenu au MEB sur ISO527 RH25%..... 156
Figure 3.11 : Clichés MEB des faciès de rupture cyclique d'une éprouvette ISO527 RH25% au cœur……..… 156
Figure 3.12 : Clichés MEB des faciès de rupture cyclique d'une éprouvette ISO527 RH25% dans un coin (c) et au bord (d)……... 157
Figure 3.13 : Clichés MEB des faciès de rupture cyclique d'une éprouvette ISO527 RH25% à la frontière entre le cœur et la peau…… 157
Figure 3.14 : Comparaison des courbes de fatigue pour différents taux de reprise en humidité d'un PA66GF50, à F=1Hz et R=0, à température ambiante…….. 158
Figure 3.15 : Exemple de champ de déformations lors d'un essai de traction uni-axial sur éprouvette H2 usinée avec une orientation réputée de 30°. Résultats obtenus à l'aide du logiciel Correlimr®…… 160
Figure 3.16 : Schéma explicatif de l'évolution de l'orientation de la microstructure type « stratifiée » des éprouvettes H2 usinées à différents angles vis-à-vis de la direction de sollicitation (voir angles P0°, P15°, P30°, P45°, P60° et P90° en rouge)……. 161
Figure 3.17 : Courbes de comportement du PA66GF50 issues d'essais en traction uni-axiale (15kN.min-1) sur éprouvettes H2 « usinées » (RH40%) pour différentes orientations « réputées » de fibres……. 161
Figure 3.18 : Evolutions des propriétés mécaniques d'un PA66GF50 issues d'essais en traction uni-axiale (15kN.min-1) sur éprouvettes H2 « usinées » (RH40%) pour différentes orientations « réputées » de fibres……. 162
Figure 3.19 : Caractérisation « rapide » d'un PA66GF50 sous forme d'éprouvettes H2 (RH40%) usinées à différentes orientations…….. 163
Figure 3.20 : Faciès de rupture obtenus en microscopie électronique à balayage pour des éprouvettes H2 usinées à 0° (a) et à 90° (b) : mise en évidence de l'effet cœur-peau…….. 164

Figure 3.21 : Faciès de rupture obtenus en microscopie électronique à balayage pour des éprouvettes H2 usinées à 90° : mise en évidence des mécanismes de rupture en fonction de l'orientation des fibres…….. 164
Figure 3.22 : Comparaison des courbes de comportement en traction uni-axiale d'une éprouvette ISO527 « standard » et d'une éprouvette ISO527 « rebroyée » ; 15kN.min-1, RH20%, température ambiante 23°C…… 167
Figure 3.23 : Comparaison des courbes obtenues en caractérisation « rapide », pour un PA66GF50, sous forme d'éprouvettes ISO527 (RH20%) « standard » et « rebroyée »…….. 167
Figure 3.24 : Evolution de la déformation résiduelle en début (cycle 2) et en fin (cycle 2000) des paliers d'auto-échauffement pour les éprouvettes ISO527 rebroyée RH20%..... 168
Figure 3.25 : Evolution de l'endommagement scalaire en début (cycle 2) et en fin (cycle 2000) des paliers d'auto-échauffement pour les éprouvettes ISO527 rebroyée RH20%..... 169
Figure 3.26 : Comparaison des courbes de comportement en traction uni-axiale d'éprouvettes ISO527 RH20% injectées dans différentes conditions : T température du moule en °C et P pression de maintien en % de la pression à la commutation……. 172
Figure 3.27 : Graphe des effets de la température du moule T et de la pression de maintien P sur (a) le module d'Young, (b) l'allongement à la rupture A%, (c) la contrainte à la rupture σr et Graphe de l'interaction T-P sur le module d'Young E (d)…….. 173
Figure 3.28 : Comparaison des courbes obtenues en caractérisation « rapide », pour un PA66GF50, sous forme d'éprouvettes ISO527 (RH20%) injectée dans différentes conditions : T température du moule en °C et P pression de maintien en % de la pression à la commutation…….. 174
Figure 3.29 : Graphe des effets de T et de P sur σaD à N=106 Cycles……..…. 175
Figure 3.30 : Comparaison des contraintes à la rupture avec et sans LS pour des essais de traction uni-axiale à 15kN.min-1, température ambiante, sur H2 R40%..... 176
Figure 3.31 : Evolution de ξ vis-à-vis du taux massique de renfort pour des Polyamides renforcés de fibres de verre courtes…….. 177
Figure 3.32 : Estimation du module d'Young d'une ligne de soudure en fonction de la pression de maintien appliquée P25 (25 bar) et P80 (80 bar)……..... 178
Figure 3.33 : Vue MEB d'un faciès de rupture à la ligne de soudure d'une éprouvette H2 injectée avec une pression de maintien de 25 bars et sollicitée en traction uni-axiale à 15kN.min-1, à RH40%, à température ambiante…….…….. 178
Figure 3.34 : Comparaison des faciès de rupture obtenus après des essais de traction uni-axiale à 15kN.min-1 et température ambiante, sur des éprouvettes H2 RH40% avec (a) et sans (b) ligne de soudure…….. 179
Figure 3.35 : Mise en évidence de l'auto-échauffement localisé à la ligne de soudure sur éprouvette H2, à l'aide du logiciel Altair®…….. 180
Figure 3.36 : Comparaison des courbes obtenues en caractérisation « rapide », pour un PA66GF50, sous forme d'éprouvettes H2 (RH50%) avec ou sans LS, pour une pression de maintien de 80 bar……. 180
Figure 3.37 : Comparaison des courbes obtenues en caractérisation « rapide », pour un PA66GF50, sous forme d'éprouvettes H2 (RH50%) avec LS dans la zone de soudure et quelques mm en dehors de la zone de soudure…… 181
Figure 3.38 : Comparaison des courbes obtenues en caractérisation « rapide », pour un PA66GF50, sous forme d'éprouvettes H2 (RH50%) avec LS, pour une pression des maintien de 80 bar, 60 bar et 25 bar…….. 182
Figure 3.39 : Essais de fatigue et points issus de la caractérisation rapide (pour N=106 cycles) pour des éprouvettes H2 avec ligne de soudure, compactées à 25 bar (ronds verts) ou à 60 bar (carré rouge)…….…... 183

Figure 3.40 : Comparaison de l'influence de différents paramètres sur la réponse thermomécanique en auto-échauffement d'un PA66GF50 sous forme d'éprouvettes ISO527…….. 184
Figure 3.41 : Comparaison de l'influence de différents paramètres sur la réponse thermomécanique en auto-échauffement d'un PA66GF50 sous forme d'éprouvettes H2…… 185

Figures du chapitre 4

Figure 4.1 : Suivi de l'aire d'hystérésis au cours d'essais d'endurance sur éprouvettes ISO527 RH40%, à 1Hz et R=0, température ambiante et à différents niveau d'amplitude de contrainte…….. 189
Figure 4.2 : Identification de τéq réalisée sur la courbe de température lors du palier de recouvrement d'un essai d'auto-échauffement. Eprouvette ISO527 RH40% sur machine INSTRON 1342……. 194
Figure 4.3 : Identification d'une loi puissance sur courbe d'auto-échauffement pour une éprouvette ISO527 RH40% à 1Hz et R=0, à température ambiante……. 194
Figure 4.4 : Evolution de la dissipation intrinsèque par cycle en fonction de l'amplitude de contrainte des paliers d'auto-échauffement et comparaison avec l'aire d'hystérésis évaluée pour chaque palier en régime stabilisé…….. 195
Figure 4.5 : Comparaison de la courbe prédite par le critère énergétique et les points issus des essais d'endurance (courbe de Wöhler) pour les éprouvettes ISO527 RH40%, à 1Hz, R=0 et température ambiante…… 196
Figure 4.6 : Comparaison de la courbe prédite par le critère énergétique, après optimisation, et les points issus des essais d'endurance (courbe de Wöhler) ou d'auto-échauffement, pour les éprouvettes ISO527 RH40% (à 1Hz, R=0 et température ambiante)…….. 197
Figure 4.7: Identification de τéq réalisée sur la courbe de température lors du palier de recouvrement d'un essai d'auto-échauffement. Eprouvette H2 RH40% sur machine INSTRON 1342……. 199
Figure 4.8 : Identification d'une loi puissance sur courbe d'auto-échauffement pour une éprouvette H2 RH40% à 1Hz et R=0, à température ambiante……. 199
Figure 4.9 : Evolution de la dissipation intrinsèque par cycle en régime stationnaire pour les éprouvettes H2 RH40% et comparaison avec le résultat obtenu pour les éprouvettes ISO527 RH40%..... 200
Figure 4.10 : Comparaison de la courbe prédite par le critère énergétique et les points issus des essais d'endurance (courbe de Wöhler) pour les éprouvettes H2 RH40%, à 1Hz, R=0 et température ambiante en conservant les paramètres identifiés sur les éprouvettes ISO527 RH40%..... 200
Figure 4.11 : Comparaison des courbes S-N prédites et des campagnes de fatigue, pour les éprouvettes ISO527 RH40% et les éprouvettes H2 RH40% (1Hz, R=0, température ambiante)…….. 201
Figure 4.12 : Comparaison de l'estimation du critère avec des paramètres identifiés à partir des essais d'AE sur H2 RH40% et les essais d'endurance…… 202
Figure 4.13 : Comparaison de la courbe prédite par le critère énergétique et les points issus des essais d'endurance (courbe de Wöhler) pour les éprouvettes ISO527 RH40%, RH25% et RH55%, sollicitées à 1Hz, R=0, température ambiante et en conservant les paramètres identifiés sur les éprouvettes ISO527 RH40%..... 203

Figure 4.14 : Comparaison de la courbe prédite par le critère énergétique et les points issus des essais d'endurance (courbe de Wöhler) pour les éprouvettes H2 RH40%, et H2 DAM, sollicitées à 1Hz, R=0, température ambiante et en conservant les paramètres identifiés sur les éprouvettes H2 RH40%..... 204
Figure 4.15 : Comparaison de la dissipation intrinsèque par cycle et de l'aire d'hystérésis pour les essais d'auto-échauffement des éprouvettes ISO527 RH25% et RH55%..... 204
Figure 4.16 : Courbe de référence reliant la dissipation intrinsèque par cycle en régime stationnaire et le nombre de cycle à la rupture pour les différents taux de reprise en humidité……. 205

Figures du chapitre 5

Figure 5.1 : Schéma explicatif de la mesure de Δθcycle2/cycle1 et Δtcycle2/cycle1…….. 211
Figure 5.2 : Schéma de l'usinage sur la tranche de l'éprouvette ISO527 vis-à-vis de sa microstructure prévue (à gauche) et image de la microstructure au microscope optique (à droite)……... 212
Figure 5.3 : Evolution de différence de température moyenne Θ dans la zone mesurée (sur la tranche) pour le palier 40 MPa…….. 213

Figure 5.4 : Comparaison des courbes d'auto-échauffement obtenues sur éprouvettes ISO527 RH40% : mesures sur la surface de la zone utile (carrés rouges) et mesures sur la surface de la tranche après usinage (losanges bleus)…… 213
Figure 5.5 : Evaluation de la dissipation intrinsèque moyenne par cycle en régime stationnaire lors d'essais d'auto-échauffement (1Hz, R=0, 23°C) pour une éprouvette ISO527 RH40% classique et pour une éprouvette ISO527 RH40% usinée et mesurée sur la tranche……... 214
Figure 5.6 : Schématisation de la ligne AB permettant l'analyse de l'évolution en différence de température ΔΘ (°C) d'un bord à l'autre de la tranche d'une éprouvette ISO527 usinée (exemple du cycle 2 à effort nul)……..... 215
Figure 5.7 : Evolution de la température dans l'épaisseur d'une éprouvette ISO527 durant les premiers cycles d'auto-échauffement…….. 215
Figure 5.8 : Evolution des différences de température dans l'épaisseur d'une éprouvette ISO527 entre les cycles 2, 13, 32 et 40, et le premier cycle…….. 216
Figure 5.9 : Evolution des différences de température dans l'épaisseur d'une éprouvette ISO527 entre les cycles 2 et le premier cycle……... 217
Figure 5.10 : Cartographies des différences de températures ΔΘ (°C) entre les cycles 2, 13, 27, 40 et 1440 et le premier cycle (à effort nul). L'image intitulée cycle 0 correspond à une différence de températures entre 2 images avant le début de l'essai……. 218
Figure 5.11 : Evolution des termes sources dans l'épaisseur d'une éprouvette ISO527. Entre les pointillés bleus, la largeur maximale estimée du cœur derrière la surface mesurée et entre les pointillés verts, la largeur visible de la zone présentant une désorientation des fibres en microscopie optique……...…… 219
Figure 5.12 : Description de la géométrie des éprouvettes de structure en PA66GF35. (Sonsino, 2007)……. 220
Figure 5.13 : Evaluation de l'orientation des fibres pour un PA66GF35 sur éprouvette Kt2.5 à l'aide du logiciel Moldflow® au niveau de la zone de mesure pour les essais d'auto-échauffement : (a) moyenne de la composante a11 sur l'épaisseur totale et (b) courbes d'iso-orientation moyenne……... 221

Figure 5.14 : Evaluation de l'orientation des fibres pour un PA66GF35 sur éprouvette Kt9.8 à l'aide du logiciel Moldflow® au niveau de la zone de mesure pour les essais d'auto-échauffement : (a) moyenne de la composante a11 sur l'épaisseur totale et (b) courbes d'iso-orientation moyenne……..…... 221
Figure 5.15 : Localisation des mesures thermiques sur éprouvette de structure…….. 221
Figure 5.16 : Evolution des champs de température sur éprouvette de structure Kt2.5 au cours du dernier palier d'auto-échauffement (amplitude de contrainte 40 MPa) et détection des points chauds entrainant la rupture finale : (a) 0% du palier, (b) 33% du palier, (c) 50% du palier, (d) 66% du palier, (e) 99% du palier et (f) rupture finale……. 223
Figure 5.17 : Evolution des champs de température sur éprouvette de structure Kt9.8 au cours du dernier palier d'auto-échauffement (amplitude de contrainte théorique 55 MPa) et détection des points chauds entrainant la rupture finale : (a) 0% du palier, (b) 33% du palier, (c) 90% du palier, (d) 95% du palier, (e) 99% du palier et (f) rupture finale…… 224
Figure 5.18 : Exemple de profils de température, tous les 1.4s, générés à partir des données issues du logiciel Altair® et le suivi en position au cours du temps d'un point chaud……. 225
Figure 5.19 : Exemple de suivi de la position du point chaud par rapport au bord du trou au cours du temps……... 226
Figure 5.20 : Schéma explicatif de l'analyse du faciès de rupture de l'éprouvette Kt2.5 et clichés MEB locaux……... 227
Figure 5.21 : Schéma explicatif de l'analyse du faciès de rupture de l'éprouvette Kt9.8 et clichés MEB locaux……... 228
Figure 5.22 : Evolution de la température Θ au cours d'un palier d'auto-échauffement (amplitude de contrainte théorique 30 MPa) pour les 4 zones mesurées autour du trou…….. 229
Figure 5.23 : Courbe d'auto-échauffement pour l'éprouvette Kt2.5 en PA66GF35 sollicitée à R=0, f=1Hz et Tamb=24°C à l'endroit du point chaud (zone 5 sur la Figure 18)…….. 230
Figure 5.24 : Identification de τéq sur la courbe de refroidissement de la zone à gauche du trou sur éprouvette Kt2.5 à l'endroit du point chaud (zone 5 sur la Figure 18)…… 231
Figure 5.25 : Evaluation de θ0 pour l'éprouvette Kt2.5 pour la zone du point chaud (à gauche du trou)…….. 232
Figure 5.26 : Evaluation de Δint* pour l'éprouvette Kt2.5 pour la zone du point chaud (à gauche du trou). En tirets rouges, l'énergie dissipée estimée par le critère identifié sur éprouvette ISO527 RH50% à N=106 Cycles…… 233
Figure 5.27 : Essais d'endurance sur éprouvettes Kt2.5 en PA66GF35 RH50%, R=0 et température ambiante. Estimation de la limite d'endurance à N=106 cycles pointillés rouges (Source PSA, Sogefi, Mann+Hummel)……. 234
Figure 5.28 : Evaluation de Δint* pour l'éprouvette Kt9.8 pour la zone du point chaud (à droite du trou). En tirets rouges, l'énergie dissipée estimée par le critère identifié sur éprouvette ISO527 RH50% à N=106 Cycles…… 235
Figure 5.29 : Essais d'endurance sur éprouvettes Kt9.8 en PA66GF35 RH50%, R=0 et température ambiante. Estimation de la limite d'endurance à N=106 cycles pointillés rouges (Source PSA, Sogefi, Mann+Hummel)……. 236
Figure 5.30 : Modèle numérique du support moteur…… 237
Figure 5.31 : Etapes de remplissage de la pièce prévues par Moldflow® (maillage 3D)….. 238
Figure 5.32 : Mise en évidence des principales lignes de soudure et du temps de solidification (vue en coupe du plan médian (x;z)) prévus pour la pièce à l'aide du logiciel Moldflow®…… 238
Figure 5.33 : Photo du montage de la pièce sur la machine de fatigue…… 239
Figure 5.34 : Dispositif destiné à isoler la mesure thermique de l'environnement extérieur.. 240

Figure 5.35 : Localisation des zones de rupture lors d'un essai de fatigue préliminaire à Fa=10kN, R=0, f=1Hz, Tamb=20°C sur X95 en PA66GF50 à RH40% (Nr=1336 cycles)…. 240
Figure 5.36 : Cartographie en température dans 4 zones étudiées (à gauche) et évolutions de la moyenne en température dans ces zones au cours du temps (à droite). Résultats obtenus à l'aide du logiciel Altair® lors d'un essai d'auto-échauffement (à Fa=9kN, R=0, f=1Hz) sur pièce structurelle en PA66GF50……..…. 241
Figure 5.37 : Détection des points chauds et de la rupture locale (fin de vie de la pièce) sur pièce structurelle en PA66GF50 (mesure de la face avant) lors d'un palier d'auto-échauffement à Fa=10kN, R=0, f=1Hz, Tamb=20°C. Résultats obtenus à l'aide du logiciel Altair®…….. 242
Figure 5.38 : Courbe de la position du vérin au cours du temps (1 cycle = 1s) lors d'un palier d'auto-échauffement à Fa=10kN, R=0, f=1Hz, Tamb=20°C sur pièce structurelle X95 en PA66GF50 et correspondance temporelle avec les changements de régime thermique observés lors de mesures infrarouges simultanées (points rouges)…….. 243
Figure 5.39 : Détection des points chauds et de la rupture locale (fin de vie de la pièce) sur pièce structurelle en PA66GF50 (mesure de la face avant et de l'intérieur) lors d'un palier d'auto-échauffement à Fa=9kN, R=0, f=1Hz, Tamb=20°C. Résultats obtenus à l'aide du logiciel Altair®…….. 244
Figure 5.40 : Courbe de la position du vérin au cours du temps (1 cycle = 1s) lors d'un palier d'auto-échauffement à Fa=9kN, R=0, f=1Hz, Tamb=20°C sur pièce structurelle en PA66GF50 et correspondance temporelle avec les changements de régime thermique observés lors de mesures infrarouges simultanées (points rouges)…….. 244
Figure 5.41 : Exemple de courbe de température pour la pièce prototype en PA66GF50 RH35% au palier Fa=7.5 kN…… 245
Figure 5.42 : Courbes d'auto-échauffement obtenues sur pièces de structure en PA66GF50 RH35% et RH45% à R=0, f=1Hz, Tamb=20°C……... 246
Figure 5.43 : Courbe S-N pour une pièce prototype RH45% (à R=0, f=1Hz, Tamb=20°C) et comparaison avec un dépouillement graphique des essais d'auto-échauffement……..……. 246
Figure 5.44 : Identification de τéq sur la courbe de refroidissement du palier Fa=7.5 kN lors d'un essai d'auto-échauffement sur pièce prototype en PA66GF50 RH35%..... 247
Figure 5.45 : Courbe d'auto-échauffement en θ0 pour la pièce prototype en PA66GF50 RH45% et courbe de tendance (pointillés rouges)…… 248
Figure 5.46 : Cartographie en θ0 pour 4 paliers d'auto-échauffement sur pièce structurelle en PA66GF50 RH45% (ΔΘ sur 1s)…….. 248
Figure 5.47 : Evaluation de la dissipation intrinsèque par cycle pour les différents paliers d'auto-échauffement sur la pièce prototype RH45% et courbe de tendance (pointillés rouges)…….. 249
Figure 5.48 : Comparaison de l'énergie dissipée estimée lors des essais sur pièce structurelle RH45% en PA66GF50 et le critère énergétique identifié sur éprouvettes……. 250
Figure 5.49 : Courbe d'endurance unifiée en énergie dissipée et principaux essais sur éprouvettes ou pièces pour un PA66GF50…… 252

Figures des annexes

Figure A.1 : Descriptions des mécanismes de déformations des régions amorphes d'un polymère semi-cristallin : (a) cisaillement inter-lamellaire, (b) élongation inter-lamellaire, (c) déformation lors de la rotation d'ensemble des cristaux. (Bowden, 1974)……. 265
Figure A.2 : Etapes de déformation d'un polymère semi-cristallin. (Schultz, 1974)…….. 266
Figure A.3 : Mécanismes de déformation d'un sphérolite en fonction de la position étudiée

vis-à-vis de la direction des efforts. (Fond, 2002)……. 267
Figure A.4 : Images AFM de sphérolites dans un film de PA 6 (a) un sphérolite sans déformation macroscopique, (b) 2 sphérolites après 20% de déformation à 120°C, (c) Schéma de la forme ellipsoïdale d'un sphérolite déformé dans la direction de traction. (Ferreiro, 2000)……. 267
Figure A.5 : (a) Définitions des angles et du vecteur p caractérisant l'orientation d'une fibre, (b) représentation ellipsoïdale du tenseura2. (Redjeb, 2007)…….. 268
Figure A.6 : Exemples de tenseurs d'orientation a2 pour différentes orientations théoriques. (Redjeb, 2007)…… 269
Figure A.7 : Courbes de comportement d'échantillons prélevé dans des plaques en PA6GF30 RH50% avec différentes orientations, sollicités traction uni-axiale, à 23°C. (Bernasconi, 2007 b)……. 270
Figure A.8 : Comparaison de la prévision du critère de « Tsai-Hill » avec les données expérimentales pour un PA6GF30, sollicité en traction uni-axiale à différentes orientations. (Bernasconi, 2007 b)……. 271
Figure A.10 : Définition des paramètres de chargement sous sollicitation cyclique périodique……... 275
Figure A.11 : (a) représentation schématique d'une courbe de « Wöhler », (b) aspect statistique des essais d'endurance. (François, 2001)…….. 275
Figure A.12 : Diagramme de Haigh. (Thevenet, 2005)…… 277
Figure A.13 : Présentation des pilotages en déformation (a) et en contrainte (b) lors d'essais cycliques. (Rösler, 2007)……... 278
Figure A.14 : Schéma de définition des paramètres d'un essai de propagation de fissures…. 279

Liste des tableaux

Tableau du chapitre 1

Tableau 1.1 : Résumé succinct des propriétés mécaniques et physiques du PA66GF50 utilisé…… 6

Tableaux du chapitre 2

Tableau 2.1 : Caractéristiques des mesures en micro-tomographie rayons X utilisées pour les ISO527 en PA66GF50……. 84
Tableau 2.2 : Bilan des possibilités et des limites des outils utilisés pour évaluer la microstructure du PA66GF50, à travers ses paramètres influents……... 88
Tableau 2.3 : Tableau récapitulatif des résultats FLD……..……. 100
Tableau 2.4 : Résultats du plan d'expériences 23 sur le Taux de cristallisation du PA66GF50……...…. 104
Tableau 2.5 : Caractéristiques de l'objectif 50mm……..…….. 111
Tableau 2.6 : Caractéristiques de l'objectif G1……..……... 112

Tableaux du chapitre 3

Tableau 3.1 : Valeurs de σaD-AE, à N=106 cycles pour différents RH……. 153
Tableau 3.2 : Valeurs de σaD-AE, à N=106 cycles pour différentes orientations réputées de fibres…….. 163
Tableau 3.3 : Résultats partiels des travaux de Bernasconi sur l'influence de l'orientation des fibres sur la tenue en fatigue d'un PA6GF30 RH50%, à R=0.1, f=1 Hz et Tamb=23°C. (Bernasconi 2007b)……..... 165
Tableau 3.4 : Evaluation du rapport entre la contrainte maximale d'endurance et la contrainte ultime obtenue lors d'essais de traction uni-axiale monotone sur les éprouvettes H2 usinées……. 165
Tableau 3.5 : Evaluation du rapport entre la contrainte maximale d'endurance et la contrainte ultime obtenue lors d'essais de traction uni-axiale monotone sur les ISO527 RH50% en PA66GF35 « standards » (0% de matière rebroyée) et « rebroyées » (100% de matière rebroyée). (Bernasconi, 2007c)……..... 169
Tableau 3.6 : Evaluation du rapport entre la contrainte maximale d'endurance et la contrainte ultime obtenue lors d'essais de traction uni-axiale monotone sur les éprouvettes ISO527 RH20% en PA66GF50 « standard » (0% de matière rebroyée) et rebroyée à 100%..... 169
Tableau 3.7 : Valeurs de σaD à N=106 Cycles pour les différentes conditions d'injection…… 174
Tableau 3.8 : Valeurs des effets des facteurs T et P à leur différents niveaux, sur σaD à N=106 Cycles……... 175

Tableaux du chapitre 4

Tableau 4.1 : Valeurs de τeq identifiées pour les différents taux de reprise en eau sur éprouvettes ISO527 lors des essais sur la machine de fatigue INSTRON, et valeurs de ρ et c correspondantes……. 202
Tableau 4.2 : Comparaison de la limite d'endurance à N=106 cycles prévue par le dépouillement pragmatique de la courbe d'auto-échauffement σaD-AE et par le critère énergétique σaD-critère…… 206

Tableaux du chapitre 5

Tableau 5.1 : Evaluation de la dissipation intrinsèque par cycle Δint* pour les paliers d'auto-échauffement sur éprouvette Kt2.5 avec un dépouillement en θ (approche 0D) à l'endroit du point chaud (zone 5 sur la Figure 5.18)…… 230
Tableau 5.2 : Evaluation de la dissipation intrinsèque par cycle Δint* pour les paliers d'auto-échauffement sur éprouvette Kt2.5 avec un dépouillement en θ0…… 231
Tableau 5.3 : Evaluation de la dissipation intrinsèque par cycle Δint* pour les paliers d'auto-échauffement sur éprouvette Kt9.8 avec un dépouillement en θ0……..…… 233
Tableau 5.4 : Evaluation de θ0 et de l'énergie dissipée pour la pièce en PA66GF50 RH45% à partir des essais de fatigue et de l'évaluation empirique obtenue lors des essais d'auto-échauffement……. 248

Tableaux des annexes

Tableau A.1 : Valeurs issues du comportement d'échantillons prélevé dans des plaques en PA6GF30 RH50% avec différentes orientations et sollicités traction uni-axiale, à 23°C. (Bernasconi, 2007 b)…….. 270
Tableau A.2 : Résultats obtenus par le modèle de « Bowyer-Bader » pour 3 Polyamides renforcés à 10%, 20% et 30% en masse de fibres de verre courtes. Comparaison avec les contraintes ultimes expérimentales σr,exp. (Bernasconi, 2011)……..…….. 273

Liste des notations et des abréviations

$\underline{\underline{\underline{\underline{a_4}}}}$	tenseur d'orientation d'ordre 4
$\underline{\underline{a_2}}$	tenseur d'orientation d'ordre 2
$\underline{\underline{\dot{\varepsilon}}}$	tenseur des vitesses de déformation
$\overline{Y}_{A_i}$	réponse moyenne du facteur A au niveau i
$\underline{\underline{\Omega}}$	tenseur de rotation
$\bar{\bar{Y}}$	moyenne générale des réponses
$\overline{w}_d$	densité volumique de défauts
$\underline{\underline{\varepsilon}}$	tenseur des déformations
$\dot{\theta}_0$	vitesse de variation en température en début de palier (entre le cycle1 et 2)
$\underline{\underline{\sigma}}$	tenseur des contraintes
Δ_{int}^{*}	dissipation intrinsèque par cycle stabilisé
$\Delta\theta$	variation en température en début de palier
M_T^0	émittance énergétique totale
M_λ^0	émittance monochromatique d'un corps noir
$\bar{\theta}$	variation de température stabilisée
$\dot{\theta}$	vitesse de variation en température
$\tau_{éq}$	temps caractéristique de retour à l'équilibre thermique
A%	allongement à la rupture
ABS	Acrylonitrile Butadiene Styrène
AE	Auto-Echauffement
A_{hyst}	aire d'une boucle d'hystérésis
ATD	Analyse Thermique Différentielle
ATG	Analyse ThermoGravimétrique
c	chaleur spécifique

CCD	Charge Coupled Device
C_i	coefficient d'intéraction entre les fibres
C_{xy}, C_{xz}, C_{yz}	coefficient d'anisotropie des défauts
D	endommagement scalaire
DMA	Dynamic Mechanical Analyser
DPE	Direction principale d'écoulement
DSC	Differential Scanning Calorimetry
D_z	coefficient correcteur de Ci sur moldflow
E	module d'Young
E_0	module sécant mesuré sur une courbe de comportement en traction monotone
E_{Ai}	effet du facteur A au niveau i
E_{cycl}	module sécant d'une boucle d'hystérésis (sollicitation cyclique)
EF	Eléments Finis
f ou fr	fréquence
FLD	Distribution de Longueurs des Fibres
GMP	Groupe Motopropulseur
H2	éprouvette suivant la norme ISO527-2-1BA
ISO	Organisation Internationale de Normalisation
ISO527	éprouvettes suivant la norme ISO527-2-1A
Kt2.5, Kt9.8	éprouvettes de structures possédant une concentration de contrainte
L_n	longueur moyenne arithmétique des fibres
LS	ligne de Soudure
L_w	longueur moyenne pondérée des fibres
MEB	Microscopie Electronique à Balayage
Mf	fraction massique de fibres
MPI	Moldfow Plastic Insight
MTRX	MicroTomographie à Rayons X
N ou N_f	nombre de cycles d'un essai cyclique ou en fatigue

N_a	nombre de cycles à l'amorçage
N_r	nombre de cycles à la rupture
PA	Polyamide
PA66GF50	Polyamide 6.6 renforcé par 50% en masse de fibres de verres courtes
PEEK	PolyEther Ether Kétone
PEHD	Polyéthylène Haute densité
PP	Polypropylene
P_x	projection d'un défaut suivant l'axe x
P_y	projection d'un défaut suivant l'axe y
P_z	projection d'un défaut suivant l'axe z
r	terme de rayonnement
RH	taux d'humidité relative
RTM	Resin Transfert Moulding
SGFRT	Short Glass Fiber Reinforced Thermoplastic
S-N	Stress vs Number of cycles to the failure
S_t	termes sources
STL	extension de fichier CAO en format neutre
T	température
T80P100	ligne de plan d'expériences avec une température de moule de 80°C et une pression de compactage de 100% (par rapport à la pression à la commutation)
T_{amb}	température ambiante
T_f	température de fusion
T_g	température de transition vitreuse
V_d	fraction volumique de défauts
$\vee_{dmax}$	volume du plus gros défaut
VER	Volume Elentaire Représentatif
V_f	fraction volumique de fibres
V_k	variable d'état
$\vee_{pme}$	volume du pavé moyen équivalent englobant un défaut

ZAF	Zone Appauvrie en Fibres
Δ_{int}	dissipation intrinsèque
ΔW_{diss}	énergie dissipée cyclique
$\varepsilon_{rés}$	déformation résiduelle
θ	température compensée
ρ	masse volumique
$\sigma_{aD\text{-}AE}$	amplitude de contrainte d'endurance limitée à 10^6 cycle évaluée par auto-échauffement.
$\sigma_{aD\text{-}critère}$	amplitude de contrainte d'endurance limitée à 10^6 cycles évaluée par le critère énergétique
σ_m	contrainte maximale lors d'un cycle
σ_r	contrainte à la rupture
ϕ_a	flux absorbé
ϕ_i	flux incident
ϕ_r	flux réfléchi
ϕ_t	flux transmis
χ_c	taux de cristallisation
Ψ	potentiel d'énergie libre massique d'Helmotz

Chapitre 1 : Analyse des contextes industriel et scientifique

Ce premier chapitre présente les contextes industriel et scientifique à l'origine de nos travaux.

Nous présentons tout d'abord le contexte de l'application visée, son cahier des charges succinct, ainsi que le choix du matériau et de son procédé de mise en œuvre. Les différentes problématiques connexes sont alors exposées dans un schéma global et nos objectifs sont ainsi précisés.

Dans un deuxième temps, nous proposons une étude bibliographique permettant de dresser un état de l'art des connaissances concernant la microstructure, et le comportement des polymères renforcés à matrice semi-cristalline, tel le PA66GF50 de notre étude. Nous y détaillons notamment le comportement en fatigue, et l'influence des paramètres majeurs (liés au procédé, à l'environnement ou à la sollicitation elle-même).

Enfin, nous mettons en évidence la possibilité de développer une méthode expérimentale permettant de caractériser rapidement la tenue en fatigue de ce type de matériau en décrivant succinctement les outils et les approches existantes.

Sommaire du Chapitre 1

1 CONTEXTE INDUSTRIEL 3

1.1 CAHIER DES CHARGES D'UNE PIECE INDUSTRIELLE AUTOMOBILE 3
1.2 CHOIX DU MATERIAU ET DU PROCEDE DE FABRICATION 4
1.2.1 Choix du matériau et du procédé 4
1.2.2 Description du procédé d'injection des polymères thermoplastiques 6
1.3 OUTILS ET DEMARCHE UTILISES PAR LES INDUSTRIELS 9
1.3.1 Présentation générale 9
1.4 PROBLEMATIQUES INDUSTRIELLES SOULEVEES 10
1.5 APPORT DE NOS TRAVAUX VIS-À-VIS DE CE CONTEXTE INDUSTRIEL 12

2 LES MATERIAUX THERMOPLASTIQUES RENFORCES : ETAT DE L'ART 12

2.1 DESCRIPTION DES SGFRT À MATRICE SEMI-CRISTALLINE : MICROSTRUCTURE ET PARAMÈTRES INFLUENTS .. 13
2.1.1 Présentation des polymères semi-cristallins 13
2.1.2 Thermoplastiques semi-cristallins renforcés par des fibres de verre courtes 21
2.2 COMPORTEMENT DES SGFRT 31
2.2.1 Description du comportement des SGFRT 32
2.2.2 Modélisation du comportement des SGFRT 34
2.3 FATIGUE DES POLYMERES RENFORCES (SGFRT) 36
2.3.1 Mécanismes d'endommagement 36
2.3.2 Paramètres influents sur la tenue en fatigue 39
2.3.3 Bilan des critères utilisés 50
2.4 BILAN ET PERSPECTIVES : « ALLER PLUS VITE » 53

3 CARACTERISATION RAPIDE DES PROPRIETES EN FATIGUE D'UN MATERIAU : ESSAIS D'AUTO-ECHAUFFEMENT SOUS SOLLICITATION CYCLIQUE 55

3.1 BREF HISTORIQUE ET PRINCIPE DE BASE 55
3.1.1 Bref historique 55
3.1.2 Principe de base illustré par le cas des matériaux métalliques 56
3.2 CADRE D'INTERPRETATION THERMODYNAMIQUE D'UN ESSAI D'AUTO-ECHAUFFEMENT. 57
3.2.1 Premier principe 58
3.2.2 Second principe 59
3.2.3 Equation de la chaleur 60
3.2.4 Hypothèses simplificatrices dans le cas d'essais d'auto-échauffement sous sollicitations cycliques 61
3.3 APPLICATION AUX MATERIAUX METALLIQUES 62
3.4 APPLICATIONS AUX POLYMERES 63
3.4.1 Cas des matériaux élastomères 63
3.4.2 Cas des thermoplastiques 65

4 PROPOSITION D'UNE DEMARCHE ET OBJECTIFS VISES 67

1 Contexte industriel

1.1 Cahier des charges d'une pièce industrielle automobile

Le partenaire industriel de cette étude est la société Modyn basée à Nantes (Groupe Trelleborg-Vibroacoustic). Cette entreprise maîtrise la conception et la fabrication de systèmes antivibratoires constitués d'une architecture en alliage d'aluminium et de blocs en élastomères (voir pièces « support moteur » sur la **Figure 1.1**).

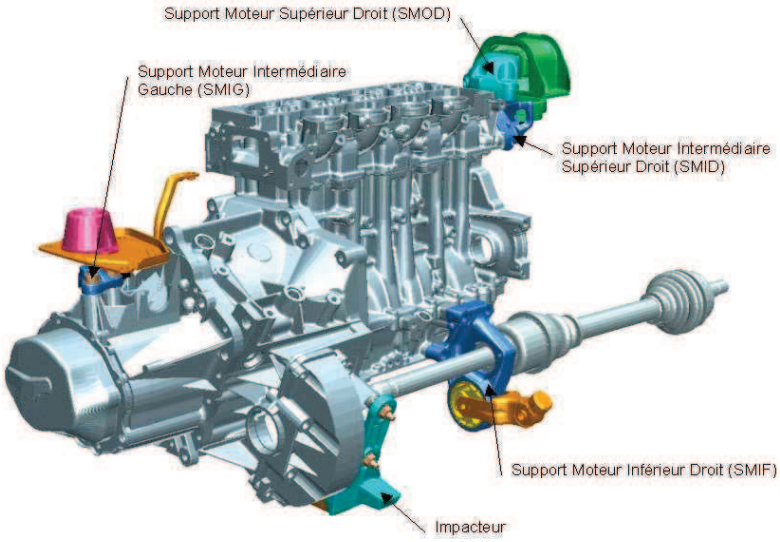


Figure 1.1: Mise en situation des pièces antivibratoires au niveau d'un groupe motopropulseur. (Source Trelleborg-Vibroacoutic)

L'objectif industriel, à court terme, est de remplacer la structure moulée en alliage léger par une structure plus légère et plus économique à produire. Les objectifs envisageables, à court terme, sont un gain de masse supérieur à 20% et un gain de productivité supérieur à 10%.

Il s'agit de pièces structurelles attenantes au « Groupe MotoPropulseur » (GMP), dont la ruine provoquerait une défaillance critique du véhicule automobile. Or, ces pièces structurelles sont principalement sollicitées de manière cyclique (accélération, décélération…) pour des chargements mécaniques, des fréquences de sollicitations, des températures et des hygrométries très variables. Typiquement un support moteur peut fonctionner à une température de 80°C et un taux d'humidité de 60%.

Les ingénieurs ont donc besoin d'évaluer la durée de vie des futurs produits pour chacune des conditions prévues dans la spécification du constructeur. Cela nécessite une loi de comportement fiable et robuste, permettant de calculer les couples « contrainte-déformation » locaux sous chargement cyclique, en prenant en compte tous les facteurs influents. Cette approche numérique doit être accompagnée d'un critère de ruine en amorçage afin d'évaluer la tenue en fatigue de la structure. Pour des raisons de sécurité, la conception doit donc être également alimentée en essais mécaniques afin d'enrichir la base de données relative au comportement thermomécanique du matériau choisi, ainsi que des essais de qualification sur des prototypes.

1.2 Choix du matériau et du procédé de fabrication

1.2.1 Choix du matériau et du procédé

Dans le contexte technico-économique sévère décrit en introduction, et présenté à travers le cahier des charges « pièce » détaillé précédemment, les alliages légers laissent progressivement leur place aux matériaux composites. Ces derniers sont constitués d'une matrice polymère et de charges ou renforts. Leur masse volumique est souvent inférieure à 2000 kg.m^{-3}, ce qui se traduit par un indice de performance « raideur/masse » très intéressant (voir **Figure 1.2** ci-dessous). Les charges se retrouvent communément sous la forme de nano-particules (ex : nano-tubes de carbone), de micro-sphères ou de poudres. Les renforts, quant à eux, prennent la forme des fibres dites courtes (0.1 à 1mm), longues (1 à 50mm) ou continues (>50mm).

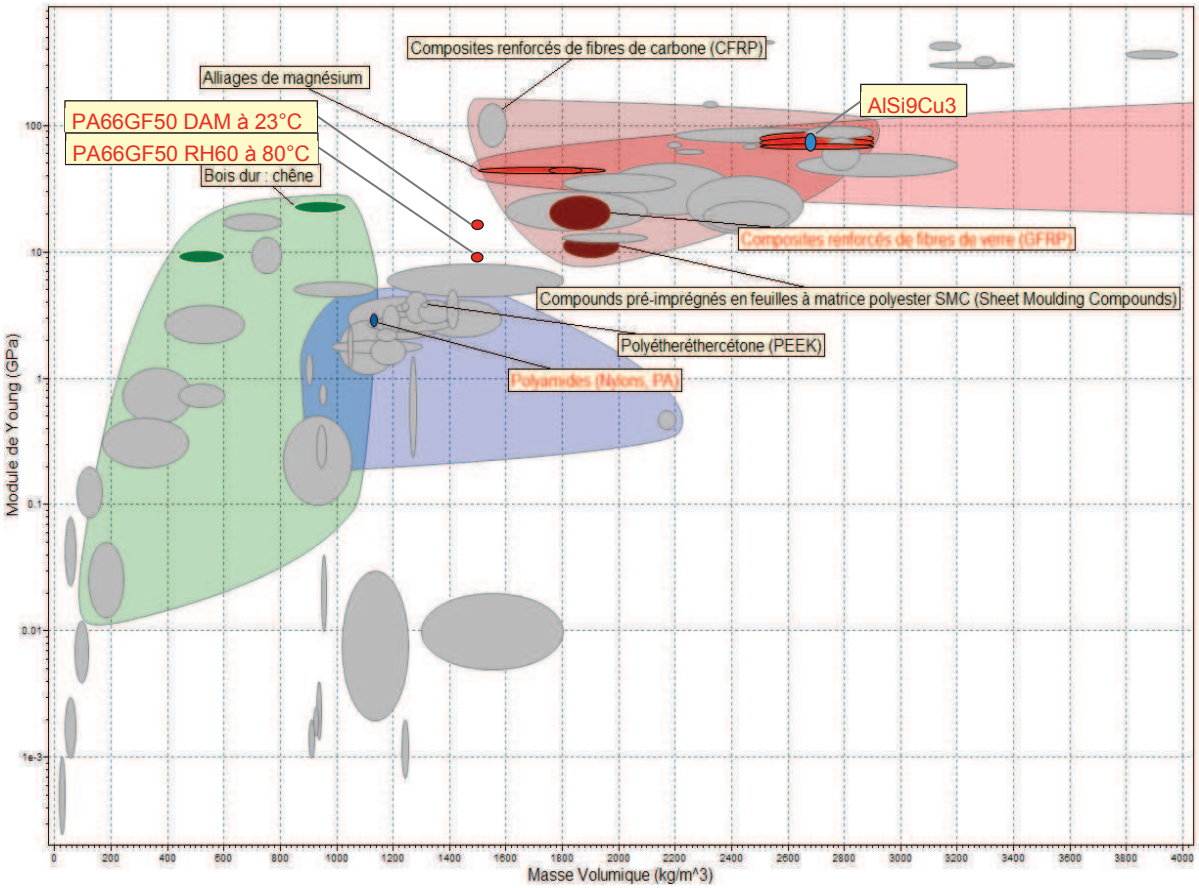


Figure 1.2: Diagramme Module d'Young/ Masse volumique : mise en évidence de l'intérêt des polymères et composites. (Source Logiciel CES4)

Il existe 2 familles distinctes de matériaux composites. La première concerne les matériaux composites constitués d'une matrice thermodurcissable et de fibres longues ou continues. On retrouve communément dans celle-ci l'utilisation de résines époxydes (EP), polyesters insaturés (UP), vinylesters ou phénoliques (PF) associées à des fibres de verre, de carbone, de kevlar ou naturelles (lin, chanvre, etc.). Le concepteur dispose alors d'un choix considérable de fibres et de tissage. Cela permet, par un empilement de plis, et un choix judicieux de l'orientation des fibres dans chacun d'entre eux, d'optimiser la performance

mécanique de la structure vis-à-vis des sollicitations prévues (direction des efforts prévue par le cahier des charges mécanique). La production de telles structures est plus ou moins automatisée, ce qui rend le coût de ces pièces assez variable. Ce type de matériaux est utilisé, dans le domaine automobile, pour la fabrication de renforts de panneaux d'habillage, de déflecteurs, d'éléments de carrosserie (**Figure 1.3**), de pare-chocs, de hayons et même de châssis (application structurelle). Malheureusement, la structure chimique des matrices thermodurcissables ne permet pas de recycler facilement ces matériaux composites et les séries sont limitées à environ 30000 pièces par an.

Figure 1.3: Carrosserie Lotus "Elise" réalisée en RTM. (Source SORA Composites)

La deuxième famille de matériaux composites correspond à l'utilisation de matrices thermoplastiques chargées ou renforcées. Les matrices sont nombreuses : PP, PA, ABS, PEEK, etc. La charge est souvent du talc, et les renforts principalement réalisés par des fibres (courtes ou longues) de verre, de carbone ou par des fibres naturelles (lin, chanvre, …). Le taux de renforts peut varier et ne dépasse généralement pas 50% en masse. Un premier avantage de ces composites à matrice thermoplastique réside dans la relative simplicité de leur recyclage : un broyage mécanique et une nouvelle mise œuvre des granulés, issus du broyage, sont bien souvent suffisants.

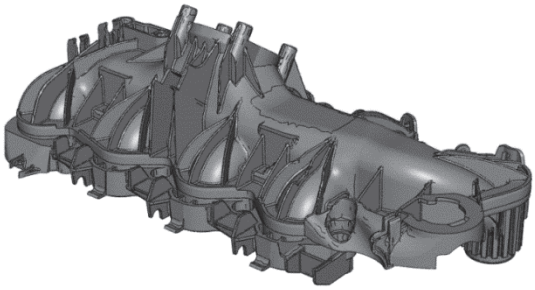


Figure 1.4: « Répartiteur d'air à l'admission » en Polyamide 6.6 renforcé à 35% en masse par des fibres de verre courtes (PA66GF35). (Source PSA)

Les thermoplastiques renforcés de fibres de verre courtes (SGFRT, Short Glass Fiber Reinforced Thermoplastics), sont une très bonne alternative aux alliages légers en vue de la conception d'une pièce automobile complexe (voir en **Figure 1.4**). En effet, ces matériaux sont majoritairement mis en œuvre par injection. Ce procédé a un temps de cycle très court et un niveau d'industrialisation élevé (automatisation et suivi statistique du procédé). De ce fait, Il est adapté à la fabrication de séries supérieures à 100 000 pièces par an.

Parmi les SGFRT, le polyamide renforcé se révèle être un matériau dont le choix est pertinent pour des applications structurelles. En fonction de la fraction massique de renforts et de la structure de la matrice organique, ce matériau offre une large gamme de propriétés mécaniques (voir Polyamide et PA66GF50 sur **Figure 1.2**) à un coût modéré : module d'Young de 2 à 16.5 GPa pour un prix inférieur à 4€/kg *(Plastiques et caoutchoucs, 2012).*

L'objectif à court terme de la société Modyn (Trelleborg Vibracoustic) est de substituer la structure moulée en alliage léger par une structure injectée en Polyamide 66 renforcé à 50% en masse de fibres de verre courtes (PA66GF50). Une matrice polyamide semi-cristalline, endurante et facile à injecter, associée à une fraction massique (la plus élevée commercialement disponible) de fibres de verre courtes, offre un matériau thermoplastique aux propriétés mécaniques remarquables pour une masse volumique de seulement 1550 g.cm^{-3} (voir Tableau 1.1). Avec ce type de matériau, les ingénieurs ont la possibilité de concevoir des structures complexes à un coût inférieur aux structures métalliques actuelles.

PA66GF50	**Méthode**	**Valeurs à 23°C/DAM**[1]	**Unité**
ρ	ISO 1183	1550	g.cm^{-3}
E	ISO 527-2	16.5	GPa
σr (5mm/min)	ISO 527-2	230	MPa
A%	ISO 527-2	2.3	%
Tf	ISO 3146	260	°C
Tg		70	°C

Tableau 1.1 : Résumé succinct des propriétés mécaniques et physiques du PA66GF50 utilisé.

Néanmoins, l'utilisation de ce type de matériau soulève de nombreux questionnements chez l'ingénieur : nous sommes en présence d'un matériau fortement hétérogène et anisotrope, dont les propriétés thermomécaniques dépendront du procédé d'obtention, de la géométrie de la pièce et du point matériel considéré. Il s'agit également d'un matériau organique avec une transition vitreuse proche de la température en service des futures pièces structurelles et dispose, par conséquent, d'un comportement complexe (viscosité, plasticité, endommagement) qui dépend de l'environnement de service. Enfin, la définition d'un critère de fatigue pertinent est une problématique à part entière.

1.2.2 Description du procédé d'injection des polymères thermoplastiques

L'injection des polymères thermoplastiques est réalisée sur des presses automatisées et permet, après fusion et plastification de granulés, d'obtenir des pièces plus ou moins complexes dont la masse varie de quelques milligrammes à plusieurs kilogrammes. Les granulés sont déposés dans une trémie (réservoir de matière) et tombent par gravité sur une vis actionnée en rotation, et en translation par un moteur hydraulique et un vérin. Cette vis est insérée dans un fourreau muni d'une série de résistances électriques, permettant la fusion et le maintien du matériau à une température d'injection (régulation par thermocouples). A l'extrémité de cette vis, un clapet « anti-retour » permet le dosage et l'injection d'une certaine

[1] Dry As Moulded c.à.d. état "sec" à la suite de l'injection.

quantité de polymère fondu. Cette unité d'injection vient au contact d'un moule métallique régulé muni de l'empreinte de la pièce à fabriquer et d'un système d'alimentation (voir description en **Figure 1.5**). Ce moule est préalablement fermé et verrouillé afin d'éviter que le matériau ne s'échappe au niveau du plan de joint. Ce procédé peut être ensuite résumé en 7 phases distinctes *(Trotignon, 1996)* :

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

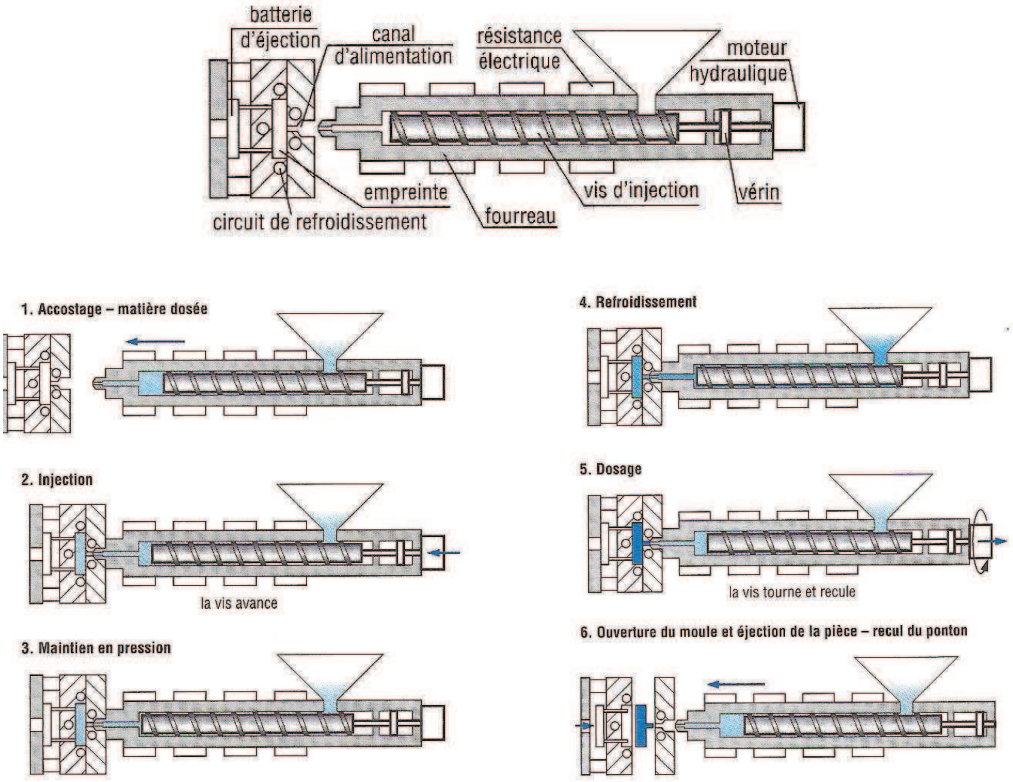


Figure 1.5 : Description du procédé d'injection des polymères thermoplastiques (Trotignon, 1996).

Ce procédé induit un certain nombre de problématiques concernant la qualité géométrique, mécanique et esthétique de la pièce obtenue. En effet, la plastification, le remplissage et le compactage impliquent des phénomènes rhéologiques, mécaniques, physiques et chimiques

plus ou moins bien maîtrisés. Ces derniers ont des conséquences sur la microstructure locale des pièces obtenues et sur la « santé » du matériau solidifié. Voici une liste non exhaustive des phénomènes préoccupant les industriels lors de l'injection des Polyamides renforcés :

- retrait volumique ;
- orientation locale des chaînes organiques et des fibres ;
- présence de front de recollement ou de lignes de soudures ;
- taux de cristallisation de la matrice ;
- densité locale de fibres ;
- distribution de longueurs des fibres ;
- oxydation de la matrice ;
- dégradation de la matrice (taux de cisaillement ou température du matériau lors du remplissage) ;
- contraintes résiduelles ;
- givrage ;
- porosités internes (« bulles ») ;
- retassures ;
- brûlures ;
- etc.

Plusieurs paramètres sont réglables lors de la mise au point du procédé en phase d'industrialisation d'une pièce injectée : nous retrouverons principalement la course de dosage, la vitesse de rotation de la vis, la vitesse d'injection, la température du polymère, la température du moule, la pression de maintien, le temps de maintien ou le temps de refroidissement. D'autres paramètres sont uniquement liés à la conception de la pièce et du moule ; leur modification est beaucoup plus coûteuse et parfois impossible.

Le risque d'apparition de certains phénomènes nuisibles (appelé alors « défauts ») peut être réduit par une bonne maîtrise du procédé. Ainsi, le givrage, les retassures, les brûlures, la dégradation de la matrice et l'oxydation de la matrice sont souvent limités par les paramètres réglables de l'injection et par un bon étuvage des granulés (prétraitement obligatoire dans le cas des matrices hydrophiles).

D'autres phénomènes comme le retrait volumique, l'orientation locale des fibres, les fronts de recollement ou les lignes de soudures sont fortement liés au trajet parcouru par la matière dans le moule, et dépendent aussi de la conception de la pièce et de l'outillage. L'utilisation d'un logiciel de simulation rhéologique tel Moldflow® permet d'appréhender, avec plus ou moins de réussite, ces paramètres dès la phase de conception.

Enfin, des phénomènes tels la cristallisation de la matrice (thermique et/ou mécanique), l'anisotropie de la matrice, la densité locale de renforts (déplétion locale de renfort) ou la distribution locale de longueurs des fibres (casse de fibres, longueur moyenne locale) ne sont pas prises en compte par les logiciels commerciaux et sont souvent négligés par l'ingénieur en bureau d'étude. La section suivante illustre la démarche et les outils communément utilisés par les industriels.

1.3 Outils et démarche utilisés par les industriels

1.3.1 Présentation générale

La Figure 1.6 présente la démarche envisagée pour la conception d'une structure injectée en PA66GF50 pour l'application visée (voir **Figure 1.6**). Après l'étude de la spécification du constructeur (donneur d'ordre), un cahier des charges est établi et donne lieu à une maquette numérique préliminaire. Cette dernière est modélisée à partir d'un certain nombre de règles « métiers » déduites de la relation entre le produit, le matériau utilisé et le procédé retenu. Un premier calcul préliminaire en quasi-statique est ensuite réalisé en considérant le matériau comme isotrope. Il a pour objectif d'évaluer grossièrement la localisation des champs de contraintes les plus élevées.

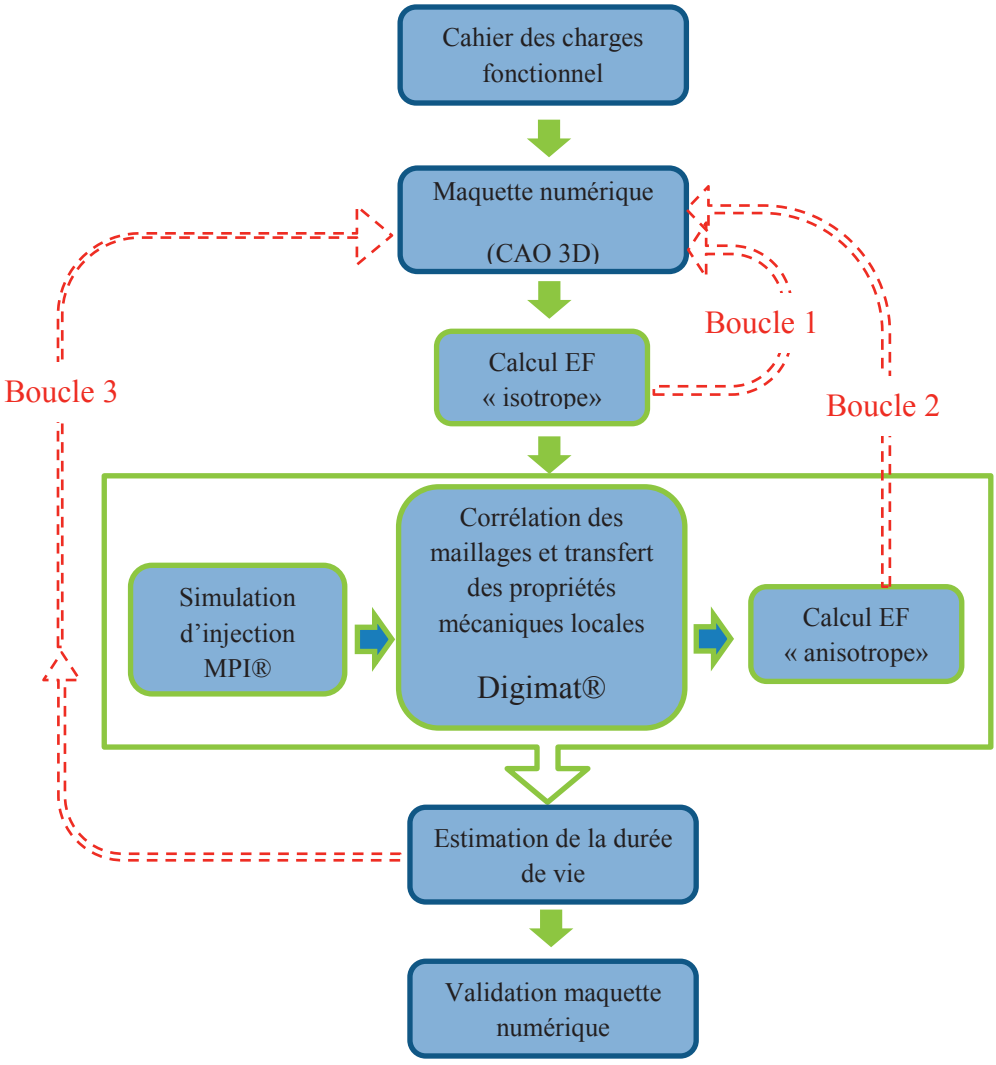


Figure 1.6 : Démarche de conception d'une pièce structurelle en PA66GF50

Si ce calcul met en évidence des contraintes (critère de von Mises) trop élevées, une modification est alors apportée (flèche rouge en pointillé notée « boucle 1 » sur la **Figure 1.6**). Une fois la maquette préliminaire « améliorée » de la sorte, une nouvelle boucle de

calcul débute. Elle met en œuvre l'utilisation de 3 logiciels commerciaux[2] : Moldflow® pour la simulation d'injection et Digimat® qui sert de passerelles vers le code de calcul EF Abaqus®. Grâce à cette boucle de calcul (en cours d'optimisation actuellement), les propriétés mécaniques locales issues de la simulation d'injection peuvent permettre un calcul anisotrope avec une loi visco-élastique/visco-plastique par exemple. L'ingénieur dispose alors de couples « contraintes-déformations locales » pour un cas de chargement donné et des conditions environnementales imposées. Le calcul EF sert alors à évaluer des grandeurs « prédictives » (comme la contrainte normale maximale en peau par exemple). Ces dernières serviront à établir la tenue en fatigue sous chargement cyclique constant. Un choix crucial réside alors dans le critère de calcul à comparer à une valeur empirique issue des courbes d'endurance et au choix d'une loi de cumul d'endommagement en cas de chargements cycliques variables (bien souvent la « règle de Miner » est utilisée). En cas d'échec du critère, ou de dépassement d'une limite d'endurance au sens de l'ingénieur (généralement 10^6, voir 10^7 cycles), la maquette numérique subit les modifications géométriques nécessaires (« boucle 3 » sur la **Figure 1.6**). Notons également, qu'à ce stade du développement, la simulation numérique rhéologique peut être utilisée comme une presse à injecter « virtuelle » permettant ainsi d'optimiser la conception du futur moule (position et géométrie des seuils, régulation, optimisation des paramètres d'injection etc.). Si la maquette numérique donne entière satisfaction lors de ces tests numériques, elle est validée. Commence alors une étape coûteuse, mais a priori nécessaire, qui consiste en la réalisation d'un outillage prototype permettant d'injecter une présérie de pièces réelles. Ces dernières subissent alors des tests de qualification afin de garantir au constructeur la tenue en service suivant le cahier des charges initial.

1.4 Problématiques industrielles soulevées

La démarche présentée précédemment soulève un certain nombre de problématiques non résolues. Le lecteur est invité à se référer à la **Figure 1.7** synthétisant la démarche globale de dimensionnement d'une pièce structurelle en polymère renforcé pour applications automobiles.

La première problématique réside en la capacité des logiciels commerciaux de rhéologie, tels Moldflow®, de prédire avec pertinence les propriétés mécaniques locales : ce sujet est très complexe, et a donné lieu à des recherches universitaires récentes *(Mégally, 2005) (Redjeb, 2007)*. Les industriels n'ont quant à eux qu'une version « verrouillée » de ce type de soft. Or, les logiciels commerciaux offrent une cartographie approchée des propriétés mécaniques locales, en négligeant l'aspect 3D de l'orientation réelle, et en excluant des défauts liés au procédé d'injection (bulles, retassures, diminution de la longueur des fibres, taux de fibres variables à l'échelle d'une pièce structurelle, microstructure d'une ligne de soudure, etc.).

La deuxième problématique concerne la loi de comportement utilisée pour le calcul EF anisotrope. Abaqus®, couplé à Digimat®, permet d'appliquer les méthodes d'homogénéisation suivant l'estimation de Mori-Tanaka. Néanmoins, ces logiciels n'offrent

[2] Les logiciels cités sont ceux utilisés par la société Modyn – Trelleborg Vibracoustic.

pas encore de loi de comportement non linéaire capable de simuler le comportement cyclique, tout en prenant en compte l'influence des variations de conditions environnementales et de l'évolution de chargement dans le temps.

La dernière problématique consiste à faire intervenir les paramètres influents liés au procédé, avec les paramètres environnementaux et des chargements variables, le tout au travers des essais sur éprouvettes ou sur structures. Le fait de relier la problématique de loi de comportement avec une étude complète et systématique des paramètres influents, peut permettre d'aboutir à un critère en amorçage pertinent, lié à une caractéristique physique intrinsèque au matériau et ceci à la bonne échelle (nanoscopique, microscopique, VER… ?).

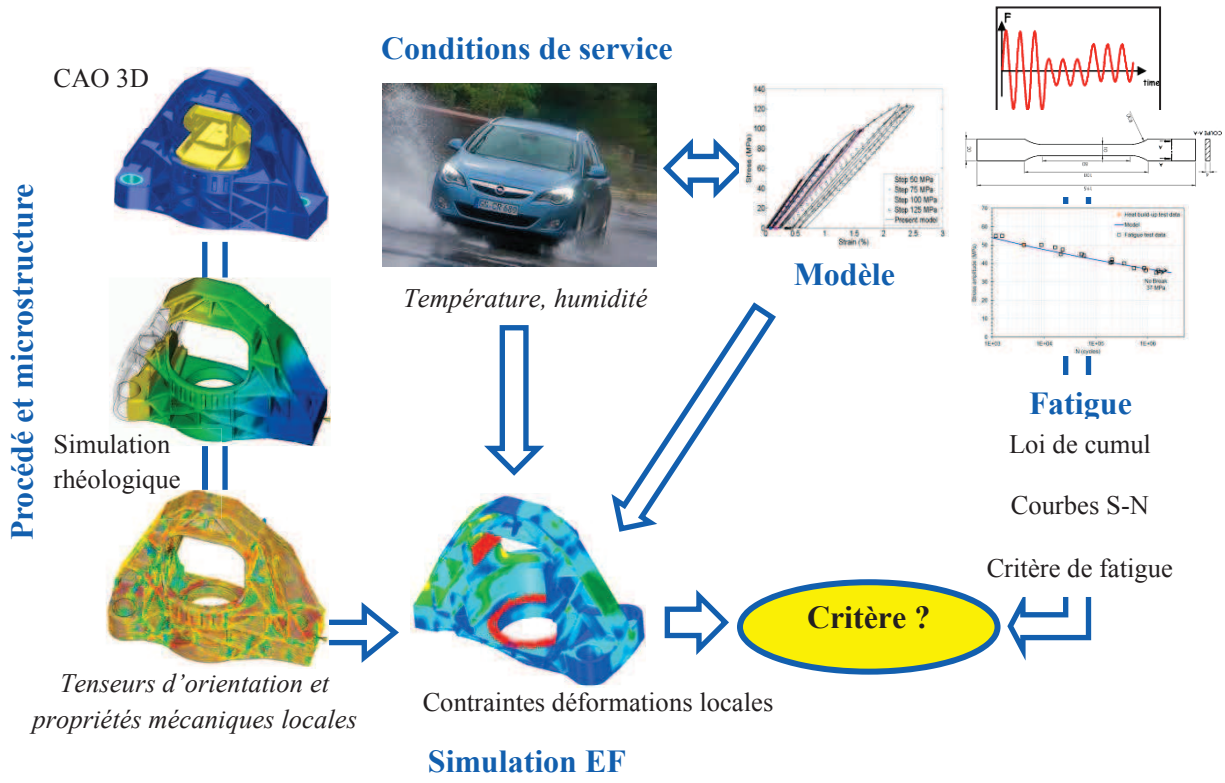


Figure 1.7 : Schéma global de la problématique de dimensionnement d'une pièce structurelle en PA66GF50 pour application automobile

Comme nous venons de le voir brièvement, la conception d'une pièce structurelle en SGFRT, pour une application automobile aussi sensible que celle d'une suspension de GMP, est un challenge ambitieux. Les incertitudes liées aux problématiques soulevées précédemment ne laissent pas d'autre choix, à court terme, que de réaliser des campagnes d'essais longues et coûteuses. Pour ces dernières, l'ingénieur dispose généralement d'une approche « classique » consistant à la caractérisation de la tenue en fatigue par une campagne d'essais d'endurance : différents niveaux de chargements sont appliqués à une éprouvette ou une structure, pour un rapport de charge donné, une fréquence donnée, et une condition environnementale fixée (hygrométrie, température, …). Les industriels multiplient alors les campagnes d'essais afin de faire varier les conditions. Or ces essais doivent être réalisés à des fréquences basses afin de limiter l'effet de la température du matériau sur la durée de vie, ce qui augmente encore le

délai d'obtention des résultats espérés. Le temps et le coût de l'ensemble de ces expérimentations se font alors au détriment des gains productifs espérés.

1.5 Apport de nos travaux vis-à-vis de ce contexte industriel

Dans ce contexte industriel aux nombreuses problématiques connexes, nous proposons un apport en termes de caractérisation rapide de l'endurance d'un PA66GF50. Ainsi, Le premier chapitre est consacré à l'étude bibliographique des thermoplastiques renforcés semi-cristallins (microstructure, comportement, influences …) et à un état de l'art de la caractérisation rapide des propriétés en fatigue des matériaux. Dans le deuxième chapitre, nous développons un protocole d'essais dit d'auto-échauffement similaire à celui utilisé pour caractériser les aciers en fatigue. Ces expérimentations sont réalisées sur éprouvettes standards, et un dépouillement graphique des données thermomécaniques (contrainte appliquée, différence de température moyenne mesurée en surface) est proposé permettant d'évaluer l'endurance limitée à $N=10^6$ cycles. Une caractérisation poussée des mécanismes de fatigue impliqués est également proposée, en utilisant la micro-tomographie à rayons X et des observations MEB. Le protocole développé sera validé et appliqué au cours du troisième chapitre au travers de l'étude des paramètres influents sur la tenue en fatigue de notre matériau. Dans le quatrième chapitre, une identification des termes sources est proposée et un critère énergétique est utilisé afin de prédire la courbe S-N correspondante. Nous proposons également d'appliquer notre démarche à l'étude des principaux facteurs influents (liés au procédé ou à l'environnement). Enfin, au cours du cinquième chapitre, nous transposerons notre protocole à différentes échelles d'observation : des mesures de température et une localisation des termes sources sont tentées dans l'épaisseur d'une éprouvette standard ; le protocole de caractérisation rapide est ensuite confronté à la prédiction de la durée de vie d'éprouvettes de structure et de pièces prototypes complexes.

2 Les matériaux thermoplastiques renforcés : état de l'art

L'objet de cette section est de dresser un état de l'art des connaissances relatives aux thermoplastiques renforcés.

Dans un premier temps, nous présenterons la structure et le comportement d'une matrice semi-cristalline telle la matrice Polyamide envisagée par les industriels. Nous mettrons en lumière l'intérêt, mais aussi les problématiques liées à l'utilisation de renforts telles les fibres de verre courtes.

Dans un second temps, nous proposons une synthèse des connaissances concernant le point particulier du comportement sous sollicitation cyclique des thermoplastiques renforcés et notamment des mécanismes associés à la fatigue de ces matériaux. Nous dressons alors un bilan des facteurs majeurs influençant la durée de vie des Polyamides renforcés (environnement, procédé, type de sollicitations …), et de leur prise en compte dans la modélisation.

2.1 Description des SGFRT à matrice semi-cristalline : microstructure et paramètres influents

2.1.1 Présentation des polymères semi-cristallins

2.1.1.1 Introduction : notion d'amorphe et de semi-cristallin

Il convient de décrire la structure physique d'un polymère appelée également « supramoléculaire » : organisation spatiale de l'ensemble des macromolécules. A cette échelle, on parle de polymères amorphes ou semi-cristallins.

L'état amorphe caractérise une structure où les chaînes se replient et se déploient dans l'espace en formant des pelotes statistiques dans laquelle on ne retrouve aucun ordre. Les pelotes des chaînes voisines sont alors étroitement imbriquées et enchevêtrées. C'est un état vitreux à basse température et un état liquide/caoutchoutique à haute température. On observe entre les 2 états une forte diminution de la rigidité du matériau et une augmentation de son allongement à la rupture. La température caractérisant le passage de l'état vitreux à l'état liquide/caoutchoutique est appelée température de transition vitreuse, et est notée T_g. Elle traduit une augmentation de mobilité entre les chaînes, et est accompagnée par une augmentation sensible de la dissipation visqueuse. Une phase amorphe n'a pas de température de fusion T_f. Néanmoins, à haute température T_d, le matériau se dégrade.

Une structure cristalline est, quant à elle, constituée par l'assemblage périodique de chaînes ayant une conformation régulière appelée cristallites ou mailles cristallines. Un assemblage de cristallites est nommé sphérolite. Ce type de structure diffracte les rayons X, a une compacité supérieure, et une rigidité supérieure, à celle de la phase amorphe. De plus, les phases cristallines ont une T_f, mais une absence de T_g. La cristallisation nécessite un apport d'énergie (thermique et/ou mécanique) permettant la reptation des macromolécules dans une configuration minimisant l'entropie. Ainsi, les chaînes plus petites sont plus mobiles et cristallisent plus facilement. Le phénomène de cristallisation nécessite également une structure moléculaire régulière (conformation et configuration). Tout désordre et tout défaut d'alignement dans les chaînes engendrent la création de phase amorphe. La taille et la complexité des macromolécules polymériques engendrent bien souvent une structure dite « semi-cristalline » faite de phases cristallines reliées entre elles par une phase amorphe. Une telle structure est caractérisée par son taux de cristallisation noté χ_c :

$$\chi_c = \frac{\rho_c}{\rho} \tag{1.1}$$

Avec ρ_c la masse volumique de la phase cristalline et ρ la masse totale de l'échantillon. La plupart des polymères thermoplastiques semi-cristallins ont un taux de cristallinité variant de 20 à 80%. Les PEHD peuvent atteindre 95%. *(Perez, 2001)*. Le Polyamide 6.6 que nous étudions, et dont la structure chimique est présentée en **Figure 1.8**, est un polymère thermoplastique semi-cristallin. Il a un taux de cristallisation compris entre 30 et 35% (voir mesure DSC présentée en chapitre 2).

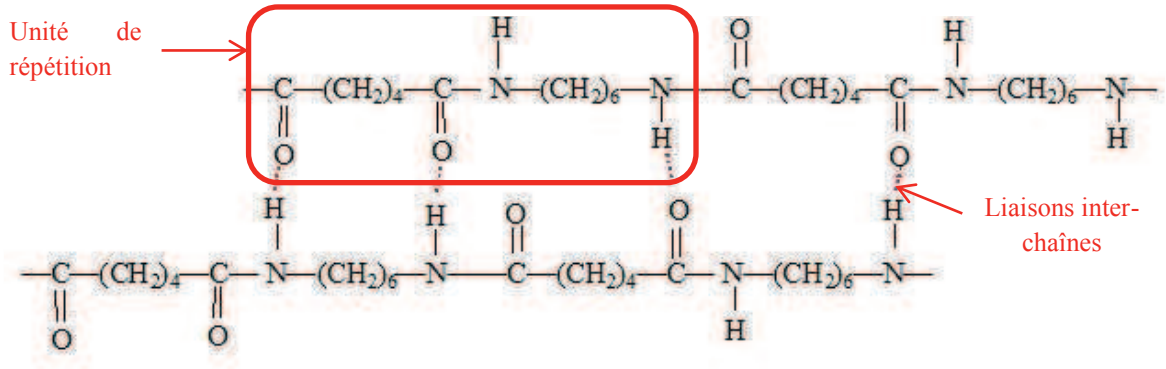


Figure 1.8 : Structure chimique d'un Polyamide 6.6

2.1.1.2 Structure des polymères semi-cristallins

Un polymère semi-cristallin est composé de structures cristallines (cristallites ou micelles), dotées d'une organisation précise, liée à une phase amorphe désorganisée. Les cristallites croissent sous forme de lamelles (10 à 20nm d'épaisseur environ), et peuvent s'organiser elles-mêmes sous la forme de superstructures sphériques appelées « sphérolites » (1µm à 1mm). Leur taille, leur forme et leur orientation dépendent des conditions de mise en œuvre (injection dans le cas du PA66 de notre étude). La **Figure 1.9**, ci-dessous, représente schématiquement la structure d'un sphérolite.

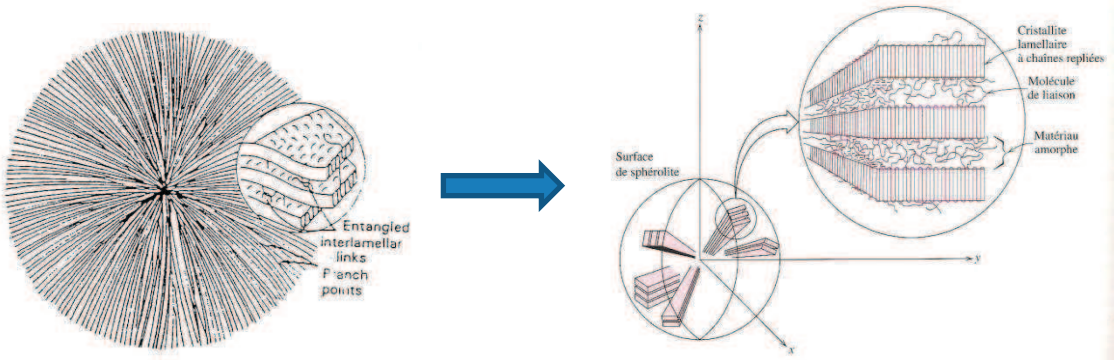


Figure 1.9 : représentation schématique d'un sphérolite et des lamelles cristallines le constituant (Gourgues-Lorenzon, 2006) (Callister, 2001).

Dans le cas de thermoplastiques injectés, les mécanismes thermiques (refroidissement à partir de l'état fondu dans un moule régulé, en acier) et mécaniques (cisaillement lors de l'écoulement rhéologique) sont activés. Généralement, les sphérolites sont majoritairement localisés à cœur et une certaine isotropie peut être observée au microscope optique à l'aide de polariseurs et analyseurs croisés *(Regrain, 2009)*. Une structure plus orientée, plus plate et empilée apparait lorsque l'on se rapproche de la paroi du moule. Les travaux de Viana mettent également en évidence une peau plus orientée et plus cristallisée dont la microstructure est liée aux conditions du procédé d'injection. Cette microstructure influence naturellement le comportement thermomécanique du PE étudié *(Viana, 2001)*.

2.1.1.3 Comportement microstructurale, plasticité et endommagement

Les polymères semi-cristallins sont des matériaux complexes constitués de plusieurs phases et donc de plusieurs échelles d'observation. Chacune de ces phases, et à chacune des échelles d'observation, possède un mécanisme de déformation complexe dépendant de variables internes (spécificités microstructurales des différentes phases, etc.) et externes (pression hydrostatique, température, reprise en humidité, type et direction de sollicitations, etc.).

La **Figure 1.10** illustre les déformations observables, aux différentes échelles structurales, lors d'un essai de traction uni-axiale.

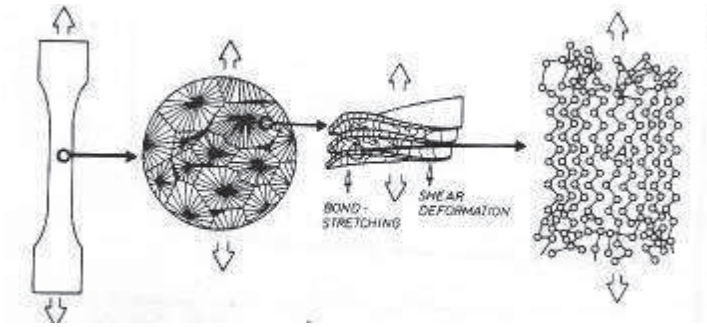


Figure 1.10 : Illustration des déformations aux différentes échelles structurales d'un polymère semi-cristallin. (Schultz, 1984)

Nous pouvons identifier 3 principaux mécanismes : la déformation des sphérolites, la déformation des lamelles cristallines, et la déformation des phases amorphes. Certains de ces mécanismes sont réversibles : c'est le cas de déformations de la phase amorphe entrainant éventuellement des ruptures de liaisons inter-chaînes dites « faibles » et qui s'apparentent à de la viscoélasticité. D'autres sont irréversibles : c'est le cas de la fragmentation lamellaire, des phénomènes de « crazing » ou de cavitation de la phase amorphe interlamellaire ; nous sommes alors en présence de plasticité ou d'endommagement.

Fond et G'Sell *(Fond, 2002)*, nous offrent une synthèse des mécanismes de déformation des polymères multi-phasés, et notamment des semi-cristallins. Quelques années auparavant, Lin et Argon ont dressé une synthèse intéressante de la structure et des déformations plastiques d'un Polyéthylène *(Lin, 1994)* en s'appuyant notamment sur les travaux de Bowden et Young *(Bowden, 1974)*. En nous appuyant sur ces publications, nous proposons dans cette section une description succincte des mécanismes de déformation, et des facteurs influents, expliquant le comportement des polymères semi-cristallins. Une description détaillée du comportement des phases amorphes et cristallines est proposée en **annexe 1.**

Comme nous l'avons vu précédemment, le comportement viscoélastique met en jeu la déformation de la phase amorphe interlamellaire, alors que le comportement viscoplastique implique la déformation de la phase cristalline (glissements cristallins) et/ou l'apparition de phénomènes de cavitation, puis lors de grandes déformations de phénomènes de fibrillation *(Castagnet, 2000) (Kuksenko, 1981) (Galeski, 1988) (Pawlak, 2005)*. En général, la plupart des auteurs s'accordent à dire qu'un polymère semi-cristallin soumis à une déformation croissante, voit augmenter le nombre de micro-vides créés par cavitation. La technique

privilégiée par les auteurs pour la mesure de ces cavités est l'analyse par diffraction et diffusion des rayons X. La taille de ces microvides semble varier selon la morphologie initiale du polymère, de 4nm à 100nm. Galeski, et ses collaborateurs *(Galeski, 1988)* localise ses cavités dans la phase amorphe inter-lamellaire et inter-sphérolitique et estime leur taille à 5nm (ordre de grandeur de la distance entre 2 lamelles cristallines). Fond et G'Sell propose le même type d'analyse pour un polymère semi-cristallin, dont la température est supérieure à sa T_g et précise que ce phénomène de cavitation s'accompagne alors du cisaillement plastique des lamelles cristallines (voir **Figure 1.11**) et produit un endommagement progressif du matériau aux grandes déformations *(Fond, 2002)*. Castagnet, et ses collaborateurs, localise le phénomène de cavitation entre les lamelles cristallines majoritairement à l'équateur des sphérolites *(Castagnet, 2000)*. En effet, les lamelles cristallines situées à l'équateur du sphérolite sont orientées perpendiculairement à la contrainte et subissent alors une contrainte normale importante favorisant la séparation des lamelles à l'origine de la cavitation, elle-même initiatrice de craquelures.

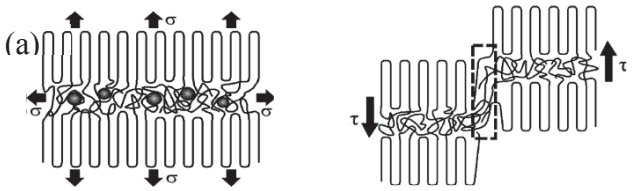


Figure 1.11 : Schéma idéalisé du mécanisme d'endommagement (a) par cavitation dans les zones amorphes confinées entre des lamelles rigides, (b) par fragmentation des cristallites en cisaillement. (Fond, 2002)

Il semblerait que ces micro-vides se referment en cas de déchargement avant la rupture. Ce phénomène est particulièrement vrai dans le cas des polyamides dont la tension de surface est élevée *(Pawlak, 2005)* : ceci complique les analyses d'évolution de l'endommagement lors d'essais interrompus et milite pour des techniques expérimentales permettant la quantification de ces cavités au cours des essais mécaniques (mesures in-situ). Certains auteurs *(Kuksenko, 1981)* proposent un scénario d'endommagement matriciel où la rupture serait provoquée par une densité critique de micro-vides.

Plus récemment, lors d'essais en traction monotone et en fluage sur du PA 6, Regrain *(Regrain, 2009)* observe dans la zone de striction, en micro-tomographie rayons X ainsi qu'au MEB, que les cavités sont allongées et se présentent en agglomérats de petites cavités dissociées entre elles, de forme ellipsoïdale orientées selon l'axe longitudinal de l'éprouvette (direction de chargement). Ce résultat est illustré en **Figure 1.12**. Il souligne le fait que des porosités, ou hétérogénéités initiales existent, et sont de l'ordre de 1.5% en volume. L'auteur conclut à la croissance des micro-vides par un mécanisme de cavitation inter-sphérolitique initiateur de craquelures se propageant et menant à la rupture finale (évolution de l'endommagement décrite en **Figure 1.13**). Regrain conclut également à la pertinence des mesures par micro-tomographie rayon X pour la mise en évidence des agglomérats de cavités. Toutefois, il précise que des observations au MEB sont complémentaires et nécessaires à toute conclusion. En effet, l'auteur souligne la difficulté de mesurer les porosités du fait de

leur petite taille et de la résolution de la micro-tomographie (plusieurs microns). Enfin, il souligne l'intérêt d'essais in-situ pour augmenter la pertinence des conclusions.

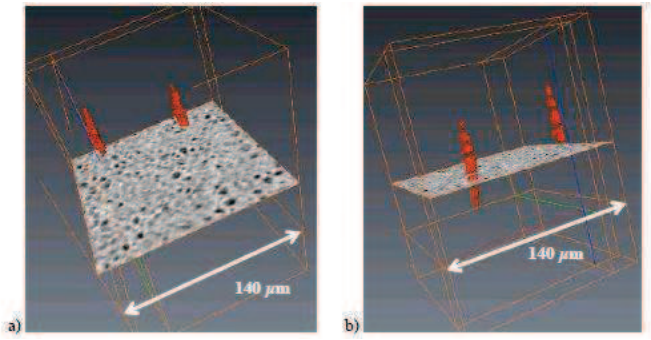


Figure 1.12 : Observations en tomographie d'agglomérats de cavités. (Regrain, 2009).

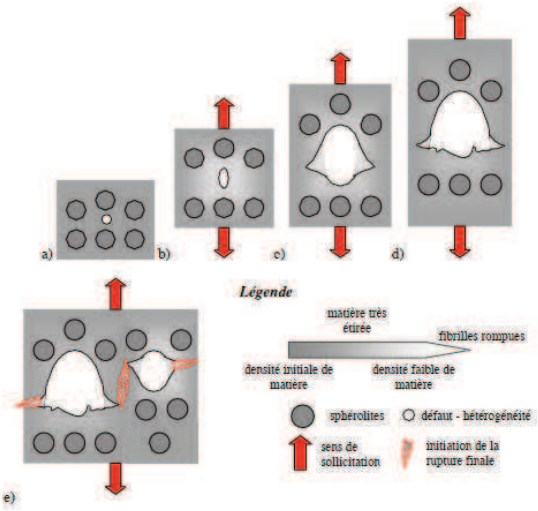


Figure 1.13 : Interprétation de l'évolution de l'endommagement d'une éprouvette sollicitée en traction : (a) microstructure initiale et présence d'un défaut, (b) et (c) croissance du défaut et diminution de la densité de matière à la frontière, (d) présence de fibrilles très étirée, rompues ou non, (e) rencontre de deux zones ductiles et initiation de la rupture finale. (Regrain, 2009).

2.1.1.4 Influence de la température

Une élévation de température a pour effet une augmentation de la distance entre unités structurales et donc une diminution des forces d'interaction (modèle énergétique d'interaction intra et inter-chaîne dans un polymère). Ainsi, comme pour tout matériau dont le module élastique est d'origine énergétique, ce dernier diminue quand la température augmente. La **Figure 1.14**, ci-dessous, illustre le comportement mécanique d'un Polyamide 6.6 sollicité en traction pour différentes températures.

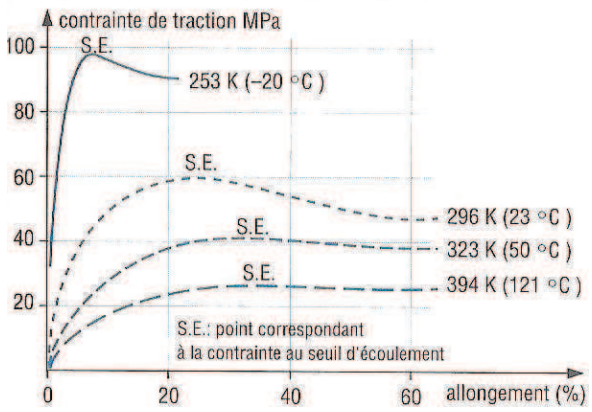


Figure 1.14 : Influence de la température sur le comportement en traction d'un PA 6.6 d'après Dupont de Nemours. (Trotignon, 1996)

Ce phénomène n'explique pas à lui seul l'influence de la température sur le comportement mécanique d'un polymère semi-cristallin. En effet, la phase amorphe d'un polymère semi-cristallin possède une transition vitreuse (T_g). La **Figure 1.15** présente les résultats obtenus en à l'aide d'un Analyseur Dynamique Mécanique (DMA) pour un PA66GF50 DAM (Dry As Moulded). La T_g semble se situer autour de 60°C. Le phénomène de transition vitreuse se matérialise par le passage d'un comportement vitreux rigide (faible mobilité des chaînes) à un comportement déformable caoutchoutique. Les zones amorphes peuvent alors aisément se déformer et, par l'effet du confinement, entre des lamelles cristallines voisines, engendrer un phénomène de cavitation (création d'une forte dépression hydrostatique). Aux grandes déformations, ce phénomène peut s'accompagner du cisaillement plastique des lamelles cristallines *(Fond, 2002)*. Pour des températures inférieures à la T_g, Fond et G'Sell parlent d'une situation « mal connue » mais citent des observations effectuées à température ambiante sur un Polyamide 6 et qui montrent, après une « limite élastique brutale », une plasticité par la formation de bandes de cisaillement. Néanmoins, les auteurs soulignent le manque de recul sur ce phénomène : soit ce phénomène provient d'un comportement spécifique aux chaînes « flexibles » du PA 6, soit il provient de la position interlamellaire de la phase amorphe vitreuse.

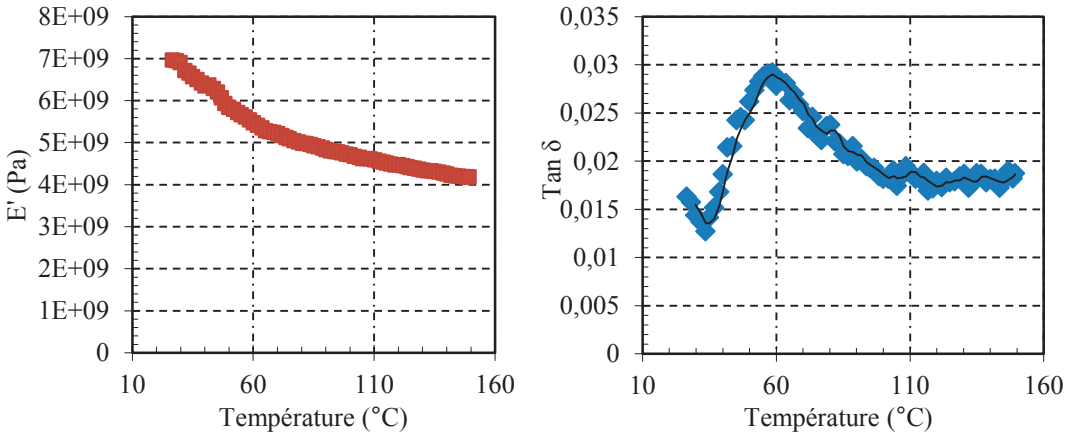


Figure 1.15 : Résultats obtenus en DMA pour un PA66GF50 DAM : évolution du module E' et tan δ en fonction de la température.

2.1.1.5 Influence de l'absorption d'eau en milieu humide : cas particulier du Polyamide 6.6

Les fonctions amides présentes dans les chaînes du PA 6.6 sont hydrophiles. Ceci explique la forte sensibilité de ce matériau à l'humidité ambiante. En effet, les molécules d'eau s'insèrent dans le réseau macromoléculaire des Polyamides en lieu et place des liaisons hydrogènes (entre le groupe CO d'une chaîne et le groupe CH d'une autre chaîne), ce qui a pour effet de modifier le comportement mécanique. L'eau joue le rôle de plastifiant au sein du PA 6.6, comme le montre la **Figure 1.16** : plus la teneur en eau augmente, plus le module d'Young E diminue, plus l'allongement à la rupture A% augmente, plus la contrainte à la rupture σ_r diminue, et plus la limite d'élasticité « apparente » diminue. L'absorption d'eau a également pour effet d'abaisser la T_g. (voir **Figure 1.17** ci-dessous)

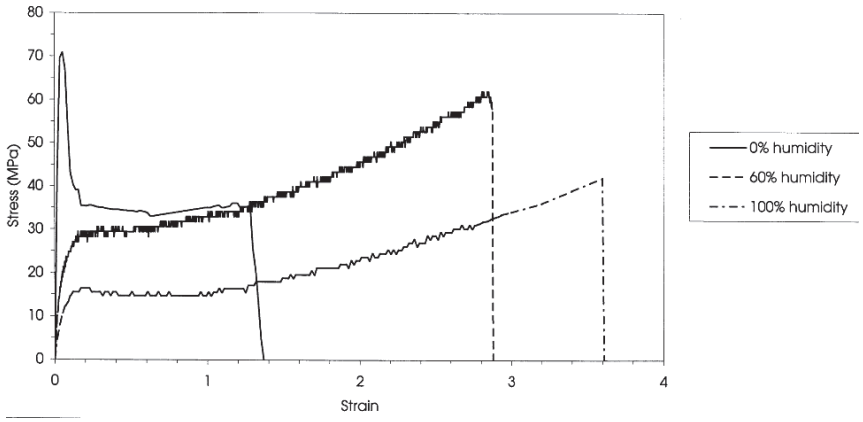


Figure 1.16 : Courbes de comportement en traction uni-axiale d'un PA 6 à 25°C pour différente teneurs en humidité (Ferreiro, 2000)

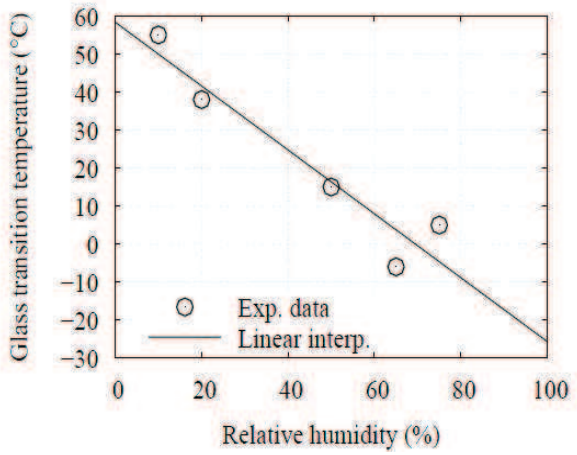


Figure 1.17 : Influence de la teneur en humidité sur la Tg. (Launay, 2012)

La cinétique de reprise en eau (diffusion) est dépendante de la température d'exposition et de l'épaisseur du matériau. Notons également que l'absorption d'eau provoque un gonflement du Polyamide et donc une augmentation des dimensions des pièces moulées.

Enfin, d'un point de vue pragmatique, un étuvage, avant une injection des polymères hydrophiles tels les Polyamides, s'avère crutial pour la santé matière et l'obtention de

propriétés physiques et mécaniques convenanbles *(Pedroso, 2002)*. Un PA66 tout juste sorti d'un moule d'injection contient environ 0.2% d'eau. Un échantillon immergé longtemps sature à 8% de reprise en eau environ.

2.1.1.6 Influence du procédé d'injection

Lors de travaux sur la mesure du volume spécifique en phase de refroidissement, Luyé et ses collaborateurs *(Luyé, 2000)* ont étudié l'influence de la vitesse de refroidissement et de la pression sur la cinétique de cristallisation d'un Polypropylène. Les auteurs notent un gradient thermique important dans les échantillons testés du fait de la mauvaise conductivité de ce type de matériau, ce qui conduit à une hétérogénéité de cristallisation.

Ce constat trouve un écho favorable à travers les travaux de Viana et de ses collaborateurs qui ont mis en évidence, pour un PE copolymère, le lien entre le procédé d'injection, la microstructure obtenue et le comportement mécanique. Dans un premier temps les auteurs ont étudiés l'influence de l'épaisseur de peau (voir **Figure 1.18**) et de la taille des sphérolites sur les propriétés mécaniques de pièces injectées en PE *(Viana, 2001)*. Ils concluent à une augmentation du module d'Young E et de la contrainte à la rupture σ_r lorsque l'épaisseur de peau, fortement cristallisée et orientée, augmente. Dans le même temps la déformation à la rupture ε_r diminue logiquement. Les auteurs concluent à la faible influence de la taille des sphérolites. Dans une autre publication *(Viana, 2004)*, l'influence du débit d'injection Q_{inj} (donc de la vitesse d'injection) et de la température du moule T_w est mise en évidence : une augmentation de la vitesse d'injection a pour effet d'augmenter la vitesse de cisaillement et la température du matériau lors de l'écoulement, ce qui tend à réduire l'épaisseur de la couche de peau. Enfin, la température du moule n'a pas d'influence significative, car elle met en jeu 2 facteurs influents et antagonistes sur la formation de la couche de peau : la température de cristallisation T_c et le temps de relaxation t_r (nécessaire à l'orientation moléculaire donc à la création de la couche de peau).

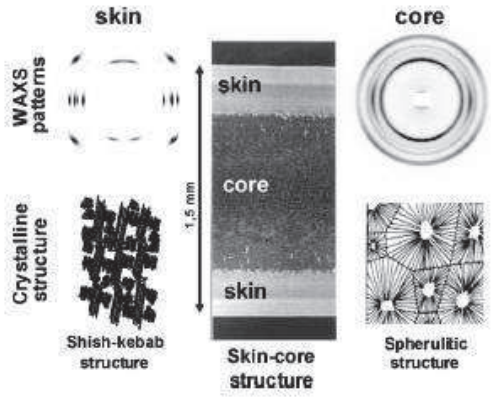


Figure 1.18 : Mise en évidence par microscopie à lumière polarisée de la microstructure cœur-peau d'un polymère semi-cristallin injecté et schématisation (Viana, 2005).

En 2002, Viana met en évidence l'influence des contraintes d'origine thermique et du cisaillement rhéologique sur la formation de la couche de peau et son degré de cristallinité *(Viana, 2002)*.

En 2005, Viana étudie les influences de la température d'injection T_{inj}, de la température du moule T_w, et du débit d'injection Q_{inj} sur la contrainte d'écoulement σ_y d'un PP copolymère semi-cristallin. L'auteur décrit alors les mécanismes influençant la morphologie du polymère (obtenue via les variations des paramètres du procédé) et explique ensuite leur influence sur le nombre des points d'attachement de la phase amorphe inter-lamellaire sur les cristallites (Lamellar pulling points LPP). Ces derniers sont à l'origine de l'activation plus ou moins tardive de la plasticité et donc influencent naturellement σ_y *(Viana, 2005)*.

2.1.2 Thermoplastiques semi-cristallins renforcés par des fibres de verre courtes

Le matériau de notre étude est un PA66 renforcé à 50% en masse par des fibres de verre courtes.

Comme pour tout polymère thermoplastique semi-cristallin renforcé de la sorte, l'objectif est d'augmenter le module élastique, la résistance à la rupture et, dans notre cas, la tenue en fatigue. Un certain nombre de paramètres influencent les propriétés mécaniques de tels matériaux et ont été largement étudiés lors des 20 dernières années.

Nous sommes en présence d'un matériau composite : un renfort (fibre de verre courtes <1mm) très rigide au comportement « élastique » est introduit au sein d'une matrice polymère « elasto-viscoplastique » (comportement non linéaire) beaucoup moins rigide, et moins dense. Ces matériaux étant obtenus par injection, les phénomènes rhéologiques lors du remplissage, couplés à la complexité géométrique de la pièce, rendent la structure obtenue très souvent anisotrope. Notons que les propriétés mécaniques résultantes de cette microstructure, complexe et hétérogène, sont uniques en tout point considéré.

Nous pouvons lister les principaux facteurs, à priori, influents :

- l'orientation des fibres ;
- la qualité de l'interface fibre-matrice ;
- la longueur des fibres ou leur élancement (rapport longueur sur diamètre) ;
- la fraction massique, ou volumique, de fibres ;
- le taux de cristallinité et la morphologie de la matrice (isotropie ou anisotropie du polymère).

Cette section se doit de dresser un état de l'art des connaissances concernant ces facteurs influents. La complexité de cette famille de matériau est grande, et la difficulté majeure consiste à déterminer la bonne échelle d'observation permettant d'expliquer de façon pertinente leur comportement thermomécanique, ainsi que les mécanismes d'endommagement et de rupture.

2.1.2.1 Orientation des fibres

2.1.2.1.1 Structure cœur-peau

L'orientation des fibres lors de l'injection répond à un certain nombre de phénomènes rhéologiques. Beaucoup d'auteurs ont étudié l'orientation de particules isolées et élancées (ellipsoïdes) infiniment rigides dans un fluide visqueux en mouvement, à commencer par Jeffery en 1922 *(Jeffery, 1922)*, puis par Vincent, Bay, Folgar, Tucker *(Folgar, 1984) (Vincent, 1986) (Bay, 1992a) (Bay, 1992b)*, etc. Aujourd'hui, nous savons modéliser avec plus de précision l'orientation de fibres au sein d'un polymère injecté. Les phénomènes sont mieux connus et mieux pris en compte dans les modèles *(Mégally, 2005) (Redjeb, 2007)*.

L'écoulement d'un polymère renforcé à l'état fondu, entre des parois d'espacement constant, subit un cisaillement tridimensionnel ayant pour conséquence un champ de vitesse presque parabolique dont la valeur est nulle au contact de la paroi du moule. Les fibres subissent ce gradient de vitesse et tournent sur elles-mêmes jusqu'à stabilisation en position transversale par rapport à la direction principale d'écoulement (DPE) (voir en **Figure 1.20**). Dans la zone de faible cisaillement (cœur de l'écoulement), la fibre est donc préférentiellement orientée orthogonalement par rapport à la DPE. Au contact direct avec le moule, le matériau se fige rapidement et les fibres sont orientées aléatoirement. Entre ces 2 zones, une zone de fort cisaillement vient maintenir une certaine orientation dans la DPE. Cette structure 5 couches est illustrée en **Figure 1.19**.

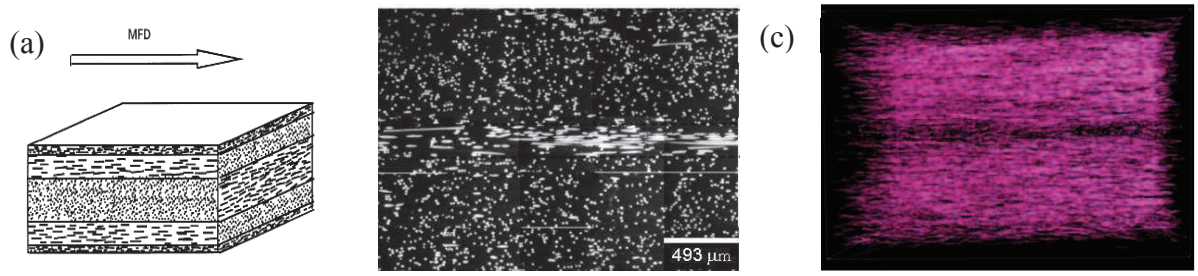


Figure 1.19 : (a) Modélisation en 5 couches de l'orientation des fibres vis-à-vis de la direction d'écoulement (notée MFD), (b) photo MEB en section transversale de la structure cœur-peau dans la zone centrale d'une plaque injectée en PA 6-6 GF30, (c) Image 3D de la structure cœur-peau d'un échantillon de PPGF30. (Horst, 1997) (Bernasconi, 2007b) (Mégally, 2005).

Lorsque le matériau s'écoule dans un convergent, les fibres ont tendance à s'orienter dans la direction de l'écoulement. A contrario, en présence d'un divergent, les fibres s'orientent dans une direction orthogonale à la DPE.

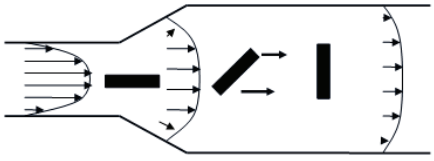


Figure 1.20 : Schématisation de la rotation d'une fibre soumise à un écoulement divergent. (Mégally, 2005).

2.1.2.1.2 Facteurs influents

Un certain nombre de paramètres liés au procédé d'injection influence l'orientation des fibres. Nous pouvons citer :

- la vitesse d'injection ;
- la température du moule ;
- la pression de maintien avant figeage du seuil ;
- la présence d'un seuil d'injection et sa géométrie ;
- la température du polymère.

D'autres paramètres plutôt liés au matériau et à sa rhéologie sont susceptibles d'influencer l'orientation :

- la fraction volumique de fibre initiale et locale ;
- la longueur des fibres (ou rapport de forme Longueur sur diamètre).

Beaucoup de ces facteurs influents sont en interaction lors de l'écoulement, puis lors du compactage de la matière jusqu'à son figeage complet et la prédiction fine de leurs effets reste difficile. Peu d'études quantitatives permettent de conclure à l'effet individuel de ces paramètres. Néanmoins, nous retiendrons des principes généraux issus bien souvent d'études qualitatives. Ainsi, une vitesse d'injection faible décalerait la zone de fort cisaillement vers le centre et réduirait la taille du cœur (orientation transverse à la DPE) *(Gupta, 1993)*. Dans le même ordre d'idée, une température du moule basse, et/ou de matière basse, augmente la taille de la zone solidifiée (gaine solide) et décale la zone de cisaillement vers le centre, réduisant de ce fait la taille du cœur *(Vincent, 1986) (Bright, 1978)*. L'épaisseur de la pièce joue un rôle sur le taux de cisaillement dans l'épaisseur lors de l'écoulement : une faible épaisseur provoque logiquement une augmentation du cisaillement et donc un cœur plus faible *(Gillepsie, 1985)*. Nous savons également que l'orientation après un seuil correspond au phénomène de divergent et donc entraine une orientation transverse des fibres par rapport à la DPE *(Darlington, 1987)*. Ceci peut être fortement réduit, voir annulé, par une injection en « nappe » sur toute l'épaisseur et toute la largeur d'un bord de pièce. L'influence de la pression de maintien n'est pas étudiée dans la littérature. Concernant, la fraction volumique et le rapport de forme des fibres, Mégally a réalisé une étude sur un PP renforcé de fibres de verre avec des proportions et des longueurs variables (4mm et 12mm) et montre une augmentation de la taille de cœur avec l'augmentation du rapport de forme (longueur) et avec l'augmentation du la fraction massique de renfort *(Mégally, 2005)*. L'auteur constate que pour une fraction massique de 10% la zone de cœur disparait.

2.1.2.1.3 Notion de tenseur d'orientation des fibres et modélisation de l'orientation

Sans détailler la théorie concernant la prévision d'orientation des fibres dans un polymère fondu, nous pensons nécessaire l'introduction de la notion de tenseur d'orientation et de modélisation de l'orientation des fibres selon Folgar et Tucker *(Folgar, 1984)*. Tout d'abord,

nous invitons le lecteur non initié à se rapporter à l'**annexe 2** de ce manuscrit s'il désire une présentation succincte de la notion de tenseur d'orientation.

L'orientation d'une fibre dans un polymère est généralement décrite à l'aide d'un tenseur d'ordre 2 noté $\underline{\underline{a_2}}$. La **Figure 1.21** illustre l'évolution dans l'épaisseur des composantes du tenseur $\underline{\underline{a_2}}$ décrivant l'orientation des fibres d'un échantillon de PPGF30 prélevé dans une plaque de 1.8 mm d'épaisseur *(Mégally, 2005)*.

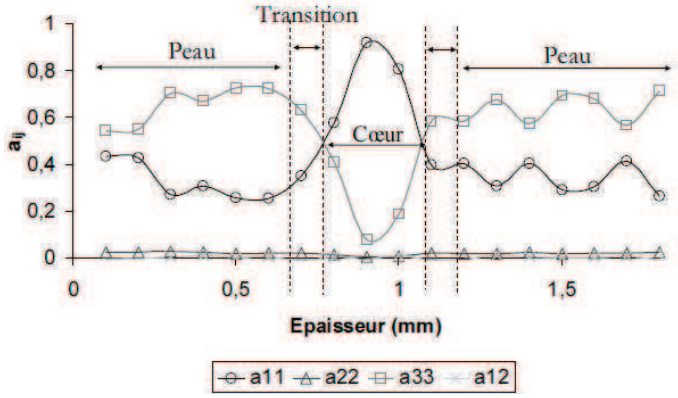


Figure 1.21 : Tracé du tenseur $\underline{\underline{a_2}}$ obtenu après mesure optique et reconstruction numérique d'un échantillon de PPGF30 fibres longues prélevé dans une plaque de 1.8mm d'épaisseur. (Mégally, 2005).

Soulignons que cette représentation tensorielle d'une fonction d'orientation est en général trop approximative. Certains auteurs utilisent donc un tenseur d'ordre 4, noté $\underline{\underline{\underline{\underline{a_4}}}}$ et défini par[3] :

$$\underline{\underline{\underline{\underline{a_4}}}} = \int \underline{p} \otimes \underline{p} \otimes \underline{p} \otimes \underline{p}\, \varphi\left(\underline{p}\right) d\underline{p} \qquad (1.2)$$

Ce tenseur offre 14 composantes indépendantes sur le 81 qui le composent, ce qui accroit la qualité de la description.

Grâce à ces outils, Folgar et Tucker propose dans la fin des années 80, un modèle permettant de décrire l'évolution de l'orientation d'une fibre lors de l'écoulement d'un polymère, au cours du temps. Pour cela, les auteurs ont repris l'équation établie par Jeffery *(Jeffery, 1922)* en y introduisant un coefficient C_i censé représenter l'interaction entre fibres dans une solution semi-concentrée :

$$\frac{D\underline{\underline{a_2}}}{D_t} = \underline{\underline{\Omega a_2}} - \underline{\underline{a_2 \Omega}} + \lambda\left(\underline{\underline{\dot{\varepsilon} a_2}} + \underline{\underline{a_2 \dot{\varepsilon}}} - 2\underline{\underline{\dot{\varepsilon}}} : \underline{\underline{\underline{\underline{a_4}}}}\right) + 2C_i\dot{\bar{\varepsilon}}\left(\underline{\underline{I_d}} - 3\underline{\underline{a_2}}\right) \qquad (1.3)$$

Avec :

- $\underline{\underline{\Omega}}$ le tenseur de rotation
- λ le paramètre géométrique caractérisant l'élancement de la fibre : $\lambda = \frac{\beta^2-1}{\beta^2+1}$ et $\beta = \frac{L}{D}$

[3] $\underline{p}$ *et* $\varphi\left(\underline{p}\right)$ sont définis en annexe 2

- $\underline{\dot{\varepsilon}}$ le tenseur des vitesses de déformation ;
- C_i le coefficient d'interaction entre fibres.

Les termes $\underline{\underline{\Omega a_2}} - \underline{\underline{a_2 \Omega}}$ représentent la composante de l'écoulement élongationnel et $\lambda\left(\underline{\underline{\dot{\varepsilon} a_2}} + \underline{\underline{a_2 \dot{\varepsilon}}} - 2\underline{\underline{\dot{\varepsilon}}}:\underline{\underline{\underline{\underline{a_4}}}}\right)$ celle du cisaillement. Enfin, les termes $2C_i\dot{\bar{\varepsilon}}(\underline{\underline{I_d}} - 3\underline{\underline{a_2}})$ caractérisent l'interaction entre les fibres. Notons que le tenseur $\underline{\underline{\underline{\underline{a_4}}}}$ provient d'une équation de fermeture appliquée au tenseur $\underline{\underline{a_2}}$ telle que $\underline{\underline{\underline{\underline{a_4}}}} = F(\underline{\underline{a_2}})$.

Notons, que le coefficient d'interaction est déterminé après ajustement de la solution numérique sur des valeurs expérimentales. Il est très difficile de l'estimer tant il dépend de la nature du matériau, du type d'écoulement, de la concentration en particules, du rapport de forme et de l'état d'orientation *(Redjeb, 2007)*.

L'équation de fermeture utilisée n'est pas un choix unique : Redjeb présente 5 approximations distinctes que nous ne détaillerons pas dans ce manuscrit : « linéaire », « quadratique », « Hybride », « naturelle 2D » et « orthotrope ». D'après l'auteur, il est très difficile de choisir, à priori, une équation de fermeture pour un polymère et une géométrie donnée d'autant plus qu'elle dépend du coefficient d'interaction, lui-même très délicat à estimer.

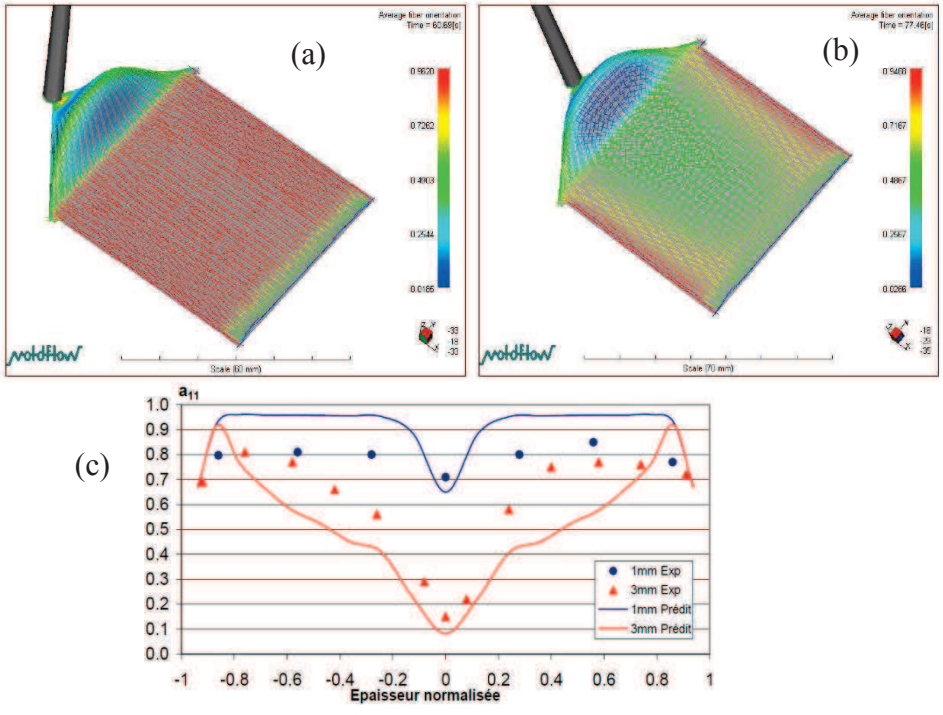


Figure 1.22 : Prévision moyenne des tenseurs d'orientation (composante a_{11}) obtenue par le logiciel Moldflow dans une plaque de 1mm d'épaisseur (a) ou de 3mm d'épaisseur (b), (c) Prévision dans l'épaisseur de la composante a_{11} pour les 2 plaques et comparaison avec les mesures expérimentales. Matériau Polyarylamide renforcé à 30% en masse. (Dray, 2006)

Le logiciel de simulation rhéologique Moldflow® utilise pourtant le modèle de Folgar et Tucker en y ajoutant un terme D_z censé améliorer la prévision de l'orientation des fibres en modifiant l'effet de C_i (surestimation de l'effet d'orientation, dans le sens de l'épaisseur, constaté lors de l'utilisation du modèle de Folgar et Tucker). Le coefficient D_z, lié au coefficient C_i, permettrait de rendre compte du fait que, dans certains cas, les fibres peuvent difficilement s'orienter dans le sens de l'épaisseur et ainsi modifier l'effet de C_i afin de redistribuer l'orientation préférentiellement dans le plan d'écoulement (voir Figure 1.23 : Données expérimentales montrant la réduction de l'erreur sur la prévision d'orientation en fonction du modèle utilisé et de la fraction massique de fibres de verre. .**Figure 1.23**). Le choix de la valeur de D_z reste un mystère. Néanmoins, les prévisions d'orientation issues du logiciel Moldflow® restent convenables dans bien des cas, et nous opterons pour son utilisation (faute de mieux) en laissant la détermination de C_i et D_z au seul choix automatique du logiciel. Un exemple de résultat est présenté en **Figure 1.22** ci-dessus.

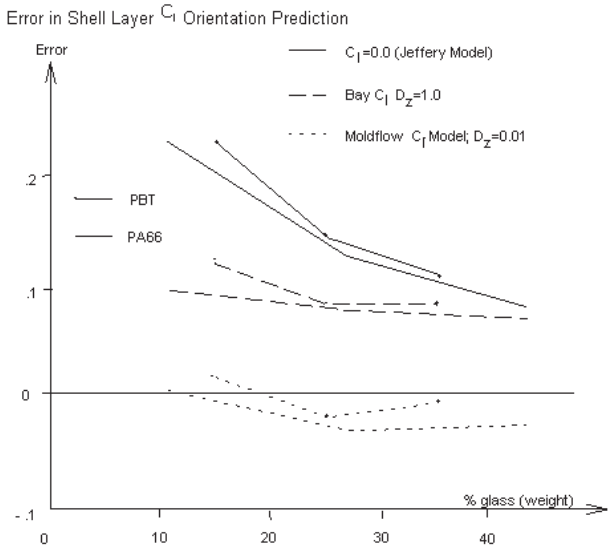


Figure 1.23 : Données expérimentales montrant la réduction de l'erreur sur la prévision d'orientation en fonction du modèle utilisé et de la fraction massique de fibres de verre. (Moldflow, 2006).

2.1.2.2 Longueur de fibre et interface Fibre-matrice

2.1.2.2.1 Comportement à l'interface

Lorsqu'un composite est sollicité de manière globale, les efforts sont transférés aux fibres via la matrice (voir schéma descriptif en **Figure 1.24**). La surface de contact entre la fibre et la matrice, ainsi que la qualité de l'adhésion entre les 2 matériaux, conditionne ce transfert de charge. Généralement, plus les fibres ont un rapport L/D important, plus les efforts sont repris par le renfort, et plus le matériau est rigide *(Cox, 1952) (Curtis, 1978) (Piggott, 1978) (Eriksson, 1996)*.

L'adhésion quant à elle est dépendante de la nature du polymère et de la qualité du traitement chimique imposé au renfort *(Fu, 2005)*. Il faut savoir que les fibres courtes, présentes dans les SGFRT, proviennent de fils continus prétraités chimiquement en surface et qui sont coupés

lors du procédé de fabrication du compound. Ainsi, en plus d'une concentration de contraintes géométrique évidente en bout de fibre dans la matrice environnante, une mauvaise adhésion locale vient altérer les propriétés d'interface *(Song, 1996)*. Enfin, lors de la plastification et de l'injection d'un polymère renforcé de fibres courtes, des porosités initiales sont possibles en bout de fibre : ce phénomène engendre un site privilégié d'amorçage lors des mécanismes de rupture.

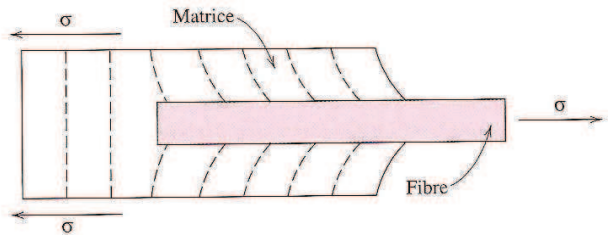


Figure 1.24 : Schéma de la déformation de la matrice autour d'une fibre soumise à une contrainte de traction. (Callister, 2001).

Comme l'illustre la **Figure 1.25**, un faciès de rupture caractérise pertinemment les mécanismes en jeu : l'état de surface des fibres présente un aspect rugueux caractéristique d'une bonne adhésion fibre-matrice ; la présence de trous caractérise les déchaussements fibre-matrice éventuels ; enfin, la morphologie de déformation de la matrice (accompagnée ou non de porosités, de fissures, etc.) est un bon indicateur du comportement de celle-ci.

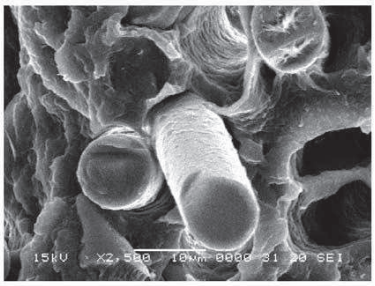
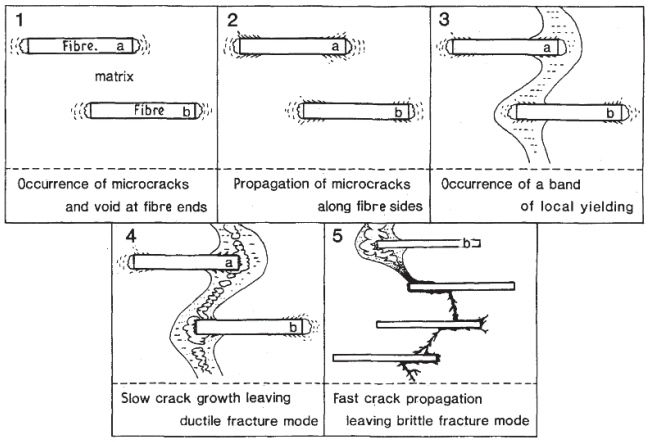


Figure 1.25 : Faciès de rupture d'un PA66 renforcé obtenu par MEB. (Fu, 2005).

Les mécanismes d'endommagement sont décrits par Sato et ses collaborateurs (voir illustration en **Figure 1.26** *(Sato, 1984) (Sato, 1983) (Sato, 1991)*: tout d'abord, du fait des phénomènes locaux observés en bout de fibres (voir description ci-dessus), une fissure s'initie à cet endroit pour de nombreuses fibres ; cette fissure se propage le long de la fibre, puis parcoure la matrice transversalement à la direction des fibres afin de rejoindre, de proche en proche, d'autres fissures. Cette étape est accompagnée par une plastification importante des bandes de matrice reliant les têtes de fibres. La rupture se fait ensuite progressivement, tout d'abord de manière stable dans un mode ductile, et enfin de manière instable et fragile.

(a)



(b)

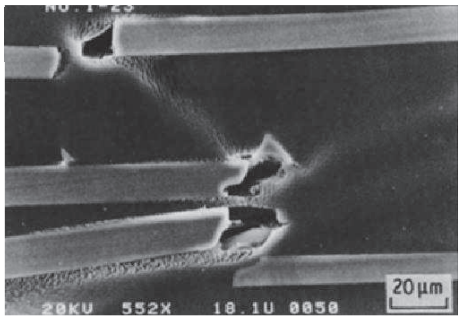


Figure 1.26 : (a) mécanisme de rupture d'un Polymère renforcé en 5 étapes : *(1) initiation d'une fissure en bout de fibre (2) les fissures se propagent dans la matrice à l'interface (3) les fissures croisent dans la matrice accompagnée d'une déformation plastique de la matrice (4) les zones de matrice microfissurées et déformées plastiquement coalescent, la propagation est stable et la rupture ductile (5) Une fois une taille critique atteinte, la propagation devient instable et le matériau se rompt de manière fragile.* (b) photo MEB des mécanismes de rupture pour un PA66GF15 d'après (Sato, 1991).

Mouhmid et ses collaborateurs *(Mouhmid, 2006)* ont mis en évidence par mesure acoustique 3 phases distinctes pour le comportement mécanique macroscopique d'un PA66GF15 soumis à une traction-rupture : la première phase correspond à une zone « pseudo-élastique », la deuxième phase correspond au début de la plasticité macroscopique (plasticité de la matrice et apparition de microfissures) avec une augmentation du nombre et du niveau des événements sonores et une troisième phase, précédant la rupture finale avec un endommagement très important et brusque.

2.1.2.2.2 Notion de Distribution de longueur de fibre (FLD)

Les SGFRT n'ont pas une longueur de fibre unique : après pyrolyse d'un échantillon et mesure de 1000 fibres, la plupart des auteurs obtiennent des diagrammes de répartition par classe ayant la forme de fonction type « Weibull » (Bernasconi, 2007a) (Mégally, 2005), etc. : c'est la notion de distribution de longueur de fibres appelée communément FLD (i.e. Fiber Lenght Distribution). Ce point est détaillé lors de nos essais en chapitre 2 du manuscrit. Les exploitations statistiques sont nombreuses (écart-type, moyenne arithmétique, moyenne pondérée, minimum, maximum …). La **Figure 1.27** montre les résultats obtenus pour 3 Polyamides avec différents taux massiques de renforts. Les valeurs L_w correspondent à une moyenne pondérée obtenue par :

$$L_w = \frac{\sum_{i=1}^{N} n_i l_i^2}{\sum_{i=1}^{N} n_i l_i} \qquad (1.4)$$

Avec n_i le nombre de fibres de longueur l_i.

Comme le montre la **Figure 1.27**, les valeurs de L_w diminuent avec la fraction massique de renfort : les auteurs concluent à l'influence de procédé (rupture de fibres plus nombreuses lors de l'injection de matériau plus renforcé …).

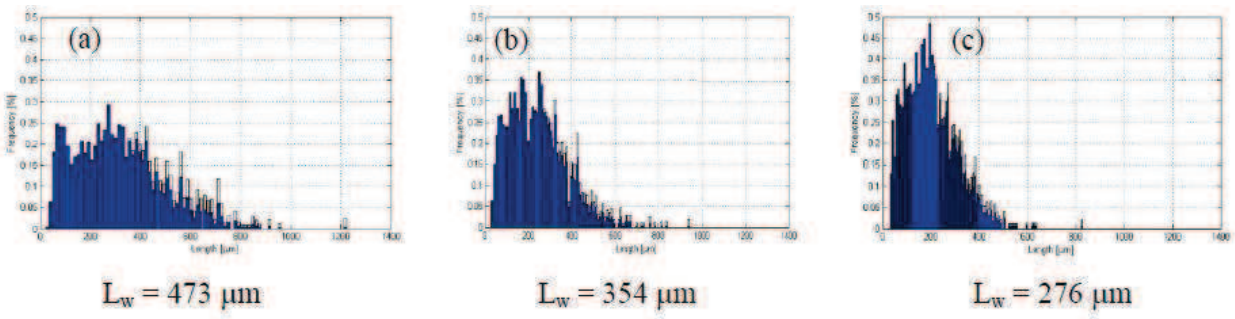


Figure 1.27 : FLD obtenus après pyrolyse de PA6GF10 (a), PA6GF20 (b), PA6GF30 (c) et Moyenne pondérée L_w. (Bernasconi, 2011).

O'Regan et Akay *(O'Regan, 1996)* ont étudié les FLD d'échantillons en Polyamides 6.6 renforcés. Ils concluent à l'influence importante de la géométrie du seuil (nappe ou point d'injection et leurs dimensions) sur la réduction de la longueur des fibres. La distance et la localisation ont une influence plus significative pour une structure complexe (pièce structurelle) que pour une simple plaque : globalement la longueur moyenne diminue avec la distance par rapport au seuil. Enfin, les auteurs observent une longueur moyenne plus importante pour les fibres à cœur surtout dans le cas d'un seuil large.

2.1.2.3 Fraction massique ou volumique, cluster et déplétion de fibres.

La fraction volumique de fibres V_f est un paramètre majeur des caractéristiques mécaniques des polymères composites. Comme l'illustre la **Figure 1.28**, la fraction volumique de fibres augmente la rigidité et la contrainte à la rupture. Cette augmentation s'accompagne d'une réduction de la déformation à la rupture *(Bijsterbosch, 1995) (Mehan, 2000) (Ota, 2005) (Mouhmid, 2006)*. Nous noterons que la fraction volumique de fibres influence le facteur d'orientation, ce qui entraine une interaction de 2 facteurs majeurs *(Curtis, 1978)*.

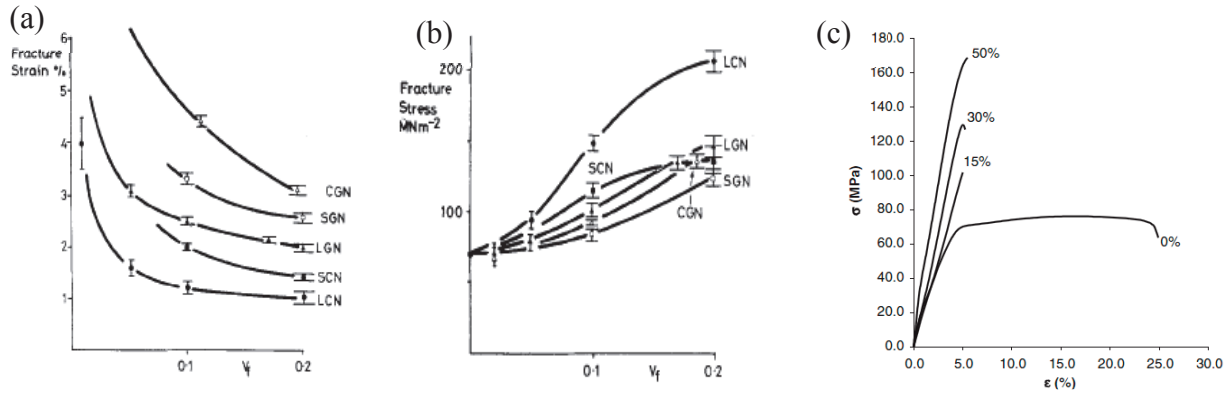


Figure 1.28 : Influence du V_f sur la contrainte à la rupture (a) et sur la déformation à la rupture (b) de Nylon renforcés de fibres de verre courtes (SGN), de fibres de verre longues (LGN), de fibres de carbone courtes (SCN) et de fibres de carbone longues (LCN) d'après (Curtis, 1978) ; (c) Courbes de comportement d'un PA66 avec différents taux massiques de renforts à 23°C d'après (Mouhmid, 2006).

O'Regan et Akay montrent dans leur étude *(O'Regan, 1996)* sur pièce complexe qu'une variation de la fraction volumique de fibre est possible le long de l'écoulement (distance par rapport au point d'injection).

Aucune étude quantitative ne permet pas d'affirmer que le V_f puisse varier localement dans l'épaisseur d'une pièce. Néanmoins, beaucoup d'observations MEB permettent de remarquer des amas de fibres et des zones de déplétion en fibres (voir **Figure 1.29** ci-dessous) : la densité locale varie donc, et à priori, ce phénomène peut-être influent sur les mécanismes de rupture. Nous ne pouvons pas écarter le risque de mauvaise interprétation de clichés en 2D dans une coupe locale : en effet, une fibre dans un plan parallèle au plan de coupe a une probabilité plus faible que les autres d'apparaitre. Seules les coupes à 45° par rapport au plan médian d'une section d'éprouvette par exemple, limitent ce risque en faisant apparaitre des ellipses plus ou moins élancées *(Mégally, 2005)*. Les mesures non destructives 3D, comme la micro-tomographie rayons X, semblent les outils à privilégier pour ce type d'analyse.

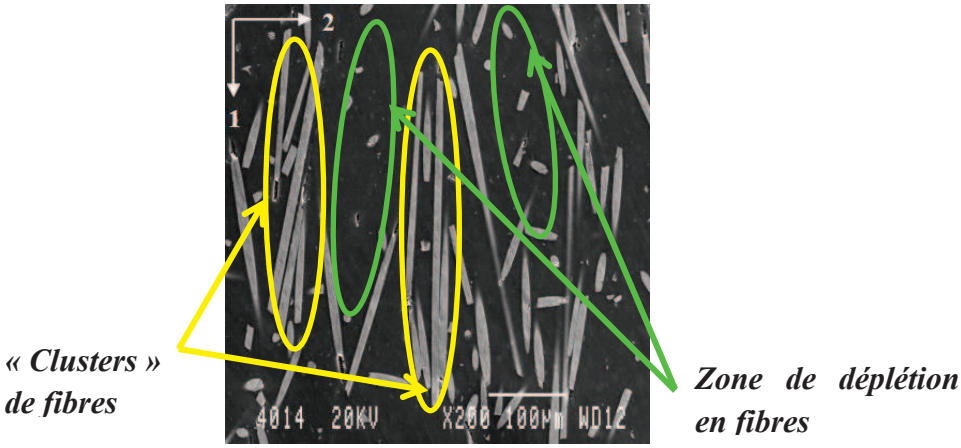


Figure 1.29 : Mise en évidence de « clusters » et de zones de déplétion de fibres, sur une photo prise au MEB par (Dray, 2006) dans le plan d'écoulement d'une plaque de 1mm en Polyamide aromatique chargé à 30% en masse de fibres de verre.

2.1.2.4 Morphologie de la matrice

Comme nous l'avons montré, dans le cas de polymères semi-cristallins non renforcés, une structure cristalline « cœur-peau » apparait clairement. D'après Mourglia, la présence de renfort dans un PA66GF30 ne modifie pas ce constat *(Mourglia, 2009)*. L'auteur observe, par microscopie optique à polarisation croisée (voir **Figure 1.30**), une structure sphérolitique à partir de 20µm du bord. Tout comme pour un semi-cristallin non renforcé, la taille des sphérolites augmente jusqu'à atteindre 20 µm au cœur de l'éprouvette.

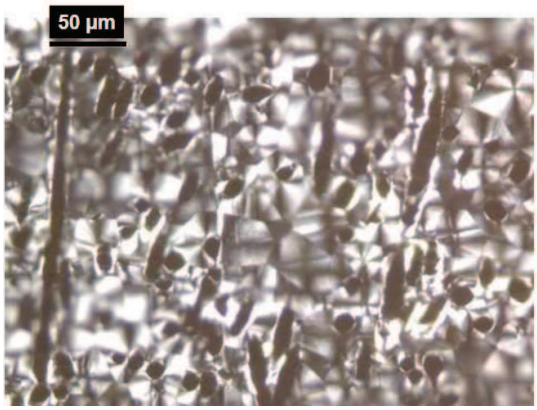


Figure 1.30 : Observation de la structure cristalline dans un polyamide renforcé de fibres de verre par microscopie optique à polarisation croisée. (Mourglia, 2009).

Mourglia décrit alors une structure multicouche schématisée en **Figure 1.31**. Elle conclut du fait de la taille des zones 1 et 2, non sphérolitiques, que la matrice peut être considérée comme isotrope.

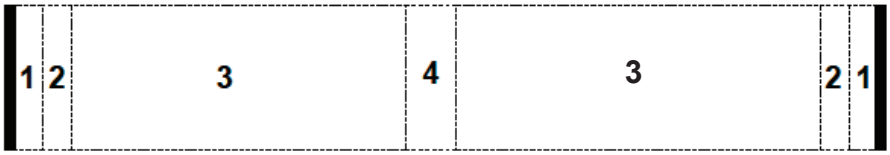


Figure 1.31 : Schéma de la structure multicouche d'un PA66GF30 : (1) épaisseur 10µm, FV non orientées, structure cristalline non sphérolitique ; (2) épaisseur 10µm, FV orientées, structure cristalline non sphérolitique ; (3) FV orientées, structure cristalline sphérolitique ; (4) (2) épaisseur 500µm, FV moins orientées, structure cristalline sphérolitique. (Mourglia, 2009).

2.2 Comportement des SGFRT

L'objectif de section est de présenter succinctement les différentes contributions pilotant le comportement thermomécanique d'un thermoplastique renforcé par des fibres de verre courtes et de dresser un bilan des différentes approches à disposition actuellement pour le modéliser.

Comme nous l'avons décrit précédemment, le PA66GF50 de notre étude est composé d'une matrice semi-cristalline et de fibres de verre courtes. L'étude du comportement de la matrice polyamide est, à lui seul, un sujet d'étude très complexe du fait de l'aspect multi-échelle nécessitant de prendre en compte les différentes phases du matériau, les différentes orientations de ces phases, ainsi que leurs interfaces. De ce fait, une option pragmatique consiste à considérer la matrice comme homogène macroscopiquement en y introduisant des variables d'état telle la fraction cristalline *(Marco, 2003) (Regrain, 2009)* ou en considérant un comportement différent pour les deux phases (amorphe et cristalline) *(Detrez, 2008)*. Dans le cas du PA66GF50, la matrice semi-cristalline est renforcée par des fibres de verre courtes en grand nombre (50% en masse, soit environ 32% en volume), ce qui lui confère des propriétés mécaniques très différentes de la matrice Polyamide seule. Pour ce type de

matériau, il convient alors de considérer la matrice comme une phase unique dans laquelle sont plongés les renforts *(Boisot, 2009)*. Les fibres de verre sont considérées comme purement élastiques et sont définies par une fraction volumique, une longueur, un diamètre et une fonction d'orientation. La matrice, quant à elle, est considérée comme élasto-viscoplastique et a un comportement très sensible à la reprise en eau et à la température (écart à la T_g).

La littérature propose un certain nombre de modèles permettant de modéliser les propriétés à la rupture ou le module élastique des polymères renforcés, dans le cadre de la traction uni-axiale, en tenant compte des facteurs influents tels l'orientation des fibres ou l'interface fibre-matrice. Ces modèles sont simples à utiliser, mais ne décrivent pas le comportement de nos matériaux. Ils sont tout de même présentés, à titre d'information, en **annexe 3**.

2.2.1 Description du comportement des SGFRT

A défaut d'étude sur le PA66GF50, nous illustrons notre description par les travaux de Launay, et de ses collaborateurs, qui proposent une description détaillée du comportement d'un PA66GF35 à travers l'étude d'une loi de comportement phénoménologique *(Launay, 2011)*. Comme le montre la **Figure 1.32**, ce type de matériau a un comportement élasto-viscoplastique très sensible aux conditions de sollicitation et aux conditions environnementales.

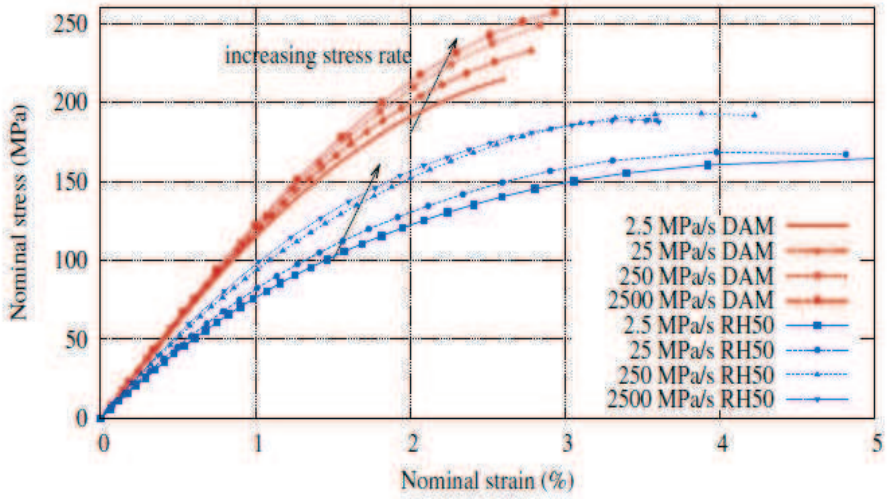


Figure 1.32 : (a) Courbes de traction-rupture à différentes vitesses de sollicitation sur un PA66GF35 DAM et RH50%. (Launay, 2011)

La composante visqueuse non linéaire de son comportement complique la modélisation sous sollicitation cyclique et donne lieu à une décomposition en plusieurs contributions distinctes :

- une viscoélasticité court-terme pilotée par la sensibilité à la vitesse de déformation et visible sur la **Figure 1**.32 (échelle de temps 1s) ;
- une viscoélasticité long-terme qui apparait pour de bas niveaux de contrainte et qui correspond à des phénomènes de relaxation de contrainte ou de recouvrement de

déformation résiduelle (échelle de temps 100s). Ce phénomène est illustré en **Figure 1.33** par des essais type « trapèzes » avec palier de maintien puis recouvrement ;

- un comportement visqueux non-linéaire combiné à un écrouissage cinématique à des niveaux de déformations plus élevés: la comparaison des **Figure 1.34 (a)** et **(b)**, montre une dépendance de la déformation résiduelle à la vitesse de sollicitation ;
- un adoucissement cyclique provenant probablement de modifications internes au matériau (modifications de la structure semi-cristalline, déchaussements fibre-matrice, vides créés dans la matrice ou à l'extrémité des fibres …) ou à de la viscosité à très long-terme. Ce phénomène est visible sur la **Figure 1.34** si l'on compare le module sécant de la courbe monotone, à la pente des boucles hystérétiques.

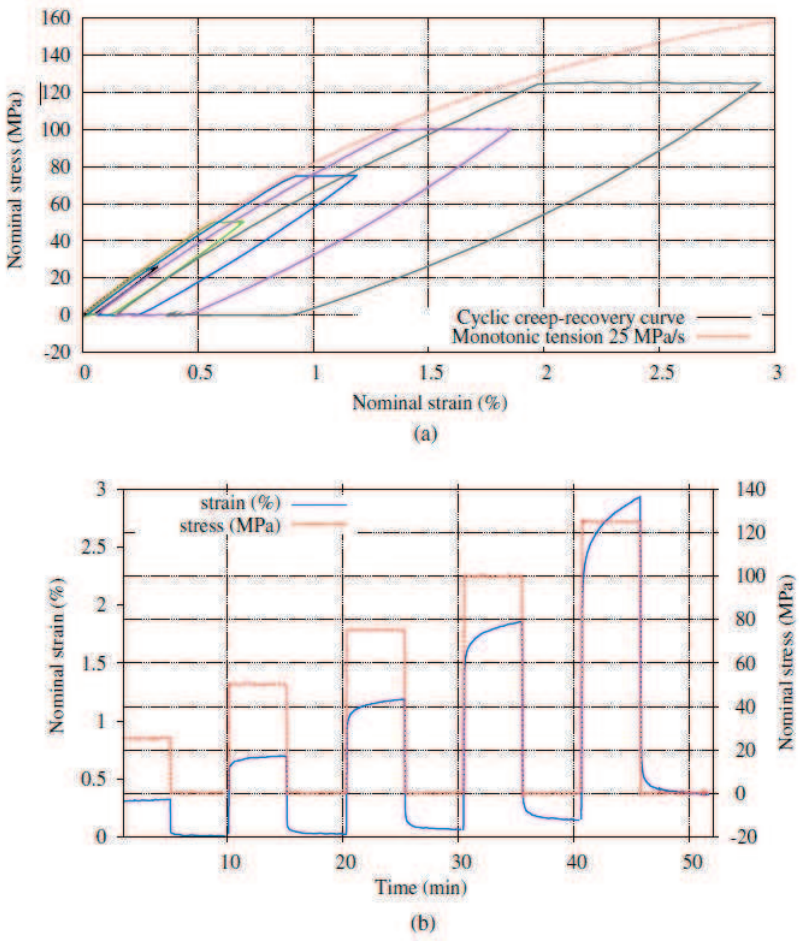


Figure 1.33 : (a) Courbes contrainte-déformation issues de tests type « trapèzes » avec palier de maintien, piloté en contrainte, pour un PA66GF35 RH50% à 25 MPa/s et (b) évolution de la contrainte et de la déformation au cours du temps. (Launay, 2011)

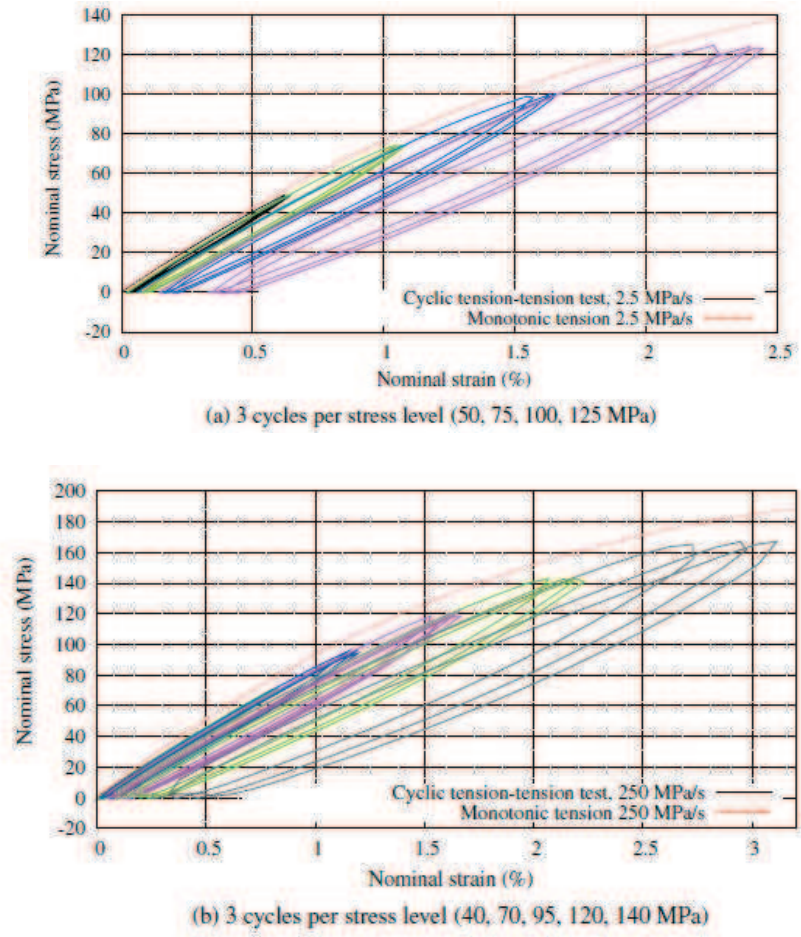


Figure 1.34 : Résultats de tests cycliques en traction-traction sur un PA66GF35: (a) piloté en contrainte avec une vitesse de 2.5 MPa/s, (b) piloté en contrainte à une vitesse de 250 MPa/s. (Launay, 2011)

Les différentes composantes du comportement sont toutes sensibles aux conditions environnementales (RH et températures). Launay et ses collaborateurs proposent d'utiliser une équivalence température-reprise en humidité : l'écart à la T_g permet alors de paramétrer la réponse cyclique à la contribution des 2 paramètres environnementaux *(Launay, 2012)*.

2.2.2 Modélisation du comportement des SGFRT

Deux approches semblent se distinguer dans la modélisation du comportement d'un thermoplastique renforcé par des fibres de verre courtes : l'approche micromécanique et l'approche phénoménologique.

2.2.2.1 Approche micromécanique

L'approche micromécanique consiste à construire la réponse mécanique (à un chargement extérieur macroscopique) d'un matériau hétérogène à partir de la connaissance des propriétés de chaque phase (fibres et matrice). Cette approche repose alors sur la construction d'un VER (Volume Elémentaire Représentatif) qui peut être considéré à plusieurs échelles. Le problème relève alors du choix de la taille du VER afin que le comportement ainsi homogénéisé soit

représentatif du comportement macroscopique, ce qui demande une très bonne connaissance de la microstructure en présence. Ces méthodes ont l'avantage de pouvoir intégrer l'influence du procédé (taux de fibre, distribution d'orientation des fibres, etc.), et permettent aujourd'hui de modéliser le comportement non-linéaire des SGFRT (lois élasto-plastiques, viscoélastiques, élasto-viscoplastique, etc.). Ainsi une méthode proposée initialement par Advani et Tucker *(Advani, 1987)*, et qui a été de nombreuses fois reprises dans la littérature *(Doghri, 2005) (Dray, 2006)*, repose sur une homogénéisation en 2 étapes qui permet de prendre en compte la distribution d'orientation des fibres locale (voir schéma en **Figure 1.35**). La première étape consiste en la décomposition du VER hétérogène en un VER constitué de blocs unidirectionnels (schéma de Mori-Tanaka se référer à *(Mori, 1973)*). La deuxième étape consiste en la pondération des propriétés macroscopiques par la distribution d'orientation : généralement pour cette deuxième étape, une moyenne sur les raideurs est calculée (bornes de Voigt).

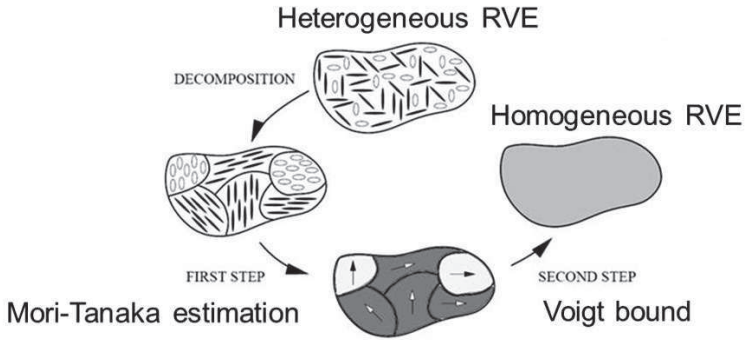


Figure 1.35 : Schéma d'homogénéisation en 2 étapes. (Doghri, 2005)

Certains auteurs proposent même de modéliser les interactions complexes entre les fibres et la matrice (décohésion, endommagement …) *(Meraghni, 2002) (Bouaziz, 2007)*.

Notons néanmoins que dans la plupart des cas, la matrice et les fibres sont supposées parfaites et isotropes, et il en est de même pour leur interface.

2.2.2.2 Approche phénoménologique macroscopique

Cette seconde approche dite « phénoménologique » est souvent basée sur la compréhension des mécanismes physiques microscopique de déformation et/ou d'endommagement en jeu. Généralement, le modèle associé est une association des différentes contributions.

Nous invitons le lecteur à se référer aux travaux d'Andriyana et ses collaborateurs *(Andriyana, 2010)* ou aux travaux de Launay et ses collaborateurs *(Launay, 2011)* qui ont proposé deux modèles phénoménologiques différents appliqués aux polymères renforcés de fibres de verre courtes.

Ces travaux nous semblent être les travaux les plus aboutis à l'heure actuelle : les auteurs reprennent les différentes contributions décrites en section 2.2.1 et réussissent à modéliser avec une précision intéressante le comportement d'un PA6.6 renforcé sous différents types de sollicitation (cyclique, etc.).

2.3 Fatigue des polymères renforcés (SGFRT)

2.3.1 Mécanismes d'endommagement

Différents auteurs ont exploré les mécanismes d'endommagement en fatigue des SGFRT. La plupart d'entre eux base leur analyse sur des faciès de rupture obtenu au MEB à la suite d'essais en fatigue (*(Mandell, 1981) (Lang, 1987) (Horst, 1996) (Horst, 1997) (Mourglia, 2009) (Esmaeillou, 2011)*) ou sur l'analyse de la microstructure après cryofracture lors d'essais cycliques interrompus avant la rupture finale (*(Horst, 1996) (Klimkeit, 2009)*). L'observation par microscopie optique de la coupe d'un échantillon lors d'essais en fatigue stoppés à différents nombre de cycles permet de localiser l'endommagement *(Noda, 2001)*. Lors de sa thèse, Klimkeit utilise la technique des répliques qui consiste à suivre l'évolution de l'état de surface d'un échantillon poli lors d'un essai de fatigue. L'auteur propose également le suivi de l'endommagement par propagation à l'aide de thermographie infrarouge *(Klimkeit, 2009)*. Enfin, Mourglia présente, dans ses travaux de thèse, une étude de la caractérisation de l'endommagement en fatigue à l'échelle microscopique (diffraction des rayons X, diffusion de neutrons), et à l'échelle nanoscopique (SAXS 2D, WAXS) pour un PA renforcé et non renforcé *(Mourglia, 2009)*.

2.3.1.1 Scénario d'amorçage et de propagation à l'interface fibre-matrice, en fonction de l'équivalence T_g-RH

Différents auteurs convergent vers un scénario que nous proposons de détailler (d'après les travaux de Noda en **Figure 1.36**). Celui-ci est fortement dépendant de la T_g dans le cas d'un semi-cristallin renforcé comme le PA66GF50, donc également de la reprise en humidité.

Lorsque la température du matériau est inférieure à sa T_g (ou matériau sec), on peut résumer les mécanismes d'endommagement en 4 étapes principales (**Figure 1.36 (a)**):

(1) Comme nous l'avons décrit lors des mécanismes d'endommagement sous traction monotone, l'extrémité des fibres est le siège de concentrations de contraintes couplées à une mauvaise adhésion fibre-matrice. De ce fait, sous chargement cyclique, des microvides apparaissent en bout de fibres sous l'effet notable de la pression hydrostatique.
(2) Les cavités créées à l'extrémité des fibres se propagent alors dans une direction perpendiculaire à la direction de chargement.
(3) Ces microfissures coalescent, rejoignent les extrémités de fibres voisines et se transforment progressivement en macrofissures.
(4) Enfin, une de ces macrofissures atteint une taille critique et se propagent de manière instable entrainant la rupture de l'échantillon.

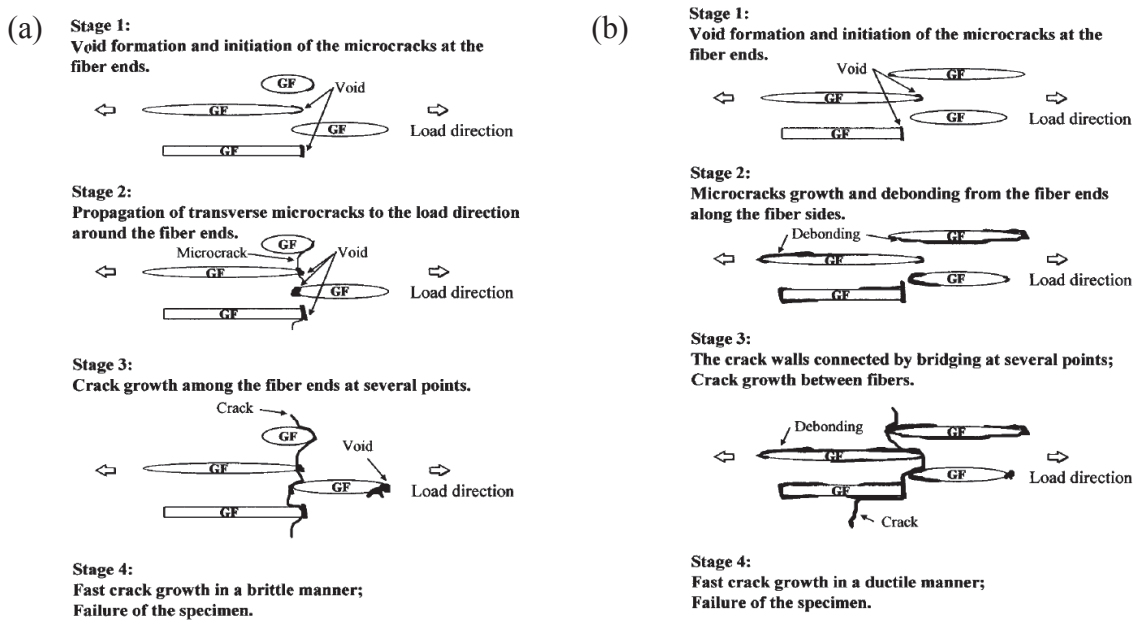


Figure 1.36 : Description des mécanismes d'endommagement d'un PA renforcé pour $T<T_g$ (a) et pour $T>T_g$ (b) d'après (Noda, 2001).

Comme le montrent Horst et Spoormaker *(Horst, 1997)* lors d'une étude des mécanismes de fatigue sur PA renforcé DAM, le faciès de rupture est alors typique d'une rupture fragile avec peu de zones de matrice déformées dans la direction de l'écoulement et, de ce fait, peu de fibres qui ressortent de la matrice (voir **Figure 1.37 (a)-gauche et (b)**).

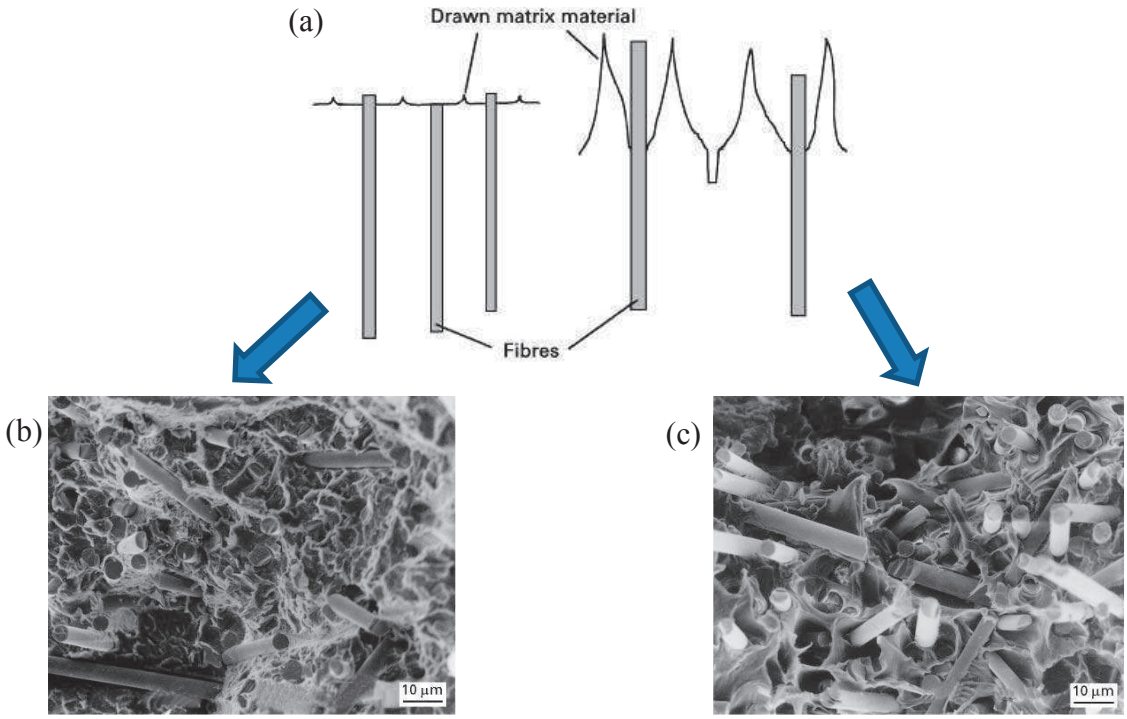


Figure 1.37 : (a)Schématisation de la différence de faciès de rupture en fonction de la reprise en humidité ; (b) et (c) Photo MEB d'un faciès de rupture en fatigue respectivement pour un PA renforcé DAM et RH50%. (Horst, 1997).

Lorsque la température du matériau est supérieure à sa T_g (ou matériau humide), on peut également résumer les mécanismes d'endommagement en 4 étapes principales **Figure 1.36 (b)**:

(1) Des microvides apparaissent en bout de fibres
(2) Les cavités créées à l'extrémité des fibres se propagent le long de l'interface entraînant une décohésion plus ou moins importante
(3) Les fibres, ne jouant plus leur rôle de renfort, permettent de fortes déformations locales engendrant un phénomène de cavitation entre les fibres voisines : des microfissures apparaissent et coalescent.
(4) Enfin, les microfissures se transforment en macrofissures qui ayant atteint une taille critique et se propageant de manière instable entrainent la rupture de l'échantillon.

Le faciès de rupture est alors bien différent du premier cas préalablement présenté. Comme le montrent Horst et Spoormaker *(Horst, 1997)* lors d'une étude des mécanismes de fatigue sur PA renforcé RH50%, les fortes déformations induites par la décohésion de l'interface fibre-matrice nous offrent la vision d'une matrice très étirée dans la direction de chargement avec des fibres qui ressortent sur une grande longueur. L'aspect de certaines fibres est très lisse du fait de la décohésion (voir **Figure 1.37 (a)-droite et (c)**).

Horst et Spoormaker confirment ce scénario par des clichés MEB réalisés sur des faciès après cryofracture d'échantillons en PA6GF30 sollicités en fatigue à 45% de la contrainte ultime en traction monotone. Des vides créés par l'endommagement apparaissent clairement de manière circulaire autour de certaines fibres (voir **Figure 1.38 (a)**). Cette constatation trouve une justification par un mécanisme de traction circonférentielle amorçant la décohésion fibre-matrice sous sollicitations cycliques. Les auteurs remarquent des ruptures de fibres, mais précisent qu'elles n'interviennent qu'au-delà d'une certaine longueur critique sous l'effet de microflambage lors des décharges. Elles sont accompagnées d'une forte déformation de la matrice (cône ductile observable sur la **Figure 1.38 (c)**). Pour les matériaux renforcés par des fibres courtes, ces ruptures de fibres semblent plus rares.

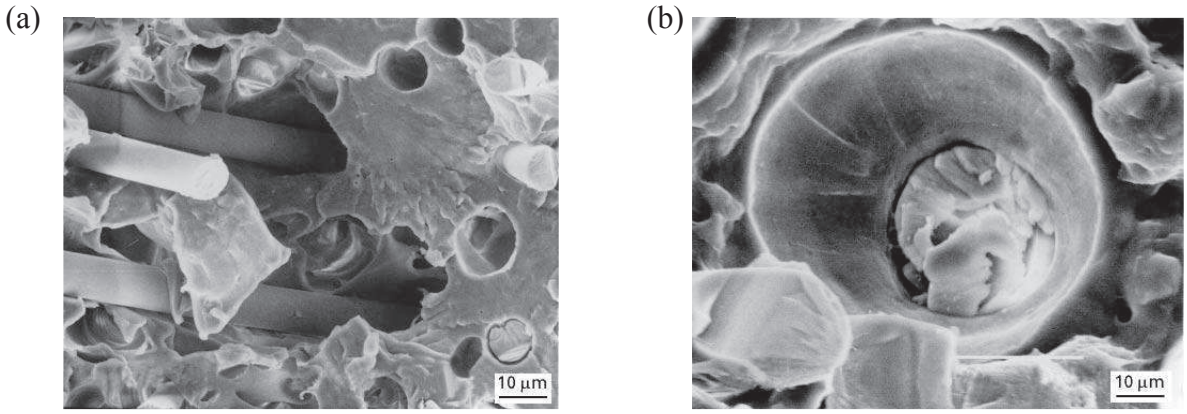


Figure 1.38 : Photo MEB après cryofracture d'échantillons en PA 6 renforcé, sollicité en fatigue, (a) Vides créés autour des fibres par l'endommagement, (b) rupture de fibres au-delà d'une certaine longueur critique. (Horst, 1997).

Klimkeit retient 2 mécanismes d'endommagement principaux rejoignant le scénario précédent. L'auteur observe et conclu à un premier endommagement sous forme de micro craquelures initiées par des vides créés au pourtour du bout des fibres. Ce phénomène trouve son origine du fait de l'effet combiné d'un champ de contraintes hydrostatiques positives et d'une mauvaise cohésion fibre-matrice favorisant la cavitation. L'auteur constate un deuxième type d'endommagement le long de la fibre, sous la forme de cisaillement et privilégie donc la formation de bandes de glissement.

2.3.1.2 Scénario d'amorçage par un endommagement matriciel

Mourglia propose un tout autre scénario concernant les mécanismes lors de la phase d'amorçage *(Mourglia, 2009)*. En effet, l'auteur souligne que l'apparition des microfissures responsables d'une brusque propagation est très tardive, et ne suffit pas à expliquer la chute de module dynamique (raideur normalisée) observée dès les premiers cycles de fatigue. Pour Mourglia, l'endommagement dans le polyamide renforcé est matriciel, et les mécanismes en jeu sont identiques dans le polyamide non renforcé. En effet, l'auteur constate que les caractéristiques mécaniques macroscopiques suivent la même évolution pour les 2 types de matériau dans la phase d'amorçage avant la brusque propagation finale : le module dynamique, la déformation plastique et la déformation élastique sont alors des fonctions linéaires du logarithme du nombre de cycles. L'auteur montre, par diffusion des rayons X, que l'endommagement en fatigue est alors initié par la nucléation de cavités nanométriques issues de phénomènes de cavitation de la phase amorphe interlamellaire localisée à l'équateur des sphérolites et qui se propagent perpendiculairement à la contrainte. Enfin, Mourglia note que pour le PA6GF30, la fin de cette étape est caractérisée par une augmentation de la composante dissipée du matériau et par une chute brutale du module dynamique.

2.3.2 Paramètres influents sur la tenue en fatigue

Nous retrouvons dans cette section un état de l'art des paramètres qui influencent, de manière plus ou moins significative, la durée de vie d'un polymère renforcé. Nous nous focalisons sur les paramètres microstructuraux ou environnementaux, pour une matrice donnée, et un enzymage des fibres donné. Néanmoins, il convient de souligner que la nature la matrice et la nature des fibres ont une influence forte sur la durée de vie d'un SGFRT.

2.3.2.1 Fraction volumique et longueur des fibres

Bernasconi et ses collaborateurs montrent l'impact du rebroyage d'un PA66GF35 sur la tenue en fatigue d'éprouvettes ISO527-1 injectées *(Bernasconi, 2007a)*. Les auteurs proposent d'introduire, lors de l'injection, différents pourcentages de matière rebroyée, et ensuite d'en étudier le FLD. Ils constatent une modification significative de la distribution de longueur des fibres, ainsi que des longueurs moyennes arithmétique L_n et pondérée L_w. Les auteurs proposent ensuite des courbes de Wöhler réalisées pour ces différents FLD, et constatent que la diminution de longueur des fibres a pour conséquence une diminution significative de la tenue en fatigue (voir **Figure 1.39**). Bernasconi et ses collaborateurs soulignent également que la contrainte d'endurance σ_D à 10^6 cycles suit une évolution similaire à la contrainte

ultime en traction-rupture σ_r, et concluent à la possibilité d'utiliser un modèle modifié de Kelly-Tyson pour en prévoir la durée de vie (à partir de coefficients identifiés pour le matériau non rebroyé). Les auteurs montrent une certaine unification des courbes d'endurance « normalisées » en rapportant en ordonnée le rapport $\frac{\sigma_{maxi\,cyclique}}{\sigma_{r\,monotone}}$.

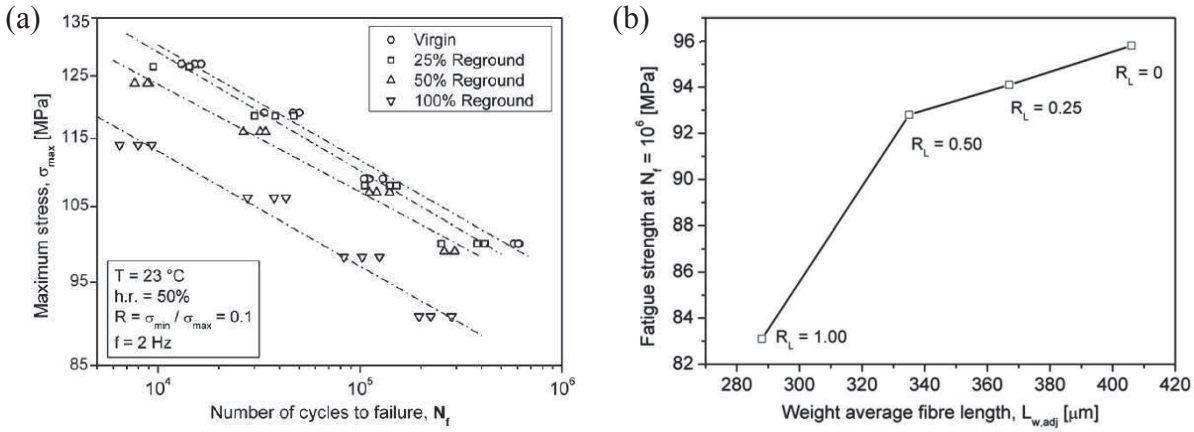


Figure 1.39 : Evolution de la tenue en fatigue d'un PA66GF35 en fonction de la longueur des fibres : (a) courbe de Wöhler pour différents taux de matériau rebroyé et (b) Contrainte d'endurance à 10^6 cycles pour différentes longueurs moyennes pondérées issues de FLD. (Bernasconi, 2007a)

Dans une autre étude, Bernasconi et Cosmi *(Bernasconi, 2011)* montrent l'impact de la fraction massique de fibres sur les propriétés en traction de PA renforcés. En s'appuyant sur ses précédents travaux, et du lien supposé entre la contrainte à la rupture sous sollicitation monotone et de la contrainte d'endurance à 10^6 cycles, on peut penser que la fraction massique (ou volumique) de fibres influence fortement la tenue en fatigue des SGFRT.

Enfin, dans une étude récente Bernasconi, Davoli et Armanni, proposent une campagne de fatigue réalisée sur pièces structurelles avec du PA66GF35 rebroyé ou non et la compare à une campagne réalisée sur éprouvettes standards *(Bernasconi, 2010)*(voir en **Figure 1.40 (a)**). Les auteurs montrent que l'effet du rebroyage diminue significativement la durée de vie de la pièce structurelle. Ils remarquent également que cette baisse est plus importante que pour une éprouvette ISO527-1. Les courbes de Wöhler « normalisées » n'ont donc pas la même pente (voir en **Figure 1.40 (b)**). Les auteurs signalent que le parcours de la matière lors de l'injection est très tortueux, et engendre probablement plus de ruptures de fibres. De plus les faciès de rupture réalisés sur la pièce structurelle mettent en évidence des mécanismes de déformations localisés, plus complexes que sur éprouvette de traction.

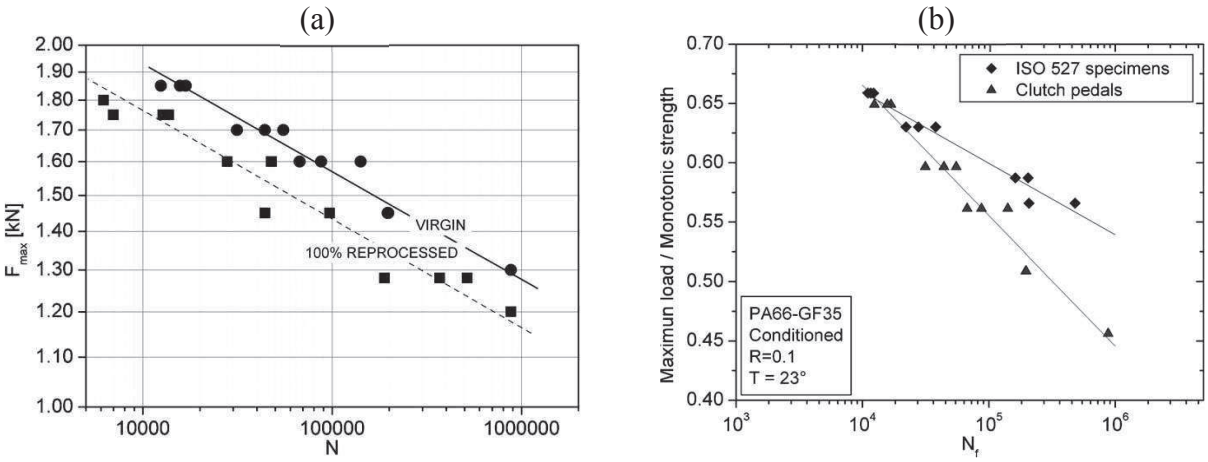


Figure 1.40 : Courbe de Wöhler d'une pièce structurelle en PA66GF35 (a) comparaison entre matériau non rebroyé et 100% rebroyé, (b) courbe « normalisée » et comparaison à une campagne de fatigue sur ISO527-1. (Bernasconi, 2010).

2.3.2.2 Conditions environnementales : température et reprise en eau

Comme nous l'avons présenté précédemment en 2.3.1.1, la teneur en eau (RH) et la température des polymères semi-cristallins renforcés interagissent sur les mécanismes engagés sous sollicitations cycliques. Nous pouvons l'expliquer par l'équivalence T_g-RH décrite par Launay *(Launay, 2012)* et qui influence fortement le comportement ductile ou non de la matrice. Les travaux de Handa *(Handa, 1999)* illustrent bien cette influence dans le cas de Polyamides renforcés: la durée de vie diminue significativement avec l'augmentation de la température ambiante (voir **Figure 1.41 (a)**), et la pente de la courbe de Wöhler chute à la T_g (voir **Figure 1.41 (b)**) puis se stabilise. Noda et ses collaborateurs *(Noda, 2001)* montrent une pente de la courbe de Wöhler inférieure à la T_g qu'à toute autre température.

Barbouchi et ses collaborateurs *(Barbouchi, 2007)* montrent une influence importante du paramètre étudié sur l'endurance du matériau (voir **Figure 1.42**).

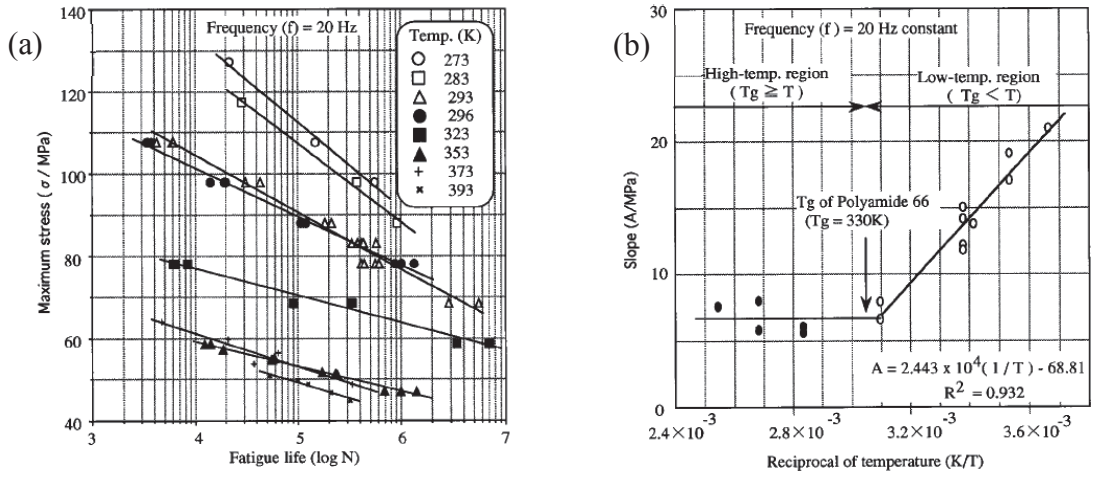


Figure 1.41 : (a) Influence de la température ambiante sur la courbe de Wöhler d'un PA66GF33, (b) Relation en température ambiante et pente de la courbe de Wöhler. (Handa, 1999).

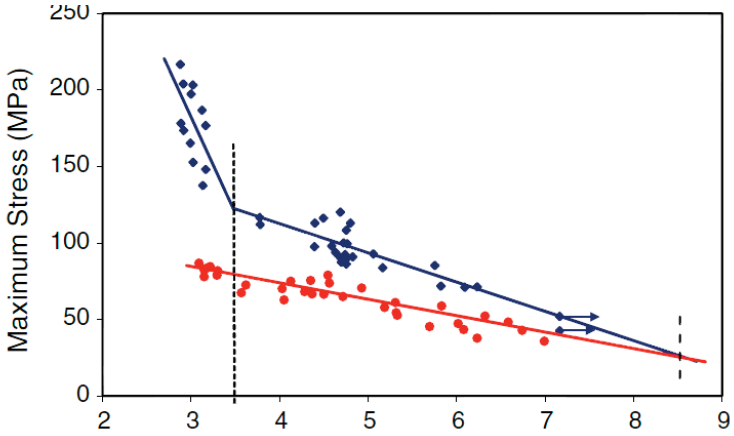


Figure 1.42 : Courbe de Wöhler réalisée pour un PA66GF30, à R=-1, 10Hz, 23°C pour des échantillons contenant 0.2% d'eau en masse (points bleus) et 3.5% d'eau en masse (points rouges). (Barbouchi, 2007).

Enfin, une étude menée par Jia et Kagan *(Jia, 1998)* propose une corrélation des propriétés à la rupture en statique et en fatigue. Les auteurs établissent une courbe de Wöhler « maîtresse » autour de laquelle sont disposés les points obtenus pour des PA6 et PA66 renforcés sous diverses conditions expérimentales (voir **Figure 1.43**). Nous pouvons observer un nuage de points assez dispersés autour du critère proposé ce qui remet en cause, à notre avis, la pertinence de son utilisation.

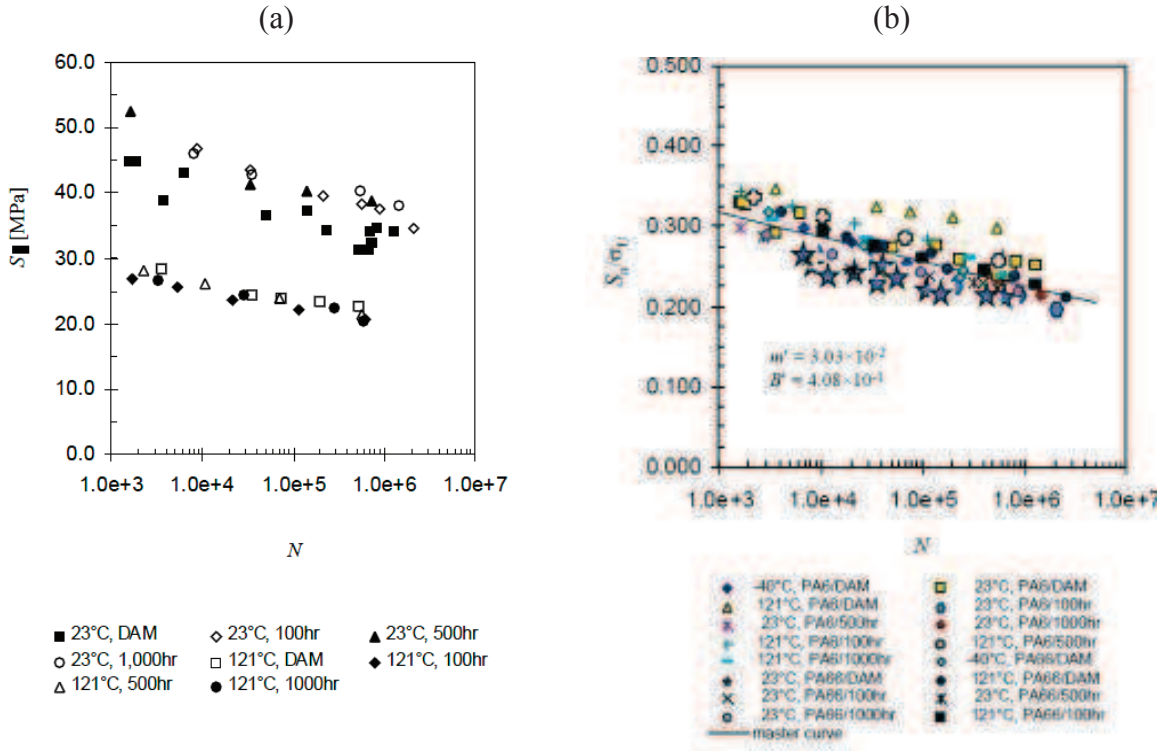


Figure 1.43 : (a) Influence des conditions expérimentales sur l'endurance d'un PA6GF33 ; (b) courbe de Wöhler « maîtresse » et conditions expérimentales pour un PA6GF33 et un PA66GF33. (Jia, 1998).

2.3.2.3 Microstructure et orientation des fibres

L'orientation des fibres joue un rôle important dans les mécanismes de déformation en jeu sous sollicitation monotone et sous sollicitation cyclique. Idéalement, les fibres sollicitées dans le sens longitudinal limitent les déformations de la matrice, et offre au polymère renforcé une meilleure tenue à la fatigue *(Guster, 2011)*.

Horst et Spoormaker *(Horst, 1996) (Horst, 1997)* observent une dépendance entre la tenue en fatigue d'éprouvettes prélevées dans des plaques (injectées en nappe) et la position du prélèvement (voir **Figure 1.44**)

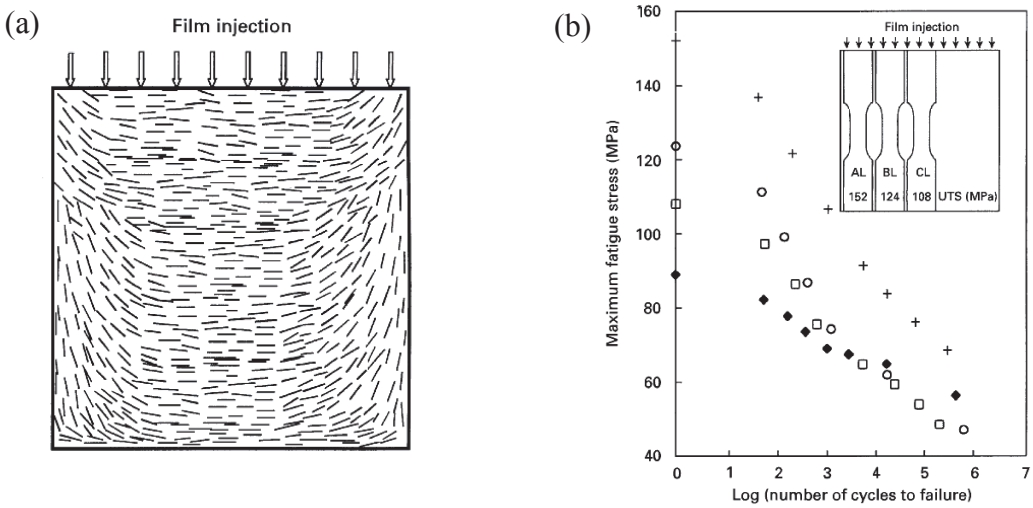


Figure 1.44 : (a) orientation à cœur dans une plaque en PA renforcé injectée en nappe, (b) courbe de Wöhler pour différentes positions d'éprouvettes : croix AL, rond BL, carré CL, losange noir éprouvette non renforcée. (Horst, 1997).

Bernasconi et ses collaborateurs ont étudié l'effet de l'orientation des fibres sur la tenue en fatigue d'un PA6GF30 *(Bernasconi, 2007b)*. Pour ce faire, les auteurs disposaient d'éprouvettes découpées dans des plaques à des angles de 0°, 30°, 60° et 90° par rapport à la direction principale d'écoulement. Comme nous pouvons le constater sur la **Figure 1.45 (a)**, plus l'angle entre la direction de sollicitation et les fibres augmentent, plus la durée de vie est dégradée. Partant du constat que la contrainte ultime en traction monotone suit la même tendance, les auteurs proposent une courbe de Wöhler « normalisée » (voir **Figure 1.45 (b)**). Les auteurs tentent l'application du critère de Tsai-Hill utilisé généralement pour décrire la rupture en traction monotone (voir en **annexe 3 : section 3.1**), en le modifiant comme suit :

$$\left(\frac{\sigma_{1,max}}{\sigma_{1,fat}(N)}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_{2,max}}{\sigma_{2,fat}(N)}\right)^2 - \frac{\sigma_{1,max}\sigma_{2,max}}{{\sigma_{1,fat}}^2(N)} + \left(\frac{\tau_{12,max}}{\tau_{12,fat}(N)}\right)^2 \leq 1 \qquad (1.5)$$

Avec $\sigma_{1,max}$ et $\sigma_{2,max}$ les valeurs maximales de contraintes mesurées lors d'un cycle de chargement, $\tau_{12,max}$ la contrainte maximale de cisaillement, $\sigma_{1,fat}(N)\sigma_{2,fat}(N)\ \tau_{12,fat}(N)$ les valeurs à N cycles respectivement pour les orientations à 0°, 90°, 30° et/ou 60°. Les auteurs concluent à la possibilité d'application du critère ainsi modifié pour prédire la tenue en fatigue des éprouvettes testées (voir **Figure 1**.45 **(c)**).

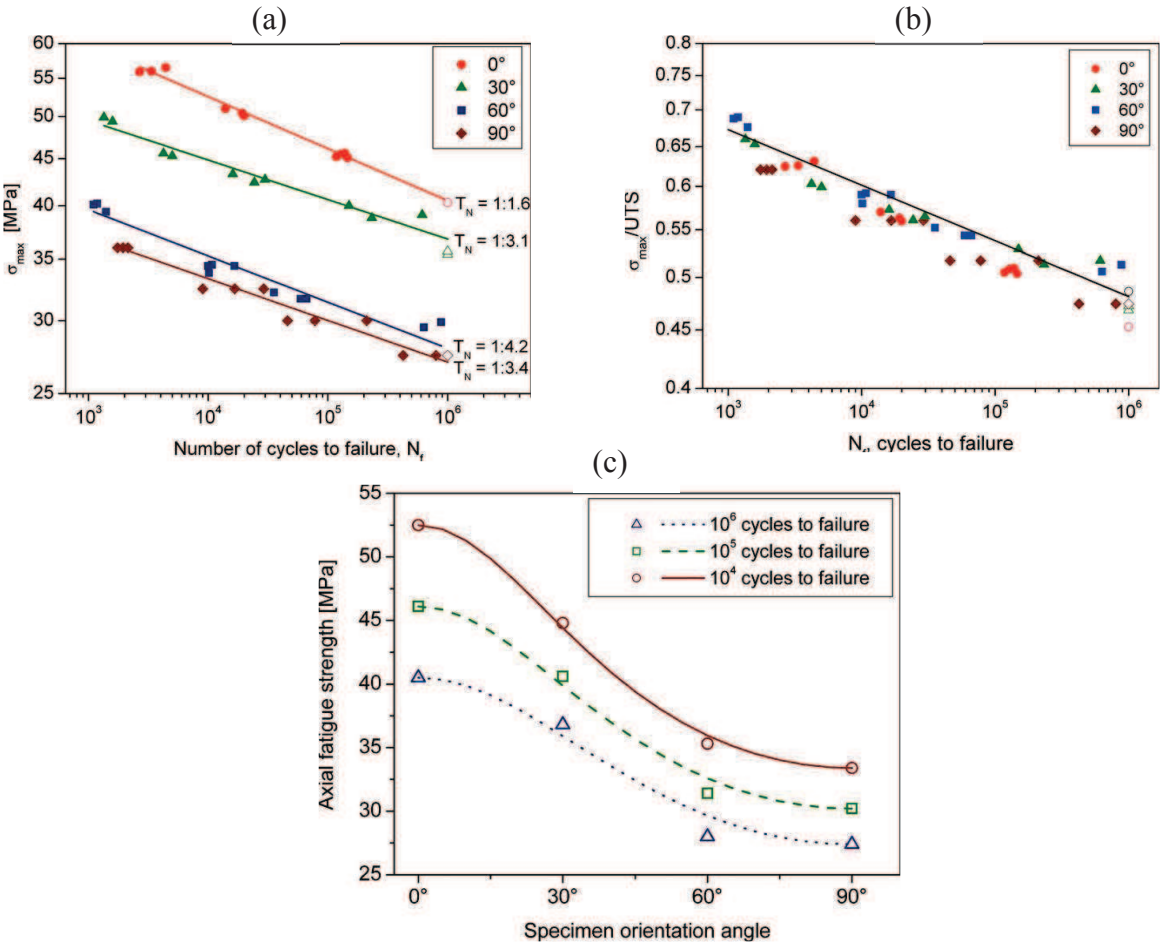


Figure 1.45 : (a) Courbe de Wöhler pour différentes orientations de fibres dans un PA6GF30, (b) Courbe de Wöhler « normalisée » pour différentes orientations de fibres dans un PA6GF30, (c) Application du critère de Tsai-Hill. (Bernasconi, 2007b)

2.3.2.4 Nature du chargement

Les études précédemment exposées et démontrant l'influence d'une variable intrinsèque au matériau sont généralement réalisées pour un type sollicitation donnée : une forme de signal, un rapport de charge, une fréquence, avec un chargement uni-axial … Or, les applications visées (automobile) impliquent des chargements plus complexes et donc une connaissance de l'influence du type de sollicitation, de la multiaxialité, du rapport de charge, de la fréquence de sollicitation et du cumul, sur la tenue en fatigue des SGFRT.

2.3.2.4.1 Type de sollicitation et multiaxialité

Il est possible d'étudier l'effet de la multiaxialité en combinant des essais de torsion et de traction sur des éprouvettes « diabolos tubulaires ». Les travaux de Klimkeit *(Klimkeit, 2009)* et de De Monte *(De Monte, 2009)* permettent d'évaluer l'effet de la bi-axialité (coefficient λ_2 sur la **Figure 1.46**) et du déphasage (coefficient δ sur la **Figure 1.46**) entre les 2 types de chargement sur un PA66GF35 à température ambiante (DAM ou conditionné). Les auteurs s'accordent à dire que le type de sollicitation le plus néfaste pour la durée de vie est le cisaillement pur. Bien entendu, l'orientation des fibres soumises au cisaillement joue

également un rôle important. La bi-axialité engendre du cisaillement de manière indirecte, ce qui impacte négativement l'endurance du matériau (voir courbe d'endurance en rouge sur la **Figure 1.46 (b)** pour λ_2=1).

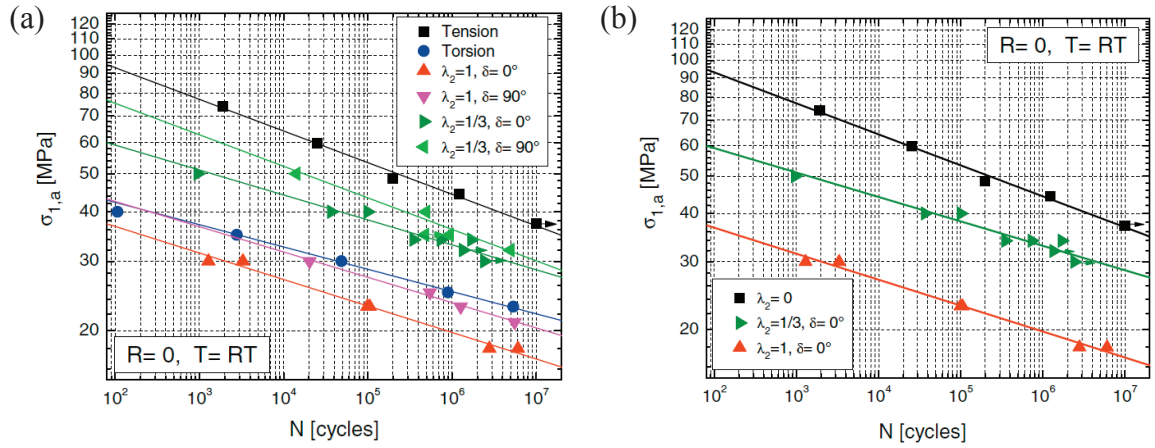


Figure 1.46 : Courbe de Wöhler obtenu en traction-torsion sur éprouvettes « diabolos tubulaires » injectées en PA66GF35 et sollicité à R=0, à température ambiante (a) influence de l'interaction bi-axialité/déphasage, (b) influence de la bi-axialité. (De Monte, 2009)

2.3.2.4.2 Rapport de charge et effet de la contrainte moyenne

De nombreux auteurs ont étudiés l'effet de la contrainte moyenne σ_m à travers la modification du rapport de charge R *(Kujawski, 1995) (Ferreira, 1997) (Mallick, 2004) (Guster, 2007)*. Mallick et ses collaborateurs dressent un bilan complet du rapport entre durée de vie et la contrainte moyenne pour un PA66GF33. Les auteurs concluent à un effet significatif de la contrainte moyenne et montrent que la durée de vie du polymère renforcé diminue avec l'augmentation du rapport de charge. Les auteurs montrent ensuite que le tracé d'un diagramme de Haigh (σ_a-σ_m) suit une équation de Gerber modifiée (forme parabolique sur la **Figure 1.47**).

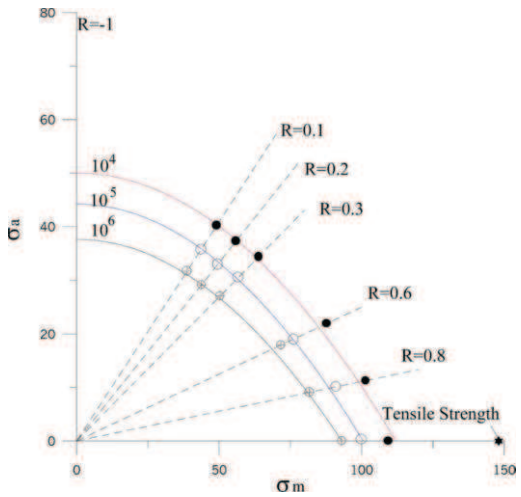


Figure 1.47 : Diagramme de Haigh (σ_a-σ_m) ave tracé de paraboles de Gerber pour un PA66GF33. (Mallick, 2004).

2.3.2.4.3 Fréquence

Les SGFRT sont très sensibles à la fréquence de sollicitation : une augmentation de la fréquence lors d'un chargement cyclique engendre un auto-échauffement mesurable en surface du matériau par une température supérieure à la température ambiante. Or comme nous l'avons expliqué précédemment, les polymères semi-cristallins renforcés ont une tenue en fatigue diminuée par l'augmentation de la température. En conséquence, nous pouvons donc constater une diminution de la durée de vie avec l'augmentation de la fréquence de sollicitation (voir **Figure 1.48**).

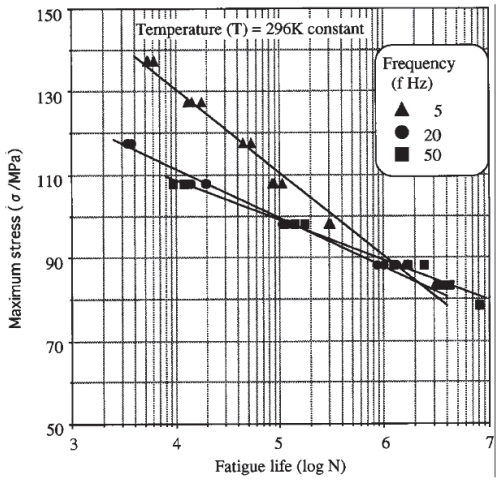


Figure 1.48 : Influence de la fréquence sur l'endurance d'un PA66GF33. (Handa, 1999).

Handa et ses collaborateurs proposent même une équivalence fréquence-température permettant de prévoir la durée de vie d'un PA66GF33 en fonction de la variation d'un des 2 paramètres *(Handa, 1999)*. Les auteurs basent leurs travaux sur la superposition fréquence-température et modélisent avec succès le comportement en fatigue du matériau pour des températures inférieures à Tg. Cette approche est complétée par une étude de Bernasconi et Kulin *(Bernasconi, 2009)* qui montrent que, pour les fréquences testées (1 à 4 Hz), la fatigue est contrôlée par le fluage. Les auteurs proposent une corrélation entre la contrainte imposée, la température moyenne et la vitesse de fluage en utilisant le paramètre de Larson-Miller. Comme l'illustre la **Figure 1.49**, les auteurs pensent qu'il existe un lien de linéarité entre l'auto-échauffement mesuré en surface des éprouvettes, et l'énergie dissipée par unité de temps pour un régime stabilisé (on exclut alors les premiers cycles et la fin de vie). Les auteurs précisent que cette dernière peut alors être calculée à partir de l'aire des boucles d'hystérésis que l'on multiplie par la fréquence du signal :

$$\dot{W}_d = f \oint \sigma d\varepsilon \qquad (1.6)$$

Signalons que la **Figure 1.49** présente un nuage de points sur une différence de température ΔT s'échelonnant de 5°C à 26°C par rapport à l'ambiante. Nous observons un régime bilinéaire dont la frontière semble se situer autour de ΔT=14°C. Les différences de température supérieures à 10°C nous semblent trop élevées pour s'assurer de la « non influence » de la température sur la durée de vie du polymère renforcé.

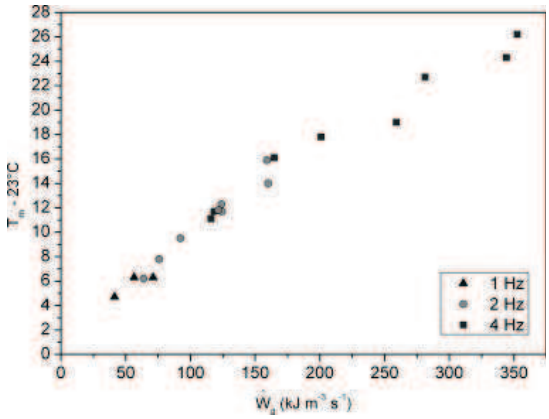


Figure 1.49 : Auto-échauffement mesuré à la surface d'échantillons en PA66GF30 sollicités en fatigue à 50% de leur duré de vie, pour des fréquences de 1Hz ; 2Hz et 4Hz, en fonction de l'énergie dissipée par unité de temps. (Bernasconi, 2009)

Mourglia explique dans sa thèse (Mourglia, 2009) que pour des températures éloignées de la T_g, la fréquence n'influence pas le module élastique et propose alors une courbe de Wöhler normalisée pour différentes fréquences et différentes températures (voir **Figure 1.50**).

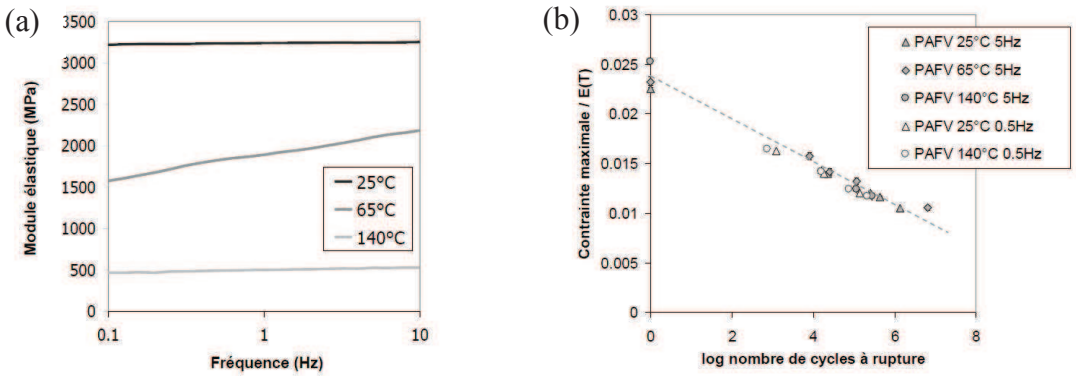


Figure 1.50 : Etude en fatigue d'un PA66GF30 (a) évolution du module élastique en fonction de la fréquence à différentes températures, (b) courbe de Wöhler normalisée par le module élastique pour différentes fréquences et températures. (Mourglia, 2009).

Herman *(Herman, 1990)*, et plus récemment Bellenger *(Bellenger, 2006)*, ont étudié l'effet de l'auto-échauffement des polymères renforcés sous sollicitation cyclique. Bellenger et ses collaborateurs concluent à des différences dans les mécanismes entrainant la ruine du matériau en fonction de la fréquence imposée par le chargement cyclique. Les auteurs observent une ruine purement mécanique à 2Hz : l'auto-échauffement mesuré en surface est alors homogène d'un point de vue macroscopique et son élévation (faible) est imputée à des mécanismes d'endommagement naissants. A contrario, les auteurs concluent à des endommagements mécaniques et thermiques associés pour les échantillons sollicités à une fréquence de 10Hz : l'auto-échauffement, qui est très important et précoce, ne stabilise pas (voir en **Figure 1.51**). Ce scénario est confirmé par les faciès de rupture obtenus au MEB.

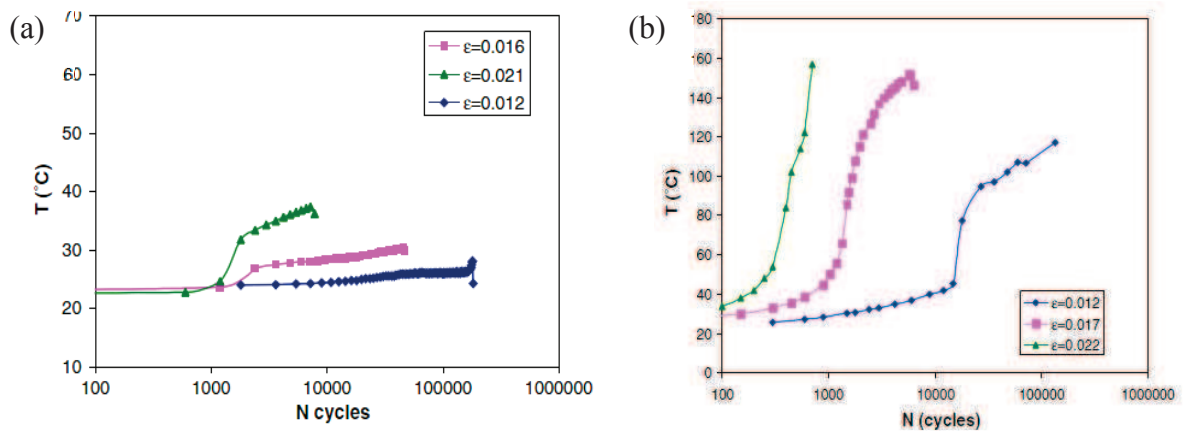


Figure 1.51 : Température mesurée à la surface d'un échantillon en PA66GF30 RH45%, à température ambiante, et sollicité à R=-1. (Bellenger, 2006).

2.3.2.4.4 Cumul d'endommagement

Quelques auteurs ont étudié l'impact du cumul de dommage sur la durée de vie finale de matériaux polymères renforcés *(Noguchi, 1995) (Hoppel, 2001) (Katho, 2004)*. L'étude menée par Katho et ses collaborateurs est la plus récente et concerne un PA66GF33. Les auteurs montrent que l'endommagement peut être exprimé par une fonction exponentielle dans laquelle les conditions du test de fatigue (température ambiante, fréquence, contrainte maximale) sont réunis à travers un seul coefficient m :

$$\sum_{étape=1}^{i}\left[\left(\frac{n_{étape}}{N_{étape}}\right)^{m}\right]=1 \qquad (1.7)$$

avec « étape » le nombre de phases d'un test en fatigue multi-phases, i le nombre de phases, m une fonction exprimant la dépendance des changements de chargement sur le nombre de cycles du test de fatigue, $n_{étape}$ le nombre de cycles dans chaque phase du test de fatigue, $N_{étape}$ le nombre de cycles obtenus lors d'un essai de fatigue continu dans les conditions de chaque phase.

On exprime m par :

$$m=\xi(t_{int})\psi(\sigma)\Gamma(f)\phi(T) \qquad (1.8)$$

Avec $\xi(t_{int})$ une fonction de l'intervalle de temps entre 2 phases, $\psi(\sigma)$ une fonction de la contrainte de chargement, $\phi(T)$ une fonction de la température ambiante et $\Gamma(f)$ une fonction de la fréquence de chaque phase.

2.3.2.4.5 Effets de la géométrie et du procédé

Les travaux de Zhou et Mallick sont très riches en informations concernant l'influence du procédé d'injection sur la tenue en fatigue de PA renforcés de fibres de verre *(Zhou, 2006) (Zhou, 2011)*. Ils nous informent sur l'influence d'une ligne de soudure, d'une discontinuité tel un trou, de la température d'injection du polymère ou encore de la pression de maintien (compactage de la matière).

Comme l'illustre la **Figure 1.52 (a)**, la durée de vie est fortement dégradée en présence d'une ligne de soudure : la durée de vie est même inférieure à celle obtenue pour une sollicitation transverse à la direction principale d'écoulement. Sur la **Figure 1.52 (b)**, nous remarquons que la présence d'une discontinuité tel un trou réduit également la durée de vie. Ce résultat est confirmé par Sonsino et Moosbrugger *(Sonsino, 2007)* lors d'essais d'endurance réalisés sur des éprouvettes entaillées pour divers coefficients de concentration de contrainte (notés Kt sur la **Figure 1.51 (c)**)

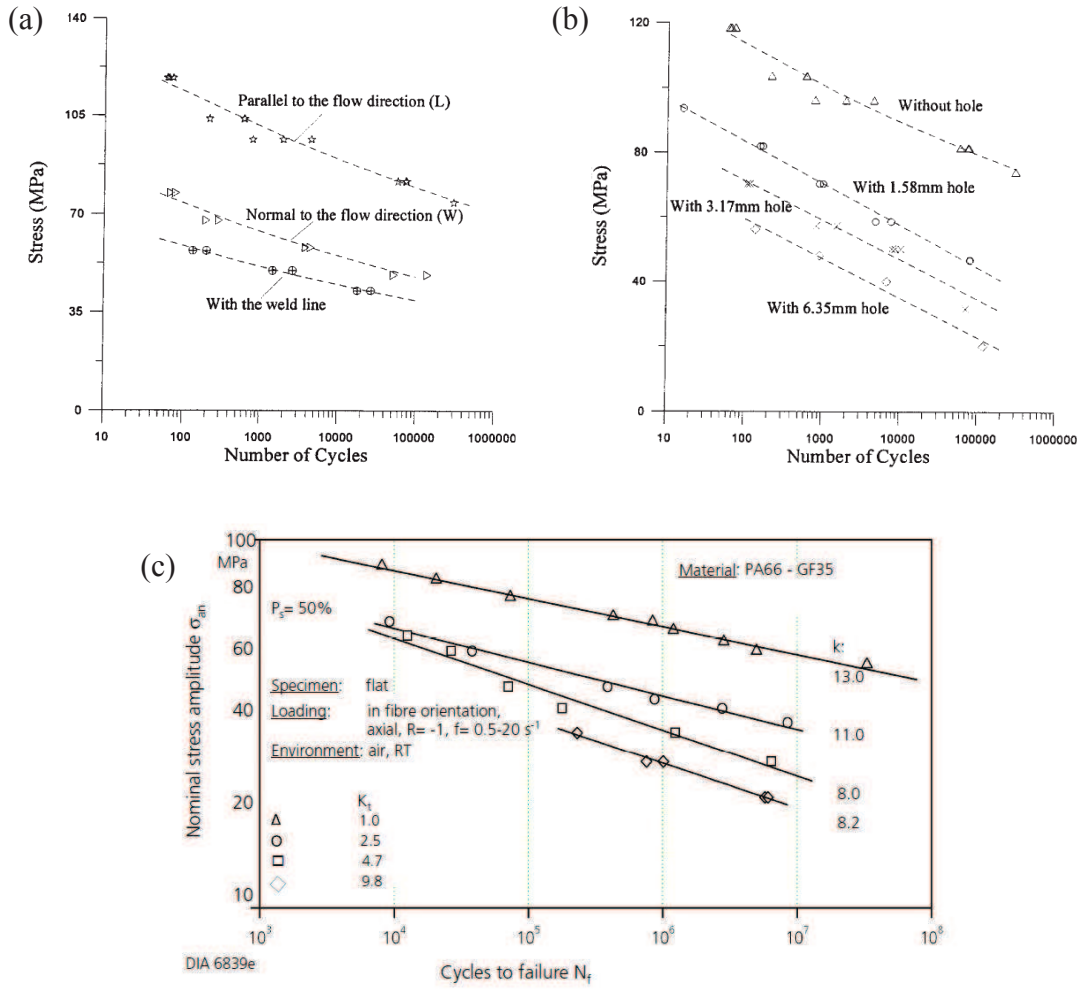


Figure 1.52 : (a)Influence de l'orientation des fibres et d'une ligne de soudure, (b) du diamètre d'un trou, sur la tenue en fatigue d'un PA66GF33. (Zhou, 2006) ; (c) Influence de la concentration de contrainte au sein d'éprouvettes entaillées (Kt), sur l'endurance d'un PA66GF35. (Sonsino, 2007)

Dans une étude plus récente *(Zhou, 2011)*, les auteurs nous proposent de quantifier les interactions entre la température du PA66GF33 lors de son injection, la pression de compactage lors du refroidissement, et les effets de microstructure (direction des fibres et ligne de soudure). La **Figure 1.53 (a)** montre que pour une température d'injection donnée, la pression de maintien influence la tenue en fatigue de toutes les microstructures. La **Figure 1.53 (b)** montre que pour une pression de maintien donnée, la température d'injection influence très significativement la durée de vie, notamment à la ligne de soudure. Enfin, sur la **Figure 1.53 (c)**, on constate l'effet de la pression de maintien sur les paramètres σ_f et b d'un

modèle « classique » de prévision de durée de vie : $\sigma = \sigma_f (N_f)^b$. Les auteurs démontrent ainsi une interaction significatives des 2 facteurs sur le coefficient de fatigue σ_f. Nous remarquerons, en ce qui concerne la ligne de soudure, que la durée de vie est augmentée par la pression de maintien.

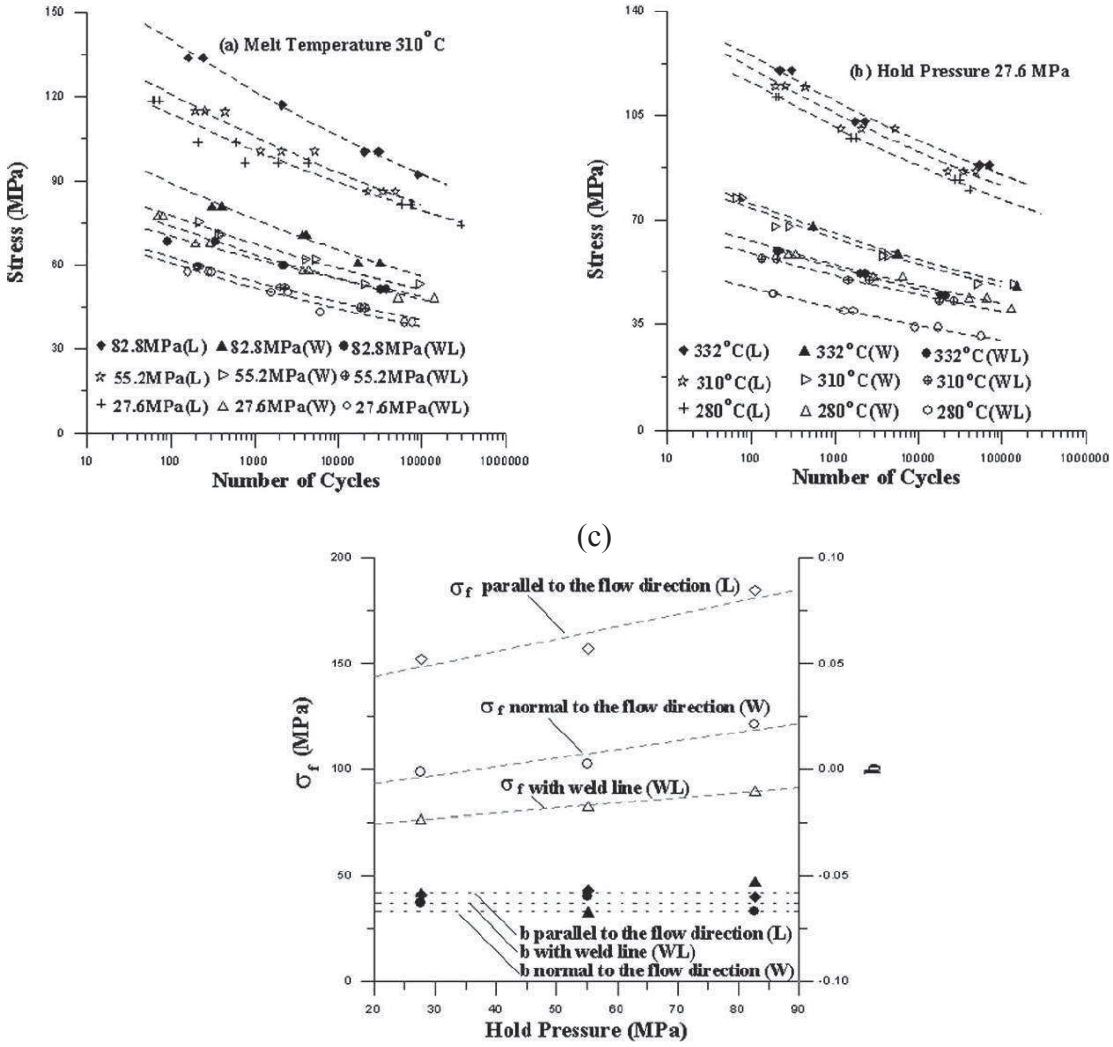


Figure 1.53 : Influence de la température d'injection (a), de la pression de maintien (b) en fonction de la direction de sollicitation et de la présence d'une ligne de soudure ; (c) évolution des paramètres du critère de fatigue en fonction de la pression de maintien pour les 2 directions de sollicitation et en présence d'une ligne de soudure. (Zhou, 2011).

2.3.3 Bilan des critères utilisés

Cette section permet de faire une synthèse des critères utilisés dans le cadre du dimensionnement en fatigue des SGFRT. Certains d'entre eux ont été abordés dans la section précédente concernant les paramètres influençant l'endurance.

2.3.3.1 Normalisation des courbes de Wöhler

2.3.3.1.1 Normalisation par la contrainte à la rupture

Comme nous l'avons présenté, plusieurs auteurs constatent une bonne corrélation entre la contrainte à la rupture σ_r obtenu lors d'essais monotones et la contrainte d'endurance (Mandell, 1981) *(Jia, 1998) (Bernasconi, 2007b) (Bernasconi, 2010)*. Ils proposent une normalisation de la courbe de Wöhler en traçant le rapport σ_{maxi}/σ_r par rapport au $\log N_r$ (voir **Figure 1.40(b)**, **Figure 1.43(b), Figure 1.45(b)**). Soulignons que cette estimation de la courbe S-N est limité dans le cadre particulier d'éprouvettes sollicitées en uni-axial, et que les résultats de fatigue mis en regard de l'évaluation par ce critère, nous semblent assez dispersés *(Jia, 1998)*. Ce type de critère permet d'appréhender, avec une précision toute relative, l'influence de paramètres intrinsèques au matériau dans un cadre de sollicitation uni-axiale.

2.3.3.1.2 Normalisation par le module élastique

Mourglia propose une normalisation de la courbe de Wöhler par le module d'Young en DMA pour différentes températures et différentes fréquences (Mourglia, 2009). Les courbes S-N prennent alors la forme σ_{maxi}/E par rapport au $\log N_r$, et permettent une bonne prédiction de l'endurance pour différentes conditions environnementales (voir **Figure 1.50**). Cette approche n'est testée que pour des paramètres fixes intrinsèques au matériau (microstructure) et dans un cas de chargement uni-axial.

2.3.3.2 Critère de Tsai-Hill modifié

Comme nous l'avons présenté en 2.3.2.3, Bernasconi et ses collaborateurs utilisent le critère de rupture de Tsai-Hill en l'adaptant au cas de la tenue en fatigue (voir équation (1.5)). Ce critère permet de tenir compte de l'angle entre la direction de chargement et l'orientation des fibres (éprouvettes découpées dans des plaques). Néanmoins, l'orientation planaire et l'absence de cœur désorienté facilite la démonstration de l'application d'un tel critère développé dans le cadre de composites stratifiés. L'applicabilité à un autre type de microstructure reste à étudier.

2.3.3.3 Critère en plan critique

Le critère en plan critique, étudié par Zago et Springer *(Zago, 2001)* et par Gaier et ses collaborateurs *(Gaier, 2010)*, utilise une démarche qui se veut applicable sur pièces complexes en tenant compte de l'anisotropie du matériau (tenseur d'orientation $\underline{\underline{a}}_2$) et de la loi de cumul exponentielle (voir équation (1.7)). Cette approche prend en compte la multiaxialité du chargement puisqu'elle s'appuie sur un calcul EF élastique linéaire anisotrope à partir des tenseurs d'orientation obtenus par simulation rhéologique : les contraintes sont calculées et exprimées dans un repère local. Le principe est ensuite de déterminer la limite à la fatigue w_v dans la direction de chargement, en fonction des limites de fatigue w_i observées pour les différentes orientations du repère matériel local et obtenues par interpolation linéaire à partir d'essais d'endurance sur des éprouvettes (découpées dans des plaques à 0° et 90° par rapport à la DPE voir **Figure 1.54**). La méthode compare la contrainte normale au plan critique

(défini comme la direction la plus défavorable localement) et la durée de vie w_v dans cette même direction.

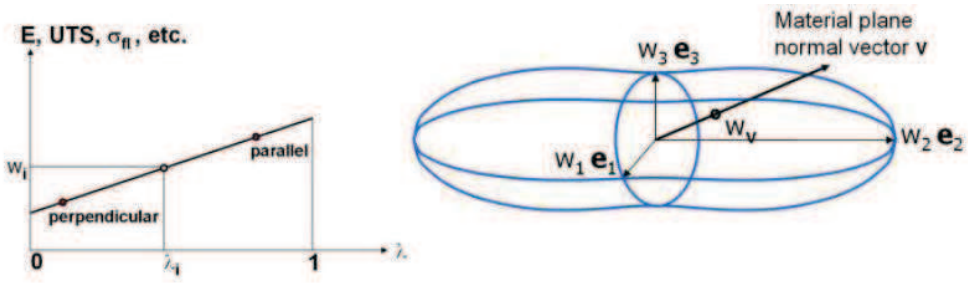


Figure 1.54 : Détermination de la limite à la fatigue dans la direction de chargement en fonction de l'orientation des fibres dans un repère matériel local. (Gaier, 2010)

Ce critère est basé sur 2 hypothèses fortes non vérifiées : l'interpolation linéaire des propriétés mécaniques en fatigue entre 2 points issus d'essais réalisé à 0° et 90° (en terme d'orientation des fibres) et l'hypothèse que la contrainte normale au plan critique piloterait la durée de vie en fatigue.

2.3.3.4 Critère énergétique

Les critères précédemment discutés sont difficiles à transposer dans les cas anisothermes ou en fatigue multiaxiale. Les critères énergiques ont quant à eux l'avantage de relier la durée de vie à une quantité physique intrinsèque du matériau, sous forme d'un scalaire : l'énergie dissipée par cycle en régime stationnaire ΔW_{diss}.

Ce critère s'écrit généralement sous la forme :

$$\Delta W_{diss} N_a^b = C \tag{1.9}$$

Avec N_a le nombre de cycles à l'amorçage, b et C les paramètres du modèle. ΔW_{diss} est l'énergie dissipée par mécanismes plastiques puisque la déformation élastique s'annule lors de l'intégration sur un cycle, soit donc :

$$\Delta W_{diss} = \int_{cycle} \underline{\underline{\sigma}} : d\underline{\underline{\varepsilon}} \tag{1.10}$$

Dans le cadre de sa thèse, Klimkeit teste un critère énergétique prenant en compte la densité d'énergie de déformation. Cette énergie étant calculée à partir des contraintes et des déformations auxquelles le volume considéré est soumis, cette approche prend en compte le comportement orthotrope du matériau *(Klimkeit, 2009)*. Pour des durées de vie à grand nombre de cycles, la densité d'énergie de déformation peut s'approximer comme la densité d'énergie élastique ΔW_e. Cette dernière est reliée au nombre de cycles à la rupture par :

$$\Delta W = f \Delta W_e = f . \frac{\varepsilon_{ij} \sigma_{ij}}{2} = k N^{\alpha} \tag{1.11}$$

Avec k et α les paramètres du modèle de Basquin et f un coefficient prenant en compte l'effet de la contrainte moyenne (notion de rapport de charge), et définit par Kujawski et Ellyin *(Kujawski, 1995)* par :

$$f^2 - \frac{\sigma_m}{\sigma_a} f - 1 = 0 \qquad (1.12)$$

Comme nous pouvons le voir sur la **Figure 1.55 (a)**, le critère prévoit bien la durée de vie d'un PBT+PET GF30 dans des cas de sollicitations et de géométries (microstructures) variées pour un rapport de charge R=-1. L'évaluation engendre une erreur plus importante dans le cas d'un rapport de charge positif (voir en **Figure 1.55 (b)**). Les auteurs valident également cette approche dans le cas d'un PA66GF35. Malgré la pertinence de ce type de critère, l'effet de la contrainte moyenne et la prise en compte de la non linéarité du comportement sont des points à améliorer.

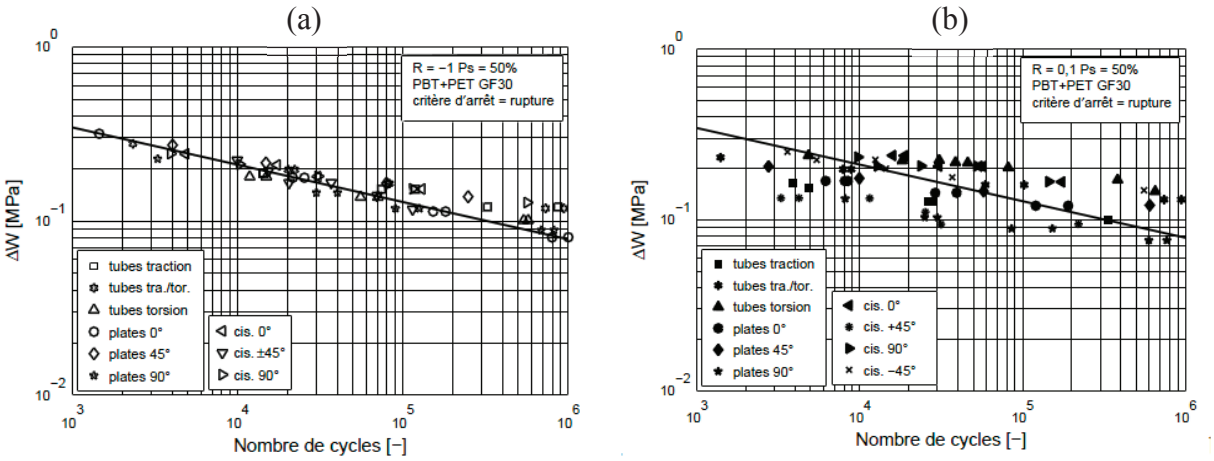


Figure 1.55 : densité d'énergie de déformation et modèle énergétique dans des cas de sollicitations différentes, des géométries différentes, pour un PBT+PET GF30 à R=-1 (a) et R=0.1 (b). (Klimkeit, 2009)

2.4 Bilan et perspectives : « aller plus vite »

Nous venons de parcourir un état de l'art, non exhaustif, sur la structure et le comportement des polymères thermoplastiques renforcés. Ces matériaux, fortement anisotropes dans leur structure et dans leur comportement thermomécanique, sont également très sensibles aux conditions environnementales (température, humidité) et aux conditions de chargement (type de sollicitation, fréquence, rapport de charge, etc.). De plus, des paramètres intrinsèques (longueur des fibres, densité locale de fibres, etc.), des paramètres liés à la géométrie des pièces (concentration de contraintes, épaisseurs, etc.) et des facteurs liés à l'injection (orientation des fibres, ligne de soudure, défauts initiaux, etc.) viennent apporter leur lot de complexité au problème de dimensionnement en fatigue des pièces industrielles.

Comme nous l'avons présenté en **Figure 1.7**, dans le cadre du contexte industriel (section 1.4), l'ingénieur a besoin d'une loi de comportement robuste, associée à un critère en amorçage fiable, et le tout alimenté par des données expérimentales variées. Les besoins en essais d'endurance sont importants car ils servent à alimenter un critère de fin de durée de vie en fonction des conditions environnementales et de chargement de la future pièce (besoin sur la **Figure 1.56**). Il se pose alors la question de l'applicabilité de ce critère identifié généralement identifié sur des éprouvettes standards, à une structure complexe injectée.

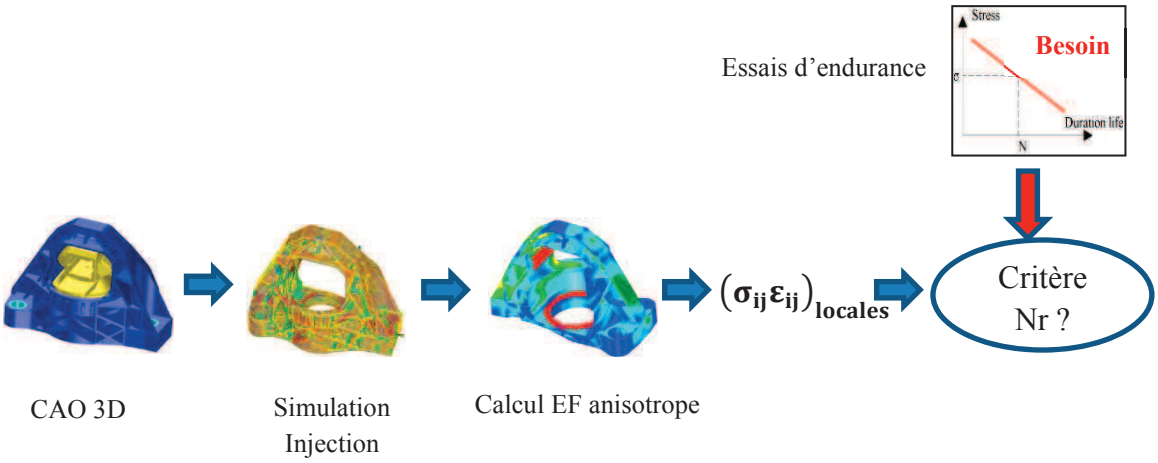


Figure 1.56 : Schéma présentant les besoins en essais d'endurance dans le développement de pièces industrielles.

Plusieurs auteurs proposent récemment des études complètes sur pièces structurelles *(Sonsino, 2007) (Hartmann, 2011) (Guster, 2011)*. En l'absence de loi de comportement fiable et robuste, les auteurs multiplient les essais sous forme de courbes d'endurance « classiques » afin d'appliquer un critère le plus souvent exprimé en contrainte (voir **Figure 1.57**). Chaque essai apporte la réponse sur la tenue en fatigue d'un matériau, dans un cas de chargement, pour une condition environnementale donnée, et se révèle long à réaliser dans le cas des polymères.

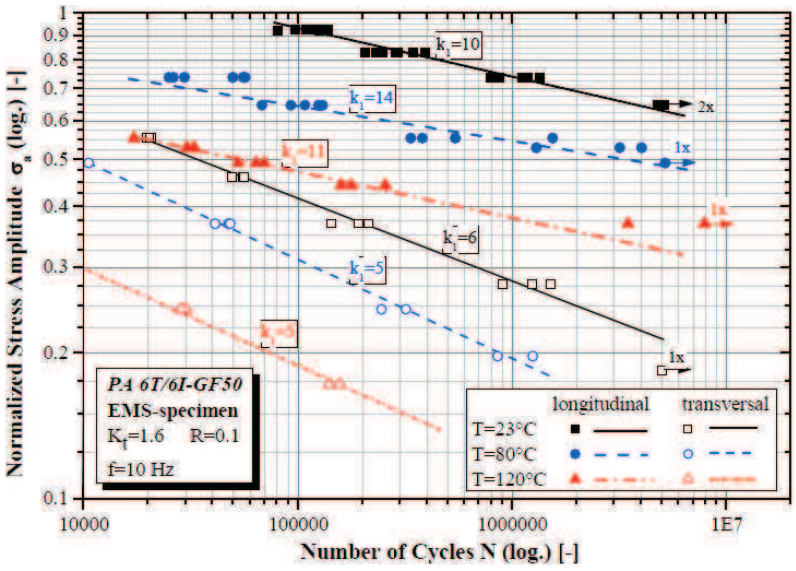


Figure 1.57 : Exemple de courbes de Wöhler obtenues pour diverses orientations, diverses températures nécessaires à la localisation de la rupture en fatigue d'une biellette en PA6T GF50. (Guster, 2011)

A l'heure actuelle, et malgré les avancées récentes concernant la modélisation du comportement élasto-viscoplastique d'un PA66GF35 *(Launay, 2012) (Andriyana, 2010)*, il nous faut développer un moyen de caractériser plus rapidement la tenue en fatigue des SGFRT, afin de permettre aux ingénieurs de disposer d'une base de données « matériau » conséquente et fiable en un temps réduit. Nous proposons donc d'appliquer un protocole basé

sur des essais d'auto-échauffement et qui a fait ses preuves pour la prédiction de courbe de Wöhler sur les matériaux métalliques *(Doudard, 2004) (Poncelet, 2007) (Ezanno, 2010) (Munier, 2012)* et sur les élastomères *(Le Saux, 2010)*. Ces techniques et leur cadre d'application thermodynamique, sont présentés de manière succincte dans les prochaines sections. Il nous faut également disposer d'une grandeur intrinsèque au matériau afin d'une part de transposer la démarche de caractérisation rapide à des cas de structures complexes et d'autre part, pour définir un critère de fatigue pertinent.

3 Caractérisation rapide des propriétés en fatigue d'un matériau : Essais d'auto-échauffement sous sollicitation cyclique

L'objectif de cette section est de présenter brièvement l'historique de la caractérisation rapide à travers les essais d'auto-échauffement, ainsi que quelques exemples récents appliqués aux métaux ou bien aux élastomères. Comme nous le verrons par la suite, le principe consiste à prévoir la courbe d'endurance d'un matériau en se basant sur des mesures thermiques réalisées sous sollicitations cycliques. Cette méthode permet un gain de temps considérable (plusieurs semaines en règle générale).

3.1 Bref historique et principe de base

3.1.1 Bref historique

La **Figure 1.58** proposée par Munier *(Munier, 2012)* dresse de manière schématique un bilan de l'historique des essais d'auto-échauffement depuis plus d'un siècle. L'auteur propose de retenir 4 grandes périodes :

- Le commencement, de 1914 à 1937 : depuis la présentation lors de l'exposition universelle de Paris en 1867 des premiers travaux sur la fatigue *(Wöhler, 1867)* se pose le problème du gain de temps expérimental concernant l'obtention des fameuses courbes S-N. Les mesures de température et la détermination empirique d'une limite d'endurance apparaissent alors au début du 20ème siècle ;
- La traversée du désert, de 1937 à 1980 : aucune publication spécifique ;
- Le renouveau, de 1980 à 2000 : de nouvelles études apparaissent, elles s'appliquent à de nombreux matériaux avec un dépouillement empirique utilisé pour des structures, et le début de la reconstruction des courbes S-N en moyenne. Les mesures infrarouges font leur apparition ;
- La modélisation, de 2000 à aujourd'hui : les scientifiques cherchent à modéliser les phénomènes responsables de l'auto-échauffement mesuré dans le but de prévoir les propriétés en fatigue des matériaux.

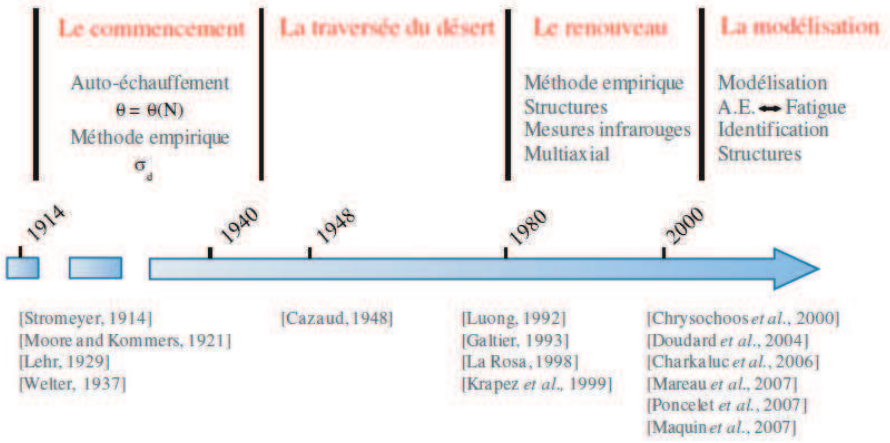


Figure 1.58 : Historique sur le développement des essais d'auto-échauffement d'après (Munier, 2012)

Deux pistes principales sont poursuivies actuellement, principalement par des équipes françaises [LML (Lille), LMGC (Montpellier), PIMM (Paris), LBMS (Brest)] :

- identifier les hétérogénéités de champs de sources responsables de la dissipation mesurée pour permettre de modéliser leur influence sur la durée de vie [LML (Lille), LMGC (Montpelier) PIMM (Paris)] ;
- interpréter les mesures thermiques au travers d'un modèle et/ou de mesures microstructurales afin de prévoir la durée de vie [LBMS (Brest)].

3.1.2 Principe de base illustré par le cas des matériaux métalliques

Depuis près de 20 ans, de nombreux travaux *(Luong, 1992) (Krapez, 1999) (La Rosa, 2000) (Liaw, 2000) (Doudard, 2004) (Poncelet, 2007) (Munier, 2012)* ont démontré qu'il était possible d'estimer la limite d'endurance de certains matériaux métalliques en observant l'auto-échauffement produit sous sollicitations cycliques. Cette méthode, connue sous le nom d'essais d'auto-échauffement, consiste à mesurer la température T à la surface d'une éprouvette de fatigue soumise à des blocs de chargements d'amplitude de contraintes croissante (voir **Figure 1.59 (a)**). Pour chaque bloc, on mesure également la température des mors inférieur et supérieur, respectivement T_1 et T_2. Cela permet de prendre en compte les variations de température à l'ambiante (T_1), ainsi que l'influence de la température du groupe hydraulique de machine (T_2). L'auto-échauffement du matériau est décrit par :

$$\theta = T - \frac{T_1+T_2}{2} \qquad (1.13)$$

On constate généralement que l'auto-échauffement augmente en début de palier de chargement, et se stabilise ensuite à une température $\bar{\theta}$ fonction de l'amplitude de contrainte exercée et de la fréquence de sollicitation choisie (voir **Figure 1.59 (b)**). A partir d'un certain niveau de contrainte, on constate une brusque augmentation de $\bar{\theta}$ interprétée comme l'apparition de microplasticité (plasticité à l'échelle microscopique) qui pilote la fatigue.

Une méthode empirique consistant à tracer des droites à travers les nuages de points des 2 régimes observés permet une évaluation rapide de la limite d'endurance (voir **Figure 1.59 (c) et (d)**). Ainsi, en une demi-journée d'essai, on peut estimer la durée de vie d'un acier.

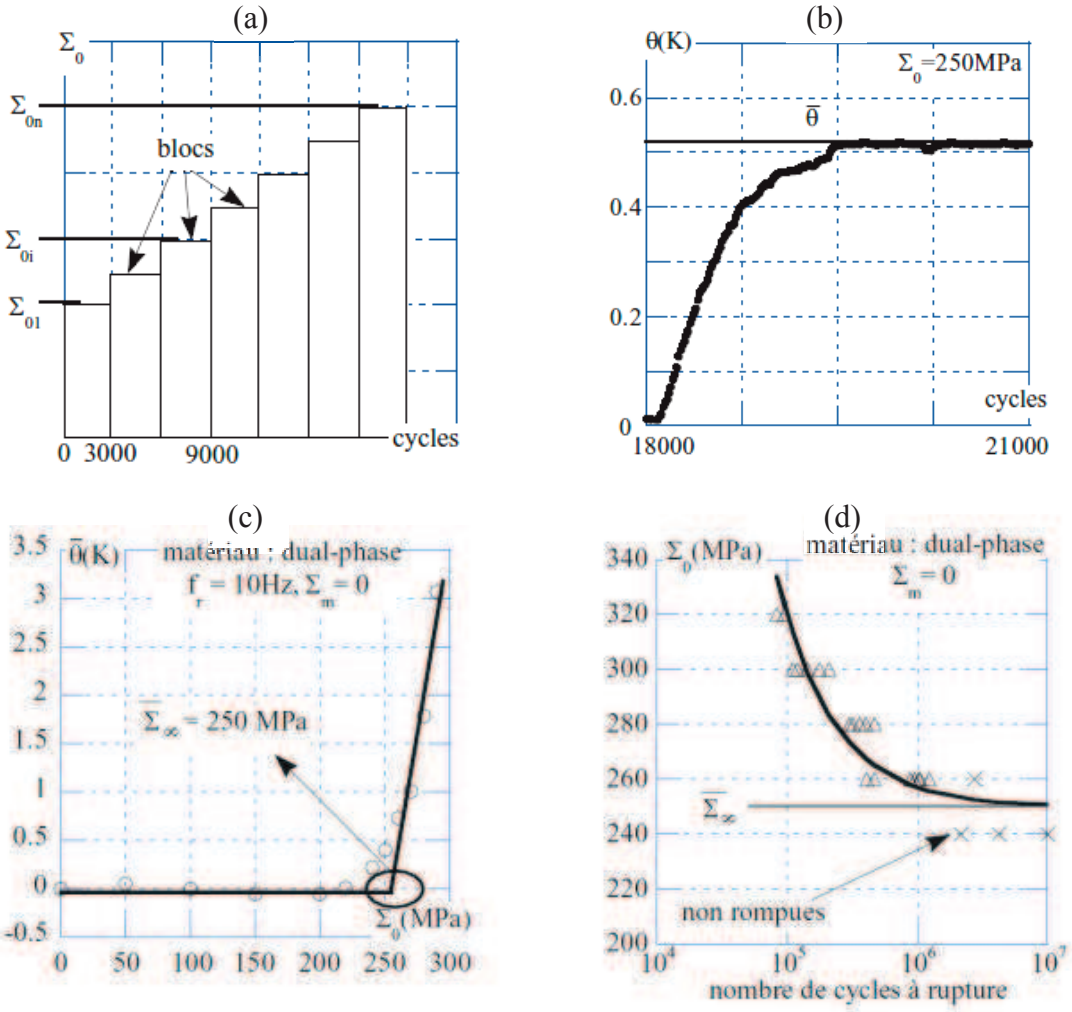


Figure 1.59 : Essais d'auto-échauffement (AE) sur acier dual phase DP60 ; (a) succession de blocs de chargement d'amplitude croissante, (b) évolution de la température moyenne durant un bloc, (c) courbe d'AE [$\bar{\theta}$, σ_a] et dépouillement empirique, (d) courbe de Wöhler moyenne. (Doudard, 2004).

3.2 Cadre d'interprétation thermodynamique d'un essai d'auto-échauffement.

La compréhension d'un essai d'auto-échauffement requiert la résolution de l'équation de la chaleur. Cette dernière relie la température mesurée lors d'essais à une quantité plus intrinsèque du matériau étudié appelés termes sources. Cette section présente le cadre thermodynamique, issu de la mécanique des milieux continus, et utilisé pour la mise en place de cette équation *(Lemaitre, 2004)*.

Il est postulé que l'état thermodynamique d'un milieu matériel, en un point et à chaque instant t, est complétement défini par la connaissance des valeurs d'un certain nombre de variables,

appelées variables d´état, ne dépendant que du point considéré. Toute évolution est alors considérée comme une succession d'états d'équilibre. Les variables d'état retenues en mécanique des solides sont les variables observables et internes:

- T, la température ;
- $\underline{\underline{\varepsilon}}$, le tenseur des déformations totales (somme des tenseurs de déformation réversibles et irréversibles, respectivement $\underline{\underline{\varepsilon}}^e$ et $\underline{\underline{\varepsilon}}^p$) ;
- V_k variables internes complétant la description de l'état thermodynamique.

Les variables d'état permettent de décrire un système thermodynamique, si à chaque instant de l'évolution, la conservation de l'énergie (1er principe) et l'inégalité de Clausius-Duhem (2ème principe) sont respectés. Nous présentons dans cette section ces 2 principes, puis nous décrivons l'équation de chaleur.

3.2.1 Premier principe

Le premier principe ou la conservation de l'énergie s'écrit :

$$\frac{d}{dt}(E+K) = P_{ext} + Q \tag{1.14}$$

Avec E est l'énergie interne, K l'énergie cinétique, P_{ext} la puissance des efforts extérieurs et Q le taux de chaleur reçue.

Le théorème de l'énergie cinétique donne :

$$\frac{dK}{dt} = P_{int} + P_{ext} \tag{1.15}$$

Avec P_{int} la puissance des efforts intérieurs.

Les équations (1.14) et (1.15), nous permettent d'écrire :

$$\frac{dE}{dt} = -P_{int} + Q \tag{1.16}$$

Soit :

$$\frac{d}{dt}\int_\Omega \rho e d\Omega = \int_\Omega \underline{\underline{\sigma}} : \underline{\underline{\dot{\varepsilon}}} d\Omega + \int_\Omega (r - div(\vec{q}) d\Omega \tag{1.17}$$

Avec e l'énergie interne massique, r la densité volumique du taux de chaleur reçue par le domaine Ω de la part des sources extérieures, et $\vec{q}$ le vecteur densité surfacique du taux de chaleur reçue par conduction par Ω.

Cette expression étant vraie quel que soit Ω, le premier principe de la thermodynamique s'écrit alors :

$$\rho \dot{e} = \underline{\underline{\sigma}} : \underline{\underline{\dot{\varepsilon}}} + r - div(\vec{q}) \tag{1.18}$$

Avec $\dot{e}$ la dérivée particulaire de e.

3.2.2 Second principe

A l'équilibre d'un système, nous introduisons une quantité S_e correspondant à la densité d'entropie reçue, autrement dit, à la variation d'énergie associée à une variable de température. On écrit alors, le taux de production d'entropie massique externe :

$$\dot{S}_e = \frac{Q}{T} = \int_\Omega \left(\frac{r}{T} - div\left(\frac{\vec{q}}{T}\right)\right) d\Omega \tag{1.19}$$

Quand on quitte cet état d'équilibre, l'ordre du système est caractérisé par l'entropie S telle que :

$$\dot{S} = \int_\Omega \rho \dot{s} d\Omega = \dot{S}_e + \dot{S}_i \tag{1.20}$$

Avec $\dot{S}_i$ le taux de production interne d'entropie massique.

Or le second principe de la thermodynamique postule que :

$$\dot{S} \geq \dot{S}_e \tag{1.21}$$

Soit grâce aux équations (1.17) et (1.18):

$$\rho \dot{s} + div\left(\frac{\vec{q}}{T}\right) - \frac{r}{T} \geq 0 \tag{1.22}$$

En développant le terme de divergence et en utilisant le premier principe (équation (1.18)), on obtient :

$$\rho(T\dot{s} - \dot{e}) + \underline{\underline{\sigma}} : \underline{\underline{\dot{\varepsilon}}} - \vec{q}.\frac{\overrightarrow{grad T}}{T} \geq 0 \tag{1.23}$$

En introduisant le potentiel d'énergie libre massique, appelé potentiel d'Helmotz défini par $\psi = e - Ts$, on obtient l'inégalité de Clausius-Duhem :

$$-\rho\left(\dot{\psi} + s\dot{T}\right) + \underline{\underline{\sigma}} : \underline{\underline{\dot{\varepsilon}}} - \vec{q}.\frac{\overrightarrow{grad T}}{T} \geq 0 \tag{1.24}$$

L'énergie libre dépend des variables d'état. De ce fait, $\dot{\psi}$ est lié à T, $\underline{\underline{\dot{\varepsilon}}}$, et V_k :

$$\dot{\psi} = \frac{\partial \psi}{\partial \underline{\underline{\varepsilon}}^e} : \underline{\underline{\dot{\varepsilon}}}^e + \frac{\partial \psi}{\partial T}\dot{T} + \frac{\partial \psi}{\partial V_k}\dot{V}_k \tag{1.25}$$

L'équation (1.22) devient alors :

$$\left(\underline{\underline{\sigma}} - \rho \frac{\partial \psi}{\partial \underline{\underline{\varepsilon}}^e}\right) : \underline{\underline{\dot{\varepsilon}}}^e + \underline{\underline{\sigma}} : \underline{\underline{\dot{\varepsilon}}}^p - \rho\left(s + \frac{\partial \psi}{\partial T}\right)\dot{T} - \rho \frac{\partial \psi}{\partial V_k}\dot{V}_k - \vec{q}.\frac{\overrightarrow{grad T}}{T} \geq 0 \tag{1.26}$$

Cette inégalité est vraie pour tout trajet réel. On en déduit les lois d'état suivantes :

$$\underline{\underline{\sigma}} = \rho \frac{\partial \psi}{\partial \underline{\underline{\varepsilon}}} \qquad (1.27) \text{ et } s = -\frac{\partial \psi}{\partial T} \qquad (1.28)$$

En supposant le découplage entre la dissipation intrinsèque Δ_{int} (provenant des irréversibilités mécaniques) et la dissipation thermique Δ_{th} (liée aux échanges de chaleur par conduction), on en déduit également les inégalités suivantes :

$$\Delta_{int} = \underline{\underline{\sigma}} : \underline{\underline{\dot{\varepsilon}}}^p - \rho \frac{\partial \psi}{\partial V_k} \dot{V}_k \geq 0 \qquad (1.30)$$

Et

$$\Delta_{th} = -\vec{q} . \frac{\overrightarrow{grad T}}{T} \geq 0 \qquad (1.31)$$

3.2.3 Equation de la chaleur

L'équation de la chaleur se déduit de l'expression locale de la conservation de l'énergie (équation (1.18)) en l'écrivant en fonction du potentiel d'énergie libre ψ :

$$\rho \dot{\psi} + \rho s \dot{T} + \rho T \dot{s} = \underline{\underline{\sigma}} : \underline{\underline{\dot{\varepsilon}}} + r - div(\vec{q}) \qquad (1.32)$$

Suivant la loi d'état exprimée en équation (1.28) :

$$\rho T \dot{s} = -\rho T \frac{\partial^2 \psi}{\partial V_k \partial T} : \underline{\underline{\dot{\varepsilon}}}^e - \rho T \frac{\partial^2 \psi}{\partial T \partial T} \dot{T} - \rho T \frac{\partial^2 \psi}{\partial V_k \partial T} \dot{V}_k \qquad (1.33)$$

Nous retiendrons alors, l'équation de la chaleur sous la forme suivante :

$$\rho c \dot{T} + div(\vec{q}) = \Delta_{int} + r + \rho T \frac{\partial^2 \psi}{\partial V_k \partial T} \dot{V}_k + \rho T \frac{\partial^2 \psi}{\partial V_k \partial T} : \underline{\underline{\dot{\varepsilon}}}^e = \rho c S_t \qquad (1.34)$$

Avec $c = -T \frac{\partial^2 \psi}{\partial T \partial T}$ la chaleur spécifique et S_t le terme source décomposé en trois contributions :

- celle due à la dissipation intrinsèque Δ_{int}
- celle due au rayonnement r
- celle due aux couplages thermomécaniques $\rho T \frac{\partial^2 \psi}{\partial V_k \partial T} \dot{V}_k + \rho T \frac{\partial^2 \psi}{\partial V_k \partial T} : \underline{\underline{\dot{\varepsilon}}}^e$

L'équation (1.34) relie donc le taux d'absorption ou de désorption de la chaleur $\rho c \dot{T}$ aux pertes par conduction $div(\vec{q})$ et aux termes sources.

3.2.4 Hypothèses simplificatrices dans le cas d'essais d'auto-échauffement sous sollicitations cycliques

Dans le cadre des essais d'auto-échauffement, des hypothèses simplificatrices peuvent être effectuées *(Doudard, 2004)* :

- la chaleur spécifique c est indépendante de la température ;
- la convection interne est négligeable ce qui implique que $\frac{\partial T}{\partial t} = \frac{dT}{dt}$;
- le terme source de rayonnement est constant dans le temps ;
- le seul terme de couplage non négligeable est celui associé au couplage thermoélastique $\rho T \frac{\partial^2 \psi}{\partial V_k \partial T} : \underline{\underline{\dot{\varepsilon}^e}}$.

Lors de mesures thermiques à l'aide d'une caméra infrarouge, nous prélevons des champs de températures surfaciques. Différentes hypothèses peuvent alors être effectuées sur l'homogénéité du champ de température. Nous parlons alors d'approche 0D, 1D ou 2D (voir illustration à travers les schémas en **Figure 1.60**):

- L'approche 0D considère la température moyenne du volume étudié, ou les pertes sont uniquement dues aux échanges avec l'extérieur. Ces dernières se décomposent en 2 contributions : La première correspond aux pertes par les mors de la machine d'essai (peu problématique pour les polymères qui sont de très mauvais conducteurs de chaleur, mais plus gênants pour les matériaux métalliques, etc.). La deuxième concerne les pertes sur la surface latérale par échange avec le milieu ambiant ;
- L'approche 1D considère la température moyenne de chaque section étudiée. Des pertes par conduction au sein de la matière sont alors prises en compte suivant l'axe x, et des pertes sur les faces latérales par échange avec le milieu ambiant (direction y et z) ;
- L'approche 2D considère la température moyenne uniquement suivant l'épaisseur. Les pertes par conduction au sein du matériau sont bidirectionnelles, et les pertes par échanges avec le milieu environnent uniquement suivant l'axe z.

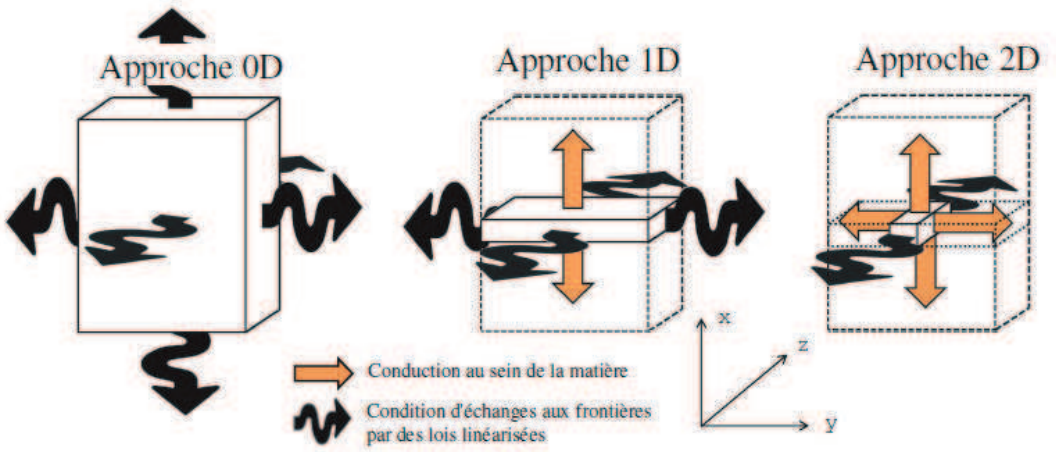


Figure 1.60 : Différences entre les conditions aux limites du problème thermique en fonction de l'approche considérée. (Munier, 2012)

Une identification des termes sources sur notre matériau donne lieu à l'utilisation de l'approche 0D et est décrite de manière complète dans le chapitre 5, afin de simplifier l'équation de la chaleur en l'appliquant à notre protocole expérimental.

3.3 Application aux matériaux métalliques

Doudard *(Doudard, 2004)* a démontré qu'un essai d'AE permettait d'estimer la contrainte d'endurance moyenne d'un alliage métallique (voir **Figure 1.59** ci-dessus). L'auteur a également montré qu'il est possible d'estimer la dispersion des résultats en fatigue (avec un nombre d'éprouvettes limité) en s'appuyant sur un modèle probabiliste à 2 échelles accompagné d'un critère de ruine énergétique : l'auteur suppose une énergie dissipée critique constante et reconstruit une courbe de Wöhler d'isoprobabilité (probabilité de rupture donnée).

Depuis Doudard et ses collaborateurs ont montré que le protocole d'auto-échauffement et l'analyse associée permettent de quantifier rapidement l'influence du type de sollicitation (ex : fatigue polycyclique, multiaxialité, effet de la contrainte moyenne…) ou de paramètres microstructuraux liés aux procédés de mise en œuvre (taille moyenne des grains, hétérogénéité des champs de sources due aux effets du laminage...) *(Doudard, 2007) (Poncelet, 2007) (Facchinetti, 2009) (Poncelet, 2010) (Ezanno, 2010) (Calloch, 2010) (Munier, 2012)*.

Les travaux récents de Munier (Munier, 2012) sur les aciers laminés ont permis d'optimiser la méthode existante afin de l'appliquer à tout type de nuance d'acier (quel que soit ses propriétés mécaniques ou sa microstructure). En se basant sur l'observation de 2 régimes distincts sur les courbes d'auto-échauffement (basses amplitudes de chargement et haute amplitude de chargement), l'auteur propose un modèle probabiliste, avec deux mécanismes d'écrouissage, capable de décrire une courbe d'auto-échauffement complète, et ce pour toutes les nuances d'acier. L'hypothèse du maillon le plus faible, sur la population d'inclusions, couplée à un critère énergétique, permet de prévoir à la fois le comportement moyen, mais aussi la dispersion en fatigue. Les essais d'auto-échauffement et le modèle proposé permettent également de rendre compte de l'influence d'une pré-déformation plastique sur l'évolution des propriétés en fatigue (voir **Figure 1.61** ci-dessous). Enfin, l'auteur démontre la pertinence d'utiliser la mesure de champ pour identifier des propriétés matériaux à partir de situations hétérogènes maîtrisées (voir **Figure 1.62** ci-dessous).

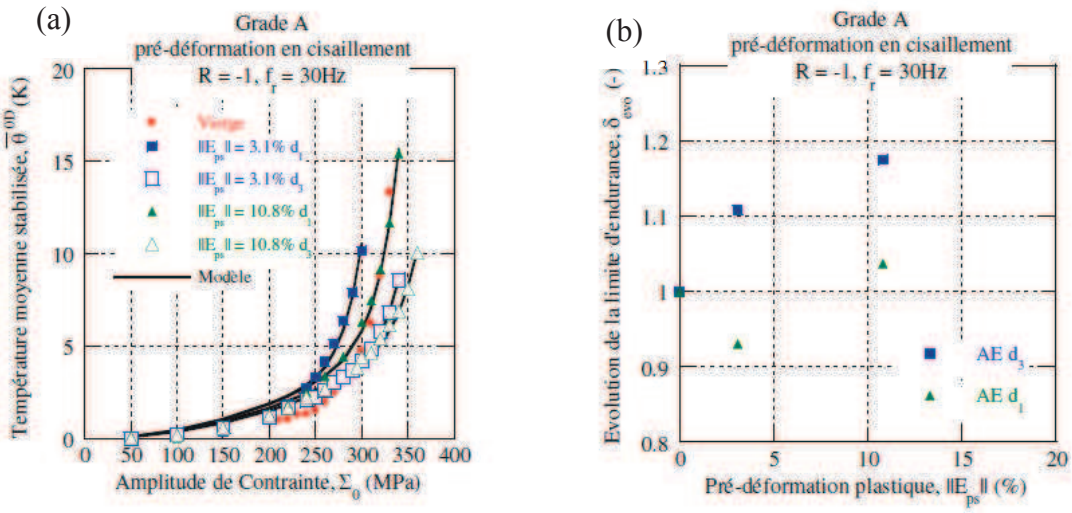


Figure 1.61 : (a) Indentification des paramètres du modèle sur les courbes d'auto-échauffement d'un acier grade A après une pré-déformation plastique en cisaillement ; (b) Prévision de l'évolution des propriétés en fatigue d'un acier grade A après pré-déformation plastique dans les directions d_1 et d_3. (Munier, 2012)

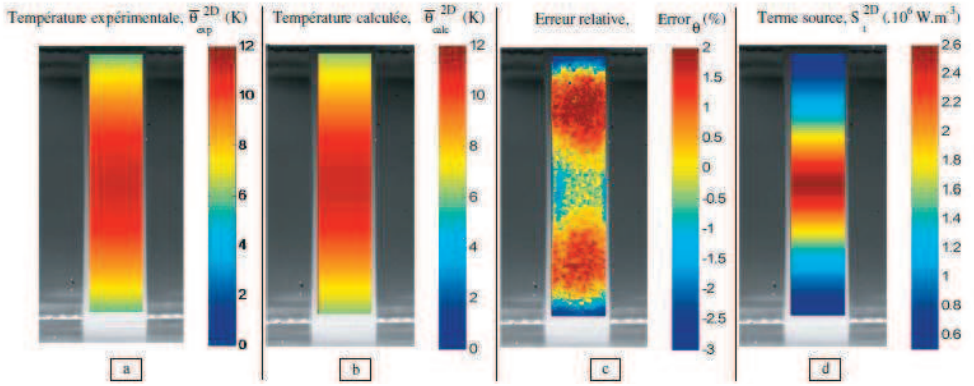


Figure 1.62 : Champs 2D thermiques obtenus pour un palier à 315 MPa au centre d'une l'éprouvette en acier ; (a) champ de température expérimental ; (b) champ de température calculé ; (c) erreur sur la température ; (d) terme source. (Munier, 2012)

3.4 Applications aux polymères

3.4.1 Cas des matériaux élastomères

Le Saux réalise, au cours de ses travaux de thèse, une application de la caractérisation rapide, à base d'essais d'auto-échauffement, pour des matériaux élastomères *(Le Saux, 2010)*. Comme l'illustre la **Figure 1.63**, l'évolution de l'AE (mesuré à l'aide d'une caméra IR) est plus douce que pour les matériaux métalliques. L'auteur impute ce constat au caractère hystérétique du comportement à tous les niveaux de chargement, ainsi qu'à l'absence de limite d'endurance pour ce type de matériau. Le Saux étudie alors un dépouillement empirique similaire à celui réalisé sur les aciers par Doudard, et trace une droite tangente aux derniers points de la courbe : cette droite coupe l'axe des abscisses à une valeur de

déformation considérée comme une évaluation de la limite d'endurance à N=10^6 cycles. Cette évaluation pragmatique donne des résultats corrects sur différents matériaux.

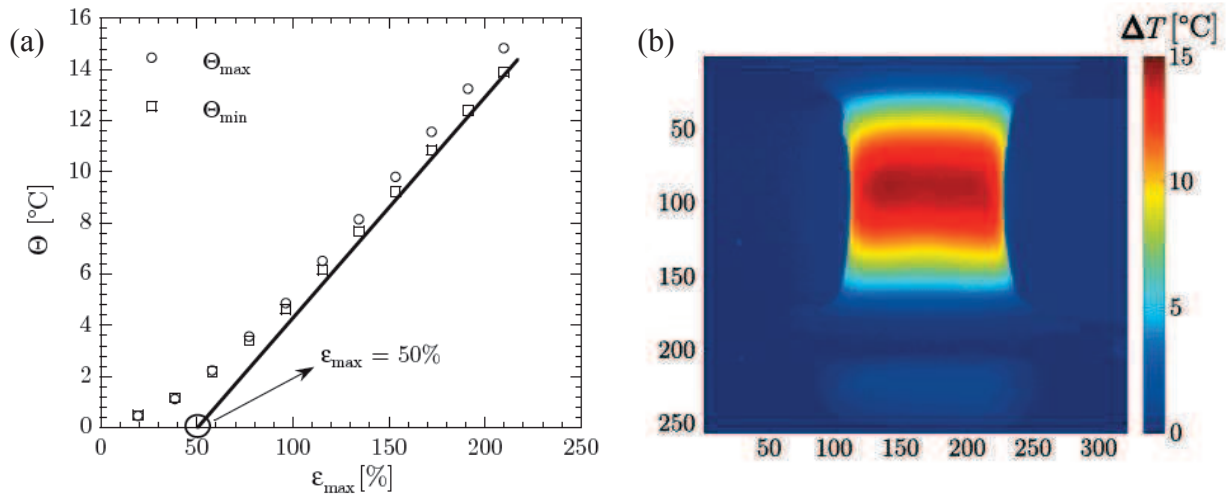


Figure 1.63 : Essais d'auto-échauffement sur éprouvettes de fatigue en caoutchouc naturel : (a) courbe d'AE caractéristique et dépouillement empirique, (b) cartographie des températures en AE stabilisé obtenue par caméra IR, à R=0, 0.5Hz, ε_{max}=149%. (Le Saux, 2010).

L'auteur précise que la viscosité semble être un paramètre du premier ordre sur la courbe d'auto-échauffement, et que ce phénomène masque certainement les autres contributions (celle de l'endommagement en particulier). La température n'étant pas une valeur intrinsèque du matériau testé, et le dépouillement empirique n'offrant qu'un point sur la courbe de fatigue, il propose un critère énergétique permettant d'évaluer toute la courbe d'endurance. Ainsi, Le Saux suggère qu'une énergie dissipée critique associée aux mécanismes d'endommagement par fatigue, notée E_D, constante pour les conditions étudiées, peut être considérée comme une propriété intrinsèque au matériau. Elle s'écrit :

$$E_D = N_i . E_{fatigue,diss/cycle} = cste \quad (1.35)$$

Avec N_i le nombre de cycles à l'amorçage et $E_{fatigue,diss/cycle}$ l'énergie dissipée par cycle par les mécanismes de fatigue. L'auteur procède à une identification des termes sources responsables de la fatigue, ainsi que des mécanismes microscopiques en jeu, et propose de relier $E_{fatigue,diss/cycle}$ à l'énergie totale dissipée par cycle $E_{diss/cycle}$ et à la densité volumique de défauts $\overline{w}_d$:

$$E_{fatigue,diss/cycle} = A.V.E_{diss/cycle}.\overline{w}_d(\varepsilon_{max}) \quad (1.36)$$

Avec A une constante, V le volume sollicité et $\overline{w}_d(\varepsilon_{max})$ la densité volumique de défaut en fonction de la déformation maximale imposée. Cette dernière est quantifiée par micro-tomographie à rayons X lors d'essais d'AE interrompus à différents niveaux de déformation imposée (voir **Figure 1.64 (a)**).

L'auteur propose de relier $E_{diss/cycle}$ à l'auto-échauffement mesuré en surface θ_{min}, et montre que :

$$E_{diss/cycle} = \mathrm{B}\theta_{min}(\varepsilon_{max}) \tag{1.37}$$

Soit d'après (1.35) au final, pour un volume donné:

$$N_i.\theta_{min}(\varepsilon_{max}).\overline{w}_d(\varepsilon_{max}) = \frac{E_D}{A.B.V} = C \tag{1.38}$$

Avec C une constante.

Comme l'illustre la **Figure 1.64 (b)**, le critère permet la prédiction d'une courbe de Wöhler pour un élastomère.

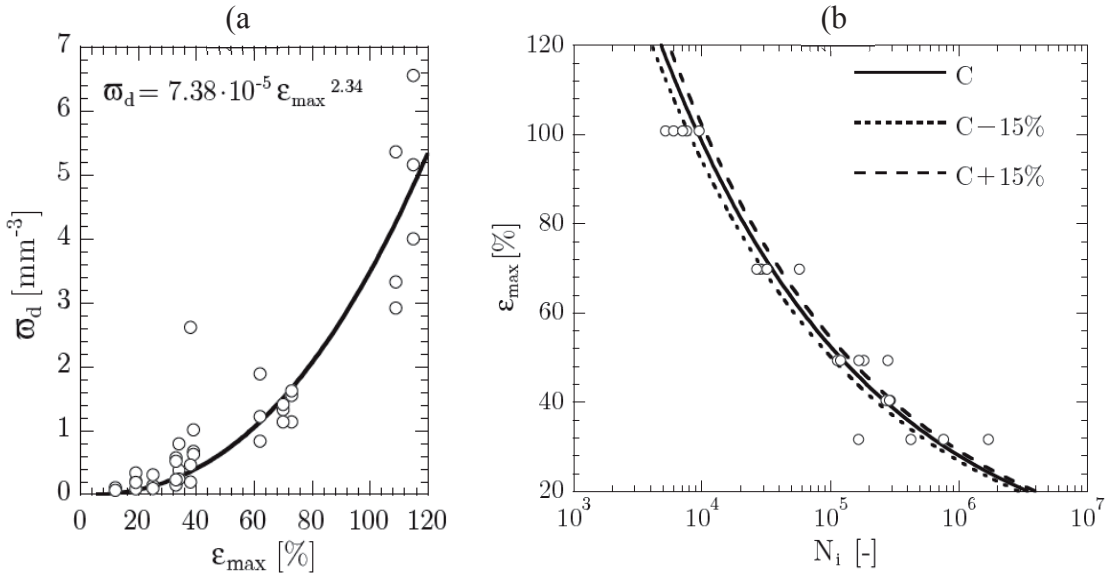


Figure 1.64 : (a) densité volumique de défauts en fonction de ε_{max}, (b) prévision d'une courbe de Wöhler pour un élastomère en fonction de la précision du coefficient C. (Le Saux, 2010).

3.4.2 Cas des thermoplastiques

3.4.2.1 Thermoplastique non renforcé

Berrihili et des collaborateurs *(Berrehili, 2010)* proposent récemment une étude sur la fatigue multiaxiale d'un PP non renforcé. Cette étude utilise l'analyse de l'auto-échauffement à la surface de l'éprouvette sollicitée en cyclique en traction et en torsion pour des rapports de charges R=0 et R=-1. Les auteurs relient le comportement thermomécanique ainsi observé (mesures thermiques réalisées à l'aide d'un thermocouple), à une limite de fatigue déterminée lors d'une campagne d'endurance classique. Les auteurs concluent à une évaluation non conservative de la limite d'endurance obtenue par un dépouillement graphique des courbes d'AE (écart de 6 à 14%). Les auteurs préconisent également de poursuivre les blocs de sollicitation cyclique jusqu'à stabilisation de la différence de température en surface (ce qui

n'était apparemment pas toujours le cas dans leur étude). Ils préconisent l'utilisation de la thermographie infrarouge plutôt que l'utilisation d'un thermocouple. Enfin, les auteurs préconisent une analyse plus fine des mécanismes de dissipation associés au phénomène d'auto-échauffement observé.

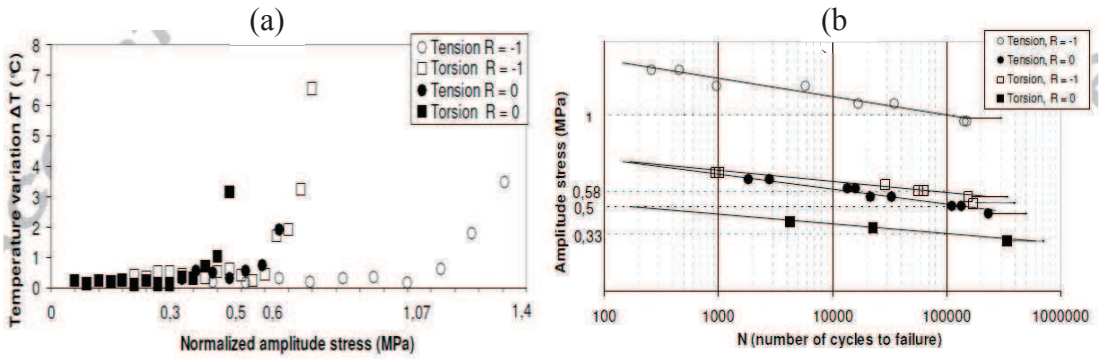


Figure 1.65 : (a) Courbes d'auto-échauffement pour un PP testé à f=1Hz, R=0 et R=-1 en traction et en torsion ; (b) courbes de fatigue correspondantes. (Berrehili, 2010)

Soulignons que les auteurs utilisent les courbes d'auto-échauffement pour déterminer une limite d'endurance limitée, mais aucun critère associé ne permet de prédire la courbe S-N à partir des mesures réalisées.

3.4.2.2 Thermoplastique renforcé

Klimkeit réalise, au cours de sa thèse *(Klimkeit, 2009)*, des mesures thermiques à l'aide d'une caméra infrarouge lors d'un essai de fatigue à R=0.1 et à température ambiante (21.5°C). L'auteur observe une température homogène (maxi 23.5°C) sur la surface de l'éprouvette jusqu'à 98% de la durée de vie du polymère renforcé (voir **Figure 1.66**). Ce phénomène est dû à un effet visco-élastique et/ou endommagement diffus. Apparait ensuite un échauffement localisé supérieur de 2.2°C au reste de la zone mesurée. L'auteur conclut à une dissipation locale provoquée par l'endommagement et la propagation d'une fissure.

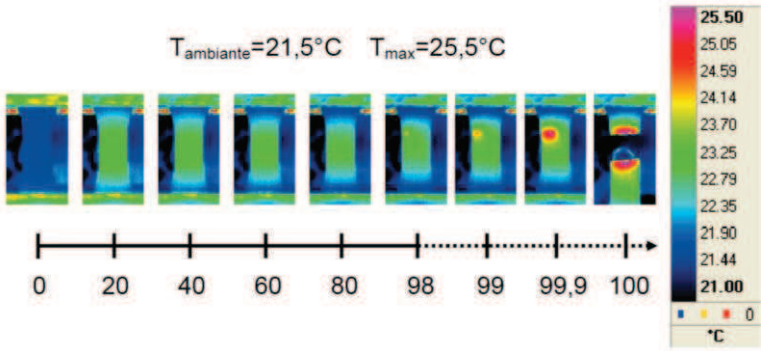


Figure 1.66 : Echauffement mesurée par thermographie infrarouge à la surface d'un polymère renforcé en fonction de sa fraction de durée de vie. (Klimkeit, 2009)

Néanmoins, l'auteur ne met pas en place de protocole de caractérisation rapide basé sur des essais d'auto-échauffement.

4 Proposition d'une démarche et objectifs visés

L'étude en fatigue d'un polymère semi-cristallin renforcé tel le PA66GF50, pour applications automobiles, de notre étude, se révèle être un challenge ambitieux. Nous l'avons mis en évidence lors du bilan bibliographique en section 2.4, il est nécessaire de développer des techniques expérimentales plus rapides que l'approche « classique » permettant d'obtenir des courbes d'endurance sous diverses conditions (environnementales, liées au procédé, liées au chargement …). Les essais d'auto-échauffement, déjà étudiés au LBMS sur les matériaux métalliques et élastomères, nous incitent à en explorer les possibilités sur le Polyamide renforcé.

Nous développons, dans le chapitre 2 de ce manuscrit, un protocole d'auto-échauffement appliqué au PA66GF50 injecté sous forme d'éprouvettes standards. Cet outil d'analyse thermomécanique est ensuite qualifié et testé en vue de la détermination empirique d'une limite d'endurance à $N=10^6$ cycles qui intéresse les ingénieurs du secteur automobile. Le dépouillement « pragmatique » des courbes d'AE obtenues est complété par une étude des indicateurs d'endommagement classiquement utilisés (analyse des aires des boucles d'hystérésis, endommagement scalaire, déformation résiduelle), ainsi que par une campagne de fatigue réalisée dans les mêmes conditions expérimentales. Simultanément, des mesures réalisées en micro-tomographie rayons X, complétées par des mesures faites au MEB, tentent d'identifier les mécanismes en jeu lors des différents paliers de chargement (plasticité, endommagement, etc.).

Le chapitre 3 présente l'étude des facteurs influents tels la reprise en humidité, la longueur et l'orientation des fibres, les paramètres de réglage du procédé (température du moule, pression de compactage) et la présence d'une ligne de soudure est menée à l'aide du protocole développé. Cette démarche basée sur l'analyse des courbes d'AE en différence de température est rapide (environ 2h dépouillement compris avec une éprouvette pour une condition expérimentale donnée), mais trouve sa limite dans le caractère non intrinsèque de la grandeur physique observée : la température est en effet fortement dépendante la géométrie étudiée.

Au cours du chapitre 4, nous proposons une identification des termes sources afin d'extraire un paramètre intrinsèque au matériau qui piloterait la durée de vie. Un critère énergétique permettant de construire une courbe S-N à partir des essais d'auto-échauffement est ensuite proposé. Cette démarche de caractérisation rapide est alors confrontée à la variation d'un facteur majeur (reprise en humidité). La pertinence du dépouillement graphique proposé au chapitre 2 est également confrontée à l'évaluation de la durée de vie à $N=10^6$ cycles par le critère énergétique.

Le chapitre 5 se veut être le chapitre du « changement d'échelle d'observation ». Dans un premier temps, une étude de l'homogénéité des termes sources est tentée à l'échelle de la microstructure d'une éprouvette ISO527 en mesurant la tranche préalablement usinée. Dans un second temps, des éprouvettes de structure et une pièce prototype de support moteur sont étudiées afin de valider la pertinence de l'utilisation des mesures thermographiques et du protocole d'auto-échauffement pour la prévision de la durée de vie de pièces industrielles.

Chapitre 2 : Protocole d'auto-échauffement, caractérisations thermomécanique et microstructurale.

Comme nous venons de le mettre en évidence au cours du précédent chapitre, un polymère semi-cristallin hautement renforcé par des fibres de verre courtes, comme le PA66GF50 de notre étude, est un matériau multi-phasé et multi-échelle qui rend l'étude de sa tenue en fatigue très complexe. Les effets du procédé d'injection sont multiples et influencent de manière importante la microstructure obtenue : matrice semi-cristalline anisotrope, clusters de fibres et zones appauvries en fibres, orientation 3D des fibres, lignes de soudure, etc. Le comportement mécanique à l'échelle macroscopique dépend de cet état initial du matériau. De plus, le PA66GF50 est composé d'une matrice thermoplastique hydrophile qui le rend très sensible aux conditions environnementales.

L'objectif de ce deuxième chapitre est de présenter le protocole d'auto-échauffement appliqué à notre matériau. Tout comme nous l'avons détaillé au cours du chapitre 1, nous proposons de mesurer la température en surface de notre matériau durant des essais cycliques composés de paliers successifs à des amplitudes de contraintes croissantes. Afin d'identifier les mécanismes en jeu, nous tenterons de relier les données thermomécaniques ainsi quantifiées à des mécanismes physiques visibles lors d'analyses microstructurales poussées. Un dépouillement empirique des courbes d'AE obtenues est proposé et confronté aux résultats issus de campagne d'essais classiques de fatigue est proposée.

La première partie de ce chapitre est une présentation détaillée du matériau, des procédés d'obtention des différentes éprouvettes testées, ainsi que leurs caractéristiques géométriques et microstructurales. Nous disposons alors pour chaque famille d'éprouvettes d'une fiche d'identité de leur état initial. Nous présentons ensuite la démarche expérimentale, basée sur des mesures d'auto-échauffement et nous en détaillons le protocole adapté à notre polymère renforcé. Les principales données thermiques et mécaniques de nos essais sont ensuite analysées pour une famille d'éprouvette standard, injectée dans les conditions nominales préconisées pour ce type de matériau. Une méthode empirique de dépouillement des résultats thermomécaniques, inspirée des techniques développées pour les aciers, est proposée. Cette dernière tente de mettre en évidence une d'endurance limitée à 10^6 cycles. Ce dépouillement est ensuite justifié par une analyse des indicateurs mécaniques classiquement utilisés et par une identification microstructurale des mécanismes associés. Cette dernière fait appel à des techniques courantes comme la microscopie électronique à balayage, mais aussi à des moyens plus récents comme la micro-tomographie à rayons X. Nous vérifions également la pertinence

de notre dépouillement pragmatique au regard des résultats obtenus lors d'une campagne d'essais classiques en fatigue.

Sommaire chapitre 2

1 MATERIAU, PROCEDES ET EPROUVETTES 71

1.1 MATERIAU ET PROCEDES 71
1.1.1 Injection de granulés « neufs » 72
1.1.2 Injection de granulés issus de rebroyage 75
1.1.3 Usinage d'éprouvettes à partir de plaques injectées 75
1.2 EPROUVETTES : GEOMETRIE ET MICROSTRUCTURE INITIALE 77
1.2.1 Géométrie des éprouvettes testées 77
1.2.2 Présentation des outils d'analyse utilisés pour l'indentification de la microstructure. 79
1.2.3 Analyse de la microstructure initiale et influence des facteurs majeurs 89
1.2.4 Bilan 105

2 PROPOSITION D'UN PROTOCOLE D'AUTO-ECHAUFFEMENT ET PREMIERES ANALYSES 106

2.1 PROTOCOLE DES ESSAIS D'AUTO-ECHAUFFEMENT. 106
2.1.1 Mesures par thermographie infrarouge 106
2.1.2 Dispositif expérimental et éprouvette 112
2.1.3 Conditions expérimentales 114
2.1.4 Résultat d'un essai d'auto-échauffement et première analyse. 115
2.2 ANALYSE DES DONNEES MECANIQUES 116
2.2.1 Aire des boucles d'hystérésis 118
2.2.2 « Endommagement » scalaire 119
2.2.3 Déformation résiduelle 120
2.3 ANALYSE DES INDICATEURS MICROSTRUCTURAUX 121
2.3.1 Micro-tomographie RX 122
2.3.2 Microscopie optique 134
2.3.3 MEB 134
2.3.4 Conclusion 139
2.4 CORRELATION AUX RESULTATS OBTENUS EN FATIGUE ET PROPOSITION D'UNE DEMARCHE PRAGMATIQUE D'EVALUATION DE LA CONTRAINTE D'ENDURANCE A 10^6 CYCLES 140
2.4.1 Essais de fatigue 140
2.4.2 Proposition de dépouillement graphique 141

3 SYNTHESE ET PERSPECTIVES 143

1 Matériau, procédés et éprouvettes

1.1 Matériau et procédés

Le PA66GF50 à notre disposition est un Polyamide chargé de 50% en masse de fibres de verre courte. La société Trelleborg Vibracoustic nous a fourni ce matériau sous forme de granulés et de plaques déjà moulées (**Figure 2.1**)

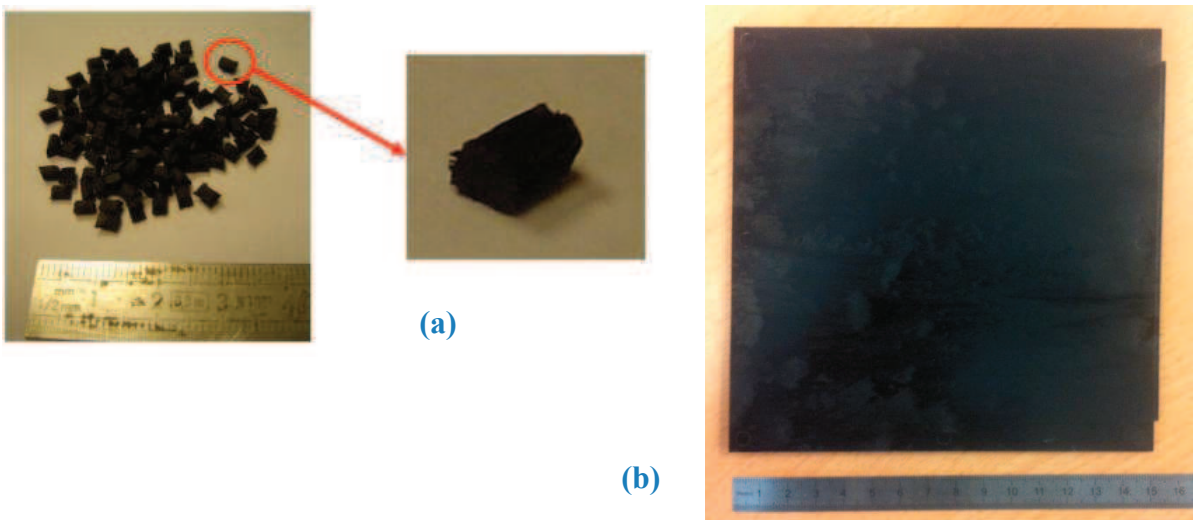


Figure 2.1: PA66GF50 sous forme de granulé (a) et sous forme de plaque moulée (b)

Les granulés sont produits classiquement sur une machine dédiée à la fabrication de compound. Les fibres de verres sont découpées dans des bobines préalablement traitées chimiquement (enzymage) afin de garantir de bonne qualité d'interface fibre-matrice. Les granulés sont de forme cylindrique : longueur de 3 à 4mm et Ø2mm. La longueur moyenne des fibres est de l'ordre de 280µm pour un diamètre de 10 µm (voir 1.2.3.4 ci-dessous).

Les plaques ont une dimension de 150×150×2mm et ont été injectées par un fournisseur de matériau[1].

Trois démarches de fabrication ont permis d'obtenir des éprouvettes :

- l'injection sur presse des granulés initiaux (première mise en œuvre par injection) ;
- l'injection sur presse de granulés obtenus après re-broyage d'éprouvettes préalablement injectées (deuxième mise en œuvre par injection) ;
- l'usinage d'éprouvettes dans les plaques moulées.

Ces démarches sont détaillées dans les sections suivantes.

[1] Les conditions d'injection sont connues de la société Trelleborg®, mais n'apparaissent pas dans ce manuscrit.

1.1.1 Injection de granulés « neufs »

Comme nous l'avons vu précédemment (chapitre 1), le procédé d'injection des matières thermoplastiques consiste à transformer un semi-produit sous forme de granulés (de dimension et de géométrie variables) en une pièce monobloc pouvant être complexe. Pour ce faire, les granulés sont introduits dans une trémie. Sous l'action simultanée d'une vis et de colliers chauffants, ces granulés sont progressivement plastifiés ; Le matériau à l'état fondu est alors prêt pour l'injection sous pression dans le moule métallique préalablement fermé et verrouillé.

Dans le cadre de l'injection de polymères à matrice hydrophile, comme le Polyamide 6.6 (obtenu par polycondensation), un étuvage est nécessaire avant l'introduction des granulés dans la trémie. En effet, la reprise en eau des granulés au cours du transport, ainsi qu'au cours du stockage en atelier, ne permet pas de les injecter directement. Sans ce prétraitement de la matière, sous l'effet de la chaleur appliquée dans l'unité de plastification, l'eau présente dans la matrice va entrainer une réaction d'hydrolyse ayant pour conséquence un vieillissement thermo-oxydatif prématuré. Ce phénomène engendre généralement des ruptures de chaînes macromoléculaires se traduisant par une chute de masse molaire et une diminution de l'allongement à la rupture. De plus, une partie de la vapeur d'eau présente dans le polymère fondu entraine des phénomènes de givrages ou de microbulles dans la pièce injectée, dégradant de ce fait leur qualité esthétique d'une part, mais surtout leurs propriétés mécaniques (chute de module apparent, rupture prématurée, tenue en fatigue …).

Nous avons mis au point une procédure d'étuvage des granulés. Pour ce faire, les granulés sont répartis en faible quantité sur des plateaux, et placés dans une étuve régulée thermiquement à 90°C et munie d'un système de ventilation (voir **Figure 2.2** ci-dessous).

Figure 2.2: Dispositif d'étuvage du PA66GF50

Nous avons réalisé une étude succincte afin de nous assurer de la qualité de séchage du matériau. Ainsi, lors de l'étuvage à 90°C, un échantillon témoin est systématiquement pesé au cours du temps afin de quantifier la perte en eau. Nous remarquons qu'un prétraitement de 4 heures est suffisant (voir **Figure 2.3** ci-dessous).

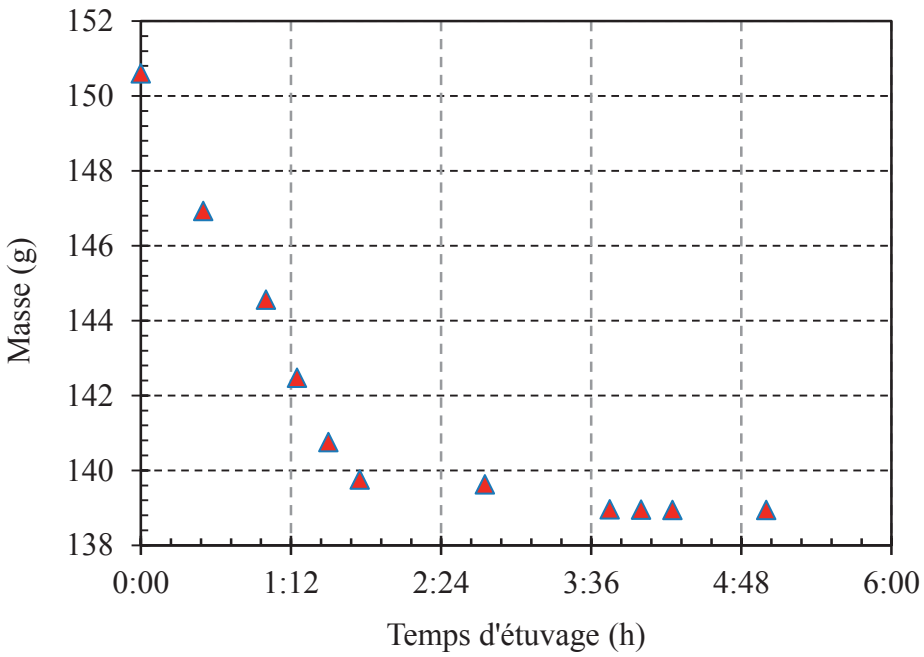


Figure 2.3: Masse d'un échantillon témoin de PA66GF50 au cours de l'étuvage à 90°C

Ne disposant pas de presse équipée de trémie désicatrice, les granulés sont introduits en faible quantité dans le dispositif d'injection, puis mis en œuvre rapidement.

Nous disposons de 2 presses industrielles permettant l'injection d'éprouvettes normalisées pour les essais mécaniques *(ISO-527-1, 1993)*.

La première est une DK65® basée à l'IUT Science et Génie des Matériaux de Saint-Brieuc (Université de Rennes1). Munie d'une force de fermeture maximale de 65 tonnes, elle est équipée d'un moule bi-empreintes permettant l'injection d'éprouvette ISO527-2-1BA. Le moule permet, par un système d'obturateur du canal d'injection, d'obtenir des éprouvettes avec ou sans ligne de soudure au centre de la zone utile (**Figure 2.4**). Pour des raisons pratiques, nous nommerons ces éprouvettes « H2, avec, ou sans ligne de soudure ».

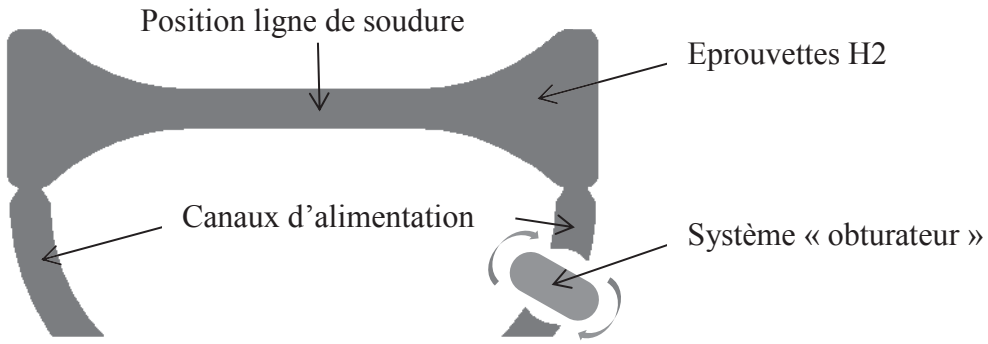


Figure 2.4 : Schéma descriptif du système d'alimentation avec « obturateur » pour l'injection des éprouvettes « H2 avec ou sans Ligne de soudure »

La seconde machine d'injection est une Billion® basée au Lycée Marcelin Berthelot à Questembert (56). Elle dispose d'une force maximale de fermeture de 200 tonnes et d'un moule bi-empreintes permettant l'obtention d'éprouvettes ISO525-2-1A (voir **Figure 2.5** ci-dessous). Pour des raisons pratiques, nous nommerons ces éprouvettes « ISO527».

Figure 2.5 : Moulée obtenue sur presse Billion® suivant la norme ISO525-2-1A

Nous avons la possibilité de faire varier un certain nombre de paramètres du procédé d'injection. Les réglages principaux concernent :

- la force de fermeture ;
- la température de la matière ;
- la température du moule ;
- la quantité de matière injectée ;
- la vitesse de rotation de la vis de plastification ;
- la vitesse d'injection (phase dynamique de remplissage) ;
- le type de commutation (transition entre la phase dynamique et la phase statique) ;
- la pression de maintien (compactage en phase statique) ;
- le temps de maintien ;
- le temps de refroidissement.

La condition nominale d'injection correspond aux conditions industrielles utilisées par Trelleborg Vibracoustic pour l'injection des prototypes structurels. Ainsi, nous retenons les réglages suivants :

- une température matière à 290°C ;
- une température du moule de 30 à 80°C *(parfois intitulé T30 et T80 dans la suite du manuscrit) ;*
- une vitesse d'injection réglée en temps de 0.5 à 1.5s ;
- une fréquence de rotation de 40tr/min pour la vis de plastification ;
- le type de commutation en pression hydraulique (P_{com} = 750bar) ;
- une pression de maintien de 30 à 100% de la pression à la commutation (maintien isobare) *(parfois intitulé P30 et P100 dans la suite du manuscrit) ;*
- un temps de maintien de 10s ;
- un temps de refroidissement de 40s.

Certains de ces paramètres réglables sont a priori influents sur la microstructure obtenue. Nous avons fait varier plusieurs de ces facteurs lors de divers plans d'expériences. Ainsi, la vitesse d'injection, la température du moule et la pression de maintien ont été volontairement modifiées.

Après refroidissement et éjection, chaque éprouvette est séparée « manuellement » du canal d'alimentation, et marquée au feutre permanent pour garantir sa traçabilité. Ensuite, chaque éprouvette est pesée sur une balance de précision (±0.01g), afin d'identifier sa masse à l'état initial en sortie d'injection (DAM *i.e.* Dry As Moulded). Cette évaluation permet un suivi du

ratio d'humidité relative (RH) au cours des différents essais et nous sert de référence lors des conditionnements climatiques.

1.1.2 Injection de granulés issus de rebroyage

La procédure d'injection est la même que pour les granulés initiaux. La particularité de cette méthode d'obtention d'éprouvette ISO527 provient du fait que les granulés sont issus du rebroyage d'un lot d'éprouvettes ISO527 préalablement injectées (voir **Figure 2.6** ci-dessous). Les granulés subissent un étuvage contrôlé avant la 2ème injection. Les éprouvettes « rebroyées » ainsi obtenues sont également référencées et pesées.

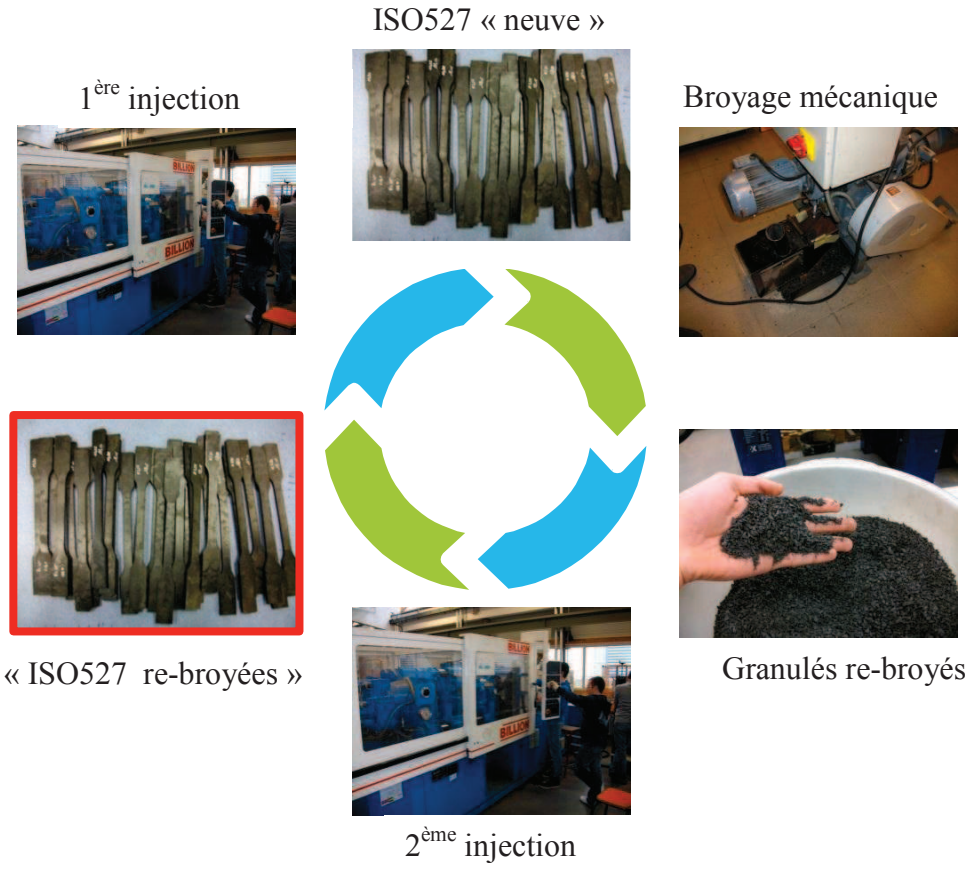


Figure 2.6 : Procédure d'obtention d'éprouvette ISO527 « 100% rebroyées »

1.1.3 Usinage d'éprouvettes à partir de plaques injectées

La troisième famille d'éprouvette est obtenue à partir de l'usinage de plaques injectées en nappes. La machine à notre disposition est un CUCN (3 axes)[2] C2 de la marque Réalméca®. Les pièces sont positionnées et bridées sur un montage réalisé en bois, lui-même positionné et maintenu dans un étau préalablement dégauchi (voir **Figure 2.7** ci-dessous). Des programmes réalisés sous CFAO[3] à l'aide de Camworks® permettent d'usiner 3 éprouvettes dans le centre

[2] Centre d'usinage commande numérique pilotant un déplacement suivant 3 axes linéaires, disponible à l'IUT SGM de Saint-Brieuc.
[3] Conception et Fabrication Assistée par Ordinateur et permettant la génération d'un programme d'usinage à partir d'une maquette numérique 3D.

de la plaque pour différentes orientations par rapport à la direction d'écoulement du matériau pendant l'injection.

L'outil utilisé est une fraise monobloc de Ø4mm en carbure métallique revêtu. Cet outil est spécifiquement conçu pour l'usinage de polymères renforcés : les angles de coupe, ainsi que l'acuité de l'arête de coupe sont des paramètres importants pour la qualité de l'usinage.

Les conditions de coupe utilisées sont une fréquence de rotation de broche de 4000tr/min et une vitesse d'avance de 0.05mm/dent/tr. Cette fréquence de rotation engendre une vitesse de coupe circonférentielle qui semble insuffisante pour un usinage optimal, mais nous étions limité par la fréquence maximale de rotation de la broche du CUCN.

Nous avons également pris soin de protéger les glissières des axes de la machine (voir film PEHD jaune sur **Figure 2.7**). En effet, les micro-copeaux de PA66GF50 sont très abrasifs et risquent d'endommager le système de guidage mécanique.

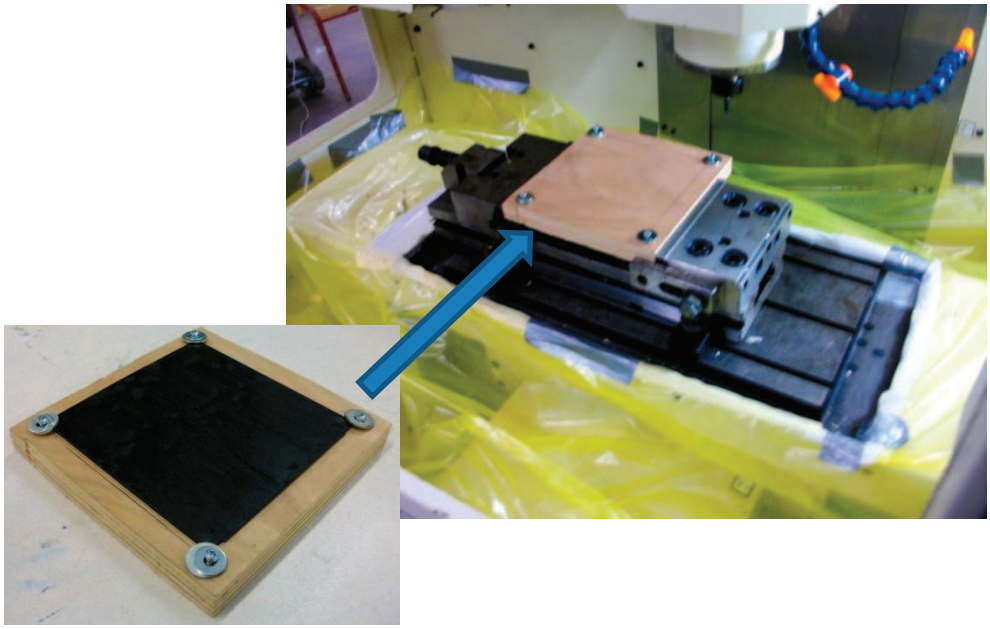


Figure 2.7 : Montage d'usinage des plaques injectées sur CUCN C2 Réalméca®

1.2 Eprouvettes : géométrie et microstructure initiale.

Nous nous limitons dans cette section à la présentation de la géométrie et de la microstructure initiale des éprouvettes classiques qui ont permis la mise en place des essais d'auto-échauffement appliqués au PA66GF50. Les éprouvettes comportant un effet de structure (trou, rainure) ou la pièce structurelle prototype sont présentées au début du chapitre 4. Nous décrivons également les outils de prévision et de caractérisation qui ont permis une identification de la microstructure. Les résultats sont ensuite présentés à travers l'analyse comparative, pour les familles d'éprouvettes, des facteurs influents que sont :

- l'orientation des fibres et notamment le ratio « cœur-peau » ;
- l'état de surface des « H2 usinées » ;
- la structure particulière d'une ligne de soudure ;
- la fonction de distribution de longueur des fibres (FLD *i.e.* Fibre Length Distribution) ;
- la densité de fibre locale ;
- le taux de cristallisation locale.

L'intérêt d'utiliser des outils différents réside dans le fait que l'on apporte à l'analyse de chaque paramètre influent des approches complémentaires.

1.2.1 Géométrie des éprouvettes testées

Nous obtenons donc 4 grandes familles d'éprouvettes :

- les éprouvettes dites « H2 sans ligne de soudure » (norme ISO527-2-1BA sur **Figure 2.8(b)**) ;
- les éprouvettes dites « H2 avec ligne de soudure » (norme ISO527-2-1BA sur **Figure 2.8(b)**) ;
- les éprouvettes dites « H2 usinées » (norme ISO527-2-1BA sur **Figure 2.8(c)**) ;
- les éprouvettes dites « ISO527 » (norme ISO527-2-1A sur **Figure 2.8(a)**).

Les sections « utiles » de ces 2 géométries sont :

- 12.5mm² et 2.5mm d'épaisseur pour les « H2 sans ligne de soudure » et « avec ligne de soudure » ;
- 10mm² et 2mm d'épaisseur pour les « H2 usinées » ;
- 40mm² et 4mm d'épaisseur pour les ISO 527.

Nous remarquons peu de différences entre les « H2 » et les « H2 usinées ». Par contre, les dimensions des « ISO527 » sont significativement plus importantes.

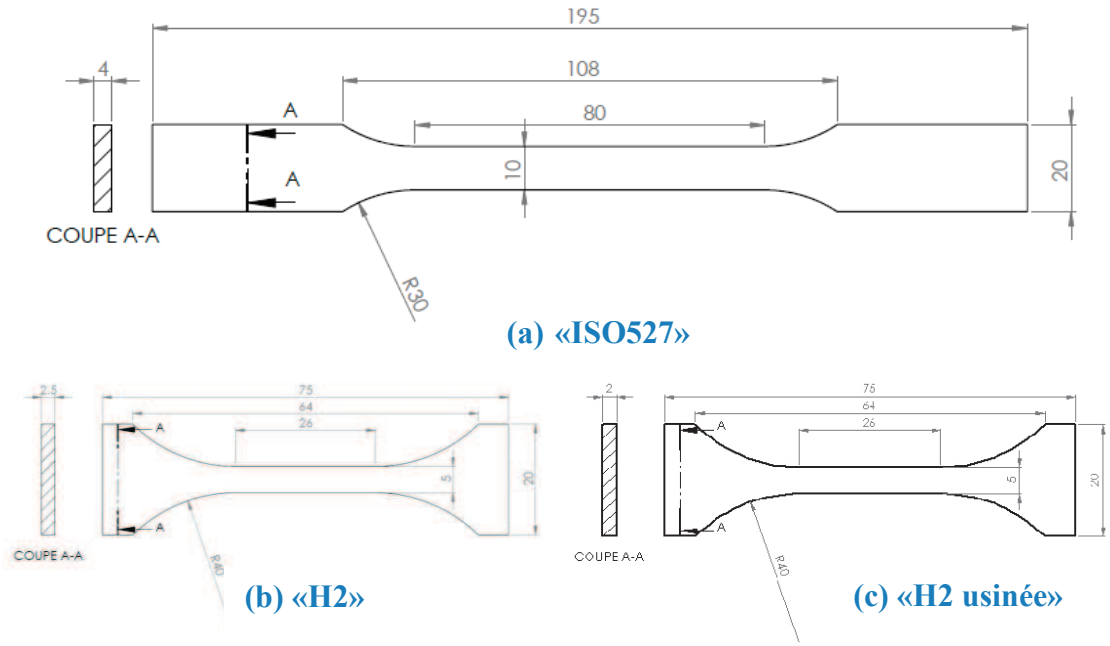


Figure 2.8 : Eprouvette ISO527-2-1A (a) et ISO527-2-1BA (b) et (c) *(ISO-527-1, 1993)*

Notons également que le système d'alimentation n'est pas de même nature pour les 2 géométries d'éprouvettes obtenues directement par injection. L'éprouvette «H2» est injectée sur le côté du « talon » par un seuil cylindrique de Ø2mm, alors que l'éprouvette « ISO527 » est injectée par un seuil de type « nappe » de même largeur que le talon, en bout de celui-ci et sur une hauteur de 3.5mm. A priori, ce dernier est plus adapté à l'injection de polymères renforcés : les fibres sont mieux orientées dès leur entrée dans l'empreinte et la contrainte de cisaillement subie lors de l'écoulement de la matière au seuil est moins importante. A priori, la longueur des fibres devraient être ainsi mieux préservée lors du remplissage. La section 1.2.3 offre des éléments de réponse à ce sujet. Nous noterons $\vec{Z}$ la direction principale d'écoulement (notée $\overrightarrow{DPE}$ sur la **Figure 2.9**) lors du remplissage. C'est également la direction de sollicitation principale lors d'essais mécaniques en traction uni-axiale. La section ainsi sollicitée est dans le plan ($\vec{X}$; $\vec{Y}$) transversal et perpendiculaire à $\vec{Z}$.

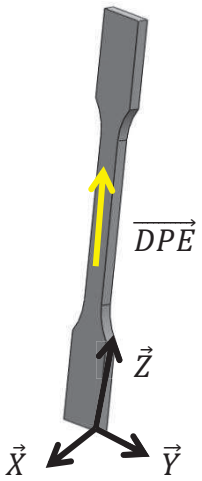


Figure 2.9 : Vue 3D d'une éprouvette ISO avec son repère orthonormé de référence.

1.2.2 Présentation des outils d'analyse utilisés pour l'indentification de la microstructure.

Nous présentons dans cette section, de manière succincte, les outils permettant d'analyser la microstructure d'un Polyamide renforcé. Nous utilisons un outil de prévision de l'orientation des fibres et plusieurs outils expérimentaux permettant une caractérisation des différentes microstructures obtenues.

1.2.2.1 Outil de prévision

Dans le cas des éprouvettes injectées, nous évaluons l'orientation des fibres à l'aide d'une simulation rhéologique, réalisée sur Moldflow®. Comme nous l'avons détaillé au cours du chapitre 1, ce logiciel utilise le modèle de Folgar et Tucker et modélise l'orientation des fibres par un tenseur d'ordre 2. Cette évaluation peut être soit moyennée sur l'épaisseur ou donnée par couche (20 couches possibles au total). La procédure d'utilisation du logiciel peut se résumer en 6 grandes étapes :

- importation d'un fichier CAO en format neutre (.STL) ;
- maillage de la maquette numérique et vérification du maillage obtenu ;
- modélisation et maillage du système d'alimentation et du système de régulation ;
- choix du matériau et renseignement des paramètres d'injection (températures, temps, pressions, module « fiber » avec choix du nombre de couches, choix des paramètres C_i et D_z …) ;
- calcul de remplissage et de compactage avec éventuellement un calcul de thermique couplé ;
- analyse des résultats.

Notons que le logiciel autorise 3 types de maillage :

- Le maillage « fibre neutre » (voir **Figure 2.10 (a)**), réservé aux pièces d'épaisseur constante peu épaisses, peu complexes (ex : plaque), consiste en un maillage triangulaire 2D au milieu de l'épaisseur. Les temps de maillage et de calculs sont très courts et les résultats très satisfaisants pour ces géométries simples ce qui est un atout précieux pour les grandes pièces (pare-chocs de voiture …) ;
- Le maillage « fusion » ou « double peau » (voir **Figure 2.10 (b)**) est composé d'éléments triangulaires surfaciques décrivant la peau extérieur de la pièce étudiée. Chaque nœud est relié par des « ponts » dans l'épaisseur, ce qui permet des calculs tenant compte des variations de géométrie. Ce maillage peut être assimilé à un « faux 3D » et convient à la plupart des pièces injectées suivant des règles de conception standards (pièces petites à moyennes, pouvant être complexes mais avec des épaisseurs fines et peu variables comme par exemple une coque de téléphone portable). Les temps de maillage et de calcul sont ainsi optimisés pour les pièces courantes ;
- Le maillage « 3D » (voir **Figure 2.10 (c)**), comme son nom l'indique, est un maillage dans l'épaisseur de la pièce réalisé au moyen d'éléments tétraédriques à 4 nœuds et définissant l'ensemble du volume de la pièce. Les temps de maillage et de calculs étant plus longs, ce type de maillage est réservé aux pièces petites, complexes, avec des épaisseurs et variations d'épaisseur importantes.

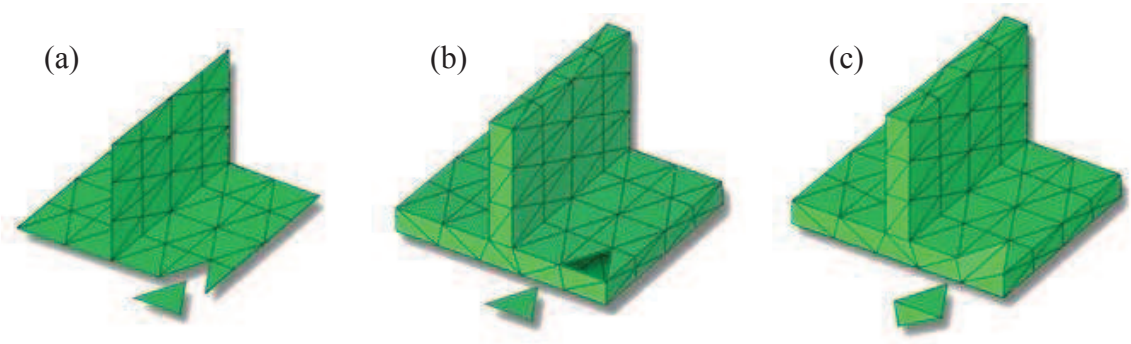


Figure 2.10 : Différents types de maillage du logiciel Moldflow®. (Source société Moldflow corporation)

Dans le cas de nos éprouvettes et de nos plaques, les maillages « fibre neutre » ou « fusion » sont suffisants et permettent de décrire, avec la précision du modèle associé, l'orientation locale des fibres. Notons que, au regard de la bibliographie sur le sujet et du manque d'informations sur l'application à notre matériau, les coefficients C_i et D_z ont volontairement été réglés en mode automatique.

1.2.2.2 Présentation des outils de caractérisation utilisés

1.2.2.2.1 Microscopie optique

Nous utilisons un microscope optique LEICA DMLM®4 disposant de filtres et de polariseurs et éclairé par réflexion coaxiale ou par transparence (voir **Figure 2.11**). Un système vidéo LEICA Q5001W® permet l'analyse et le stockage digital des images. Les grossissements vont de ×50 à ×1000. Le traitement des images est réalisé à partir du logiciel LEICAQWin® ou d'ImageJ®.

Figure 2.11 : Microscope optique LEICA DMLN® et système vidéo LEICA Q5001W®

[4] Matériel disponible à l'IUT Science et Génie des Matériaux de Saint-Brieuc

1.2.2.2.2 Microscopie électronique à balayage (MEB)

Le MEB utilisé est un JEOL® JSM-5600[5] équipé d'un détecteur de rayons X « EDS Oxford Inca energy ».

Le MEB est une technique basée sur le principe des interactions entre des électrons incidents et la matière étudiée.

Un faisceau d'électrons primaires est émis par un filament de tungstène chauffé, et vient frapper l'échantillon composé d'atomes (noyaux et électrons). Un spectre de particules ou rayonnements est émis : électrons secondaires, électrons rétrodiffusés, électrons Auger et rayons X. Ces différentes particules sont détectées spécifiquement et apportent différents types d'informations concernant l'échantillon.

La topographie de l'échantillon est donnée grâce au signal des électrons secondaires de basse énergie (**Figure 2.12 (a)**). Ils correspondent aux électrons des couches externes des atomes qui sont éjectés par collision avec les électrons du faisceau incident. Ces électrons sont accélérés vers un détecteur polarisé ; le signal est amplifié et traité dans une chaîne de mesure. Grâce à un système de bobines de déviation, balayant le faisceau sur l'échantillon, une cartographie de la zone d'analyse est obtenue par modulation de la brillance du spot parcourant un écran de visualisation.

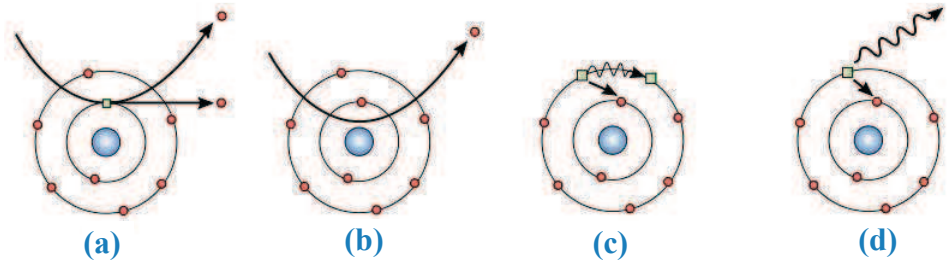


Figure 2.12 : (a) Electron secondaire, (b) Electron rétrodiffusé, (c) Electron Auger, (d) Photon X

Lorsqu'un atome est bombardé par un électron primaire, un électron d'une couche profonde peut être éjecté et l'atome entre dans un état excité. La désexcitation peut se produire de deux façons différentes : en émettant un électron Auger (**Figure 2.12 (b)**) ou en émettant un photon X (**Figure 2.12 (d)**).

L'observation d'échantillons avec le MEB implique d'avoir une surface conductrice. Dans le cas d'un polymère, il est nécessaire de métalliser les échantillons à l'or (quelques nm). Les réglages initiaux permettant l'observation de Polyamide concernent surtout la tension utilisée et la taille du spot : tension de 10 à 20kV et la taille du spot de 10 à 20 nanomètres. Nous pouvons remarquer un meilleur contraste avec une tension élevée car les électrons pénètrent plus en profondeur dans la matière. Mais lors d'amplification très forte (zoom sur la matière), l'énergie absorbée par la matrice polymère peut s'avérer trop élevée (risque d'endommagement).

[5] Matériel disponible à l'IUT Science et Génie des Matériaux de Saint-Brieuc (22)

Les fibres apparaissent en couleur blanche, la matrice en couleur grise et les cavités (issues de vides ou de porosités) apparaissent en couleur noire (voir exemple **Figure 2.42**)

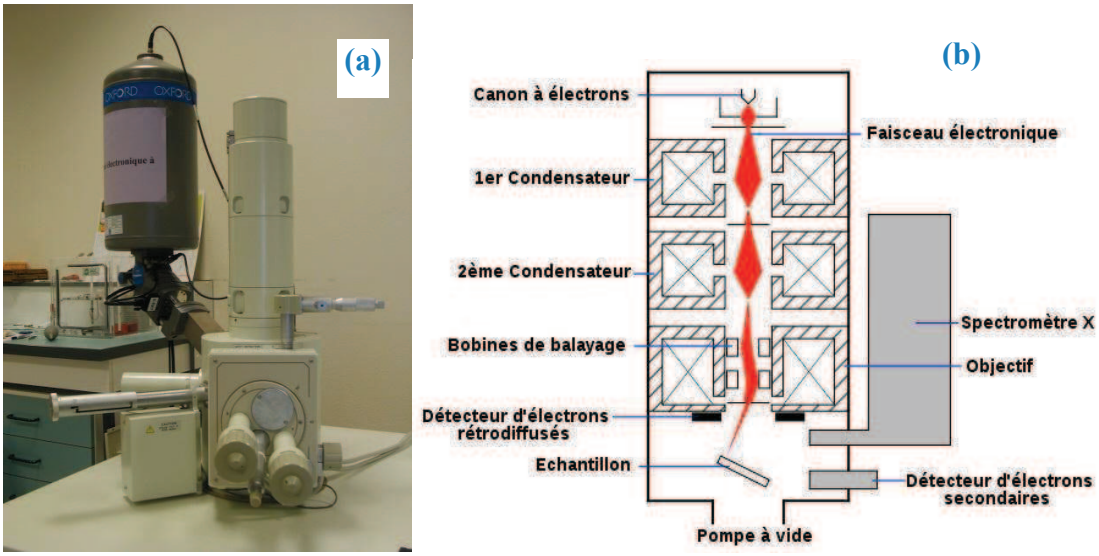


Figure 2.13 : MEB JEOL JSM-5600 équipé d'un détecteur de rayons X « EDS » Oxford Inca energy (a) et Schéma de principe de la colonne électronique (b)

1.2.2.2.3 Micro-tomographie Rayons X (MTRX)

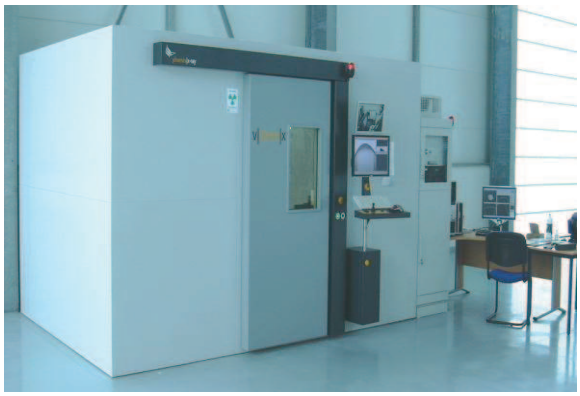


Figure 2.14 : Micro-tomographe haute résolution V-TOME-X 240D au CRT de Morlaix

Le micro-tomographe rayons X (MTRX), que nous avons utilisé, est un modèle V-TOME-X 240D[6] (voir photo en **Figure 2.14** ci-dessus). La micro-tomographie est une technique non destructive qui permet une reconstruction 3D de la structure des pièces, ou échantillons, soumis à un faisceau incident de rayons X. Son principe repose sur l'analyse de l'absorption des rayons X par l'échantillon, ou l'objet, placé dans le champ. Les rayons X traversent la matière et sont ensuite projetés sur une matrice de détecteurs CCD. Cette projection dépend de la composition (coefficient d'atténuation linéique ou d'absorption) et de l'épaisseur du matériau traversé. Ce phénomène est décrit par la Loi de Beer-Lambert :

[6] Matériel disponible au CRT de Morlaix (29)

$$I = I_0 e^{-\int_s \mu(s)ds} = I_0 e^{-\mu x} \quad (2.1)$$

Avec I et I_0, représentant respectivement l'intensité du faisceau incident et l'intensité du faisceau émergent ; $e^{-\mu x}$ représentant la probabilité qu'un photon traverse une épaisseur x sans interaction ; μ représentant le coefficient d'absorption du matériau ; s représentant le trajet dans la matière.

Cette équation peut faire apparaitre la masse volumique du matériau afin de visualiser directement les différences de densité à partir du contraste observé. La Loi de Beer-Lambert s'écrit alors :

$$I = I_0 e^{-\frac{\mu}{\rho}\rho x} = I_0 e^{-\mu_m \rho x} \quad (2.2)$$

Ainsi, pour une position donnée de l'objet, une série d'images numériques 2D est calculée. Chacune est discrétisée en pixels. Elles traduisent la densité du matériau dans une tranche donnée du volume. Une rotation par pas <1° et sur 360° permet la reconstruction tridimensionnelle microstructurale de la matière sous forme de « Voxels » (**Figure 2.15**). Ce dernier est une extension volumique des pixels et prend la forme d'un élément cubique. Ses dimensions donnent la résolution spatiale de la mesure, elle-même directement liée à la taille et à la géométrie de l'échantillon puisque l'ensemble de l'objet mesuré doit être intégralement dans le champ de mesure. En effet, plus l'échantillon est petit et peu complexe géométriquement, plus la distance « Foyer-Objet » (FOD) sera faible et plus un élément de volume sera traduit en un grand nombre de « Voxels » (**Figure 2.16**).

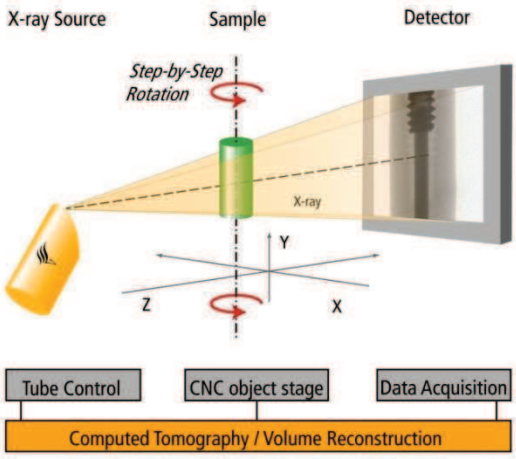


Figure 2.15 : principe de mesure en MTRX. Source (GE Sensing & Inspection Technologies®)

Lors des mesures sur éprouvettes ISO 527, les éprouvettes sont placées entières dans un étau à 679mm du capteur CCD composé d'une matrice 1024*1024 pixels et sont mises en rotation sur 360° par pas de 0.45° (800 radios par tour). Pour chaque radio, 5 images sont prises : la première mesure est systématiquement éliminée pour éviter le phénomène de rémanence, et les 4 autres sont moyennées. Les volumes mesurés varient entre 35mm^3 et 50mm^3 au milieu de la zone utile et sont exposés pendant 66 minutes. La résolution spatiale obtenue est un

Voxel de 12µm de côté. Les paramètres de mesure sont résumés dans le Tableau 2.1 ci-dessous :

Caractéristique	valeurs
Tension tube RX	100kV
Intensité	180µA
Temps de mesure/images	1000ms/image
Temps total de mesure	66min
FOD	21mm
FDD	700mm
Résolution (pixel)	12µm

Tableau 2.1 : Caractéristiques des mesures en micro-tomographie rayons X utilisées pour les ISO527 en PA66GF50.

La micro-tomographie nous permet donc d'accéder au cœur de nos matériaux en mettant en évidence les différentes phases (nombre, taille, position et orientation), vides ou porosités qui le constituent. Néanmoins, notons que la résolution spatiale obtenue (Voxel de 12µm de coté) reste insuffisante pour distinguer individuellement les fibres, mais aussi pour distinguer les vides ou porosités de taille inférieure. Cette technique nous permet tout de même de quantifier en volume et de localiser les zones avec moins de fibres (matrice ou vide de couleur grise à noire) et les zones principalement constituées de fibres de verre (couleur blanche).

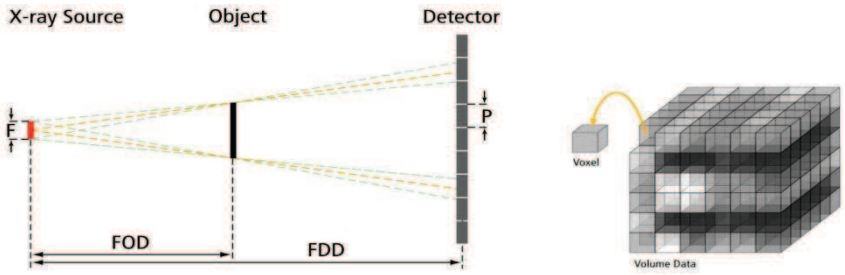


Figure 2.16 : Schéma explicatif de la construction numérique de voxels en MTRX. (GE Sensing & Inspection Technologies®)

Un logiciel commercial myVGL2.0 permet d'analyser les données de mesure. Ainsi, un seuillage du niveau de gris peut être réalisé afin d'obtenir les résultats statistiques classiques : nombre, taille, localisation des vides ou porosités identifiés au-dessus du seuil. Les données peuvent également être transférées et post-traitées sous Excel®.

1.2.2.2.4 Analyse thermogravimétrique (ATG)

Nous disposons d'une machine ATD/ATG TA Instruments® SDT 2960[7] composée d'un four dans lequel sont disposés 2 fléaux munis de creuset (un creuset de référence en Alumine Al_2O_3 et un creuset « porte-échantillon » tous les deux reliés à une balance électromagnétique (Voir **Figure 2.17**). Cette technique permet de quantifier la variation de masse d'un échantillon soumis à la variation de température (de l'ambiante à 1200°C pour ce modèle).

[7] Matériel disponible à l'IUT Science et Génie des Matériaux de Saint-Brieuc (22)

Nous pourrons mesurer la fraction massique de fibre M_f du PA66GF50 après fusion et sublimation de la matrice Polyamide.

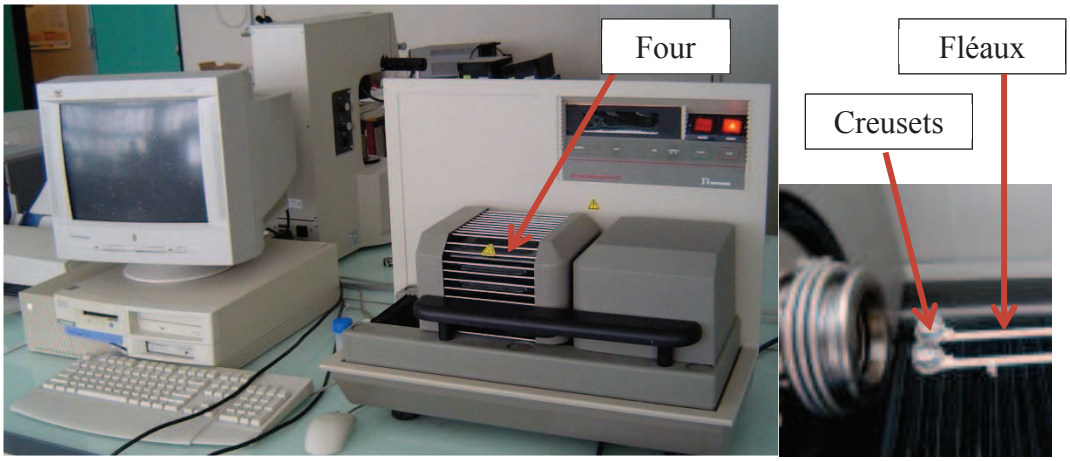


Figure 2.17 : ATG/ATD TA Instruments® SDT 2960

1.2.2.2.5 Analyse calorimétrique différentielle

L'analyse calorimétrique différentielle (DSC) à notre disposition est un modèle METTLER TOLEDO DSC1®[8] équipé d'un capteur HSS8, avec 120 thermocouples, ce qui lui offre une sensibilité et une résolution comparables à une micro DSC. Sa plage de température s'étend de -150°C à 700°C.

La DSC permet une mesure des variations d'enthalpie en fonction de la température ou du temps. Nous avons accès aux modifications des variables thermodynamiques pour la caractérisation des propriétés physico-chimiques de nos matériaux. L'analyse des courbes obtenues permet de quantifier les températures caractéristiques de nos polymères (T_g, T_f), ainsi que l'enthalpie de fusion ΔH qui, par comparaison avec l'enthalpie infinie ΔH_c (matériaux 100% cristallisé), nous permet de quantifier le taux de cristallinité X_c de la matrice Polyamide :

$$X_c = \frac{\Delta H}{\Delta H_c} \qquad (2.3)$$

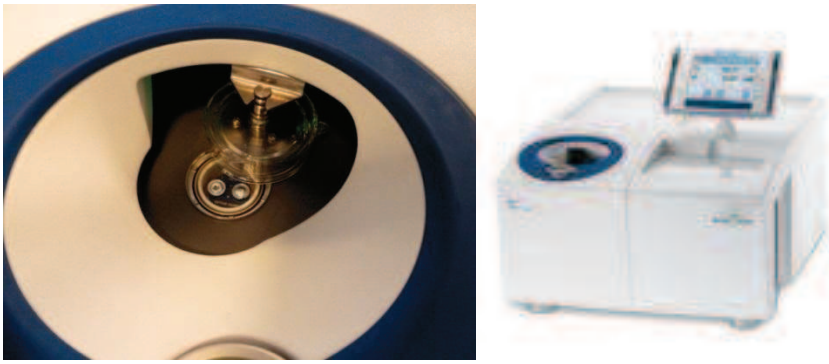


Figure 2.18 : DSC METTLER TOLEDO DSC1

[8] Matériel disponible à l'IUT Sciences et Génie des Matériaux de Saint-Brieuc (22)

1.2.2.3 Discussion sur la pertinence des outils utilisés

1.2.2.3.1 Moldflow®

Cet outil de prévision nous sert à appréhender l'orientation globale des fibres dans la zone utile des éprouvettes injectées et permet d'évaluer le degré d'orientation des fibres en peau et en cœur aux lieux de prélèvement des éprouvettes usinées dans des plaques. Nous avons bien conscience que cet outil donne une vue approximative par couche des phénomènes d'orientation et que les résultats doivent être vérifiés expérimentalement.

1.2.2.3.2 Microscopie optique

Concernant l'évaluation de l'orientation des fibres dans la zone utile de nos éprouvettes, la microscopie optique (1.2.2.2.1 ci-dessus) est la plus rapide et la moins coûteuse. Elle permet après un polissage soigneux et progressif d'observer sous lumière coaxiale tout ou partie de la section d'une éprouvette. Cette visualisation reste celle d'une coupe locale 2D : les fibres orientées à 0° vis-à-vis du plan de coupe, ont statistiquement moins de chance d'apparaitre en nombre. Nous visualisons donc des ellipses plus ou moins « élancées » allant du cercle (fibres parfaitement orientées à 90° traversant le plan de coupe) à un cylindre (fibres parfaitement orientées à 0° présentes dans le plan de coupe). Notons qu'en présence d'une ellipse, une incertitude sur le signe d'un des deux angles modélisant son orientation persiste. Elle ne permet donc pas d'apprécier réellement l'orientation 3D d'une fibre. Notons enfin que le contraste est souvent moins bon que lors d'observations au MEB.

La microscopie optique permet également, après pyrolyse d'un échantillon de PA66GF50 (description de la procédure expérimentale en 1.2.3.4), d'observer et de quantifier la longueur des fibres. Cette technique est la moins coûteuse. La qualité et la fiabilité des résultats obtenus dépendent du nombre de fibres observées (le plus grand nombre possible), de la préparation de la population observée (dilution de la pelote sans endommager les fibres, et choix d'un grand échantillon sans biais statistique) et de la mesure (déplacement de la fenêtre de mesure et quantification de la longueur des fibres entières dans la zone observée).

La microscopie optique permet également d'observer les porosités dans un plan de coupe. Là encore, l'aspect 2D de l'observation engendre une vue tronquée de la réalité (géométrie des porosités pouvant être complexe). Nous avons également remarqué que le polissage pouvait refermer certaines microporosités en étalant la matrice en surface (phénomène de « beurrage »). Enfin, le liquide contenant la suspension de grains fins en diamant et permettant l'obtention d'une surface « poli miroir » a tendance à tacher la surface observée et nécessite un lavage soigneux. Ce dernier point laisse planer un doute sur l'interprétation de l'observation de certaines porosités (artéfact visuel).

La microscopie optique donne également une indication partielle de la densité locale de fibres. En effet, les coupes 2D montrent des zones avec moins de fibres et des zones où apparaissent des amas de fibres. Néanmoins, il faut garder à l'esprit que cette observation est biaisée par le lien probabiliste entre l'orientation d'une fibre et la chance de l'observer dans le plan de coupe.

Enfin, cette technique permet de vérifier rapidement l'état de surface d'une éprouvette : soit au cours du polissage afin de déterminer l'arrêt ou non de la procédure de préparation ou soit pour visualiser la qualité d'une surface de coupe (cas d'une éprouvette usinée dans une plaque).

1.2.2.3.3 MEB

La visualisation au MEB (1.2.2.2.2 ci-dessus) permet un meilleur contraste (topologie de la surface) et une meilleure précision qu'en microscopie optique, mais la procédure est plus longue. L'accès à cette ressource étant limité, nous la réservons à l'étude de points de détails microstructuraux (endommagement, porosités, facies de rupture …).

L'aspect 2D de cette mesure engendre la même incertitude sur l'interprétation des résultats (orientation des fibres, porosités, densité locale de fibres) qu'en microscopie optique.

La préparation de la surface par polissage est la même qu'en microscopie, nous ne pouvons donc pas exclure le phénomène de « beurrage » de la surface. La couche d'or de 5nm déposée avant les mesures est suffisamment fine pour ne pas altérer la visualisation des variations topologiques observées à l'échelle microscopique.

L'observation qualitative de l'état de surface d'un échantillon est de meilleure qualité qu'en microscopie optique : le meilleur contraste et l'absence de reflets sont à l'origine de ce constat.

1.2.2.3.4 MTRX

La mesure au MTRX (1.2.2.2.3 ci-dessus) permet une visualisation 3D de la microstructure. Il faut noter que le temps de mesure et la technicité de l'appareil rendent cette caractérisation très coûteuse. Comme nous l'avons présenté précédemment, nous avons atteint une précision de mesure de l'ordre de 12 µm en exposant les éprouvettes ISO527 pendant 66 minutes. Nous avons également testé une mesure plus fine en exposant pendant 5h un volume plus faible (section d'une éprouvette H2) : la résolution obtenue est alors de 7µm. Cette dernière procédure est trop longue et trop coûteuse financièrement pour des éprouvettes de taille supérieure. Notons néanmoins qu'une résolution inférieure au diamètre d'une fibre (10µm) permettrait de quantifier l'orientation individuelle des fibres.

Nous retiendrons cette technique uniquement pour caractériser de manière qualitative l'orientation des fibres, et pour évaluer l'importance relative entre le cœur mal orienté et la peau mieux orientée, vis-à-vis de la direction principale d'écoulement (et de sollicitation lors des essais uni-axiaux). Cette technique nous permettra dans la suite de notre étude d'évaluer la position et l'évolution de zones appauvries en fibres sièges de la plasticité et/ou de l'endommagement.

1.2.2.3.5 ATG et DSC

L'ATG permet d'obtenir une mesure fine de la fraction massique de fibre à l'échelle de la taille de l'échantillon prélevé (de l'ordre du mm^3). Il est difficile de savoir si cette échelle est

représentative ou pas des variations possibles de densité de fibres à l'échelle d'une pièce injectée.

La DSC est parfaitement adaptée à la quantification du taux de cristallinité d'un échantillon. Bien entendu, tout comme en DMA, la taille de l'échantillon et le lieu de prélèvement doivent être représentatifs.

1.2.2.3.6 Bilan

Le Tableau 2.2 montre le domaine d'application des outils précédemment exposés. Si ces derniers sont adaptés à la caractérisation d'un paramètre influent retenu, la case associée est sur un fond vert. Dans le cas contraire, la case apparait barrée d'une croix. Dans certaines cases, des commentaires précisent de manière succincte le désavantage (signe « - »), la limite éventuelle d'utilisation (symbole « ? ») ou parfois l'avantage (signe « + ») de l'outil en question.

Facteurs influents / Outils utilisés	Orientation des fibres	FLD	porosités	Mf, Vf, densité locale de fibres	Taux de cristallinité	Etat de surface
Moldflow	Evaluation -					
Microscopie optique	2D - Contraste -	Après Pyrolyse -	2D - Artéfact?	2D - Vue locale +		Qualitatif - Contraste -
MEB	2D - Contraste +		2D - Contraste +	2D - Vue locale +		Qualitatif - Contraste +
Micro-tomographie RX	3D + résolution?		3D + résolution?	3D + résolution?		
ATG				Mf A l'échelle de l'échantillon ?		
DSC					Taille de l'échantillon ?	

Tableau 2.2 : Bilan des possibilités et des limites des outils utilisés pour évaluer la microstructure du PA66GF50, à travers ses paramètres influents.

1.2.3 Analyse de la microstructure initiale et influence des facteurs majeurs

1.2.3.1 Orientation des fibres

1.2.3.1.1 ISO527

Les simulations réalisées à l'aide du logiciel Moldflow montrent que les fibres sont orientées principalement dans le sens de l'écoulement après la zone « convergente », ce qui garantit une certaine microstructure dans la zone utile de l'éprouvette. Néanmoins, du fait de la géométrie convergente et divergente entre les talons et la zone utile, nous remarquons 2 volumes moins bien orientés (voir **Figure 2.19** ci-dessous). Nos mesures mécaniques et thermiques sont réalisées uniquement au centre de la zone utile des éprouvettes ISO527, ce qui semble assurer, a priori, une microstructure constante dans cette zone.

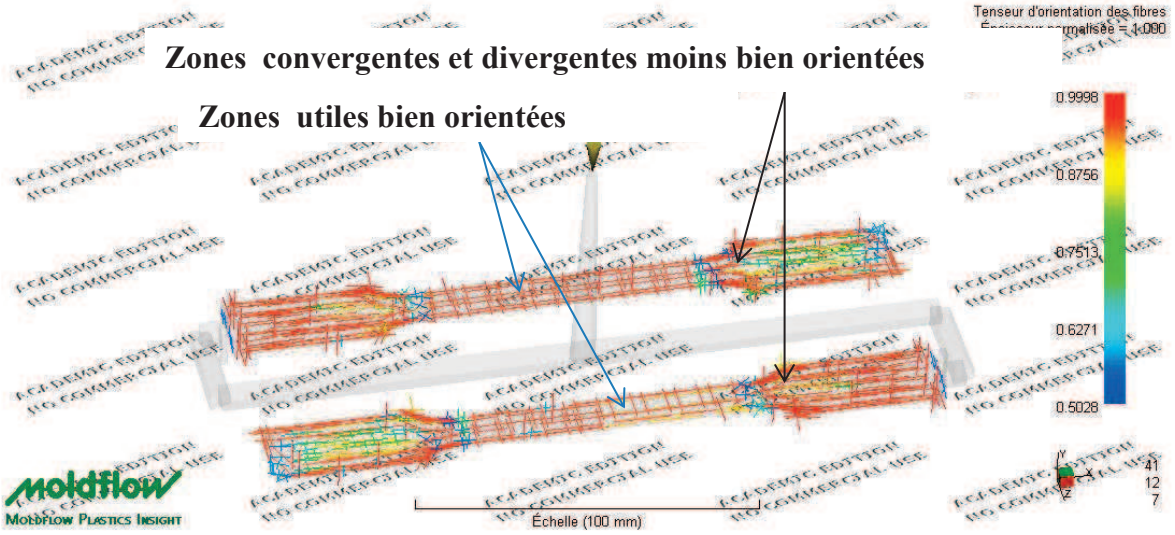


Figure 2.19 : Prévision de la composante a_{11} du tenseur d'orientation des fibres, en peau, après injection des éprouvettes « ISO527 » - simulation rhéologique Moldfow®

La **Figure 2.20** montre une vue en coupe, au microscope optique (grossissement ×50) dans le plan $(\vec{X}\ ;\ \vec{Y})$ d'une éprouvette ISO527. Nous distinguons un cœur moins orienté vis-à-vis de la direction principale d'écoulement, mais la transition avec la peau semble progressive. Le cœur représente environ 25% de l'épaisseur totale pour cette zone (soit 1mm entre les traits pointillés sur la **Figure 2.20**).

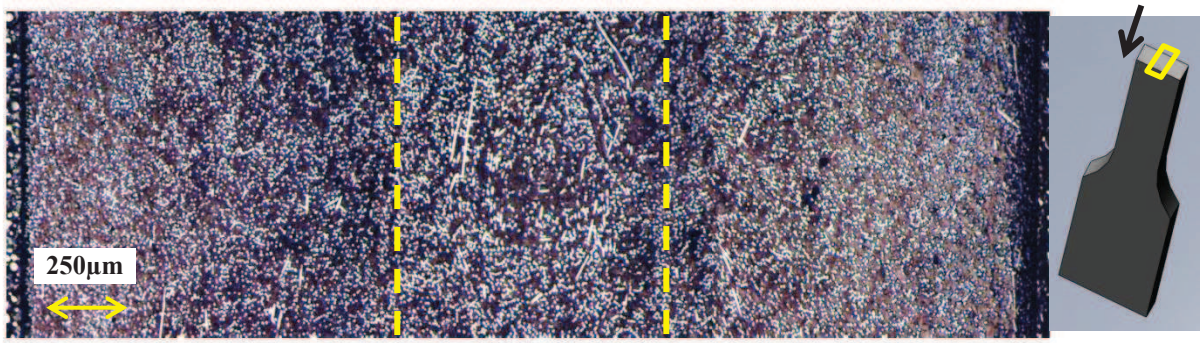


Figure 2.20 : Vue de l'évolution de la microstructure dans l'épaisseur d'une éprouvette ISO527 (au centre de la zone utile), obtenue par microscopie optique.

Grâce aux mesures réalisées en MTRX (1.2.2.2.3 ci-dessus), et à l'aide du logiciel myVGL2.0®, nous pouvons parcourir la section de l'éprouvette suivant les 3 directions de l'espace. Lorsque l'on observe la microstructure au bord de l'éprouvette, nous constatons une orientation assez désordonnée et aléatoire des fibres (voir **Figure 2.21 (Bord)** ci-dessous). Ensuite, en progressant de quelques dixièmes de mm au sein du matériau, nous observons une zone très orientée dans la direction principale d'écoulement, que nous appelons « peau » (voir **Figure 2.21 (Peau)** ci-dessous). Enfin, apparait progressivement une zone centrale moins bien orientée : c'est le cœur (voir **Figure 2.21 (Cœur)** ci-dessous). Ses dimensions dans un plan de coupe $(\vec{X}\ ;\ \vec{Y})$ sont celles d'une ellipse de 4mm de large sur 1.5mm de hauteur environ.

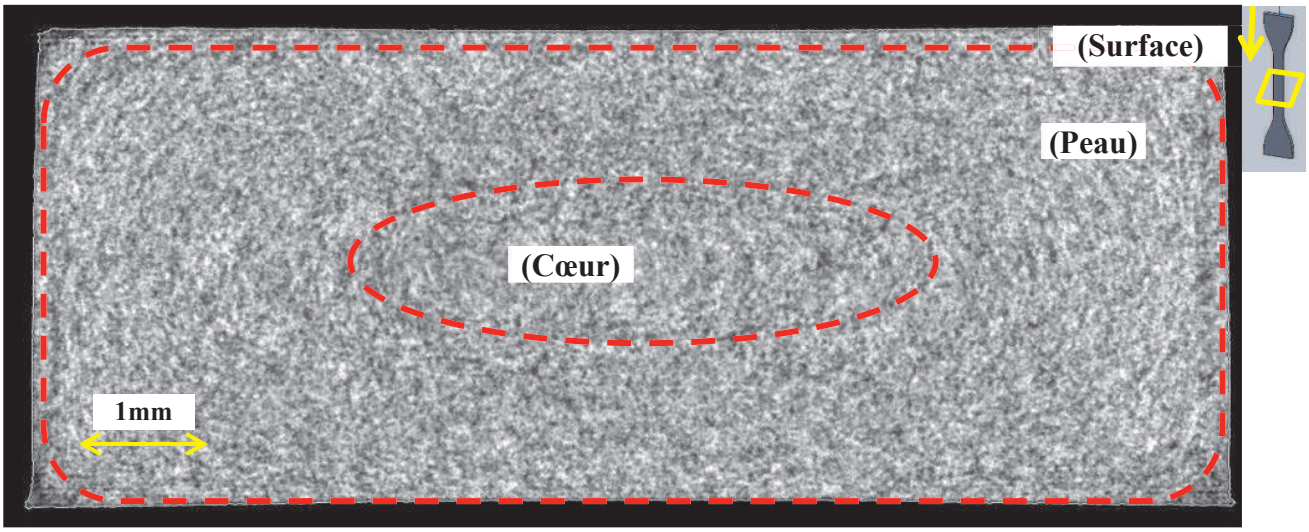
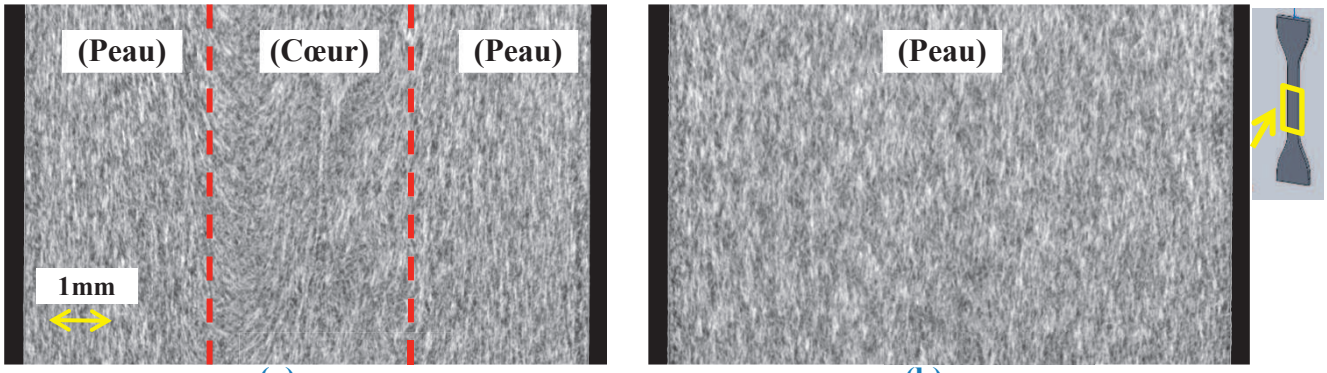


Figure 2.21 : ISO527 vue en coupe $(\vec{X}\ ;\ \vec{Y})$ obtenue en MTRX et mise en évidence de la structure en « caisson ».

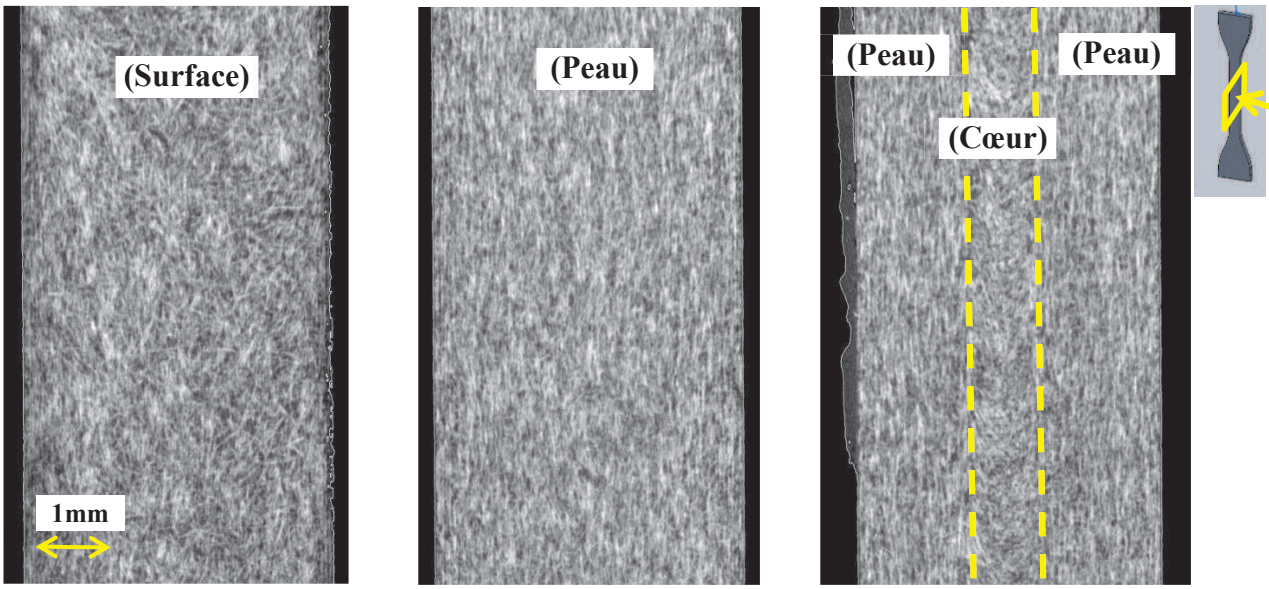
En parcourant notre éprouvette dans le plan $(\vec{Y}\ ;\vec{Z})$, nous pouvons confirmer cette microstructure. Dans un plan de coupe intermédiaire entre le bord et le plan médian de notre éprouvette, nous n'observons pas de cœur : les fibres sont majoritairement orientées dans la direction principale d'écoulement (voir **Figure 2.22 (b)**). Dans le plan médian de l'éprouvette, nous retrouvons la zone de cœur de largeur d'environ 4mm (voir **Figure 2.22 (a)**)



(a) **(b)**

Figure 2.22 : ISO527 vue en coupe (Y ; Z) obtenue en MTRX ; (a) dans le plan médian de l'éprouvette ; (b) dans un plan intermédiaire

Lorsque nous observons notre éprouvette en balayage en plan ($\vec{X}$;$\vec{Z}$), nous retrouvons en surface une structure désorientée sur quelques dixièmes de mm d'épaisseur (0.1 à 0.2mm) (visible sur la **Figure 2.23 (a)**), puis une structure orientée de peau (**Figure 2.23 (b)**) et enfin progressivement une structure mixte cœur/peau (cœur de 1.5mm maximum dans le plan médian voir **Figure 2.23 (c)**).



(a) **(b)** **(c)**

Figure 2.23 : ISO527 vue en coupe ($\vec{X}$;$\vec{Z}$) obtenue en MTRX ; (a) zone de surface ; (b) zone de peau ; (c) plan médian de l'éprouvette

Nous pouvons conclure à une structure de type « caisson » : un cœur moins bien orienté, de section elliptique, est entouré par une peau orientée (voir **Figure 2.24**). Ce phénomène est généré lors du remplissage par un profil de cisaillement tridimensionnel résultant de l'effet fontaine. La couche de PA66GF50 directement en contact avec le moule (surface) révèle une orientation aléatoire des fibres. Cette couche est relativement faible au regard des dimensions de la section : son influence sur les propriétés mécaniques devant être négligeable.

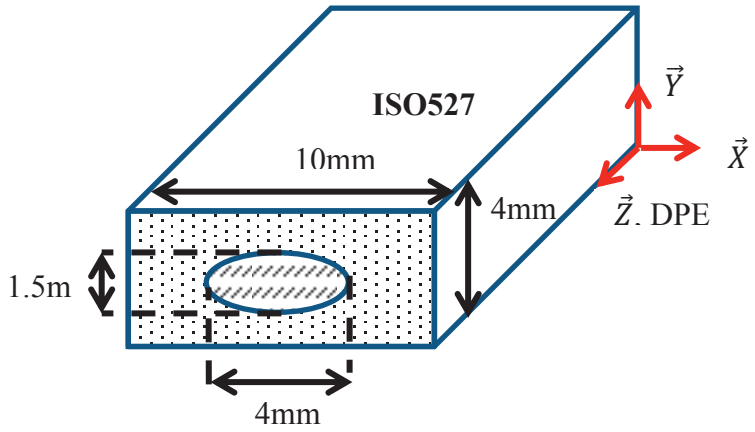


Figure 2.24 : Modélisation de la structure d'orientation des fibres pour les éprouvettes ISO527.

1.2.3.1.2 H2

La résolution en MTRX atteint 7µm pour cette éprouvette. Nous remarquons que le cœur est décalé vers un des bords de la section dans le plan $(\vec{X};\vec{Y})$. Il semble de géométrie quasi circulaire dans ce plan (voir **Figure 2.25**). Ce décalage observé provient de la position du point d'injection sur le côté du talon de l'éprouvette H2, le remplissage semble asymétrique dans la zone utile.

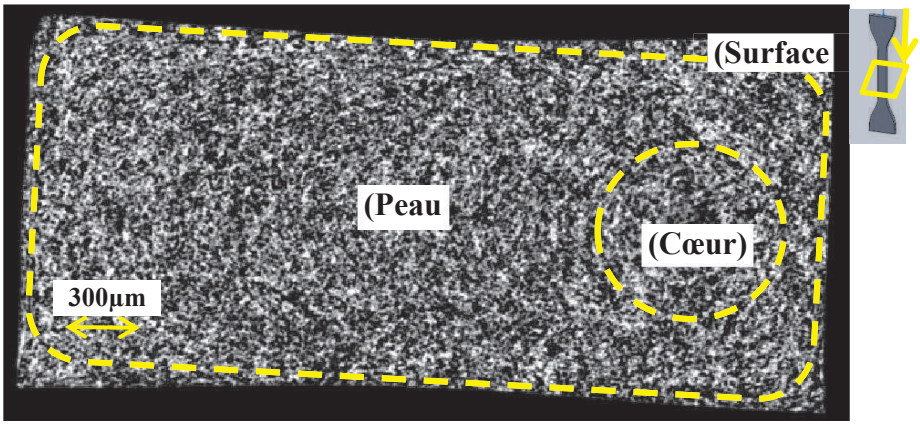


Figure 2.25 : H2 vue en coupe $(\vec{X};\vec{Y})$ obtenue en MTRX et mise en évidence de la structure en « caisson »

En parcourant l'éprouvette H2 dans le plan $(\vec{Y};\vec{Z})$, nous pouvons confirmer l'originalité de cette microstructure. Le cœur n'est pas au centre de cette section et mesure environ 0.7mm de large (voir **Figure 2.26**)

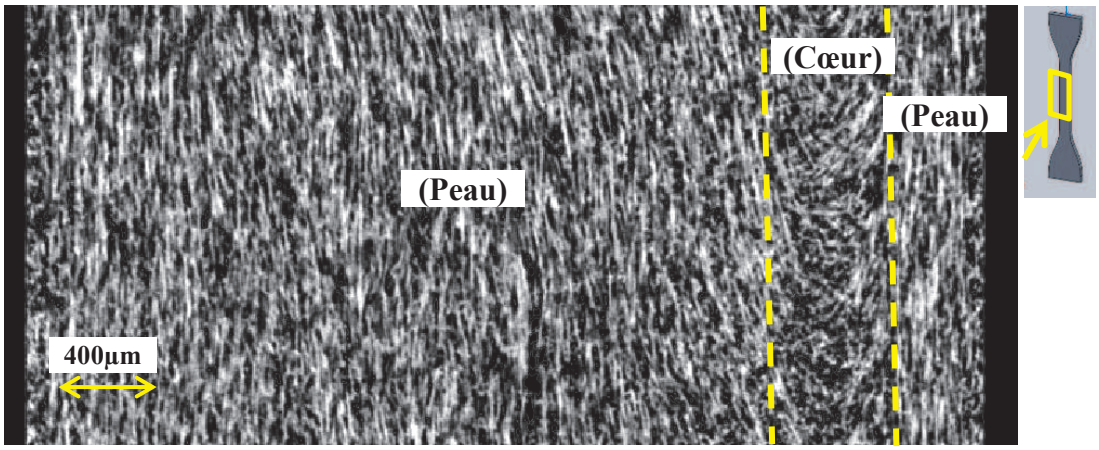


Figure 2.26 : H2 vue en coupe $(\vec{Y};\vec{Z})$ obtenue en MTRX dans le plan médian de l'éprouvette.

Un balayage dans le plan $(\vec{X};\vec{Z})$ confirme la structure en 3 couches (voir **Figure 2.27** ci-dessous) et confirme simultanément la position symétrique du cœur dans ce plan d'observation. L'épaisseur du cœur dans ce plan est également de 0.7mm, ce qui confirme sa circularité dans le plan $(\vec{X};\vec{Y})$.

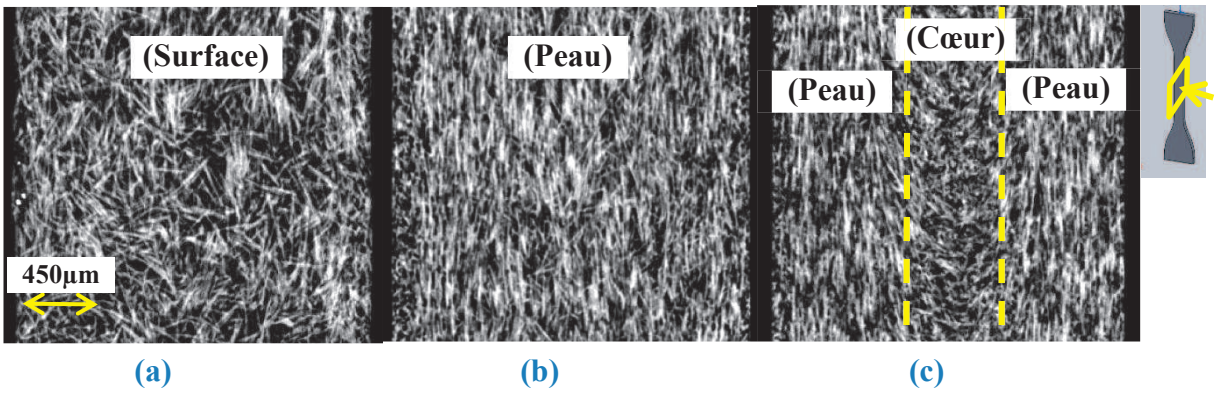


Figure 2.27 : H2 vue en coupe ($\vec{X}$;$\vec{Z}$) obtenue en MTRX ; (a) zone de surface ; (b) zone de peau ; (c) plan médian de l'éprouvette

Nous sommes en présence d'une structure de type «caisson » mais avec un cœur mal orienté circulaire et décalé vers le bord de la zone utile dans le sens de la largeur (voir **Figure 2.28** ci-dessous)

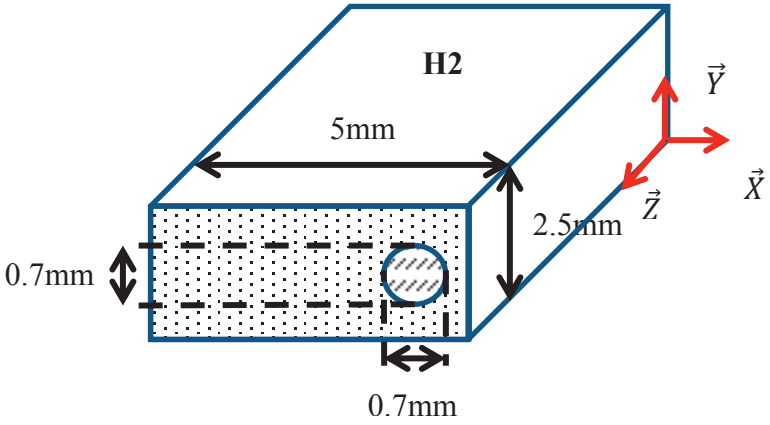


Figure 2.28 : Modélisation de la structure d'orientation des fibres d'une éprouvette H2

1.2.3.1.3 H2 « usinées »

Dans le cas des plaques fournies, une analyse réalisée à l'aide de Moldflow®, illustre que les fibres, de la zone centrale, sont moins bien orientées que dans les éprouvettes. De ce fait, les éprouvettes qui en sont extraites auront une orientation à peau que l'on nommera « réputée à 0°, 15°,30°,45°,60° ou 90° » par rapport à la direction principale de l'écoulement (voir **Figure 2.29** ci-dessous). De plus, Les 3 éprouvettes qui y sont usinées n'auront probablement pas la même orientation des fibres en peau. Nous décidons de ne conserver que l'éprouvette usinée au centre de la plaque afin de rendre nos essais mécaniques comparables.

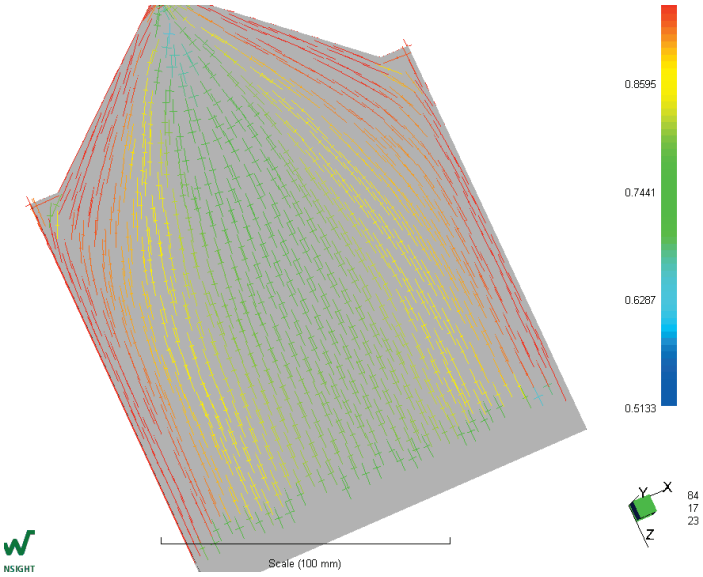


Figure 2.29 : Prévision de la composante a_{11} du tenseur d'orientation des fibres, en peau, après injection des plaques - simulation rhéologique Moldfow®

Comme nous l'avons expliqué précédemment en 1.1.3, les éprouvettes H2 « usinées » proviennent de la zone centrale d'une plaque injectée en nappe. Nous observons une structure avec 3 couches principales de type « stratifié » sans effet de bord. La transition cœur/peau est assez brusque (voir **Figure 2.30**). L'épaisseur du cœur est constante dans la zone utile et mesure environ 0.25mm dans le plan $(\vec{X}\ ;\ \vec{Z})$. La **Figure 2.31**, ci-dessous, propose une modélisation simplifiée de cette structure d'orientation des fibres.

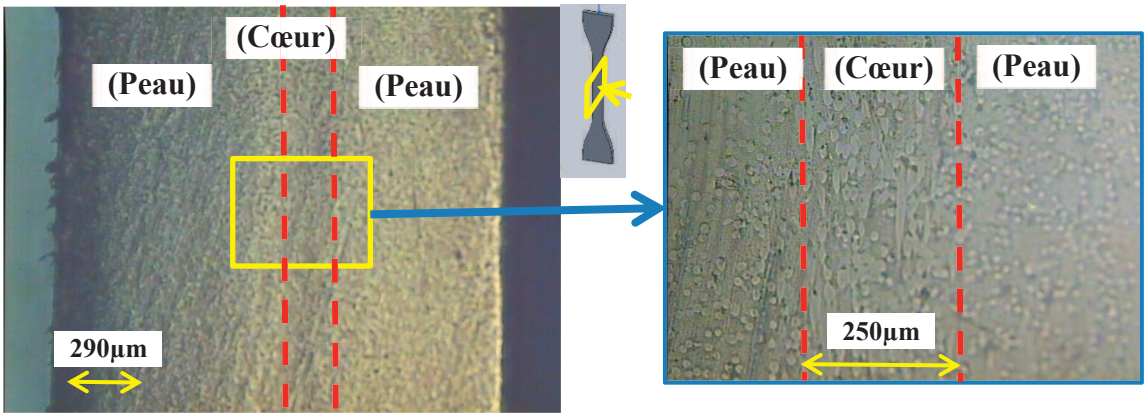


Figure 2.30 : H2 « usinée » vue en coupe $(\vec{X}\ ;\ \vec{Z})$ obtenue en microscopie optique.

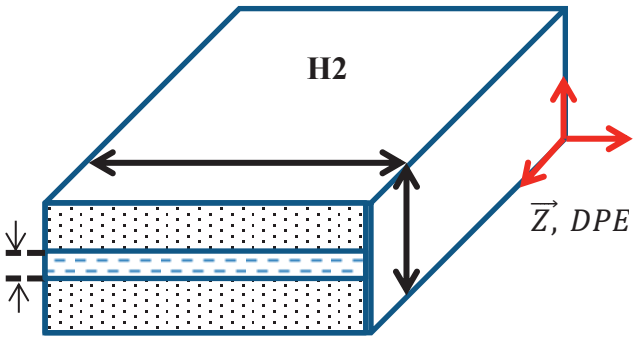


Figure 2.31 : Modélisation de la structure d'orientation des fibres pour une éprouvette H2 usinée.

1.2.3.2 Etat de surface des H2 « usinées »

Du fait de la spécificité du mode d'obtention de cette famille éprouvette, nous avons vérifié au MEB l'état de surface obtenu par usinage sur la tranche. Nous l'avons comparé à l'état de surface résultant de l'injection. La rugosité, les arrachements, les porosités et les fissures, que nous pouvons retrouver en surface d'une éprouvette usinée, sont autant de sites propices à l'initiation en fatigue.

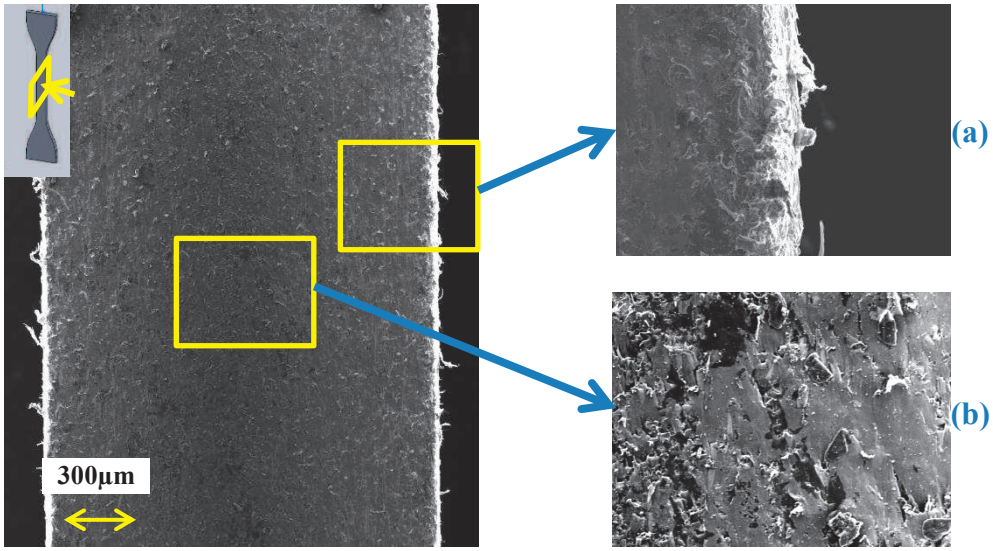
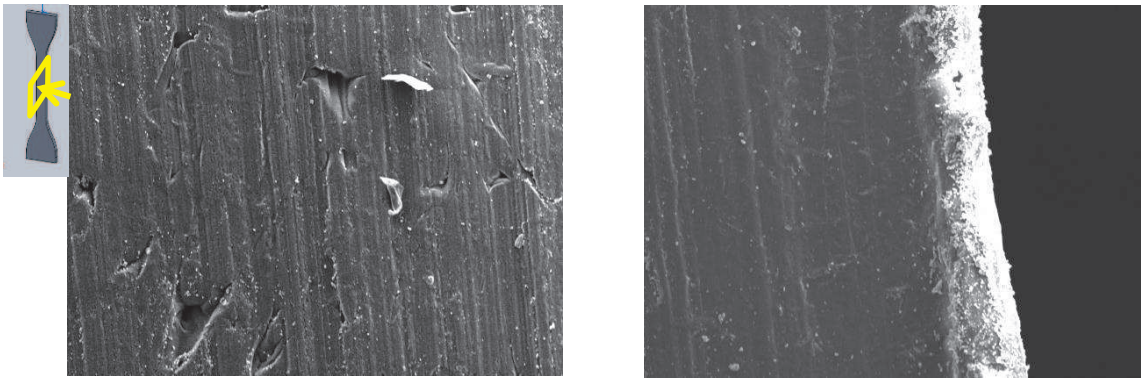


Figure 2.32 : H2 « usinée » réputée à 0° par rapport à la DPE et brute d'usinage, vue dans le plan ($\vec{X}$; $\vec{Z}$) obtenue au MEB ; (a) au bord ; (b) au milieu.

Sur une éprouvette réputée à 0° par rapport à la direction principale d'écoulement (voir **Figure 2.32** ci-dessus), nous remarquons une surface rugueuse faite de petits arrachements, de fibres qui ressortent de la matrice, de cavités et de bavures.

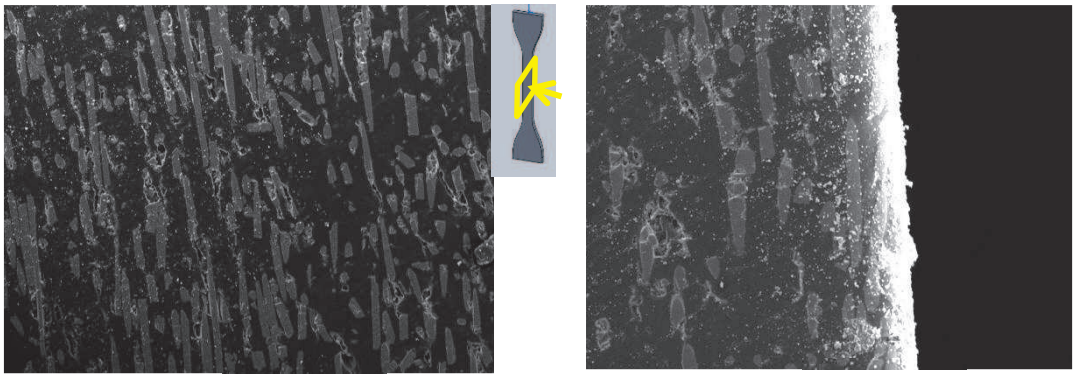
Si nous observons les zones de bord et de milieu d'une même section ($\vec{X}$; $\vec{Z}$) sur une H2 injectée (**Figure 2.33 (a) et (b)**), nous remarquons un bon état de surface avec quelques fissures et cavités.



(a) **(b)**

Figure 2.33 : H2 injectée vue dans le plan ($\vec{X}$; $\vec{Z}$) obtenue au MEB ; (a) au milieu ; (b) au bord

Observons maintenant, l'effet d'un ébavurage et d'un polissage sur l'état de surface de notre éprouvette H2 « usinée » : Les fibres sont visibles sous forme d'ellipses et nous observons alors un très bon état de surface comparable à celui d'une éprouvette injectée (**Figure 2.34**). Ce post-traitement serait nécessaire avant tout essai en fatigue. Notons tout de même, une perte de dimension sur la section de l'éprouvette de l'ordre de 0.3mm.



(a) **(b)**

Figure 2.34 : H2 « usinée » après polissage vue en coupe ($\vec{X}$; $\vec{Z}$) obtenue au MEB ; (a) au milieu ; (b) au bord

1.2.3.3 Microstructure d'une ligne de soudure

L'objectif de cette section est de caractériser la structure particulière des lignes de soudures obtenues sur nos éprouvettes H2 (voir **Figure 2.35** et **Figure 2.36** ci-dessous). Nous observons principalement :

- une orientation des fibres, perpendiculaire à la direction principale d'écoulement du fait de la rencontre des 2 fronts de matière. La zone de soudure mesure 0.2 à 0.3mm environ, mais les fibres sont déviées de la DPE sur au moins 1mm ;
- la présence de porosités de taille variable (1 à 100µm), de géométrie majoritairement sphérique. Elles proviennent très certainement de bulles d'airs emprisonnées en fin d'écoulement.

La présence de cette structure particulière et de ces défauts initiaux jouent un rôle sur le comportement mécanique local de notre matériau, et notamment sur sa tenue en fatigue. Elle est fréquente sur les pièces industrielles de géométrie très souvent complexes.

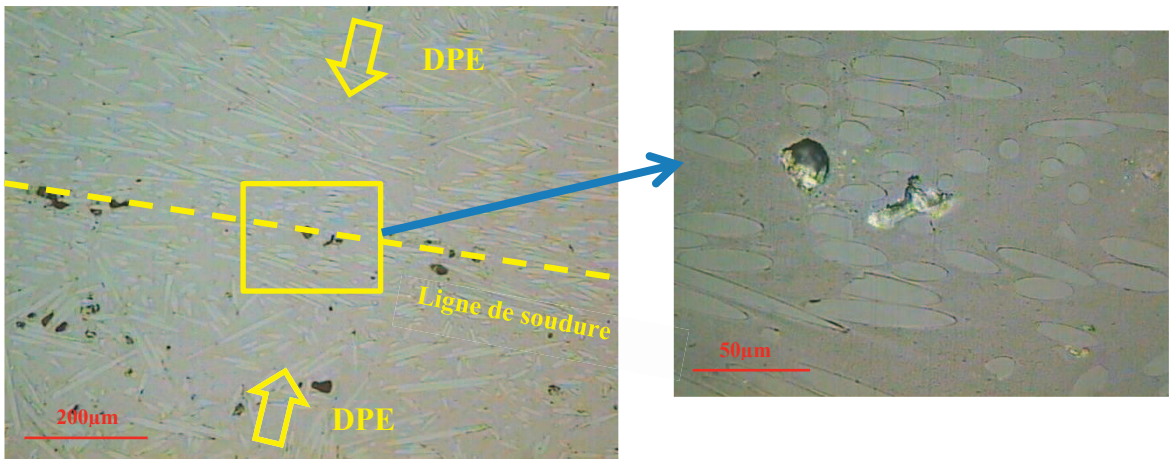


Figure 2.35 : Microstructure d'une ligne de soudure vue au microscope optique.

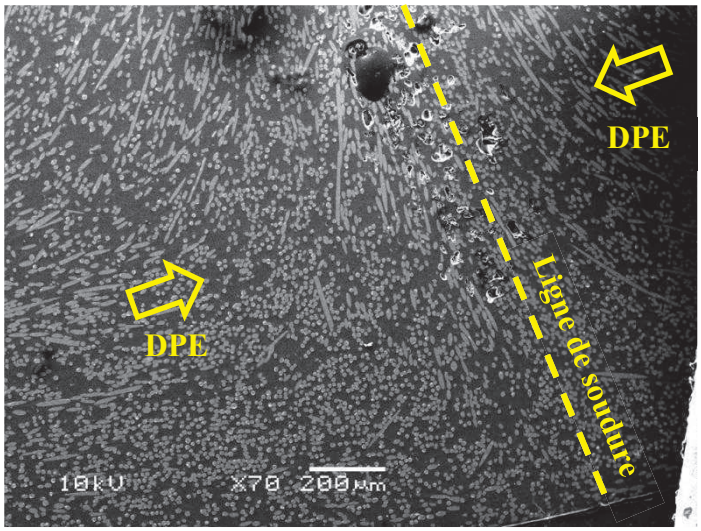


Figure 2.36 : Microstructure d'une ligne de soudure vue au MEB.

1.2.3.4 Distribution des Longueurs de Fibres (FLD)

Parmi les techniques utilisées par de nombreux auteurs *(Fu, 1996) (Averous, 1998) (Mégally, 2005) (Bernasconi, 2007a) (Bernasconi, 2007c),* nous retiendrons la mesure de la distribution de longueur des fibres après pyrolyse de l'échantillon. Cette technique permet de séparer les

fibres de la matrice sans les endommager après une calcination en 2 étapes : 1h30 à 450°C et 1h à 650°C. Nous avons adapté cette méthode en diluant, avec précaution, la « pelote » de fibres obtenue à l'acétone afin de répartir aléatoirement et de façon suffisamment espacée l'ensemble des fibres. Cette opération est réalisée sans contact et directement sur une plaque en verre dédiée à l'observation au microscope optique. Une fois le diluant totalement évaporé, nous procédons à une mesure de 600 à 1000 fibres par échantillon à l'aide du microscope optique LEICA DMLM étalonné pour le grossissement ×50 retenu. Seules les fibres apparaissant entièrement dans la fenêtre de mesure, et de longueur suffisante (>25 microns) sont comptabilisées (voir exemple de fenêtre de mesure en **Figure 2.37**).

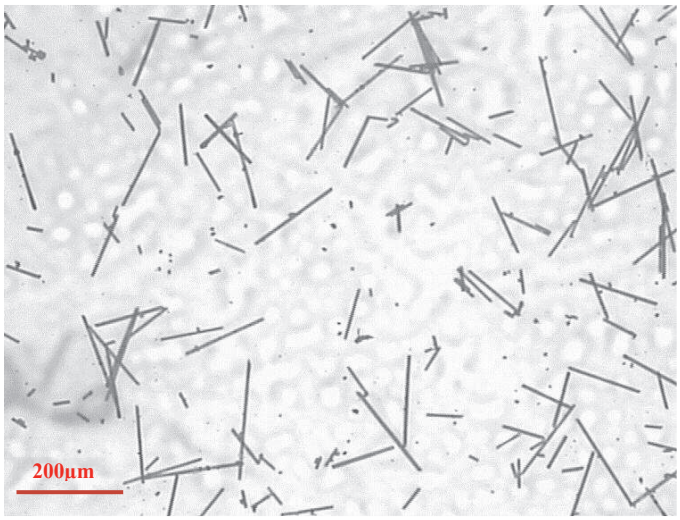


Figure 2.37 : Exemple de fenêtre de mesure pour mesure type FLD sur PA66GF50

Les données sont ensuite traitées à l'aide du logiciel Statistica®. Nous pouvons ainsi tracer, sur l'histogramme de répartition par classe, la loi de probabilité de type Weibull (exemple pour une éprouvette ISO527 sur la **Figure 2.38**). Nous obtenons également une description statistique de notre échantillon (longueur de fibre en nombre, écart-type, longueur minimum, longueur maximum, nombre de fibres mesurées, équation de la Loi Weibull identifiée).

La densité de probabilité d'une loi type Weibull à 2 paramètres (λ et k) est décrite par l'expression suivante :

$$f(x;k;\lambda) = (k/\lambda)(x/\lambda)^{(k-1)}e^{-(x/\lambda)^k} \qquad (2.4)$$

Avec x la grandeur mesurée, k>0 paramètre de forme et λ>0 paramètre d'échelle de la distribution.

La fonction de répartition a alors pour expression :

$$F(x;k;\lambda) = 1 - e^{-(x/\lambda)k} \qquad (2.5)$$

En posant :

$$\begin{cases} a = \lambda^{-k} \\ b = k \end{cases}$$

L'équation (1) prend la forme de la fonction de Tung :

$$f(x;a;b) = ab.x^{(b-1)}e^{-ax^b} \qquad (2.6)$$

Afin de décrire la longueur moyenne de renfort, 2 indicateurs sont couramment retenus :

- la longueur moyenne « en nombre » L_n

$$L_n = \frac{\sum_{i=1}^{N} n_i.x_i}{\sum_{i=1}^{N} n_i} \qquad (2.7)$$

- la longueur moyenne « en poids » L_w

$$L_w = \frac{\sum_{i=1}^{N} n_i.x_i^2}{\sum_{i=1}^{N} n_i.x_i} \qquad (2.8)$$

La valeur de L_n reflète l'endommagement des fibres lié au procédé. La seconde valeur L_w reflète la fraction volumique de fibres ayant cette longueur, et est utilisée par la plupart les modèles micromécaniques. Nous avons donc quantifié les 2 valeurs pour chacune de nos éprouvettes. Nous notons sur la **Figure 2.38** que nos résultats sont répétables quel que soit l'éprouvette choisie pour une même condition d'injection et quel que soit le nombre de fibres comptabilisées si N>600. Ce constat valide notre démarche expérimentale.

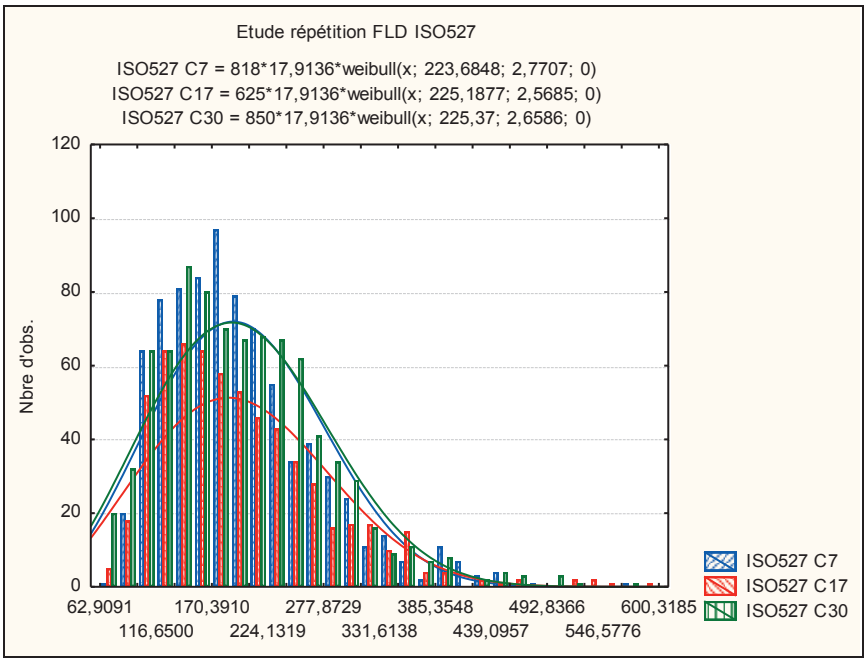


Figure 2.38 : Exemple de FLD à partir d'échantillons prélevés dans les zones « utiles » (ZU) de 3 éprouvettes ISO527 identiques – Données traitées à l'aide de Statistica®

Le Tableau 2.3 résume les principaux résultats sur éprouvettes « H2 » et « ISO527 », ainsi que sur granulés avant 1ère injection et dans la carotte avant le seuil:

Echantillon / Grandeur	Granulé	Carotte H2	Zone utile H2	Zone utile H2 usinée	Carotte ISO527	Zone utile ISO527	ZU ISO527 rebroyée
Ln	280	220	190	216	221	200	184
Lw			228	259		225	208
Lmaxi	1117	621	518	571	576	600	487
Ecart-type	136	104	84	95	95	81	65
a	317	249	215	244	247	225	207
b	2.16	2.25	2.42	2.42	3.05	2.57	2.95

Tableau 2.3 : Tableau récapitulatif des résultats FLD

Nous remarquons que les longueurs moyennes des fibres L_n et L_w diminuent significativement et principalement lors de la plastification dans la vis. Notons également qu'un seuil de type « nappe », dans le cas de l'injection des plaques (H2 usinées) et des éprouvettes ISO527, semble moins dégrader les fibres qu'un seuil cylindrique « sous-dimensionné », dans le cas de l'obtention des éprouvettes H2. Ce constat trouve une justification au regard du cisaillement que subit la matière dans cette zone étroite de l'outillage (illustration de ces résultats en **Figure 2.39**)

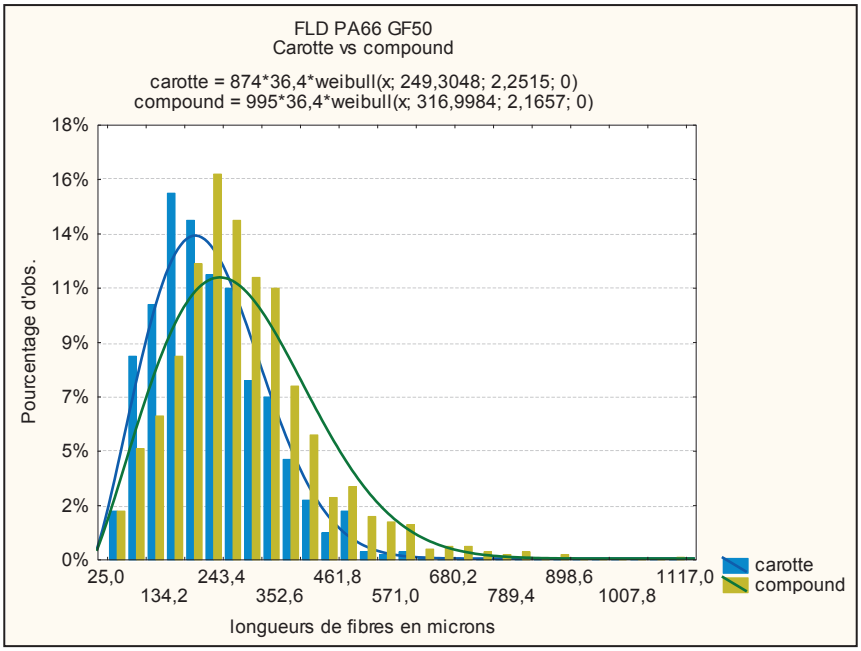


Figure 2.39 : Etude FLD comparative « granulé/carotte » menée sur éprouvette H2. Données traitées à l'aide de Statistica®

Nous avons également vérifié l'efficacité de la procédure de rebroyage et d'injection d'éprouvette « ISO527 rebroyées ». Pour ce faire, 4 échantillons ont été prélevés sur 4 éprouvettes différentes, au milieu de la zone utile. Nous remarquons, sur la **Figure 2.40**, une

bonne répétabilité de nos résultats en FLD concernant cette population. Nous notons également une diminution significative de L_n, L_w et L_{maxi} (voir aussi Tableau 2.3).

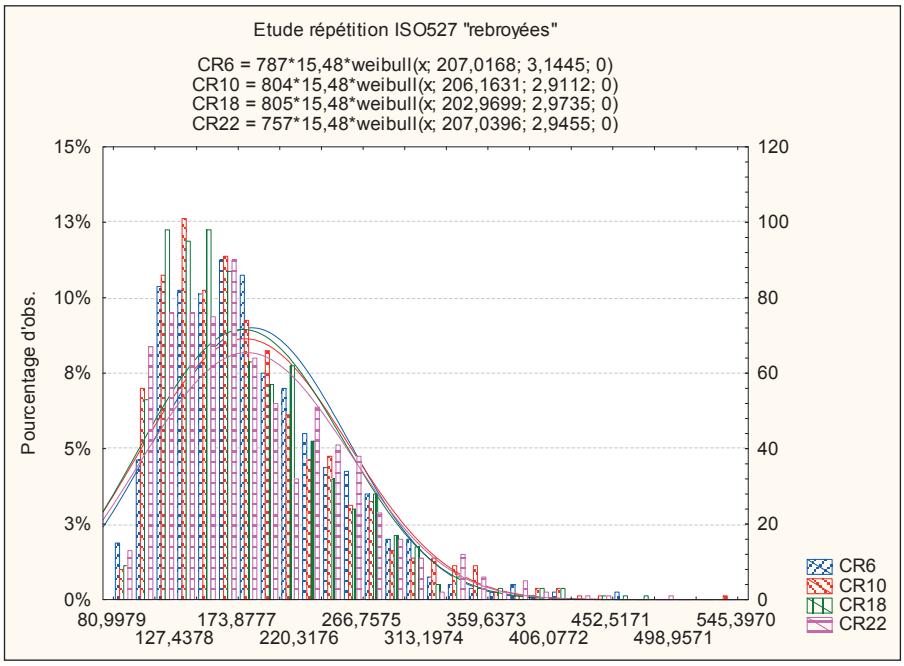


Figure 2.40 : Exemple de FLD à partir d'échantillons prélevés dans les zones utiles de 4 éprouvettes ISO527 rebroyées – Données traitées à l'aide de Statistica®.

1.2.3.5 Densité locale de renforts

1.2.3.5.1 Point de vue macroscopique (échantillons de 1 à 2 mm^3)

La technique utilisée pour quantifier la fraction massique de renfort du PA66GF50 est l'Analyse Thermique Gravitationnelle (ATG).

La procédure mise en place comprend une montée en température progressive à une vitesse de 10°C/min, suivie d'un maintien isotherme de 3h à 650°C. La différence entre la masse de l'échantillon initial et la masse finale nous donne la fraction massique de renfort (M_f).

Nous constatons que le taux de fibre massique M_f varie peu d'un échantillon à un autre, quel que soit la géométrie de l'éprouvette ou les conditions de l'injection. Les valeurs sont comprises entre M_f =49,2% et M_f =49,9% (voir **Figure 2.41** ci-dessous). De plus, aucune ATG n'a pu montrer de différence significative entre le taux de renfort au cœur et en peau d'une éprouvette.

Nous pouvons aisément traduire ces résultats en fraction volumique de fibres de verre (V_f). En effet, connaissant les masses volumiques de la matrice Polyamide et du verre E, par une simple « loi des mélanges » nous pouvons écrire:

$$Vf = \frac{Mf/\rho f}{\frac{Mf}{\rho f}+\frac{Mm}{\rho m}} \qquad (2.9)$$

Avec ρ_f=2.4g.cm^{-3} et ρ_m=1.16g.cm$^{-3,}$ et nous évaluons le V_f entre 31.9% et 32.5% à partir des valeurs de M_f.

Nous pouvons conclure à la bonne répartition macroscopique des renforts, du fait d'une fraction volumique élevée et d'un écoulement simple et peu perturbé lors du remplissage de nos éprouvettes H2 et ISO527.

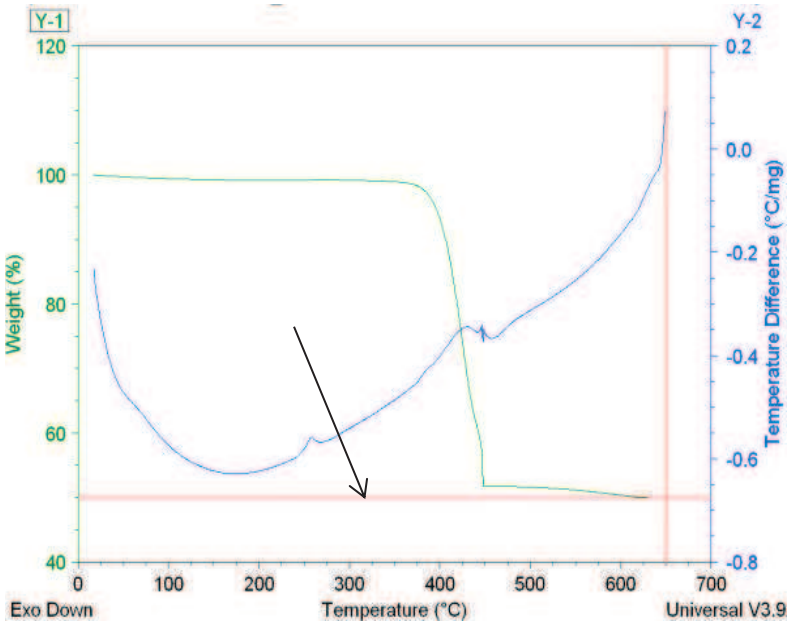


Figure 2.41 : ATG réalisée sur échantillon PA66GF50 prélevé sur éprouvette ISO527 au centre de la zone utile.

1.2.3.5.2 Point de vue microscopique

La microscopie électronique à balayage (MEB) permet d'obtenir un très bon contraste entre la matrice Polyamide et les fibres de verre (respectivement en gris intense et en gris clair sur la **Figure 2.42**). Nous observons que la densité de fibre varie dans une section de 1 à 2 mm². En effet, des amas de fibres sont fréquents (fibres en contact les unes avec les autres), ainsi que des zones de matrice sans fibres de dimension significative. Ces dernières peuvent atteindre 3 à 4 fois le diamètre d'une fibre, soit en 2D 30µm de section circulaire: à l'échelle de la longueur d'une fibre, ces zones de matrice pourraient atteindre un volume de 1.8.10^{-4}mm^3.).

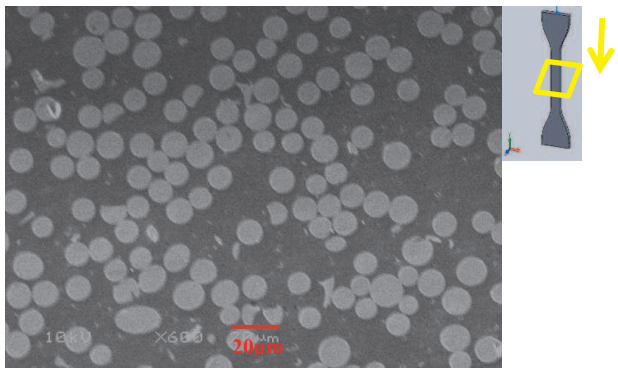


Figure 2.42 : Cliché MEB dans la ZU d'une éprouvette ISO527 en coupe transversale (90° par rapport à la direction d'écoulement principale)

Lors des mesures réalisées en micro-tomographie à rayons X avec une résolution spatiale de 7µm, sur éprouvette H2, nous confirmons la présence de ces zones constituées essentiellement de matrice. Nous observons également des clusters de fibres (voir **Figure 2.43**).

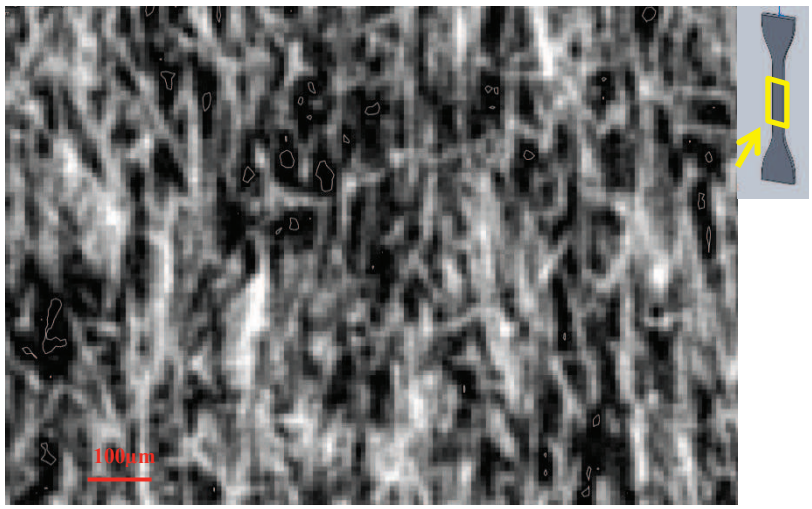


Figure 2.43 : Vue en micro-tomographie à rayons X dans la zone utile d'une éprouvette H2, avec une résolution spatiale de 7µm.

Ces observations sont des données intéressantes pour l'interprétation et la description des mécanismes d'initiation et de propagation sous sollicitation cyclique (voir section 2.3 ci-dessous

1.2.3.6 Taux de cristallisation locale

Comme nous l'avons décrit au cours du chapitre 1, le PA66GF50 a une matrice Polyamide semi-cristalline. La DSC est la technique la plus couramment utilisée pour vérifier le degré de cristallisation d'un polymère.

Nous avons donc prélevé, sur chaque type d'éprouvettes testées, une petite quantité de matière localisée dans la zone utile, en peau ou à cœur.

Le cycle de DSC consiste en une montée en tenpérature à vitesse constante de 10°C/min jusqu'à 350°C, suivie d'une descente en température à la même vitesse jusqu'à 25°C. Une deuxième montée en température suivant les mêmes consignes est ensuite prévue. Comme nous pouvons le voir sur la **Figure 2.44**, ci-dessous, l'intégration du premier pic nous donne l'enthalpie de fusion du PA66GF50, ΔH . Ainsi, le taux de cristallisation est déterminé par le logiciel au regard de l'enthalpie de référence du matériau 100% cristallisé : soit, pour un Polyamide 100% cristallisé, environ ΔH_c=195J/g (donnée fournisseur matière).

Sur la plupart des échantillons testés, quelle que soit la géométrie injectée (plaques, H2, ISO527) et pour la même condition d'injection optimale (T80/P100), le degré de cristallisation moyen est d'environ 32% (intégration du premier pic de cristallisation

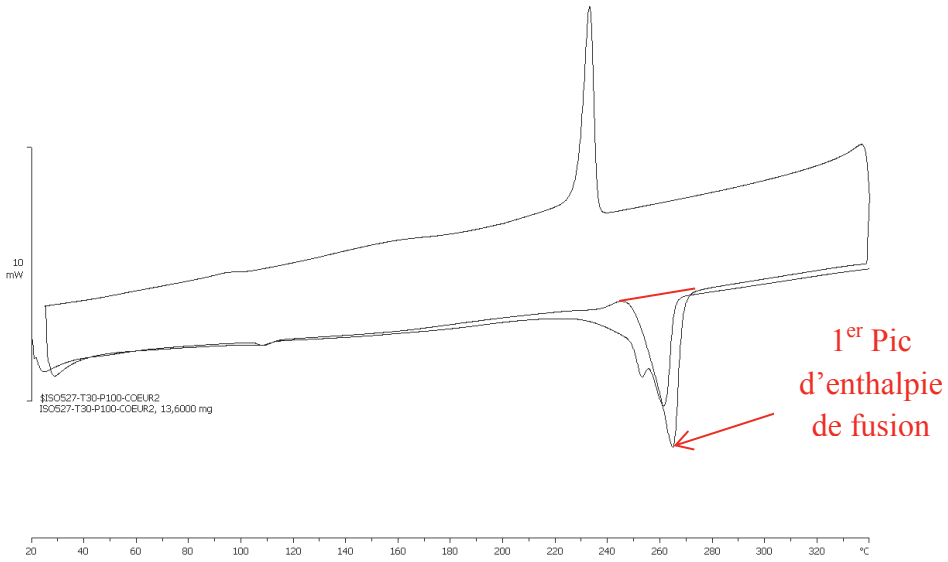


Figure 2.44 : Courbe DSC sur PA66GF50

Néanmoins, un plan d'expériences complet 2^3 *(Pillet, 2000)*[9] a permis de mettre en évidence l'effet de la température du moule (T30/T80) , de la pression de maintien (P30/P100) et de la localisation (cœur/peau) dans une section d'éprouvette ISO527 sur le taux de cristallisation de la matrice. Les résultats sont résumés dans le tableau suivant :

Conditions d'injection	Localisation	Taux de cristallinité (±0.2%)
T30-P30	Cœur	30,2%
	Peau	33,6%
T30-P100	Cœur	27,4%
	Peau	33,2%
T80-P30	Cœur	31,8%
	Peau	31%
T80-P100	Cœur	32,4%
	Peau	31,6%

Tableau 2.4 : Résultats du plan d'expériences 2^3 sur le Taux de cristallisation du PA66GF50

Les graphes des réponses individuelles mettent en évidence l'influence modérée de la température du moule et de la pression de maintien sur le taux de cristallisation de nos éprouvettes ISO527. Par contre, la localisation de l'échantillon dans la section de l'éprouvette injectée a un effet significatif. Ce phénomène trouve une justication probable en regard des phénomènes rhélogiques subis dans cette zone (proche de l'outillage avec un fort cisaillement). La peau est donc une zone fortement plus orientée et plus cristalisée que le coeur. Nous retiendrons donc ce schéma « classique » pour la suite de nos travaux. Nous avons également quantifié les interactions entre ces divers facteurs, mais aucune étude

[9] Plan d'expériences faisant varier 3 facteurs (T, P et localisation dans l'épaisseur) à 2 niveaux. La table obtenue contient toutes les combinaisons possibles (8 au total) sans aucun risque associé. Notons que le fait de ne retenir que 2 niveaux pour chaque facteur suppose une hypothèse de linéarité des réponses associées.

complémentaire n'a été menée pour approfondir ces résultats (sujet interessant certes mais secondaire au regard de nos objectifs).

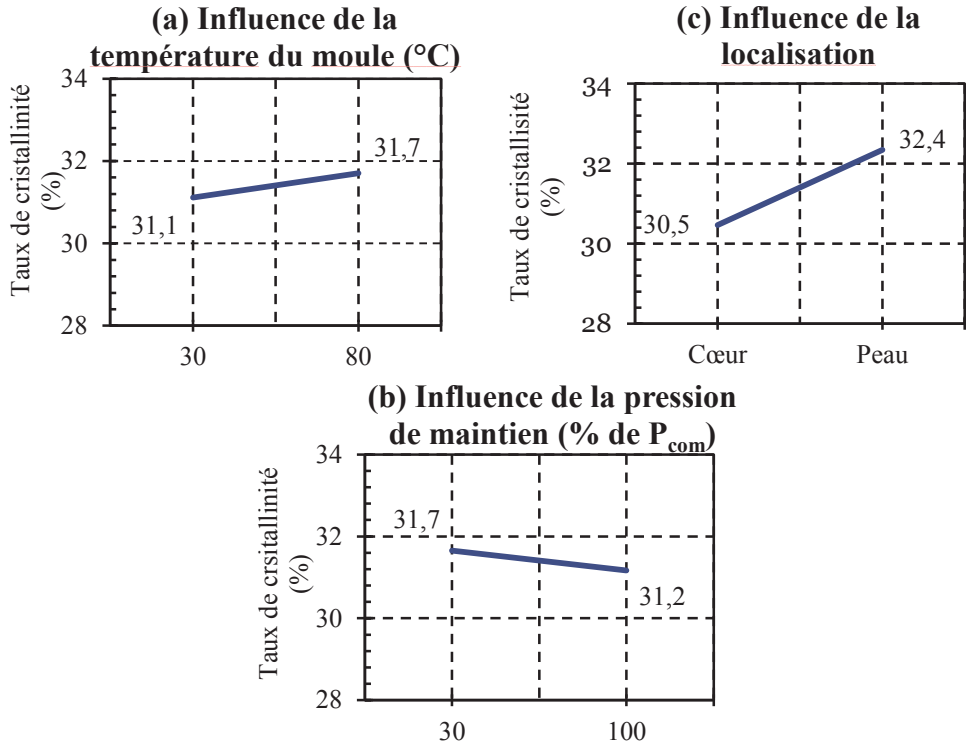


Figure 2.45 : Graphe de réponses individuelles du plan d'expériences 2^3 sur le taux de cristallisation du PA66GF50

1.2.4 Bilan

Au cours de cette section 1.2, nous avons établi un bilan de la géométrie et de la microstructure de nos familles d'éprouvettes. Cette connaissance de l'état du matériau en présence est indispensable à toute interprétation que ce soit de mesures thermomécaniques ou d'observations microscopiques futures (Faciès de rupture au MEB, MTRX, etc.).

Au cours de la prochaine section, nous proposons un protocole d'auto-échauffement permettant une analyse thermomécanique de la réponse sous sollicitation cyclique des éprouvettes ISO527 RH40%. Dans le chapitre 3, ce protocole sera confronté à l'étude des autres familles d'éprouvettes et permettra de dégager l'influence des différentes variations ainsi matérialisées sur la tenue en fatigue du PA66GF50.

2 Proposition d'un protocole d'auto-échauffement et premières analyses

2.1 Protocole des essais d'auto-échauffement.

Comme nous l'avons vu au chapitre 1, un essai d'auto-échauffement consiste à piloter en contrainte, ou en déformation, un essai cyclique par paliers d'amplitude de chargement croissante tout en mesurant simultanément la température moyenne à la surface de l'échantillon.

Le protocole se décline alors en 3 acquisitions simultanées :

- une acquisition des données thermiques par mesure infrarouge (IR) ;
- une acquisition des données mécaniques, en déformation, par extensométrie ou vidéométrie ;
- une acquisition des données mécaniques en effort lors du pilotage par la machine hydraulique.

Dans cette section, nous présentons tout d'abord une description de la technique de thermographie infrarouge. Dans un deuxième temps, nous exposons en détail le protocole de mesure que nous avons développé, en l'appliquant au cas d'une éprouvette ISO527 injectée dans des conditions standards. Nous proposons ensuite une analyse des données mécaniques et une caractérisation microstructurale poussée des mécanismes associés. Enfin, nous confrontons le dépouillement empirique de nos essais d'auto-échauffement aux résultats issus d'une campagne de fatigue (nous rappelons que ce dernier point est approfondi au chapitre 3).

2.1.1 Mesures par thermographie infrarouge

2.1.1.1 Principe

La thermographie infrarouge permet à l'aide d'une caméra (capteur + objectif) de mesurer un champ de flux rayonnant électromagnétique de tout corps chaud (température >0K). Cette mesure se fait dans une bande spectrale bien déterminée, et permet d'obtenir une cartographie des flux rayonnants d'un corps matériel.

2.1.1.1.1 Généralités sur le rayonnement

Le rayonnement est un mode d'échange d'énergie par émission et absorption de radiations électromagnétiques. L'échange thermique par rayonnement se fait suivant le processus :

- émission : conversion de l'énergie fournie à la source en énergie électromagnétique ;
- transmission : La transmission de cette énergie électromagnétique se fait par propagation des ondes avec éventuellement absorption par le milieu traversé ;
- réception : A la réception, il y a conversion du rayonnement électromagnétique incident en énergie thermique (absorption).

Le rayonnement provient d'une transition électronique entre deux états d'énergie d'une molécule ou d'un atome (principe d'émission d'un photon). Le passage d'un niveau d'énergie E à un niveau d'énergie E-ΔE s'accompagne alors de l'émission d'un rayonnement de fréquence ν et d'énergie h×ν suivant la Loi de Planck :

$$E = h \times \nu \tag{2.10}$$

Avec h = $6.62.10^{-34}$ appelée constante de Planck ; [E] = J ; [h] = J.s ; [ν] = s^{-1}

Tout corps matériel, dont la température est supérieure à 0°K, est susceptible d'émettre de l'énergie sous forme de rayonnement. La quantité d'énergie émise est liée à la température du corps.

En effet, les corps dits « réels » émettent et reçoivent des flux radiatifs. Nous parlerons de flux incident ϕ_i, de flux réfléchi ϕ_r, de flux transmis ϕ_t et de flux absorbé ϕ_a. La loi de conservation de l'énergie nous donne alors :

$$\phi_i = \phi_r + \phi_a + \phi_t \tag{2.11}$$

Posons alors :

$$\begin{cases} \rho = \phi_r/\phi_i \\ \alpha = \phi_a/\phi_i \\ \tau = \phi_t/\phi_i \end{cases}$$

Ainsi, on dit alors que les corps « réels » réfléchissent une fraction ρ, absorbent une fraction α et transmettent une fraction τ du rayonnement.

A l'équilibre thermodynamique, les flux d'émission et d'absorption sont, pour chaque fréquence et dans chaque direction, égaux (Loi de Kirchhoff). Soit ε le terme d'émission appelé émissivité spectrale, la loi de conservation de l'énergie s'écrit alors :

$$\varepsilon + \rho + \tau = 1 \tag{2.12}$$

Le rayonnement mesurable d'un corps dont la température est T, est la somme de 3 contributions (voir **Figure 2.46**):

- La température du corps T qui est la source du rayonnement propre (émission)
- La température du milieu ambiant T_a (réflexion de la fraction ρ de l'énergie rayonnée par le milieu ambiant)
- La température du fond T_f (transmission de la fraction τ de l'énergie rayonnée par le fond)

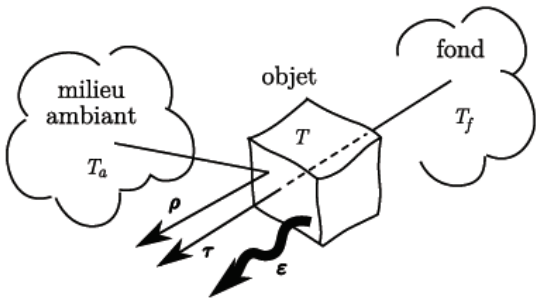


Figure 2.46 : Décomposition des 3 contributions du rayonnement mesurées par une caméra IR, d'après (Gaussorgues, 1984).

2.1.1.1.2 Le Corps noir

Un corps noir est un corps qui, pour une température donnée, émet le maximum d'énergie. L'absorption découlant des mêmes règles, ce corps peut être défini comme celui dont le pouvoir d'absorption est maximal. Pour un corps noir, le facteur d'absorption est α = 1 et ceux pour toutes les directions, et toutes les longueurs d'onde. Ce corps absorbe tout le rayonnement qu'il reçoit sans en réfléchir ni transmettre une quelconque fraction. C'est le corps de référence en thermique : son nom provient du fait qu'il apparait en couleur noire sous rayonnement visible.

La loi de Planck définit l'émittance monochromatique du corps noir M_λ^0 *en* fonction de la longueur d'onde λ et de sa température absolue T:

$$M_\lambda^0 = \frac{dM^0}{d\lambda} = \frac{C_1\lambda^{-5}}{e^{\frac{C_2}{\lambda T}} - 1} \tag{2.13}$$

Avec C_1 et C_2 des constantes :

$$\begin{cases} C_1 = 2\pi hc^2 \\ C_2 = \dfrac{hc}{k} \end{cases}$$

Et h constante de Planck, h = $6.62.10^{-34}$ [J.s] ; k constante de Boltzmann, k = $1.3805.10^{-23}$ [$J.K^{-1}$] ; c la vitesse de la lumière dans le vide, c = 299792458$m.s^{-1}$.

La loi de Stephan exprime la puissance rayonnée totale par unité de surface (émittance énergétique totale) en fonction de la température absolue de la surface du corps :

$$M_T^0 = \sigma T^4 \tag{2.14}$$

Avec σ constante de Stephan, σ = $5.66897.10^{-8}Wm^{-2}K^{-4}$

Une caméra IR n'étant sensible qu'à une bande spectrale donnée Δλ = [λ_1 ; λ_2], la puissance qu'elle mesure est donc :

$$\int_{\Delta\lambda} M_T^0 \, d\lambda \tag{2.15}$$

2.1.1.1.3 Application aux mesures sur PA66GF50

Comme nous venons de le voir, le flux mesuré par la caméra IR, que l'on notera R_{det} est la somme de 3 contributions et s'écrit :

$$R_{det} = \int_{\Delta\lambda} \rho(\lambda) M^0_{T_a} \, d\lambda + \int_{\Delta\lambda} \tau(\lambda) M^0_{T_f} \, d\lambda + \int_{\Delta\lambda} \varepsilon(\lambda) M^0_T \, d\lambda \qquad (2.16)$$

Le premier terme correspond à la fraction réfléchie, le deuxième terme exprime la fraction transmise, et le troisième la fraction émise par le matériau. Notre PA66GF50 est composé d'une matrice Polyamide enrobant entièrement des fibres de verre. Ce matériau est opaque (τ =0), très mauvais conducteur thermique et électrique. Il appartient à la famille des corps gris, mais est très proche d'un corps noir d'un point de vue rayonnement infrarouge. En effet, l'émissivité totale de notre matériau a été quantifiée à 0.94 (ce qui est très proche de l'émissivité des peintures préconisées pour ce type d'essais dans le cadre des matériaux métalliques). Nous ne jugeons donc pas utile de peindre en noir nos éprouvettes, car nous pensons négligeable le terme de réflexion lié aux objets environnants.

2.1.1.2 Traitement du signal

Le traitement du signal présenté dans cette section a été développé et mis au point lors de la thèse de Vincent Le Saux (*(Le Saux, 2010))*. Les données de mesure « brutes », nommées « Digital Level » (DL) doivent subir un certain nombre de corrections avant d'être converties en cartographie de température (procédure en 2 étapes). Parmi celles-ci, nous devons appliquer une correction de non-uniformité (NUC) car le signal est dégradé par un bruit invariant d'une image thermique à une autre : c'est le bruit spatial fixe (BSF) qui traduit des non-conformités de conversions flux/signal dues à des disparités au niveau des détecteurs et de l'interface électronique. De plus, certains pixels offrent une réponse très éloignée de la réponse moyenne de la matrice de détecteurs. Ce sont des « mauvais pixels », ou « bad pixels » (BP).

2.1.1.2.1 NUC et Calibration

Il existe plusieurs niveaux de correction possible pour traiter les non-uniformités : on parlera alors de NUC 1 point, 2 points et n points. La NUC 2 points est la plus utilisée et offre une correction suffisante si on ne cherche pas à mesurer un champ de température absolue. Cette technique de correction consiste à exposer la caméra à 2 champs de température uniforme (une température dite basse et l'autre dite haute) à l'aide d'un corps noir étendu. Partant du principe que la réponse de chaque détecteur $\phi_{i,j}$ doit être la plus proche possible de la réponse moyenne $\bar{\phi}_{i,j}$ de la matrice de détecteurs, on peut lui appliquer un gain $\alpha_{i,j}$ et un offset $\beta_{i,j}$ tels que :

$$\bar{\phi}_{i,j} = \alpha \phi_{i,j} + \beta_{i,j} \qquad (2.17)$$

Notons que les calibrations sont auto-compensées en température c.à.d. qu'elles intègrent l'influence de la température de la caméra sur la mesure.

Pour les mesures nécessitant une valeur absolue précise pour chaque pixel (mesure de champ 2D), une « calibration pixel par pixel auto-compensée » est nécessaire. Ce type de calibration a été mise au point par Vincent Le Saux concernant le LBMS. Le principe général est le suivant : un polynôme est identifié pour chaque pixel, indépendamment de ses voisins, et permet de relier la valeur numérique brute donnée par la caméra (DL) à la température. Par rapport à la procédure en 2 étapes également présentée dans cette section, un gain significatif en précision est notable (précision de l'ordre de 10mK) *(Poncelet, 2007)*. Notons néanmoins, que la procédure actuelle est très couteuse en temps (polynôme à 15 paramètres pour chaque pixel), et est en cours d'optimisation. Nous réserverons son utilisation aux mesures de champ 2D pratiqués au cours du chapitre 5. Ce type de calibration n'a que peu d'intérêt dès que l'on exploite les mesures par des moyennes par zone étudiée (cas des analyses réalisées en chapitre 2, 3 et 4).

2.1.1.2.2 Bad pixels et conversion en température

Une valeur issue d'un BP est généralement remplacée par la valeur des pixels voisins le plus proche (et non Bad Pixel). Enfin, pour la conversion en température, nous pouvons appliquer une loi polynomiale d'ordre 3 ou 4, déterminé par une calibration préalable, afin de transformer les DL en température T [°C], tel que :

$$T = \sum_{n=0}^{4} a_n \, DL^n \qquad (2.18)$$

Nous obtenons une précision de 20mK et une erreur de mesure de l'ordre de 2%, ce qui est amplement suffisant pour nos essais.

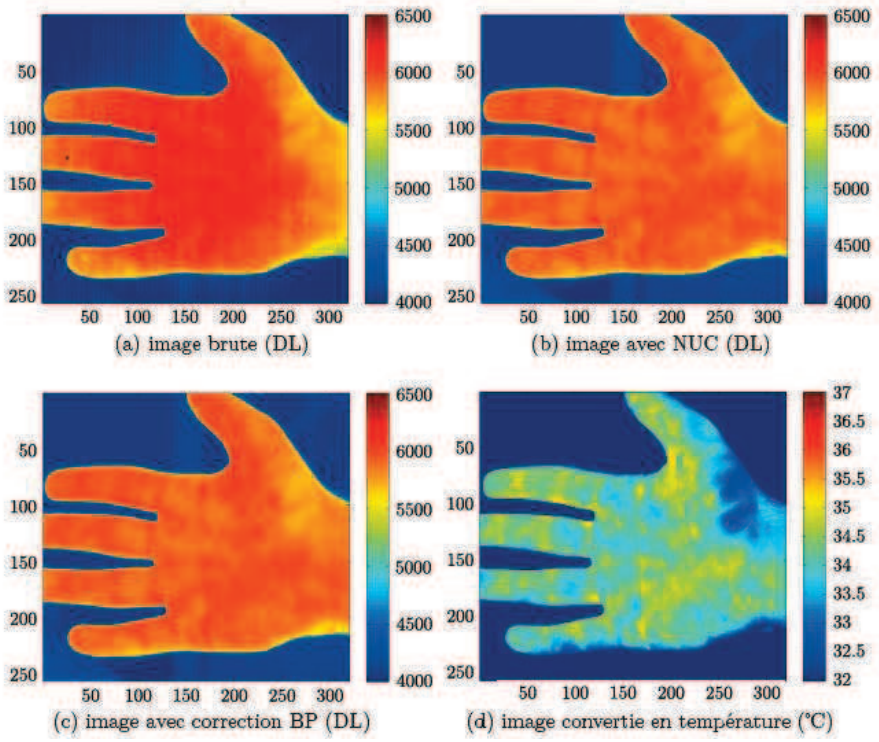


Figure 2.47 : Images issues de mesures avec caméra IR pour différents niveaux de correction (Le Saux, 2010)

2.1.1.3 Présentation du matériel de mesure disponible au LBMS

2.1.1.3.1 Caméras Infrarouges

Nous disposons de 2 caméras pour réaliser l'acquisition des données thermiques.

La première est une caméra « MWIR 9705 FLIR[10] » munie d'une matrice de détecteurs « 256×320 pixels », codés sur 14 bits et sensibles sur la bande spectrale $\Delta\lambda$= [3µm ; 5µm]. Ces détecteurs sont refroidis à une température de 77 K par un moteur Stirling afin de maximiser leur détectivité (grandeur liée au rapport signal/bruit). Avec l'objectif 50 mm utilisé, la résolution spatiale est de 30µm/pixel, et une précision de mesure de l'ordre de 25mK.

La seconde est une caméra FLIR SC7600BB disposant d'une matrice de détecteurs 640×512 pixels, codés sur 14 bits et sensibles sur la bande passante spectrale $\Delta\lambda$= [3.5µm ; 5µm]. Ces détecteurs sont refroidis à une température de 76K par un moteur Stirling afin de maximiser leur détectivité. La précision de mesure affichée par le constructeur est de 20mK, et la résolution spatiale de 15µm/pixel. La fréquence d'acquisition est de 100 Hz. Deux objectifs sont disponibles : un objectif G1 et un objectif 50 mm (voir description ci-dessous).

2.1.1.3.2 Caractéristiques des objectifs utilisés

Le **Tableau 2.5** et le **Tableau 2.6** présentent les caractéristiques des 2 capteurs utilisés lors de nos mesures thermiques au LBMS. La grandeur MTF (Modulation Function Transfer) permet de quantifier la qualité de l'optique (une valeur de 100% correspond à un objectif parfait qui n'est pas sensible à la diffraction). Nous utilisons généralement l'objectif 50mm pour les éprouvettes standards de grandes dimensions et les pièces structurelles. L'objectif G1 est utilisé pour les mesures fines localisées (ex : ligne de soudure sur éprouvettes H2 standards).

Propriétés	**Valeurs**
Bande spectrale	3.5-5µm (±0.25)
Transmission	94%
Distance objectif/objet	1.5m-∞
MTF au centre	64% à 16.67 cycles/min
MTF aux bords sup et inf	72% à 16.67 cycles/min
MTF aux bords gauche et droit	70% à 16.67 cycles/min
MTF aux coins	64% à 16.67 cycles/min

Tableau 2.5 : Caractéristiques de l'objectif 50mm.

[10] Matériel disponible au LBMS – ENSTA Bretagne/UBO/ENIB – Brest (29)

Propriétés	Valeurs
Bande spectrale	3.7-5.15µm (±0.25)
Transmission	>70%
Distance objectif/objet	300mm (±0.15)
MTF au centre	60.4% à 16.67 cycles/min
MTF aux bords sup et inf	37.9% à 16.67 cycles/min
MTF aux bords gauche et droit	44.0% à 16.67 cycles/min
MTF aux coins	43.3% à 16.67 cycles/min

Tableau 2.6 : Caractéristiques de l'objectif G1.

2.1.2 Dispositif expérimental et éprouvette

Nos essais d'auto-échauffement sont réalisés sur une machine de fatigue hydraulique INSTRON 1342[11] équipée d'une cellule d'effort de 100kN et dotée de mors hydrauliques.

Les éprouvettes choisies pour réaliser nos premiers essais, et valider la démarche de caractérisation rapide, sont les éprouvettes ISO527 injectées dans des conditions optimales (T80/P100) et avec un taux d'humidité relative de 40%[12] (RH40). Leurs dimensions et leur microstructure permettent un pilotage aisé en contrainte (rapport signal/bruit et précision du pilotage en effort dans le respect de la consigne).

L'acquisition des données mécaniques est réalisée par un extensomètre INSTRON (référence 2610-601) de longueur initiale 12.5mm placé au centre de la zone utile des éprouvettes (voir **Figure 2.48**).

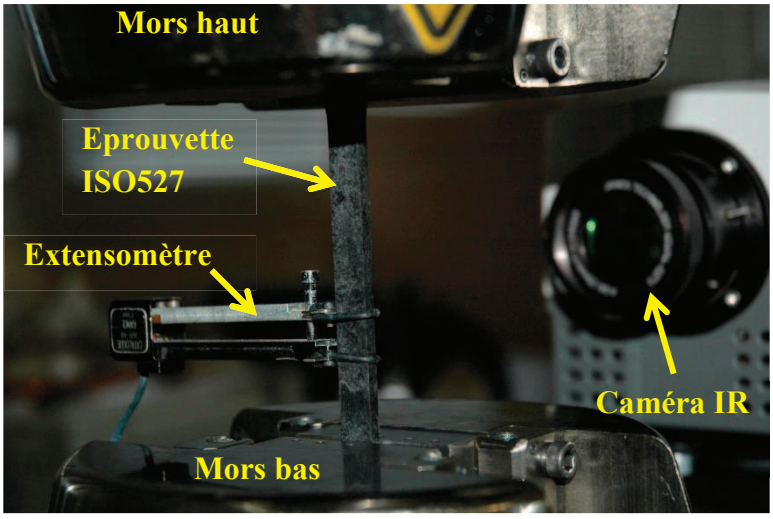


Figure 2.48 : Dispositif expérimental des essais d'auto-échauffement.

[11] Matériel disponible au LBMS – ENSTA Bretagne/UBO/ENIB – Brest (29)
[12] Une mesure systématique de masse avant chaque essai permet de quantifier la teneur en eau de chaque éprouvette. Cette teneur en eau est ensuite traduite en ration d'humidité relative à l'aide de courbes données par le fournisseur matière.

La fréquence d'acquisition est systématiquement désynchronisée vis-à-vis du signal de consigne mécanique (1Hz). Nous imposons donc une fréquence d'acquisition de 0.7Hz aux mesures thermiques afin d'avoir à la fois, une description suffisante du couplage thermoélastique, et une description complète de l'évolution de la température moyenne des zones étudiées pour un nombre d'images acceptable.

Un caisson est tout de même disposé autour du dispositif de mesure afin de l'isoler au maximum notre matériau de l'environnement environnant (réflexions parasites, etc.) (voir **Figure 2.49** ci-dessous).

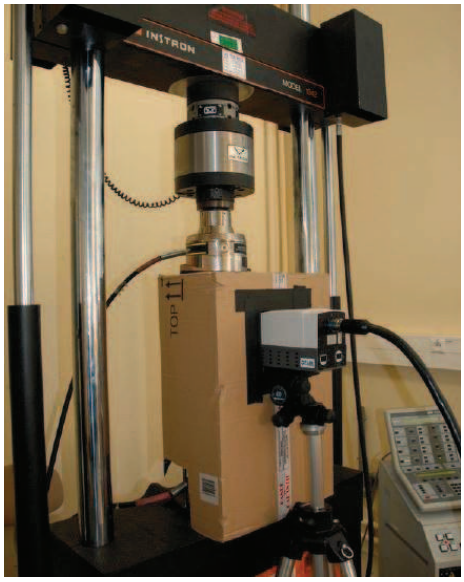


Figure 2.49 : Dispositif expérimental utilisé pour les mesures thermiques sur INSTRON® (Le Saux, 2010)

La variation de température mesurée Θ provient de 3 mesures moyennes effectuées dans 3 zones bien identifiées:

- température notée T : zone sur l'éprouvette entre les couteaux de l'extensomètre ;
- température notée T^u : zone sur le mors du haut fixe (upper grip) ;
- température notée T^l : zone sur le mors du bas en mouvement (lower grip).

En effet, la température T à la surface de l'éprouvette nous donne une indication du matériau en temps réel, la température T^u nous donne la température ambiante en temps réel, et la température du mors en mouvement lors des essais T^l nous donne l'influence de l'actionneur hydraulique.

Nous pouvons alors appliquer une correction au calcul de variation de température, en tenant compte des variations de température ambiante (T^u) et des variations de température du groupe hydraulique de l'INSTRON® (T^l) :

$$\theta = T - T_0 - \left[\frac{(T^u - T_0^u) + (T^l - T_0^l)}{2}\right] \qquad (2.19)$$

Avec (T_0, T_0^u et T_0^l) les températures expérimentales initiales.

La **Figure 2.50** ci-dessous montre un exemple classique de suivi de température lors d'un essai d'auto-échauffement. Nous remarquons dans la partie supérieure du graphique l'amplitude du signal thermique du couplage thermoélastique accompagné d'une montée en température moyenne, puis d'une stabilisation, et se terminant par un retour à l'équilibre (sous effort piloté nul). Dans la partie inférieure de la même figure, les températures des mors nous donnent l'évolution de l'ambiante et de l'influence de l'actionneur hydraulique. Elles sont aussi le reflet d'un bruit de mesure faible.

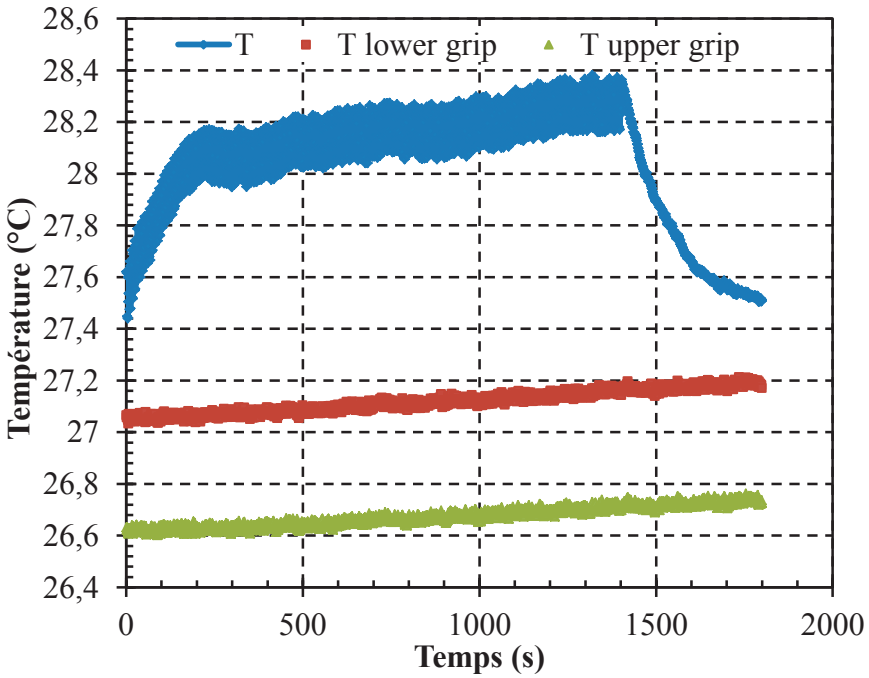


Figure 2.50 : Evolution des températures moyennes dans les 3 zones (T température zone utile, « T lower grip » température mors du bas, « T upper grip » température mors du haut) lors d'un essai d'auto-échauffement.

2.1.3 Conditions expérimentales

Les expérimentations sont réalisées à température ambiante (24 à 27°C) avec un rapport de charge R=0.

La fréquence choisie pour le signal sinusoïdal est f=1Hz : cela permet de limiter l'influence des termes sources liés au comportement viscoélastique, ou viscoplastique, de notre matériau (et donc de limiter l'élévation de température du PA66GF50). C'est également la fréquence que nous avons choisie pour les essais de fatigue. Lors de nos mesures, nous avons mesuré des températures θ inférieures à 10°C pour les paliers de contraintes les plus élevés, ce qui nous garantit la non influence de la fatigue d'origine thermique.

La programmation d'un palier d'auto-échauffement comprend 2 phases : une sollicitation pendant 2000 cycles, suivie d'un maintien de 10 min à effort nul. Au cours de la première phase, nous observons une élévation progressive de la variation de température θ , puis sa stabilisation à une valeur que nous noterons $\bar{\theta}$. Cette stabilisation est le signe qu'un équilibre

thermique (conduction et convection) est atteint sous sollicitation cyclique, donc que la dissipation est constante sous chargement. Lors de la deuxième phase, l'échantillon refroidit et atteint un équilibre thermique à la température ambiante (voir **Figure 2.51** ci-dessous). D'un point de vue mécanique c'est aussi une phase de recouvrement partiel, ou total, de la déformation résiduelle.

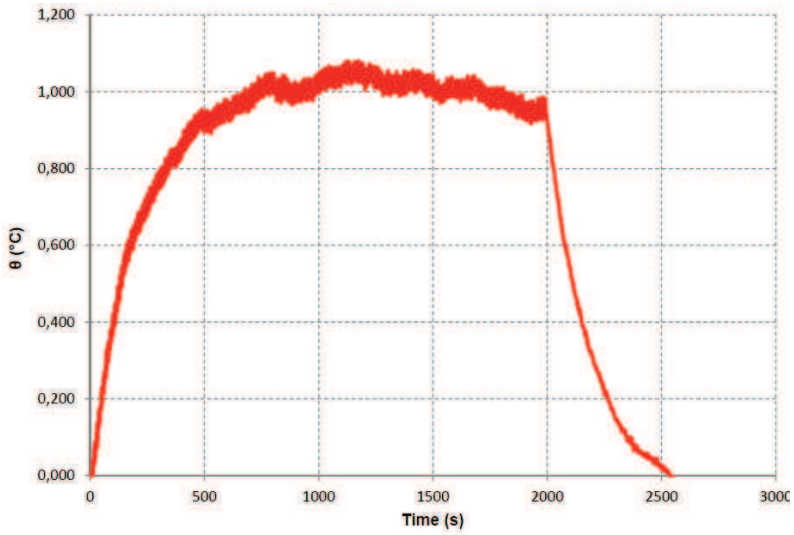


Figure 2.51 : évolution de la température θ durant un palier d'auto-échauffement à une amplitude de contrainte de 30MPa, R=0, f=1Hz, T_{amb}=23°C.

2.1.4 Résultat d'un essai d'auto-échauffement et première analyse.

Nous présentons dans cette section des résultats obtenus sur 7 éprouvettes ISO527 injectées et conditionnées de manière identique. Nous postulons donc une microstructure et un RH40% identiques. Elles portent les noms « Test 1 à 7 » sur la **Figure 2.52** ci-dessous.

L'éprouvette appelée « Test 1 » a subi 3 paliers à amplitude de contrainte croissante, l'éprouvette « Test 2 » a subi 6 paliers à amplitude de contrainte croissante et les 5 autres éprouvettes, nommées « Test 3 à 7 », ont subi pour chacune d'entre elles, un essai composé d'un palier unique : la seule disctinction étant l'amplitude de contrainte imposée. Tous les points issus de ces différents essais et éprouvettes suivent la même courbe, ce qui illustre une très bonne répétabilité de nos essais.

La différence de température moyenne est croissante mais relativement faible sur les premiers paliers : les amplitudes de contraintes sont alors inférieures à 38MPa.

Même si la transition est plus douce que pour les matériaux métalliques, nous observons une élévation plus rapide de l'auto-échauffement pour les amplitudes de contraintes supérieures à 40MPa. Notons que l'auto-échauffement atteint 10°C pour le dernier palier.

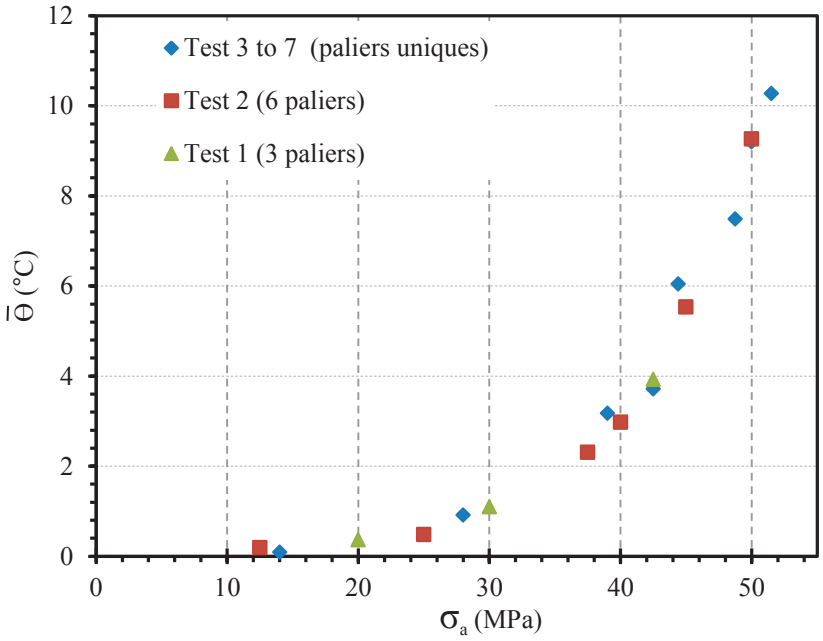


Figure 2.52 : Evolution de la température de stabilisation $\bar{\theta}$ en fonction de l'amplitude de contrainte σ_a, pour différents essais.

En l'absence de seuil net, et sachant que les sources de dissipation sont nombreuses sur ce type de matériaux, il parait difficile d'affirmer que ce changement de régime, en terme de comportement thermomécanique, soit uniquement du à un mécanisme pilotant la fatigue et donc à l'existence d'une limite d'endurance. Cette dernière n'a d'ailleurs jamais été mise en évidence dans la bibliographie pour le PA66GF50 et l'on peut douter de son existence. Il faut noter que les températures atteintes sont proches de la Tg. A ce stade de l'interprétation, nous ne pouvons pas affirmer être en présence d'un seuil au-delà duquel des mécanismes liés à un début de viscoplasticité, ou d'endommagement, seraient activés. Il nous faut donc confronter ces résultats aux indicateurs « classiques » de la mécanique, et chercher des informations microstruturales.

2.2 Analyse des données mécaniques

Pour chaque palier d'auto-échauffement, nous pouvons suivre l'évolution des boucles d'hystérésis générées par le chargement cyclique piloté en contrainte. Le trajet « contrainte-déformation » n'est pas équivalent en charge et en décharge, ce qui se caractérise par une courbe de forme elliptique : une partie de l'énergie mécanique est donc dissipée ou stockée à chaque cycle. L'analyse de ces courbes est très riche en informations mécaniques. Ainsi nous pouvons quantifier pour chacune d'entre elles, le module sécant de la boucle d'hystérésis E_{cycl} (voir la droite en pointillé sur la **Figure 2.53)**, la déformation résiduelle $\varepsilon_{rès}$ (voir valeur en abscisse en début et en fin de chaque boucle sur la **Figure 2.53)**, l'aire d'hystérésis A_{hys} (voir l'aire hachurée sur la boucle du cycle 2000 du palier 6 sur la **Figure 2.53)**. Nous pouvons donc tracer l'évolution de ces indicateurs au cours d'un palier d'auto-échauffement, mais aussi comparer chacune de ces valeurs en début (ex : $2^{ème}$ cycle) et en fin de palier (ex : $2000^{ème}$ cycle) et ceci pour chacun d'entre eux.

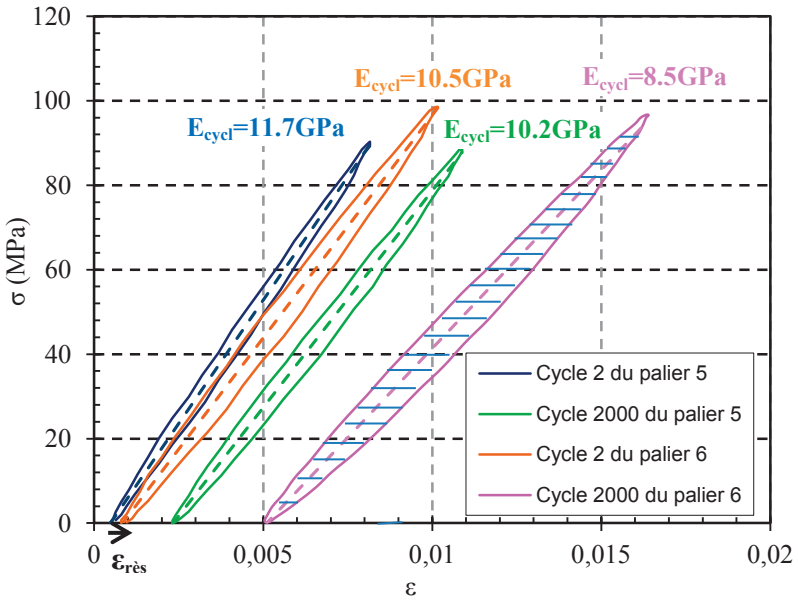


Figure 2.53 : Exemple d'évolution des boucles d'hystérésis pour le 2ème et le 2000ème cycle des paliers 5 et 6 du test 2 : module sécant (en pointillé) tracé sur chaque cycle et aire d'hystérésis en hachuré sur le cycle 2000 du palier 6 (σ_{max}=98 MPa).

Parmi les indicateurs de la mécanique permettant de caractériser une réponse cyclique à l'échelle macroscopique, nous pourrons également retenir l'endommagement scalaire D, défini par:

$$D = \frac{|E_{cyc} - E_0|}{E_0} \qquad (2.20)$$

Avec E_{cycl} le module sécant du cycle considéré et E_0 le module sécant évalué à partir de la courbe de traction monotone pour le niveau de contrainte maxi du cycle étudié (voir exemple de dépouillement pour une amplitude de contrainte maximale de 98MPa sur la **Figure 2.54** ci-dessous).

L'endommagement scalaire traduit, dans ce cas, l'endommagement d'une section sollicitée de façon uni axiale et varie de 0 à 1. Ainsi, avant l'initiation, la raideur du matériau est équivalente pour un essai monotone E_0 et pour un essai cyclique E_{cycl} à contrainte donnée : D=0. Sous la détérioration de la section sollicitée (interprété comme cela à proiri), le module sécant cyclique chute et devient inférieur au module statique : D>0. Quand le matériau atteint un niveau d'endommagement suffisant, l'éprouvette casse, le module sécant cyclique devient nul : D=1.

Ici, l'endommagement scalaire est utilisé comme un moyen pratique d'améliorer la lisibilité des résultats en terme de suivi de la chute de raideur lors de essais cycliques. Cet indicateur sera accompagné du suivi de la déformation résiduelle et/ou de l'évolution de l'aire des boucles d'hystérésis.

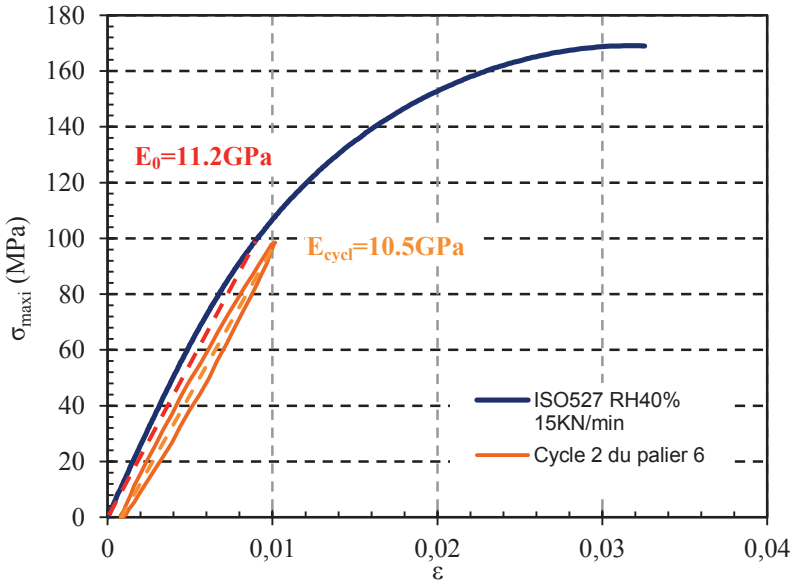


Figure 2.54 : Comparaison du module sécant E_0 (en rouge) tracé sur une courbe de traction monotone (15kN.min^{-1}) d'une éprouvette ISO527 RH40% pour σ_{max}=98MPa et du module cyclique E_{cycl} du cycle 2 du palier 6 (σ_{max}=98MPa).

2.2.1 Aire des boucles d'hystérésis

Comme nous l'avons vu au chapitre 1, l'aire des boucles d'hystérésis A_{hys} traduit l'énergie dissipée, ou stockée, par cycle. Cette énergie est le fruit de l'énergie mécanique convertie par notre matériau. Elle traduit donc le comportement anélastique du PA66GF50, et permet de mettre en évidence l'évolution des termes dissipatifs au cours du temps.

La **Figure 2.55** propose l'évolution de l'aire des boucles d'hystérésis du cycle 2 (début de palier) et du cycle 2000 (fin de palier) pour chaque niveau de chargement imposé lors des 3 tests (Test 1, 2 et 3 précédemment exposés et qui sont superposés afin de vérifier la répétabilité des résultats obtenus en auto-échauffement). Nous constatons que l'aire des boucles d'hystérésis est la même au cours du 2ème cycle qu'au cours du 2000ème cycle. Sachant que la température mesurée montre une différence entre le début du palier (θ croissant) et la fin du palier (stabilisation à $\bar{\theta}$), nous pouvons conclure à l'indépendance de l'aire des boucles d'hystérésis vis-à-vis de la température de l'éprouvette. Ce constat confirme notre hypothèse de termes sources constants, pour chaque palier. De ce fait, la courbe d'auto-échauffement proposée en **Figure 2.52**, semble bien traduire une évolution des termes sources mécaniques en fonction de l'amplitude de contrainte appliquée.

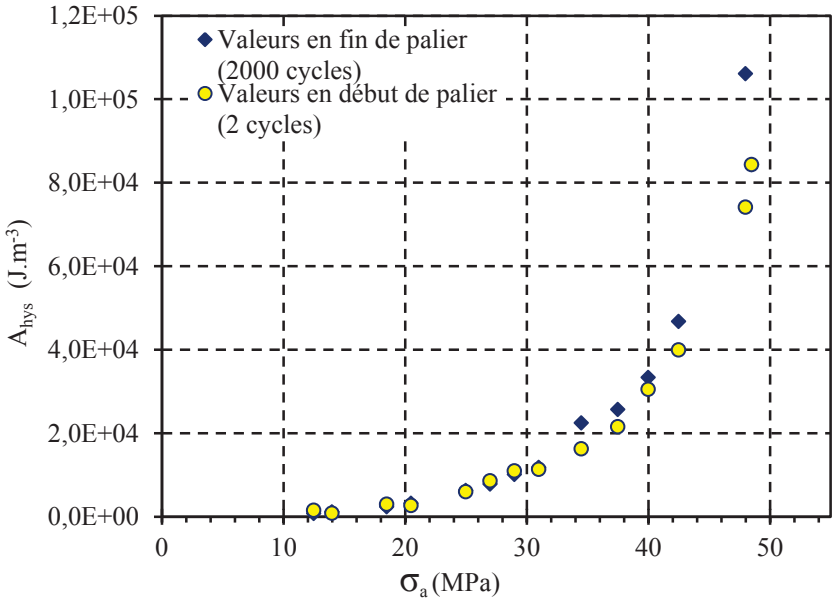


Figure 2.55 : Evolution de l'aire des boucles d'hystérésis en début et en fin de palier d'auto-échauffement pour les Test 1, 2 et 3 (en fonction de σ_a).

Il nous faut identifier les termes sources afin de comprendre l'origine des 2 régimes qui semblent apparaitre sur nos courbes d'auto-échauffement.

2.2.2 « Endommagement » scalaire

Nous observons une différence significative entre l'évolution de l'endommagement scalaire en début de chaque palier (cycle 2), et celle en fin de chaque palier (cycle 2000). Ce constat trouve une justification à travers la chute de raideur apparente provenant de l'influence de l'élévation de la température moyenne décrite précédemment.

Rappelons néanmoins que la température initiale avant chaque palier d'auto-échauffement est la même (retour à l'équilibre thermique permis par un maintien à effort nul de 10 min). Ce constat est encore vrai pour le cycle 2 de chaque palier. De ce fait, l'augmentation significative de l'endommagement scalaire visible pour une amplitude de contrainte de 39MPa, sur la courbe notée cycle 2 en **Figure 2.56**, témoigne probablement de l'activation de mécanismes irréversibles (viscoplasticité et/ou endommagement).

Cette analyse confirme le fait que nous n'avons pas uniquement un effet de la température sur la réponse mécanique du PA66GF50. Nous sommes en présence d'un seuil de viscoplasticité et/ou d'endommagement.

NB : La variabilité des valeurs pour les bas niveaux de contraintes (dont certaines sont négatives) provient de la dispersion expérimentale inhérente à la comparaison de module obtenu en monotone et en cyclique.

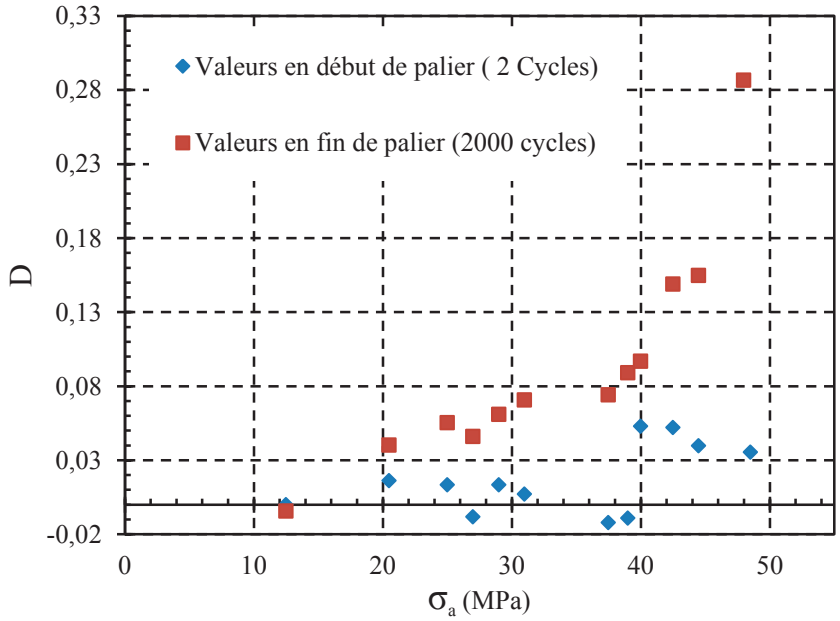


Figure 2.56 : Evolution de l'endommagement scalaire en début et en fin de palier d'auto-échauffement pour les Tests 1,2 et 3.

2.2.3 Déformation résiduelle

Les déformations résiduelles $\varepsilon_{rés}$ que nous avons retenues correspondent aux déformations mesurées à la fin du 2ème cycle et du 2000ème cycle de chaque palier (voir **Figure 2.53** ci-dessus). Nous supposons que le temps de recouvrement (10 min) est suffisamment long pour distinguer la déformation viscoélastique, et la déformation permanente due à la plasticité ou à de l'endommagement. Notons également qu'en fin de recouvrement, la température T du matériau a atteint un équilibre thermique (température initiale T_0). Une analyse de l'évolution de la déformation résiduelle lors du début de chaque palier, nous informe donc bien sur la déformation permanente due aux mécanismes non visqueux ou visqueux à très long terme.

L'écart croissant entre la déformation résiduelle en début et en fin de palier illustre l'effet significatif de la viscoélasticité non linéaire, et/ou de la température atteinte en fin de palier. La déformation permanente est mise en évidence par la déformation en début de palier suivant. Nous notons une déformation résiduelle significative au 2ème cycle du palier 40 MPa, ce qui milite de nouveau pour un seuil dû à de la plasticité et/ou de l'endommagement (voir **Figure 2.57** ci-dessous)

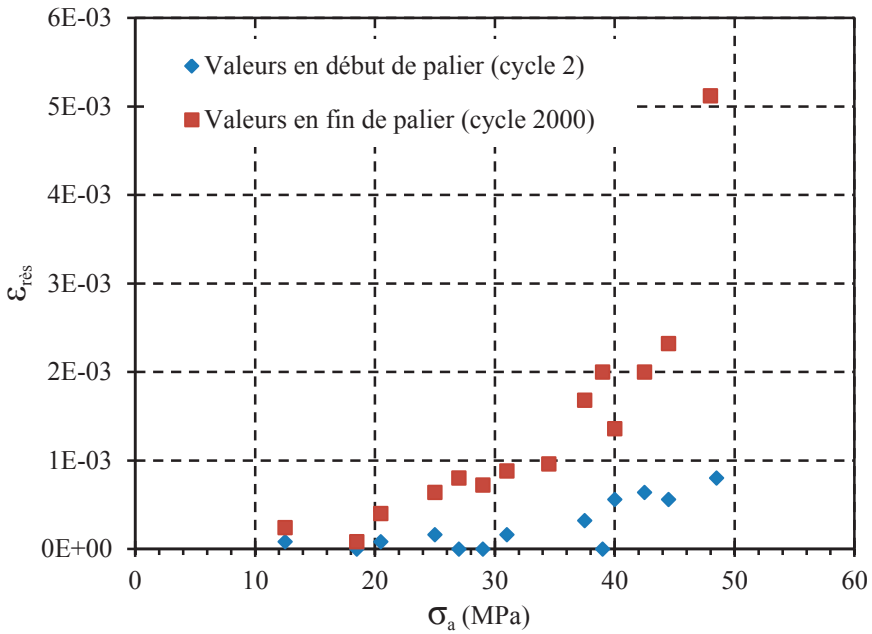


Figure 2.57 : Evolution de la déformation résiduelle en début et en fin de palier d'auto-échauffement pour les Tests 1, 2 et3.

2.3 Analyse des indicateurs microstructuraux

Les données mécaniques indiquent clairement l'apparition de phénomènes irréversibles aux échelles de temps considérées, peu avant 40 MPa. Il nous faut chercher l'origine de ces phénomènes dans la microstructure : est-on en présence de zones de déformation plastique? A-t-on des signes d'endommagement dès le seuil franchi? Peut-on localiser ces phénomènes et les quantifier?

Nous proposons de suivre l'évolution de la microstrcuture d'éprouvettes ISO527 RH40% ayant subi 2000 cycles à différents niveaux de chargement : 2 éprouvettes ont été sollicitées en dessous du seuil présumé de 37 MPa et 3 autres au delà de ce même seuil. Une éprouvette non sollicitée sert de témoin. Parmi les outils à notre disposition, nous utilisons la micro-tomographie rayons X, la microscopie optique et la microscopie électronique à balayage, car ces moyens de caractérisation sont complémentaires : La première technique (MTRX) a une résolution spatiale de 12µm, ce qui ne permet pas d'isoler les vides (initiaux ou créés par l'endommagement). Néanmoins cette technique nous permet de suivre l'évolution de la géométrie et du nombre des zones pauvres en fibres, qui sont autant de sites de plasticité dans lesquels peuvent croitre et se propager l'endommagement. Une localisation de ces sites est également possible à l'échelle de la section sollicitée. Nous l'utiliserons en premier lieu, car elle a l'avantage d'être non destructive et tridimensionnelle. Il est alors possible de découper et de polir les mêmes éprouvettes aux endroits déjà scannés en MTRX, afin de les préparer à des observations 2D. Ces dernières sont sensées apporter un regard plus « précis » sur les mécanismes de plasticité et d'endommagement, afin de tenter de les différencier. Ainsi, la microscopie optique est un bon moyen de vérifier rapidement la quantité et la localisation des défauts. Le MEB, de part son excellent contraste et sa précision, permet une visualisation plus

locale, et facilite la différenciation des défauts types : géométrie des porosités ou vides, fissures, déchaussements de fibres …

2.3.1 Micro-tomographie RX

2.3.1.1 Démarche

Comme nous l'avons évoqué précédemment, deux éprouvettes ont été testées à des amplitudes de contraintes basses : 13MPa pour l'une et 26MPa pour l'autre (ce qui correspond à des contraintes maximales de respectivement 26MPa et 52MPa). Les indicateurs mécaniques ne montrent pas d'activation de mécanismes irréversibles pour ces niveaux de chargement. La réponse thermo-mécanique du matériau se situe alors dans la première partie de courbe d'auto-échauffement, avec une élévation limitée de la différence de température moyenne stabilisée.

Trois éprouvettes ont subi des amplitudes de contraintes plus élevées : 39MPa, 44MPa et 52MPa (soit des contraintes maximales de, respectivement, 78MPa, 88MPa et 104MPa). A ces niveaux de sollicitation, les indicateurs mécaniques nous montrent l'apparition de mécanismes irréversibles (plasticité et/ou endommagement). La contrainte appliquée se situe également dans la deuxième partie de courbe observée sur la courbe d'auto-échauffement : la différence de température moyenne stabilisée augmente de manière importante (voir **Figure 2.52** en section 2.1.4 ci-dessus).

Nous avons scanné 3 zones distinctes au centre de la zone utile des éprouvettes préalablement sollicitées (voir vue 3D sur

Figure 2.58) de manière à avoir un point de vue statistique plus fiable de nos résultats.

Le logiciel myVGL2.0® permet de paramétrer aisément les calculs associés aux mesures obtenues par MTRX. Deux paramétrages s'avèrent primordiaux : le seuillage sur le niveau de gris au-dessus duquel nous considérerons être en présence de zones appauvries en fibres (ZAF) et le nombre minimal de voxels connectés pour considérer cette taille comme critique. Le logiciel comptabilise, comme étant une ZAF, uniquement les volumes répondant simultanément à ces 2 conditions.

Dans un premier temps, le seuillage se fait en visualisant, pour chaque éprouvette, une zone appauvrie en fibre qui semble caractéristique, et en quantifiant le niveau de gris associé. Il sera ensuite conservé pour les 3 zones étudiées d'une même éprouvette. Néanmoins, cette opération doit être renouvelée à chaque éprouvette mesurée, ce qui soulève une incertitude concernant l'objectivité des résultats obtenus. Afin de limiter ce biais expérimental, les 5 éprouvettes ont été « seuillées » les unes à la suite des autres par la même personne, sans que celle-ci n'ai été informée des indications sur la nature des échantillons en présence. Nous proposons en 2.3.1.2 ci-dessous, une méthode d'étalonnage testée a posteriori sur l'échantillon témoin (non sollicité).

La taille retenue pour les zones appauvries en fibres se doit d'être significative afin d'isoler les sites propices à la plasticité ou à l'endommagement, et susceptibles de piloter le comportement mécanique à l'échelle macroscopique. Nous conserverons pour cette série de mesures une taille de 8 voxels, soit un volume d'environ $14.10^{-5}mm^3$ (par exemple un cube de 2 voxels de côté). Ce volume estimé correspond au volume moyen de zones de matrice seule couramment observé sur les clichés 2D au MEB (voir en section 1.2.3.5.2 et **Figure 2.42**). Nous considérerons ces volumes comme étant des sites de potentiels « défauts microstructuraux » (zone fortement plastifiée avec éventuellement création de vides, ou siège de porosités). Dans la suite, et pour des raisons pratiques, nous les appellerons abusivement « défauts » et nous affecterons un indice « d » aux indicateurs les caractérisant.

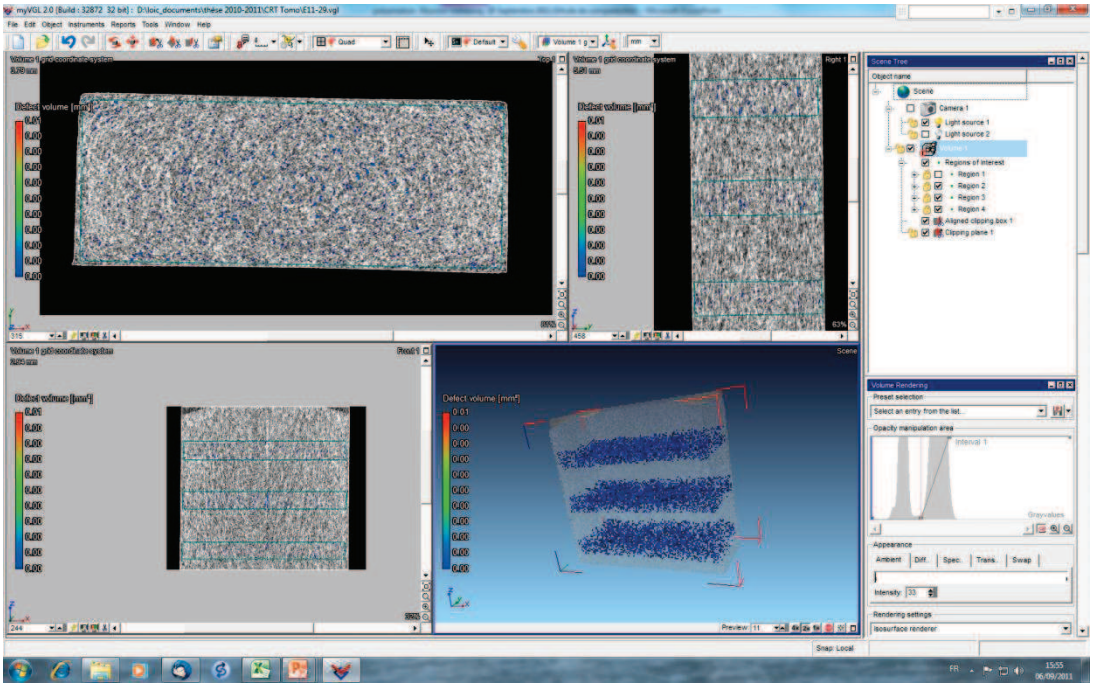


Figure 2.58 : Exemple de visualisation des résultats de mesure MTRX sur le logiciel myVGL2.0®.

2.3.1.2 Etalonnage sur l'échantillon témoin

Conscients de l'incertitude liée au seuillage du niveau de gris associé aux zones appauvries en fibres, nous proposons un protocole de calibration pour les mesures en micro-tomographie rayons X. Ce dernier consiste à coller[13] un morceau de PA66 non renforcé et non sollicité préalablement, sur la zone utile de l'éprouvette en PA66GF50 (à gauche sur la **Figure 2.59**). Ainsi lors des mesures, nous disposons d'un volume de référence constitué uniquement de matrice (et éventuellement de vides ou de porosités dues au procédé d'injection) et ayant été exposé aux rayons X de manière identique à l'éprouvette en matériau composite. Le logiciel myVGL2.0® permet de tracer des histogrammes caractérisant l'intensité des signaux mesurés en fonction du niveau de gris associé.

[13] Un adhésif « double face » est entièrement suffisant pour coller ce petit volume de polymère vierge (quelques mm^3)

Sur la **Figure 2.59**, nous observons alors 3 pics distincts correspondant aux 3 volumes de matières principales traversées par les rayons X. Il faut garder à l'esprit que chaque distribution est caractérisée par des asymptotes horizontales, ce qui prolonge leur étendue de niveau de gris, de part et d'autre de la moyenne, et crée ainsi des zones en recouvrement avec la distribution voisine :

- la distribution la plus à gauche (notée 1 sur la **Figure 2.59**) correspond à de l'air autour de l'échantillon, et est associée à un niveau moyen de gris intense (tirant vers le noir) et une dispersion assez faible ;
- au milieu, une distribution plus faible en intensité (notée 2 sur la **Figure 2.59**) correspond à la matrice PA66 de référence, et est associée à un niveau moyen de gris élevé. Son étendue indique que ce volume est constitué majoritairement de matrice (droite de la distribution), et de porosités (gauche de cette distribution en faible intersection avec la première) ;
- à droite, la distribution (notée 3 sur la **Figure 2.59**) correspond au volume de PA66GF50 mesuré. Son niveau de gris moyen est moins important et son étendue plus large : en effet, cette zone est constituée de vides ou de porosités (prolongement sur la gauche de l'asymptote horizontale en intersection avec la distribution du PA66 vierge et de l'air), de matrice (gauche de la distribution en intersection avec celle du PA66 vierge uniquement) et de fibres de verre (droite de la distribution avec un niveau de gris faible).

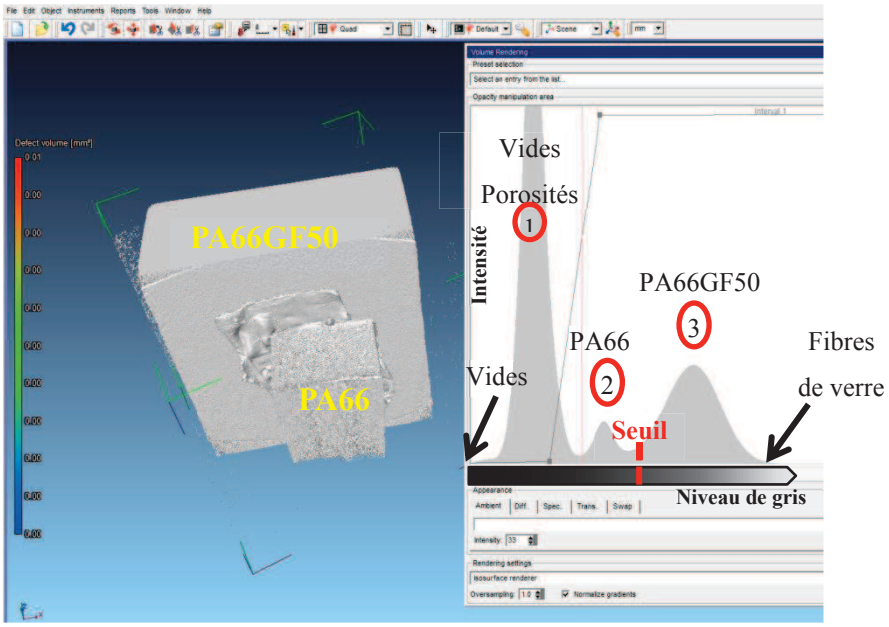


Figure 2.59 : Vue 3D du dispositif d'étalonnage (à gauche) et courbes d'intensité du signal mesuré par rapport au niveau de gris (à droite).

Nous pouvons donc définir un seuillage systématique en prenant comme niveau de gris de référence la valeur maximale de la 2ème distribution. Nous postulons alors que cette frontière virtuelle correspond à la frontière entre des zones uniquement constituées de matrice et/ou de vides et des zones constituées de matériau composite avec une proportion volumique de fibres de verre plus ou moins importante. Nous pensons isoler ainsi les zones appauvries en fibres de manière répétable, en réduisant le biais expérimental.

A la suite de cette procédure d'étalonnage, les résultats obtenus pour l'échantillon de PA66GF50 non sollicité sont en adéquation avec les résultats issus du seuillage visuel et ceci pour les différents indicateurs présentés en 2.3.1.3 ci-dessous. Cela conforte l'application de ce dernier, mais ne garantit pas avec certitude la qualité des résultats obtenus précédemment. Il faudra préférer dans l'avenir l'application systématique de la procédure d'étalonnage présentée dans cette section.

2.3.1.3 Indicateurs retenus

Les indicateurs permettant de caractériser l'évolution de la microstructure, en fonction des amplitudes de contraintes préalablement subies, sont:

- la fraction volumique de « défauts » notée V_d, correspondant au rapport entre le volume total étudié et le volume occupé par les ZAF ;
- la densité volumique de « défauts » notée $\overline{w}_d$, exprimant le nombre de ZAF par unité de volume [mm^{-3}] ;
- le volume du plus gros « défaut » noté v_{dmax} [mm^3] ;
- le volume du « pavé moyen équivalent » (pme) englobant les « défauts », noté v_{pme} [mm^3] ;
- la somme des projections suivant les axes $\vec{X}$, $\vec{Y}$ et $\vec{Z}$ des « défauts », notées respectivement $\sum P_X$, $\sum P_Y$ et $\sum P_Z$ [mm^2] ;
- la position dans la section ($\vec{X}$; $\vec{Y}$) des plus gros « défauts ».

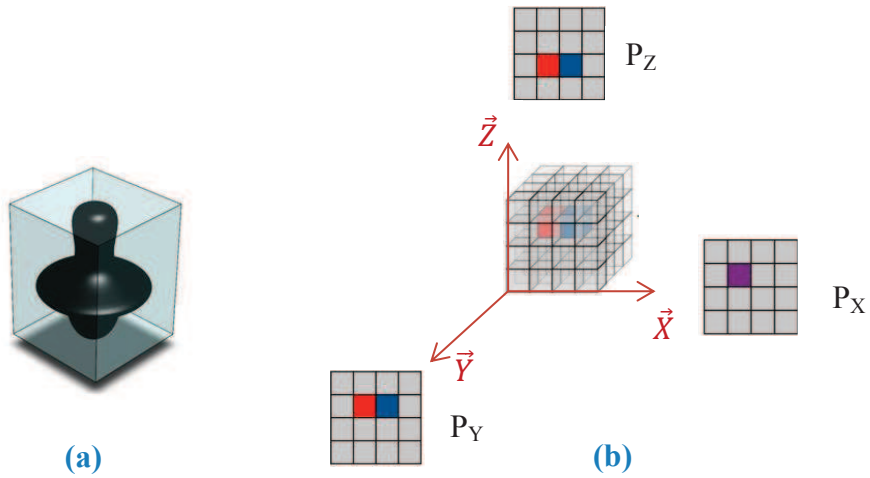


Figure 2.60 : Illustration des indicateurs retenus en MTRX pour caractériser les ZAF : (a) v_{pme} et (b) P_X, P_Y et P_Z pour défaut à 2 voxels de volume.

2.3.1.4 Résultats

2.3.1.4.1 Nombre de « défauts »

La fraction volumique de « défauts » reste faible (1 à 1.5%) et assez constante pour des amplitudes de contraintes inférieures ou égales à 26MPa. Ensuite, elle augmente significativement à partir de 39Mpa (>3%). Nous retrouvons bien un seuil de plasticité et/ou

d'endommagement avant 39 MPa, mais cette fois-ci, c'est un indicateur microstructural qui le met en évidence (voir **Figure 2.61**). La dispersion est plus élevée sur les paliers 39MPa et 44 MPa que pour le dernier palier à 56MPa, ce qui est probablement le reflet de mécanismes moins dispersés en phase d'initiation que pour des valeurs de contrainte supérieures.

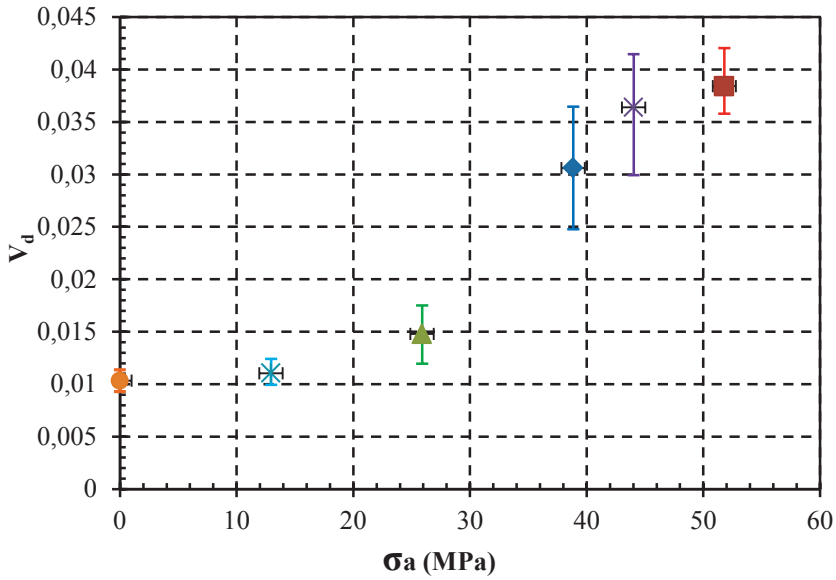


Figure 2.61 : Evolution de la fraction volumique de « défauts » en fonction de l'amplitude de contrainte.

La densité volumique de défauts suit la même évolution : débutant à un peu plus de 300 défauts par mm^3 pour les niveaux de contraintes inférieurs à 39MPa, le nombre augmente significativement au-delà (voir **Figure 2.62**). Nous assistons donc à une croissance significative du nombre de défauts par unité de volume : probablement un signe de mécanismes qui se seraient activés au cœur de notre matériau.

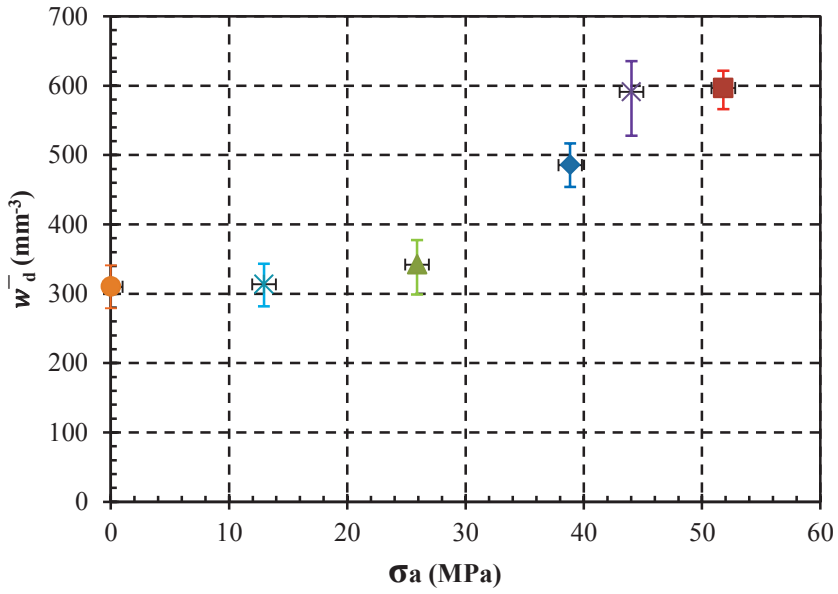


Figure 2.62 : Evolution de la densité volumique de défauts en fonction de l'amplitude de contrainte

2.3.1.4.2 Taille maximale des « défauts »

Le volume maximal des défauts rencontrés évolue entre $1.10^{-3}mm^3$ et $4.10^{-3}mm^3$. Nous observons une augmentation très significative du volume du plus gros « défaut » rencontré, à partir de 39MPa d'amplitude de contrainte (voir **Figure 2.63**). Comme nous l'observons sur une vue 3D, ces très larges zones appauvries en fibres peuvent être de géométries complexes et atteindre des dimensions importantes : 0,48×0,55×0,84mm sur le défaut en couleur rouge illustré en **Figure 2.65.**

Le volume du pavé moyen englobant les « défauts » est soumis à la même évolution (**Figure 2.64**), mais l'augmentation, même si elle est significative, est moins importante (ce qui est logique d'un point de vue statistique).

Nous pouvons conclure à une augmentation des tailles moyenne et maximale des ZAF. Ce phénomène est en adéquation avec l'hypothèse de seuil.

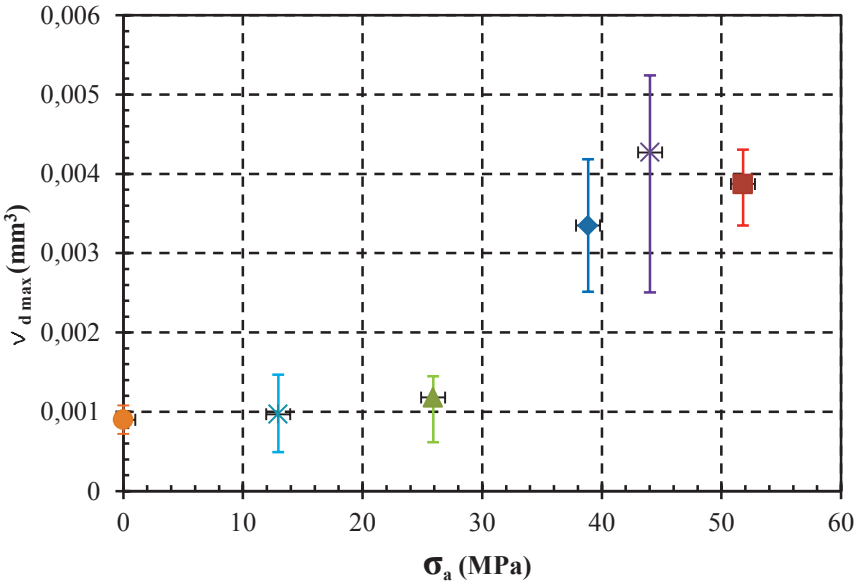


Figure 2.63 : Evolution du volume de plus gros « défaut » en fonction de l'amplitude de contrainte.

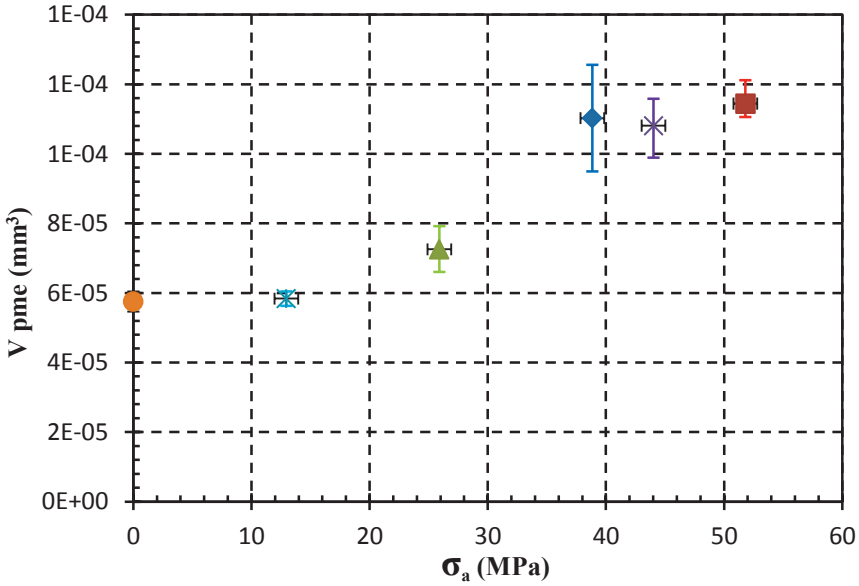


Figure 2.64 : Evolution du volume du pavé moyen équivalent en fonction de l'amplitude de contrainte.

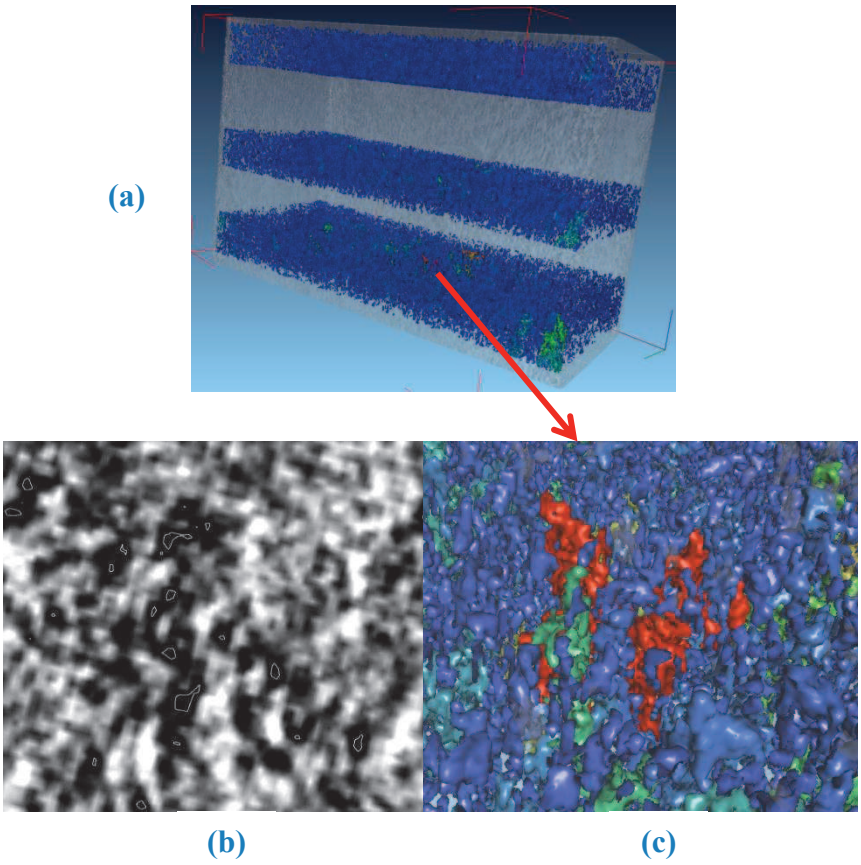


Figure 2.65 : Vue 3D (grâce au logiciel myVGL2.0®) du plus gros défaut sur ISO527 sollicitée 2000 cycles à une amplitude de contrainte de 39MPa : (a) les 3 zones mesurées ; (b) plus gros défaut en niveau de gris ; (c) plus gros défaut en couleur.

2.3.1.4.3 Anisotropie des « défauts »

La somme des aires issues de la projection des zones appauvries en fibres (voir **Figure 2.60 (b)**) suivant les 3 directions de l'espace, nous renseigne sur l'anisotropie globale de notre microstructure et de son évolution en fonction de l'amplitude de contrainte subie.

En corrélation logique avec les résultats précédents, les sommes des projections augmentent toutes au palier 39MPa (voir **Figure 2.66 (a), (b) et (c)** ci-dessous).

Soient les coefficients d'anisotropie géométrique des « défauts » définis par :

$$C_{XY} = \frac{\sum P_X}{\sum P_Y} \tag{2.21}$$

$$C_{XZ} = \frac{\sum P_X}{\sum P_Z} \tag{2.22}$$

$$C_{YZ} = \frac{\sum P_Y}{\sum P_Z} \tag{2.23}$$

Nous pouvons nous faire une idée de l'évolution de l'anisotropie globale des zones appauvries en fibres avec l'amplitude de contrainte subie lors du chargement cyclique.

Les valeurs de C_{XY} oscillent autour de 1 et indiquent clairement une certaine orthotropie de nos ZAF autour de l'axe $\vec{Z}$ (direction principale d'écoulement lors de l'injection). Les coefficients C_{XZ} et C_{YZ} ont des valeurs supérieures à 1.47 : les ZAF sont donc majoritairement des volumes axi-symétriques de forme allongée (voir **Figure 2.66 (d)** ci-dessous). Ce constat est logique au regard de l'écoulement du matériau lors du remplissage de l'éprouvette ISO527 : nous savons que la matrice et les fibres sont principalement orientées dans la direction de l'écoulement. Sur la **Figure 2.67**, nous pouvons visualiser ces volumes grâce au logiciel myVGL2.0®.
Néanmoins, nous pouvons remarquer une légère croissance de l'anisotropie avec l'augmentation de l'amplitude de contrainte subie : C_{XZ} et C_{YZ} atteignent des valeurs proches de 1.7. Il semble possible d'interpréter cette variation comme un signe de plasticité et/ou de croissance des vides créés par l'endommagement suivant la direction de sollicitation. Nous ne sommes donc pas uniquement en présence d'une anisotropie des ZAF issue du procédé d'injection, mais bien d'une évolution de ces domaines sous l'effet du chargement uni-axial.

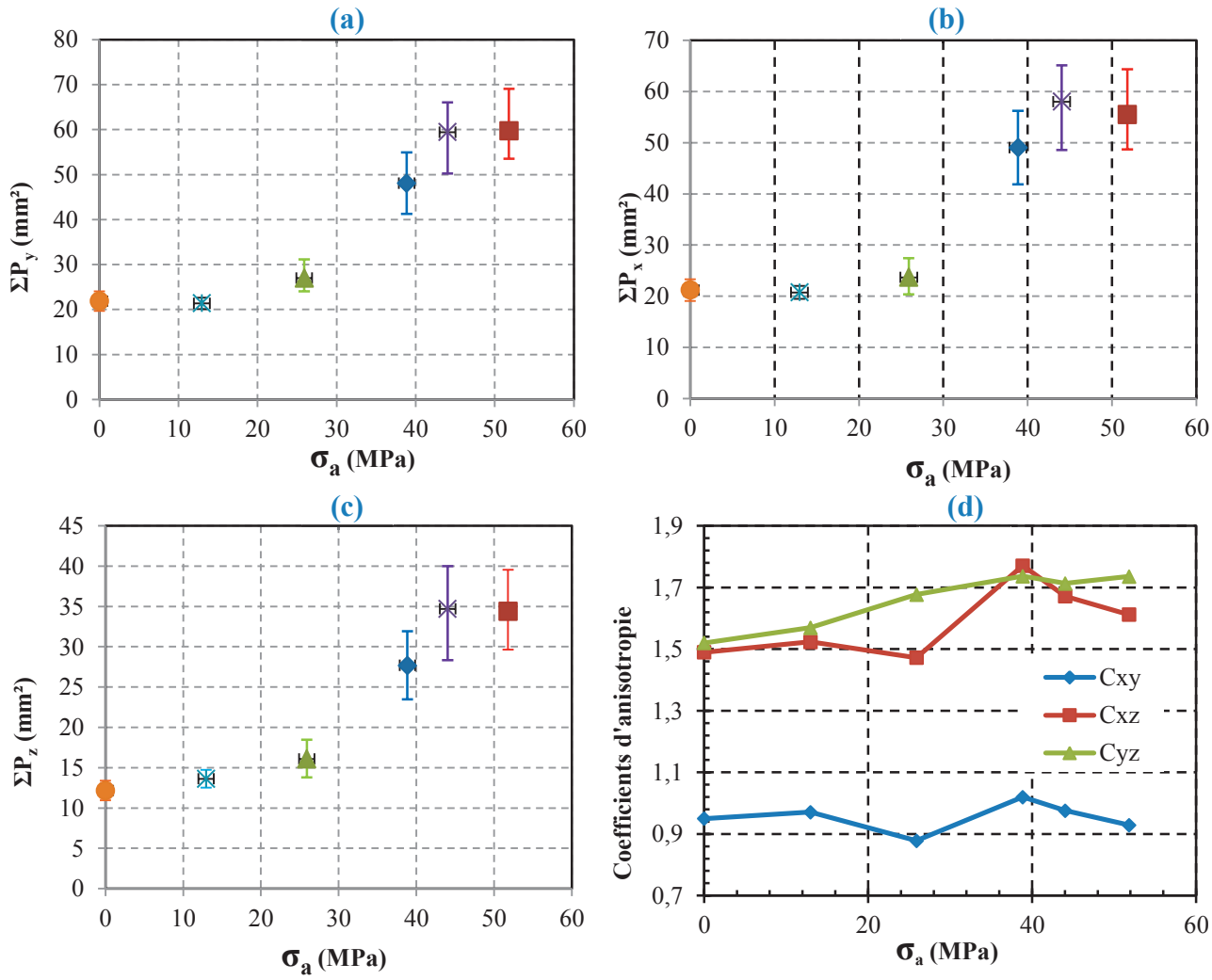


Figure 2.66 : Evolution des projections des « défauts » suivant les axes $\vec{X}$, $\vec{Y}$ et $\vec{Z}$ respectivement en (a), (b) et (c), et évolution des coefficients d'anisotropie (d), en fonction de l'amplitude de contrainte.

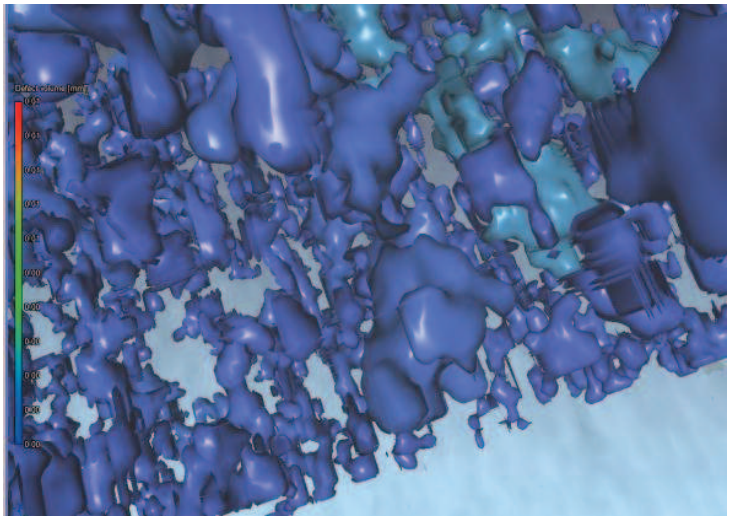


Figure 2.67 : Vue 3D des « défauts » grâce au logiciel myVGL2.0®

2.3.1.4.4 Localisation des « défauts »

Afin de localiser les défauts dans une section $(\vec{X}\,;\vec{Y})$, et dans un souci de lisibilité des résultats, nous décidons d'exclure les plus petits. Nous mettons en évidence, sans pouvoir les dissocier, les sites principaux qui sont autant de sièges probables de la plasticité et/ou de l'endommagement (visible à l'échelle macroscopique sur la réponse mécanique). Lors de la présentation de la microstructure initiale de notre PA66GF50, en section 1.2.2.2.2, nous avons mis en évidence des zones de « matrice seule » pouvant atteindre $1.8.10^{-4}mm^3$. Ainsi, pour garder cette taille de ZAF comme une taille significativement critique en terme de plasticité ou d'endommagement, nous conservons, dans un premier temps, les défauts dont la taille est supérieure à 100 voxels ($1.728.10^{-4}mm^3$). Dans un second temps, les défauts dont la taille est supérieure à 500 voxels ($8.64.10^{-4}mm^3$) seront localisés afin d'appliquer un filtre plus sévère à notre localisation.

La **Figure 2.68** montre clairement une augmentation du nombre de ZAF de taille critique supérieure à 100 voxels. Cette augmentation est progressive et localisée majoritairement au cœur, sur les bords et dans les coins de la section vue en coupe. Elle est le fruit soit d'un niveau de gris qui s'intensifie par la création de vides (endommagement), soit pas une augmentation du volume des zones appauvries en fibres (plasticité). La notion de seuil est ici moins évidente. Néanmoins, la croissance et la localisation sont cohérentes vis-à-vis de la charge appliquée et de la microstructure initiale. Cette dernière montre en effet une structure en « caisson » : le bord et les coins sont très mal orientés et donc propices à de la plasticité sous contrainte ; la peau est orientée dans la DPE qui est également la direction de sollicitation uni-axiale pour nos éprouvettes. Elle est donc localement plus rigide et la matrice moins propice au cisaillement local ; le cœur, quant à lui, est moins bien orienté et est également l'endroit idéal pour développer les mécanismes de plasticité et/ou d'endommagement. Nous devons garder à l'esprit que des porosités initiales dues au procédé sont possibles. Ces retassures internes sont souvent localisées au cœur du matériau (point chaud solidifiant en dernier) ou dans les coins (le retrait en cours de solidification s'y trouve bloqué par les bords solidifiés). La **Figure 2.69** met en évidence les défauts de taille supérieure à 500 voxels et donc les ZAF de volume très important. Ces dernières sont également localisées au cœur et dans les coins, mais n'apparaissent pas de manière évidente sur les bords. Ce résultat est en adéquation avec les indicateurs mécaniques à l'échelle macroscopique (endommagement scalaire, déformation résiduelle). Ces zones semblent peu présentes lors des 2 premiers paliers de contrainte (< au seuil de 39MPa), et augmentent de manière significative ensuite. Nous retrouvons un phénomène de seuil à cette échelle.

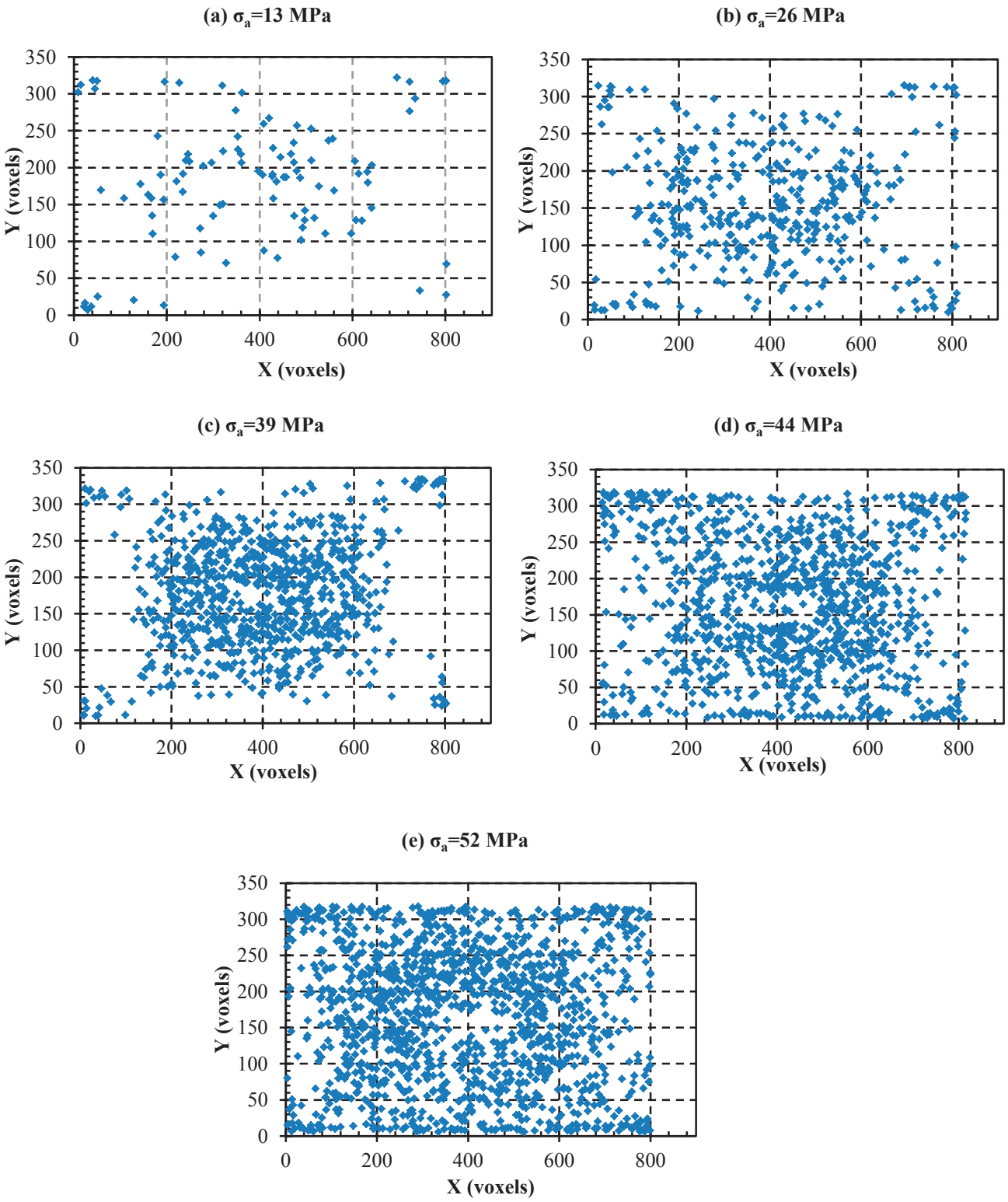


Figure 2.68 : Positions dans la section ($\vec{X}$; $\vec{Y}$) des défauts > 100 voxels pour les différentes amplitudes de contrainte.

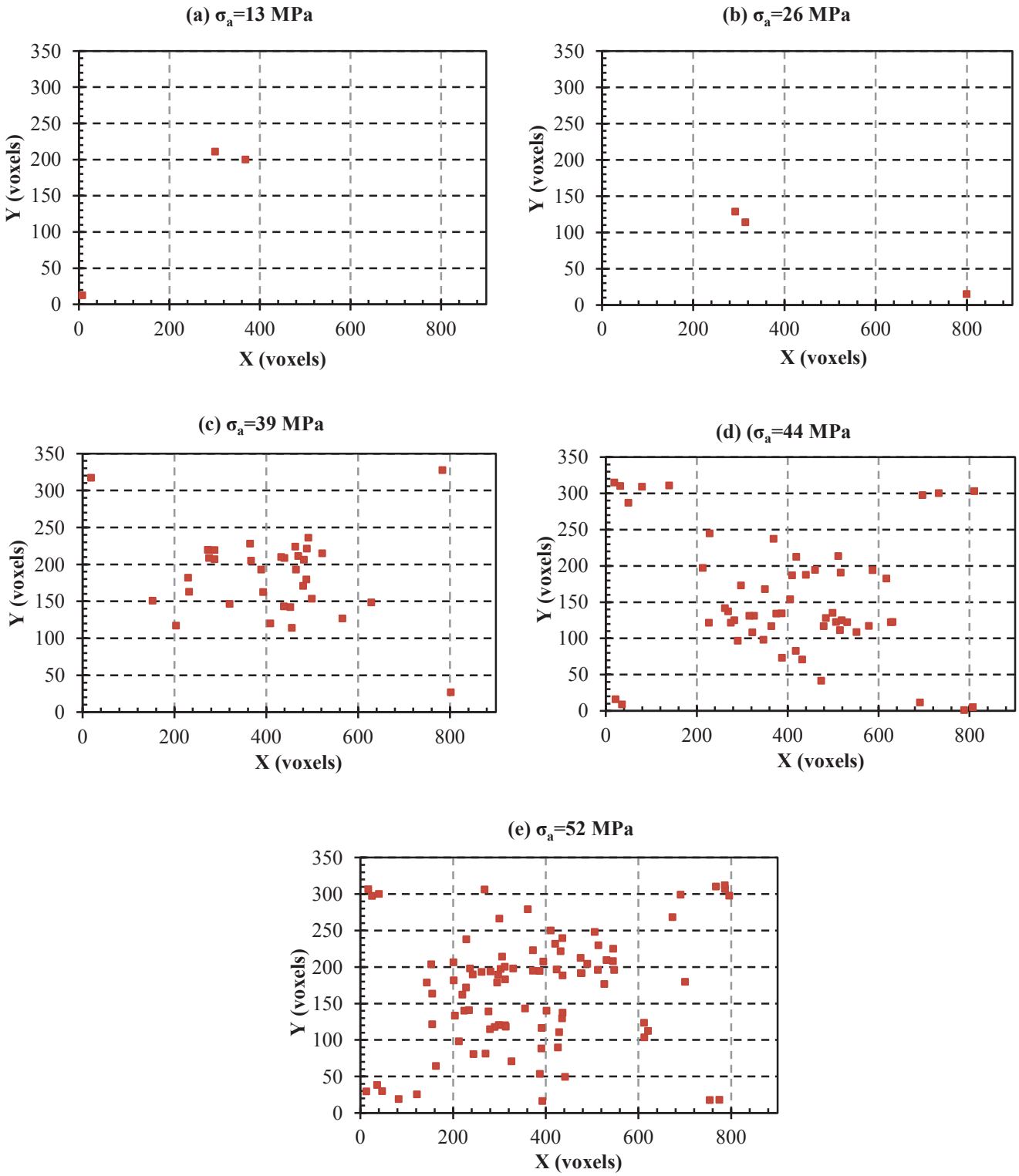


Figure 2.69 : Positions dans la section ($\vec{X}$; $\vec{Y}$) des défauts > 500 voxels pour les différentes amplitudes de contrainte.

2.3.2 Microscopie optique

Les éprouvettes, précédemment mesurées en MTRX, ont été découpées, puis polies soigneusement, de façon à visualiser la section $(\vec{X}\,;\vec{Y})$ dans la zone utile. L'éprouvette « témoin » non sollicitée a également été préparée suivant le même protocole. Toutes ont été visualisées sous éclairage coaxial. Les fibres apparaissent en couleur blanche, et la matrice en couleur grise très claire. Des zones apparaissent en couleur noire : certaines sont des porosités (soient initiales dues au procédé d'injection, soient créées par l'endommagement), et d'autres sont des tâches (probablement des résidus émanant du liquide utilisé lors du polissage à 6µm, 3µm et 1µm). Nous ne pouvons donc pas systématiser une mesure avec cette incertitude (artéfact optique dépendant de la propreté de la surface, donc d'une action humaine lors du lavage). Une mesure topologique est donc privilégiée à l'aide du microscope électronique à balayage.

2.3.3 MEB

La microscopie électronique à balayage nous permet de confirmer la morphologie des cavités sans artéfact d'ordre optique après métallisation de nos échantillons précédents (couches en or et platine d'environ 5 nanomètres d'épaisseur). Nous avons alors un regard plus précis mais aussi plus local, propice au détail. Cette échelle est intéressante pour mettre en évidence qualitativement des phénomènes locaux, mais rend la quantification sur une section entière moins aisée (aspect fastidieux des multiples prises de vue nécessaires).

Le MEB est aussi idéal pour l'analyse des facies de rupture post-mortem. Cette approche ne nous permet pas la confirmation ou non d'un seuil d'endommagement, mais elle est riche en information concernant les mécanismes de rupture sous sollicitation cyclique (localisation de zones de plasticité et/ou la présence de cavités importantes ou de fissures, mécanismes à l'interface fibre-matrice, etc.). Nous présentons dans cette section une analyse des faciès obtenus lors d'essais d'auto-échauffement sur éprouvettes ISO527 RH40% (identiques à celle mesurée en micro-tomographie).

2.3.3.1 Analyse des éprouvettes étudiées en micro-tomographie rayons X

Nous distinguons des cavités quasi sphériques au sein de la matrice sur tous les échantillons quel que soient le niveau de contrainte auxquels ils ont été mécaniquement sollicités. Ce sont a priori des porosités issues du procédé d'injection. Leur diamètre varie de 0.5µm à 5µm, et il est difficile de proposer une localisation privilégiée pour ce phénomène à l'échelle de la section d'une éprouvette (voir **Figure 2.70** ci-dessous).

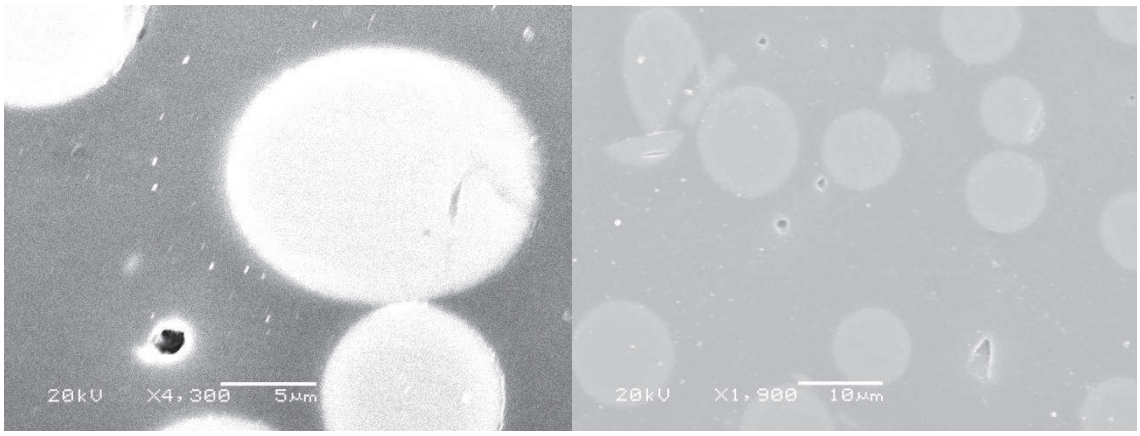


Figure 2.70 : Porosités « sphériques » dans un PA66GF50 vues au MEB

Néanmoins, sur l'échantillon sollicité à une amplitude de contrainte de 52MPa pendant 2000 cycles, nous observons des cavités ou des fissures à l'abord de certaines fibres (voir **Figure 2.71** ci-dessous). La dimension de ces aspérités varie de 0.5µm à 5µm. Des fibres semblent cassées et quelques-unes sont déchaussées (phénomène rare à l'échelle de la section observée). Ce constat est le reflet d'un endommagement à l'échelle microscopique dû à des champs de déformation locaux importants : les concentrations de contraintes en tête de fibres engendrent de la microplasticité locale, puis la création de vides qui se propagent.

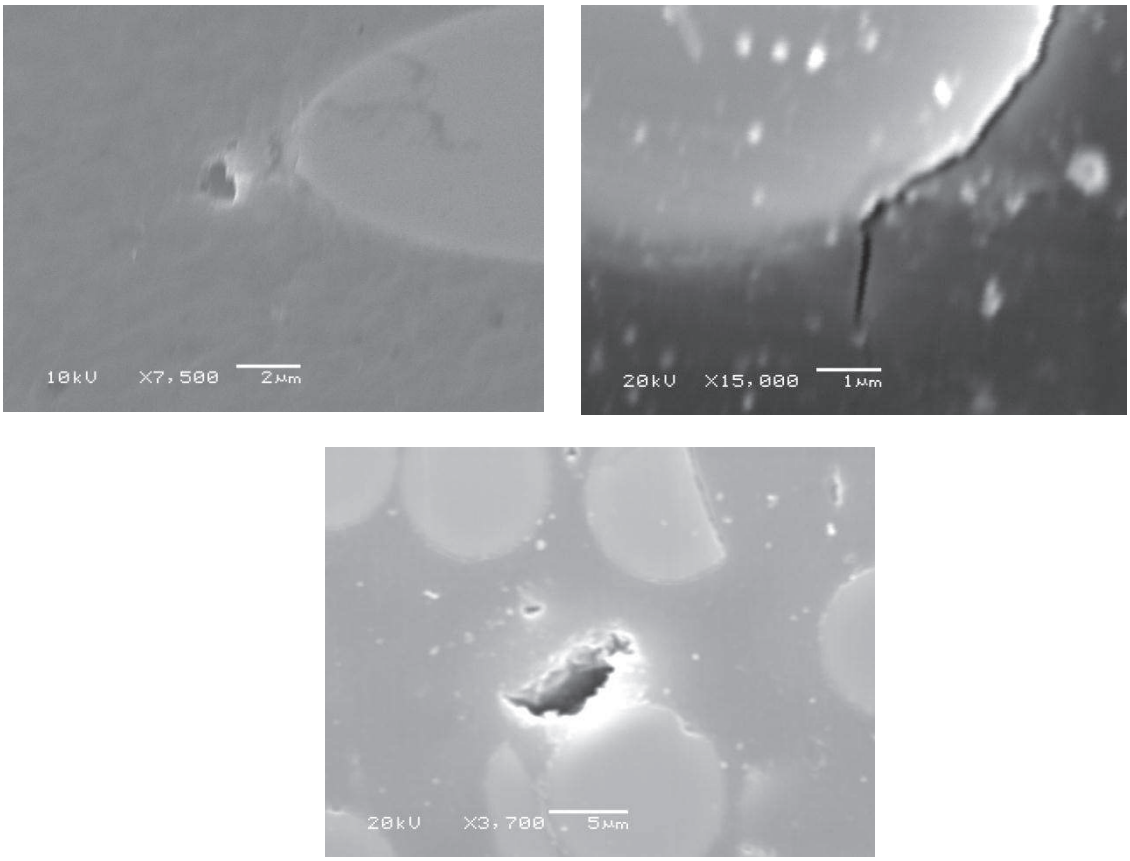


Figure 2.71 : Mise en évidence au MEB de l'endommagement d'un PA66GF50 sollicité à une amplitude de contrainte de 52MPa pendant 2000 cycles.

Sur les autres éprouvettes, moins sollicitées, nous ne distinguons pas d'endommagement significatif permettant de justifier un seuil tel que celui observé lors de l'étude des indicateurs mécaniques. Néanmoins, il faut souligner que ces observations souffrent de 2 inconvénients majeurs rendant leur interprétation délicate : tout d'abord, les clichés proviennent de coupe locale 2D, ce qui ajoute une incertitude quant au volume et au nombre des cavités observées ; ensuite, la préparation nécessite un polissage progressif qui peut masquer certaines petites aspérités par un effet de « beurrage » de la surface (la matrice déformée localement en surface lors de l'usinage par abrasion viendrait combler des trous à proximité).

2.3.3.2 Analyse des faciès de rupture

La microscopie électronique à balayage nous permet d'identifier les mécanismes pilotant la rupture sous sollicitation cyclique en visualisant la topologie des faciès post-mortem. La **Figure 2.72** indique la localisation des clichés illustrant l'analyse présentée dans cette section.

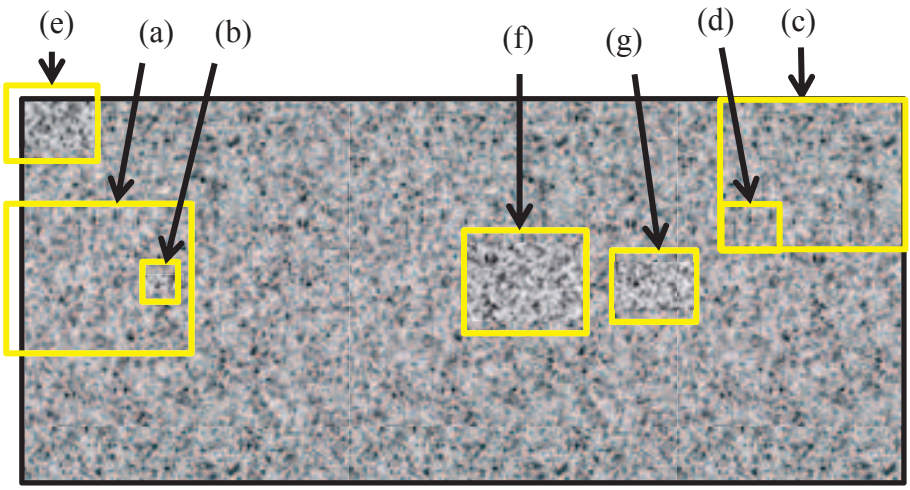


Figure 2.72 : Localisation des faciès de rupture obtenu au MEB sur ISO527 RH40%.

De manière globale, nous observons un faciès caractéristique d'une rupture sous sollicitation cyclique pour un polyamide hautement renforcé : la matrice a subi une déformation ductile importante avant de rompre, de nombreuses fibres sont cassées ou déchaussée, et des cavités ou fissures apparaissent nettement.

La **Figure 2.73** montre la microstructure du faciès de rupture dans la zone de peau (référencé « a » et « b ») ayant une orientation majoritairement dans la direction de sollicitation : des cônes ductiles sont présents en grand nombre autour des fibres, signes d'une grande déformation de la matrice sous chargement cyclique et d'une bonne interface fibre-matrice. Nous observons néanmoins des trous du diamètre d'une fibre, ce qui reflète d'une décohésion possible des fibres durant le chargement. L'observation de cette zone nous confirme qu'elle n'est pas la plus critique pour les mécanismes de rupture car peu de cavités (hormis les déchaussements de fibres) et aucune fissure n'y sont observées.

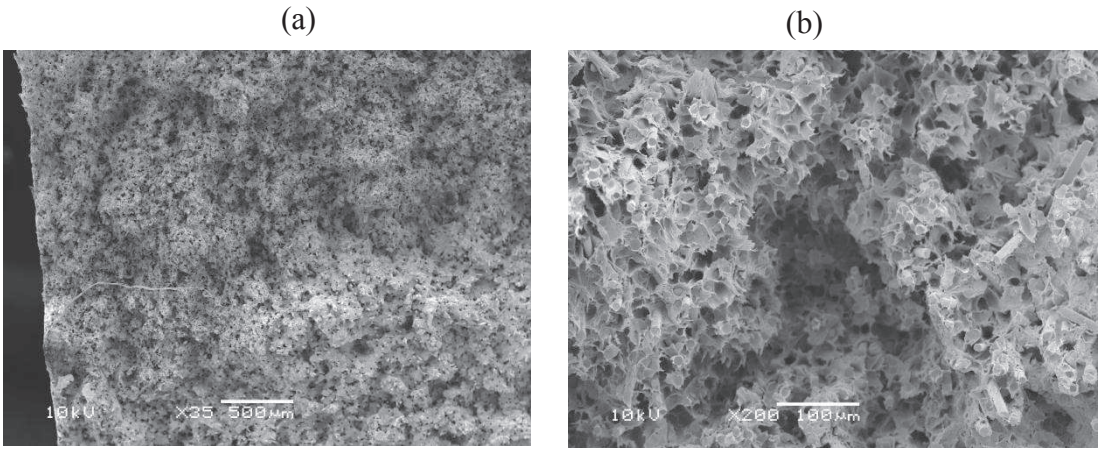


Figure 2.73 : Clichés MEB du faciès de rupture sous sollicitation cyclique dans la zone de peau d'une éprouvette ISO527 RH40% en PA66GF50.

L'observation des coins révèle des faciès beaucoup plus hétérogènes. La **Figure 2.74 (e)** est un cliché du coin supérieur gauche de la section rompue et montre une microstructure très déformée dans laquelle des écoulements plastiques sont notables, ainsi que des empreintes laissées par des fibres orientées perpendiculairement à la direction de sollicitation. La **Figure 2.74 (c)** montre le coin supérieur gauche : une fissure de taille importante apparait nettement et va jusqu'à la périphérie de la zone de peau. La **Figure 2.74 (d)** montre une vue plus précise de la fissure à une de ses extrémités, dans la zone qui fait l'interface entre le cœur (moins bien orienté) et la peau (mieux orientée) : on observe une sorte de surface de glissement qui aurait cédé. D'autres cavités dans cette fissure, ou à proximité (**Figure 2.74 (d)**) sont visibles. Des fibres semblent cassées dans cette zone d'écoulement.

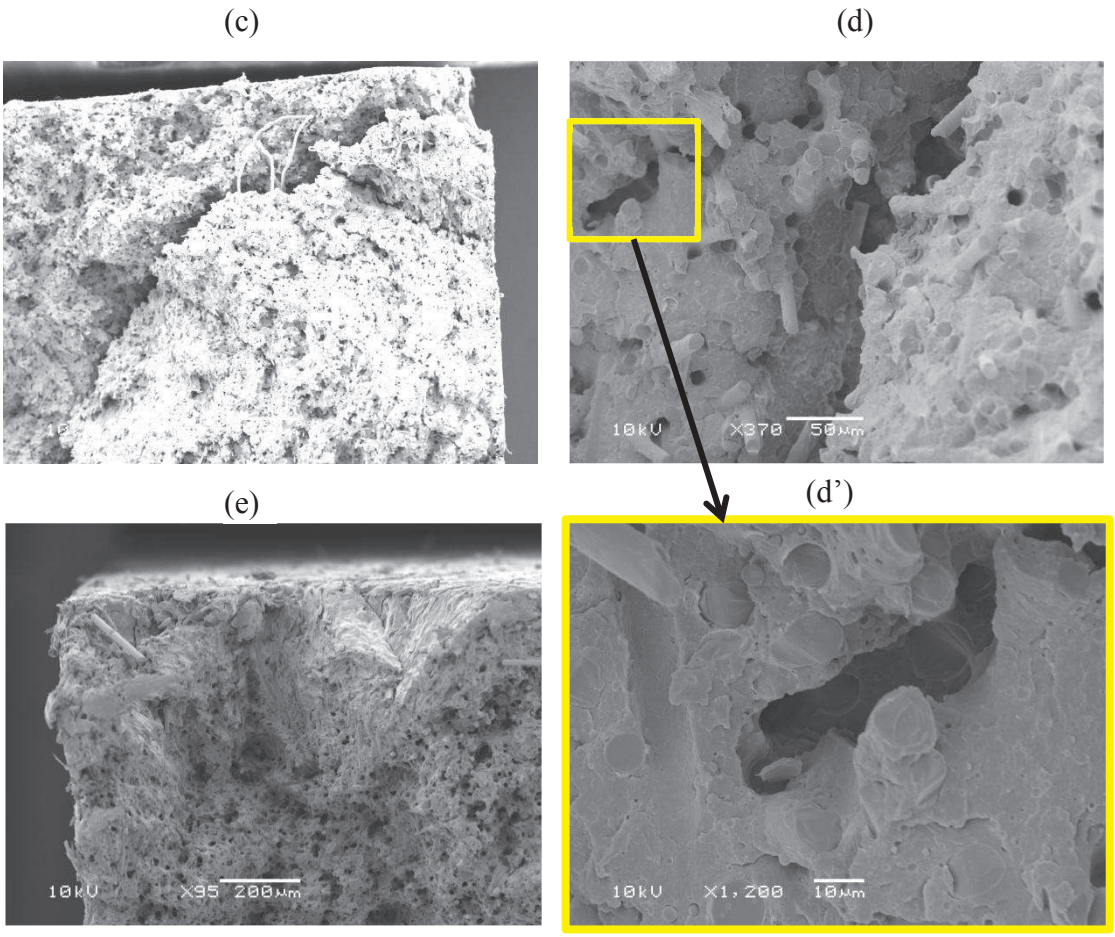


Figure 2.74 : Clichés MEB du faciès de rupture sous sollicitation cyclique dans les coins d'une éprouvette ISO527 RH40% en PA66GF50.

Le faciès de rupture de la zone de cœur (**Figure 2.75 (f)**) montre une topologie plus variée que la zone de peau, à l'image des coins. Les cônes ductiles entourant les fibres y sont moins présents, mais des zones plus importantes en volume et moins localisées semblent avoir subi des déformations importantes, laissant apparaitre des cavités et des fissures (**Figure 2.75 (g)**).

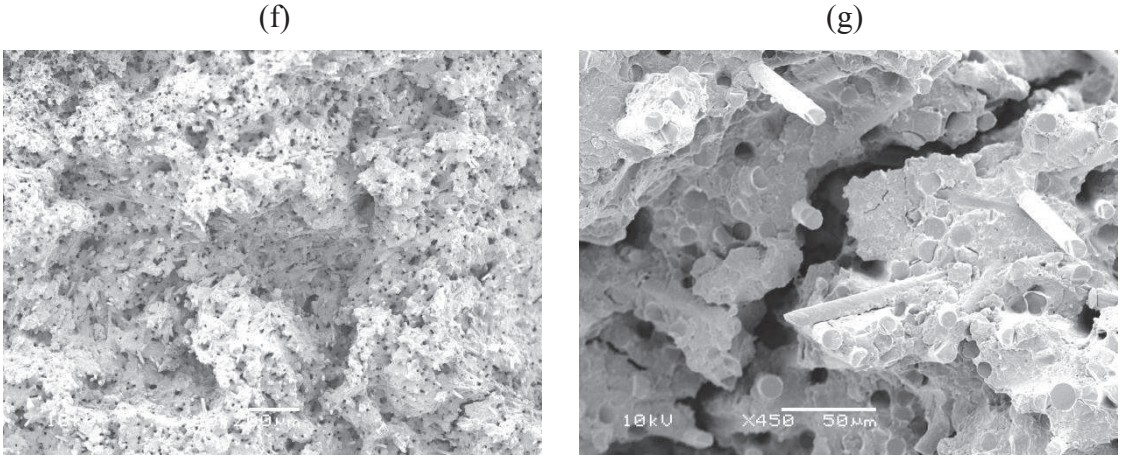


Figure 2.75 : Clichés MEB du faciès de rupture sous sollicitation cyclique dans la zone de cœur (f), et à l'interface cœur-peau (g), d'une éprouvette ISO527 RH40% en PA66GF50.

Notons que la complexité géométrique des cavités observées n'est pas sans rappeler celle des zones appauvries en fibres mesurées en MTRX (tortuosité, etc.). Néanmoins, il s'avère difficile d'en comparer les volumes et la localisation à partir de clichés 2D.

2.3.4 Conclusion

Les mesures réalisées en micro-tomographie rayons X ont permis d'isoler des zones constituées de matrice et/ou de vides d'une taille critique significative. L'évolution géométrique, le nombre et la localisation de ces sites propices à la plasticité et à l'endommagement, ont été quantifiés en fonction de l'amplitude de contrainte subie. Nous avons montré que ces sites étaient principalement localisés dans les zones ayant un fort gradient d'orientation vis-à-vis de la direction principale d'écoulement. L'analyse des indicateurs microstructuraux semble militer pour un seuil à l'échelle macroscopique qui piloterait la durée de vie du PA66GF50 lorsque celui-ci est sollicité en cyclique. Des sites, propices à la plasticité et/ou à l'endommagement, ont été clairement identifiés, au cœur et dans les coins de la section d'une éprouvette ISO527. On discerne également une croissance de la taille et du nombre de ces sites à partir d'un certain niveau de contrainte imposé à l'éprouvette ($\sigma a \geq 39MPa$).

L'observation de la microstructure au MEB, en coupe locale, ne permet pas de mettre en évidence d'endommagement dès l'activation du seuil, ce qui semble plaider pour l'hypothèse de déformations plastiques prépondérantes. Néanmoins, un endommagement est visible et apparait avec un effet retard, de manière significative et à un nombre de cycles très proche de la rupture pour le dernier palier de contrainte (2000 cycles à σ_a=52MPa).

L'analyse des faciès de rupture confirme la présence de zones très déformées au cœur et dans les coins, avec des cavités et des fissures de tailles significatives. L'orientation des fibres, vis-à-vis de la direction de sollicitation sous chargement cyclique, semblent influencer l'activation des mécanismes de rupture : un gradient d'orientation pourrait localement favoriser du cisaillement au sein du PA66GF50, et ainsi expliquer l'apparition des fissures dans certaines zones. Il semble, au regard des observations faites, que le matériau composite subisse une déformation hétérogène: des zones, ayant une fraction volumique de renfort important et bien orientées, se déformerait peu entrainant une déformation importante des zones périphériques moins renforcées, ou moins bien orientées. Nous sommes donc en présence probable de méso-plasticité.

Ce constat semble conforter le choix de l'échelle d'observation utilisée lors des mesures en micro-tomographie : l'apparition de l'endommagement matriciel à l'échelle microscopique ou nanométrique ne semble pas justifier à lui seul l'évolution des indicateurs mécaniques. La déformation des zones appauvries en fibres, notamment dans les zones avec un fort gradient d'orientation (frontière entre le cœur et la peau), activent probablement de la méso-plasticité au sein de notre matériau. Cette dernière entrainerait alors de la microplasticité locale en tête de fibres ce qui pourrait potentiellement initier des mécanismes d'endommagement à l'interface fibre-matrice à partir d'un certain niveau de déformation locale. Ces derniers se

propageraient alors de proche en proche formant progressivement une cavité macroscopique dans les zones très déformées. La rupture serait provoquée par une taille critique des cavités ainsi créées.

2.4 Corrélation aux résultats obtenus en fatigue et proposition d'une démarche pragmatique d'évaluation de la contrainte d'endurance à 10^6 cycles

L'objectif de cette sous-section est de présenter les résultats issus d'une campagne d'essais en fatigue dans des conditions similaires à celles pratiquées lors des essais d'auto-échauffement, et de proposer un dépouillement empirique permettant une évaluation de l'endurance limitée à $N=10^6$ cycles du PA66GF50 dans les conditions testées.

2.4.1 Essais de fatigue

Une campagne d'essais en fatigue a été menée sur les éprouvettes ISO527 provenant du même lot d'injection que les éprouvettes testées précédemment en auto-échauffement : ces éprouvettes sont également conditionnées à RH40. Elles ont subi un signal sinusoïdal à la fréquence de 1Hz, avec un rapport de charge R=0, sur la machine de fatigue hydraulique INSTRON 1342.

Pour chacune de ces éprouvettes, nous avons réalisé un suivi des données mécaniques similaires à la campagne d'essai en auto-échauffement (se rapporter à la section 2.1.2 ci-dessus pour plus de détails). Nous avons ainsi relevé le nombre de cycles à la rupture, noté N, en fonction de l'amplitude de contrainte associée (voir **Figure 2.76**).

Malgré la structure très hétérogène de notre matériau, les essais en fatigue sont peu dispersifs. En effet, l'hétérogénéité microscopique d'un PA66GF50 est bien dispersée à l'échelle de la zone utile d'une éprouvette, ce qui tend à homogénéiser la réponse mécanique à l'échelle macroscopique. Les mécanismes d'initiation démarrent à de multiples endroits simultanément et engendrent, après une propagation brusque, une rupture sous sollicitation cyclique avec une bonne répétabilité. Nous assimilerons de ce fait, le nombre de cycles à la rupture et le nombre de cycle à l'initiation.

Nous remarquons que les essais, dont l'amplitude de contrainte reste inférieure ou égale à 37MPa, ont soit rompu à un nombre de cycle très proche de 10^6, soit n'ont pas rompu (essais interrompus) : $N=1.6.10^6$ Cycles pour une éprouvette sollicitée à σ_a=36.25 MPa et $N=1.46.10^6$ Cycles pour une éprouvette sollicitée à σ_a=35 MPa.

Deux éprouvettes sollicitées à une amplitude de contrainte de 37.5 MPa ont toutes les 2 rompu (850000 cycles pour l'une et 540000 pour l'autre).

Nous pouvons évaluer une limite d'endurance pour $N=10^6$ cycles, à 1Hz, R=0 et T_{amb}=23°C, proche de 37 MPa (voir droite pointillée en rouge sur la **Figure 2.76** ci-dessus)

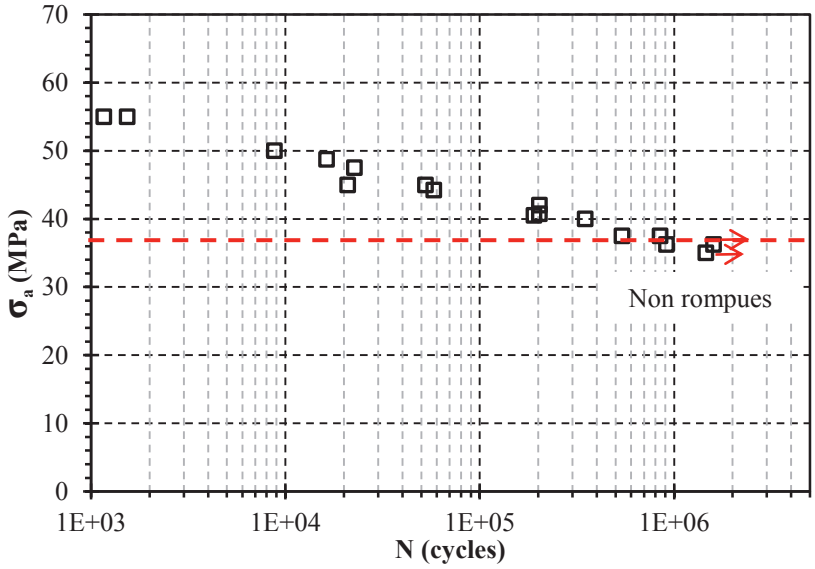


Figure 2.76 : Courbe d'endurance du PA66GF50 réalisée sur éprouvettes ISO527 RH40% et température ambiante, à 1Hz et R=0. Limite d'endurance à N=10^6 Cycles en pointillés rouges.

2.4.2 Proposition de dépouillement graphique

En nous inspirant des dépouillements réalisés classiquement à partir d'essais d'auto-échauffement sur les aciers, nous décidons de tracer une droite passant par les points correspondant au 2ème régime observé pour notre matériau. Ainsi, en gardant les 2 derniers points du Test 2 (6 paliers sur une même éprouvette ISO527 RH40%), nous obtenons une amplitude de contrainte d'environ 37MPa à l'intersection entre notre droite et l'axe des abscisses: cette valeur semble correspondre à la limite d'endurance limitée à 10^6 cycles évaluée lors de la campagne de fatigue à 1Hz, R=0 et T_{amb}=23°C (voir **Figure 2.77**). Notons tout de même l'incertitude graphique inhérente à tout dépouillement ce type (ici ± 2MPa).

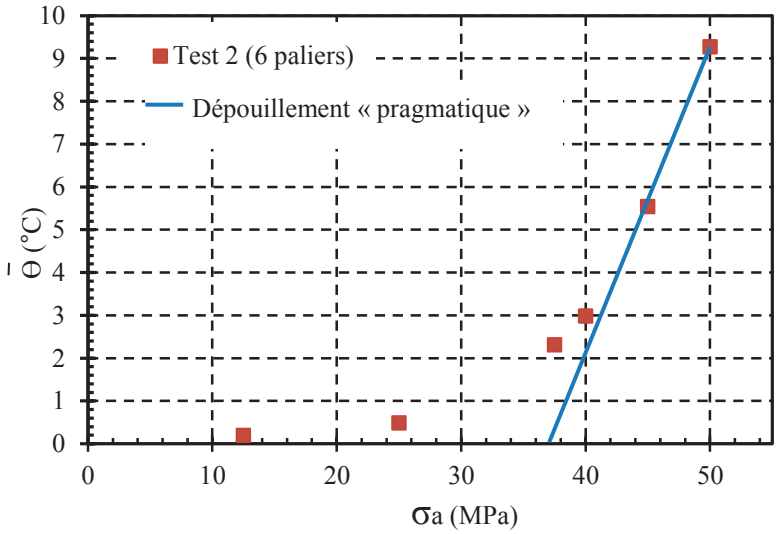


Figure 2.77 : Proposition de dépouillement « pragmatique » sur courbe d'auto échauffement pour un PA66GF50 (ISO527 RH40).

Lors du dernier palier d'un essai d'auto échauffement (amplitude de contrainte la plus importante), nous sollicitons généralement l'éprouvette jusqu'à la rupture. Ainsi, outre la valeur issue du dépouillement du graphique précédent, qui nous donne une estimation de l'amplitude de contrainte à 10^6 cycles, nous disposons d'un deuxième point correspondant au nombre de cycles atteint lors du dernier palier. Si l'on trace une droite entre ces 2 points sur la courbe d'endurance présentée en **Figure 2.76**, nous constatons qu'il donne une bonne évaluation de la courbe S-N du PA66GF50 dans les conditions d'essais présentées (voir **Figure 2.78** ci-dessous).

Ainsi, en une à deux journées d'essais, nous pouvons évaluer une courbe S-N pour une condition expérimentale donnée (fréquence, RH, géométrie, rapport de charge). Nous pouvons donc tester différentes conditions expérimentales dans un laps de temps raisonnable : ce qui s'avère impossible par une approche traditionnelle et pourtant nécessaire en regard des matériaux et des applications visés.

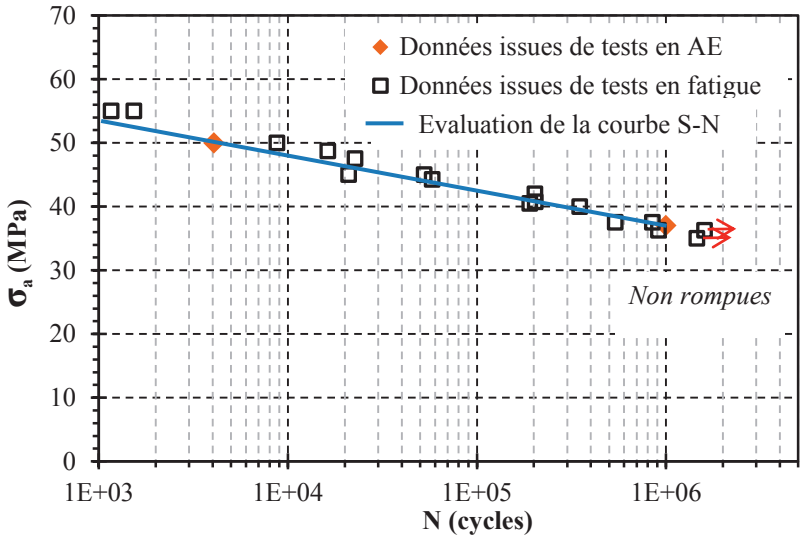


Figure 2.78 : Evaluation de la courbe S-N à partir du dépouillement d'un essai d'auto-échauffement.

Au regard de nos résultats, nous pouvons hiérarchiser l'influence des différents paramètres étudiés sur la réponse thermomécanique d'une éprouvette standard injectée et soumise à une sollicitation cyclique. Ainsi, nous pouvons affirmer que le taux de reprise en humidité, l'orientation des fibres et la présence d'une ligne de soudure sont des facteurs influents d'ordre 1 sur la réponse thermomécanique et donc probablement sur la durée de vie du PA66GF50. Nous pouvons également conclure que la longueur des fibres à une influence certaine, mais de deuxième ordre (à l'échelle de la réduction de longueur effectuée dans notre étude). Enfin, les variations des paramètres d'injection étudiés semblent quant à eux avoir une influence limitée de troisième ordre. Il est probable qu'à l'échelle d'une pièce structurelle (ou éprouvette de structure), cette hiérarchie soit légèrement modifiée : cette étude est à envisager dans l'avenir.

3 Synthèse et perspectives

Ce chapitre a montré la pertinence des mesures thermiques selon le protocole d'auto-échauffement (AE) en vue d'évaluer rapidement l'endurance à $N=10^6$ cycles du PA66GF50. En effet, un essai type AE avec un nombre de paliers suffisant et bien répartis permet de mettre en évidence un seuil au-delà duquel la durée de vie est limitée inférieure à $N=10^6$ cycles. Ce seuil se traduit par une élévation significative de la différence de température moyenne mesurée en surface de nos éprouvettes dans la zone utile et est la vraisemblable indication d'une activation de mécanismes irréversibles. En effet, les indicateurs mécaniques tels l'endommagement scalaire ou la déformation résiduelle évaluée après un retour à l'équilibre thermique (temps de recouvrement entre chaque palier) montrent clairement qu'un seuil est activé au-dessus d'un certain niveau de contrainte. L'aire des boucles d'hystérésis, qui traduit l'énergie dissipée par cycle, indique, elle, la constance des termes sources au cours des différents paliers d'auto-échauffement. Le seuil observé traduit donc l'activation de mécanismes liés à la plasticité ou à l'endommagement. L'analyse microstructurale d'éprouvettes ayant subi des paliers uniques à des niveaux de contrainte inférieurs et supérieurs au seuil n'ont permis de dissocier les 2 mécanismes présumés responsables avec certitude. Néanmoins, la micro-tomographie par rayons X a mis en évidence la croissance en taille et en nombre des sites sièges de ces mécanismes à partir d'une amplitude de contrainte identique au seuil identifié. Cette technique a également permis de localiser ces sites à l'échelle de la section d'une éprouvette : les zones ayant une orientation des fibres la plus éloignée de la direction de sollicitation semblent être le siège des mécanismes irréversibles. La résolution spatiale de nos mesures 3D étant limitée, cette technique n'a pas permis d'isoler les déformations permanentes de la création de vides ou de fissures issues des mécanismes d'endommagement (cavitation). Une étude complémentaire des mêmes éprouvettes, en microscopie électronique à balayage, révèle une activation tardive et rapide des mécanismes d'endommagement pour un nombre de cycles proche de la rupture sur le dernier palier étudié. Aucun signe visible de l'endommagement à l'échelle microscopique n'est décelable entre le seuil et l'avant-dernier palier. Nous supposons donc que la plasticité pilote dans un premier temps la durée de vie du PA66GF50, mais le doute reste permis au regard de la sensibilité de ces observations à la qualité de préparation de la surface (phénomène de « beurrage » refermant les petites porosités) et de l'aspect bidimensionnel (coupe locale) des clichés réalisés.

L'observation et l'analyse des faciès de rupture issus des essais cycliques selon le protocole d'auto-échauffement indiquent que les mécanismes activés semblent liés au gradient d'orientation de la microstructure vis-à-vis de la direction de sollicitation : la zone de transition cœur-peau semble l'objet de déformations importantes selon des surfaces de glissement complexes ; des volumes semblent se déformer par blocs entiers. Ces observations militent en faveur de l'hypothèse de mécanismes de méso-plasticité à l'échelle des clusters de fibres en fonction de leur orientation moyenne vis-à-vis de la direction de sollicitation. Les zones inter-clusters, ou appauvries en fibres, ou bien encore mal orientées, seraient alors sujettes à des déformations importantes engendrant très probablement de l'endommagement

issu de la microplasticité locale ainsi engendrée (concentration de contrainte en têtes des fibres par exemple).

Une campagne d'essai en fatigue, réalisée dans les mêmes conditions expérimentales (fréquence et état du matériau), a prouvé la pertinence du dépouillement pragmatique issu de la caractérisation rapide. Le seuil détecté en auto-échauffement correspond bien à un niveau de contrainte en dessous duquel la durée de vie à $N=10^6$ cycles est assurée : ceci nous permet de justifier l'utilisation de ce point en vue d'une évaluation de la courbe d'endurance de notre matériau. Afin de compléter cette évaluation, nous proposons de poursuivre le dernier palier d'auto-échauffement jusqu'à la rupture de l'éprouvette. Ainsi, nous obtenons un deuxième point issu de la caractérisation rapide, et nous pouvons alors tracer une droite S-N. Cette évaluation, de bonne qualité en regard des résultats obtenus, permet en peu de temps d'obtenir une courbe de « Wöhler » pour une condition expérimentale donnée.

Notons que dans le prochain chapitre, notre protocole d'auto-échauffement est validé sur une famille d'éprouvette de géométrie et microstructure différentes. Le dépouillement empirique est alors mis en regard des résultats obtenus lors d'une campagne d'essais en fatigue, et les mécanismes de rupture sont explorés au regard d'une analyse détaillée des faciès post-mortem. Lors du chapitre 3, l'outil d'analyse thermomécanique est également appliqué à des éprouvettes permettant de mettre en évidence l'influence des paramètres pressentis très influents tels les conditions environnementales (reprise en eau) ou les paramètres liés au procédé (orientation des fibres, longueur des fibres, présence d'une ligne de soudure, température du moule, pression de compactage).

Chapitre 3 : Application des essais d'auto-échauffement à l'étude des paramètres influents sur la tenue en fatigue

L'objectif de ce troisième chapitre est de caractériser l'influence et l'importance de différents facteurs sur la tenue en fatigue du PA66GF50.

Afin de synthétiser les diverses expérimentations réalisées au cours de ce chapitre, nous proposons, ci-dessous, la liste des paramètres étudiés:

- la variation de géométrie de l'éprouvette (tests réalisés sur les H2 avec une section plus faible et une légère variation de la microstructure par rapport aux ISO527) ;
- le taux d'humidité de la matrice Polyamide (différents RH) ;
- la longueur des fibres (ISO527 injectées après un rebroyage) ;
- l'orientation des fibres (H2 usinées à différentes orientations réputées) ;
- les paramètres d'injection (Température du moule et Pression de maintien) ;
- la présence d'une ligne de soudure (H2 avec ligne de soudure).

Nous proposons d'appliquer le protocole d'auto-échauffement développé en chapitre 2 et d'en analyser la réponse thermomécanique. Nous validerons ainsi une nouvelle fois le dépouillement empirique en l'appliquant à une nouvelle géométrie et une nouvelle microstructure (éprouvette H2) et en le comparant aux résultats d'une campagne d'essais en fatigue. Nous étudions ensuite l'influence des paramètres (matérialisés par les éprouvettes dédiées listées ci-dessus) sur la réponse thermomécanique sous sollicitation cyclique : un dépouillement graphique est alors systématiquement proposé afin d'estimer la tenue en fatigue du PA66GF50 à 10^6 cycles.

Pour la plupart des familles d'éprouvettes testées, une analyse des indicateurs mécaniques ainsi qu'une analyse des faciès de rupture en microscopie électronique à balayage sont proposées. Ces caractérisations sont riches en informations concernant les mécanismes en jeu.

Notons qu'une identification des termes sources, responsables du comportement thermomécanique observé, est proposée au chapitre 4. Cette étape permet d'envisager une méthode de caractérisation rapide des propriétés en fatigue du PA66GF50, basée sur un critère énergétique, et qui utilise l'ensemble des informations disponibles au travers de la courbe d'AE afin de tracer une courbe S-N. L'influence de des différents facteurs est alors approfondie.

Sommaire chapitre 3

1 ETUDE DE L'INFLUENCE DE LA GEOMETRIE DE L'EPROUVETTE..... 148

1.1 COMPARAISON DES COURBES D'AUTO-ECHAUFFEMENT 148
1.2 ANALYSE DES FACIES DE RUPTURE 149
1.3 CORRELATION AUX ESSAIS DE FATIGUE 151
1.4 SYNTHESE 152

2 ETUDE DE L'INFLUENCE DU TAUX D'HUMIDITE DANS LE POLYAMIDE 153

2.1 COMPARAISON DES COURBES D'AUTO-ECHAUFFEMENT 153
2.2 ANALYSE DES INDICATEURS MECANIQUES 154
2.2.1 Endommagement scalaire 154
2.2.2 Déformation résiduelle 154
2.3 ANALYSE DES FACIES DE RUPTURE 155
2.4 COURBES DE FATIGUE 157
2.5 SYNTHESE 158

3 INFLUENCE DE L'ORIENTATION ET DE LA DISTRIBUTION DE LONGUEUR DES FIBRES 159

3.1 INFLUENCE DE L'ORIENTATION DES FIBRES 159
3.1.1 Etude du comportement sous sollicitation monotone 159
3.1.2 Etude du comportement lors des essais d'auto-échauffement 162
3.1.3 Observation et analyse des faciès de rupture sous sollicitation cyclique 163
3.1.4 Corrélation aux données disponibles en fatigue 164
3.1.5 Synthèse 165
3.2 INFLUENCE DE LA DISTRIBUTION DE LONGUEURS DES FIBRES (FLD) 166
3.2.1 Etude du comportement sous sollicitation monotone 166
3.2.2 Etude du comportement lors des essais d'auto-échauffement 167
3.2.3 Corrélation avec les résultats disponibles en fatigue 169
3.2.4 Synthèse 170

4 INFLUENCE DES PARAMETRES D'INJECTION. 170

4.1 RAPPEL DE NOTIONS SUR L'ANALYSE DES RESULTATS ISSUS D'UN PLAN D'EXPERIENCES 171
4.2 ETUDE DE L'INFLUENCE DES FACTEURS ETUDIES SUR LE COMPORTEMENT MECANIQUE EN TRACTION-RUPTURE 172
4.3 EVALUATION DE L'INFLUENCE DES FACTEURS ETUDIES SOUS SOLLICITATION CYCLIQUE, A TRAVERS LES ESSAIS D'AUTO-ECHAUFFEMENT 174

5 INFLUENCE DU PROCEDE SUR LA TENUE D'UNE LIGNE DE SOUDURE 175

5.1 ETUDE DE L'INFLUENCE D'UNE LIGNE DE SOUDURE SUR LE COMPORTEMENT MECANIQUE SOUS EN TRACTION-RUPTURE 176
5.1.1 Contrainte à la rupture 176
5.1.2 Module d'Young 177
5.1.3 Faciès de rupture 178
5.2 EVALUATION DE L'INFLUENCE D'UNE LIGNE DE SOUDURE ET DE LA PRESSION DE MAINTIEN ASSOCIEE, SOUS SOLLICITATION CYCLIQUE, A TRAVERS LES ESSAIS D'AUTO-ECHAUFFEMENT 179
5.2.1 Influence de la présence d'une ligne de soudure 179
5.2.2 Influence de la pression de maintien sur la réponse thermomécanique d'une ligne de soudure 181
5.3 CORRELATION AUX RESULTATS OBTENUS EN FATIGUE 182
5.4 SYNTHESE 183

6 BILAN DE L'INFLUENCE DES FACTEURS ETUDIES SUR LA REPONSE THERMOMECANIQUE LORS DES ESSAIS D'AUTO-ECHAUFFEMENT 183

6.1 COMPARAISON DES FACTEURS INFLUENTS SUR LES EPROUVETTES ISO527 184

6.2 COMPARAISON DES FACTEURS INFLUENTS SUR LES EPROUVETTES H2 184
6.3 SYNTHESE 185

7 CONCLUSION ET PERSPECTIVES 185

1 Etude de l'influence de la géométrie de l'éprouvette

Comme nous l'avons décrit, en section **Erreur ! Source du renvoi introuvable.** chapitre 2, es éprouvettes H2 ont une section 4 fois plus petite que celle des éprouvettes ISO527. Leurs microstructures en « caisson » sont assez proches, mais le cœur des éprouvettes H2 semble plus petit, moins elliptique et décalé vers un des bords. Le changement de géométrie est a priori très riche en renseignements : nous faisons ainsi varier à la fois la microstructure et le volume étudiés, ce qui promet de nous informer sur les conséquences de telles variations sur la tenue en fatigue et sur la réponse thermomécanique.

Pour ce faire, nous avons conditionné les éprouvettes H2 à RH40% et utilisé les mêmes conditions expérimentales (1Hz, R=0, T_{amb}=23°C) afin de pouvoir comparer les résultats avec ceux obtenus précédemment sur les éprouvettes ISO527.

De plus, nous avons mené une campagne d'essais de fatigue à 1Hz, R=0 et T_{amb}=23°C, afin de confirmer la bonne corrélation entre le dépouillement rapide et la limite d'endurance usuelle.

1.1 Comparaison des courbes d'auto-échauffement

Sur la **Figure 3.1** ci-dessous, nous avons reporté les couples de points $(\bar{\theta}; \sigma_a)$ obtenus sur les éprouvettes H2 RH40 et sur ISO527 RH40. Nous avons rencontré des difficultés de pilotage en contrainte pour des efforts inférieurs à 0.3kN sur la machine INSTRON équipée d'une cellule de 100kN (rapport signal/bruit et réglage de l'asservissement PID[1]). C'est la raison pour laquelle, cette série de mesures manque de valeurs dans les bas niveaux d'amplitude de contrainte. Néanmoins, nous pouvons conclure sur plusieurs points importants :

- le dépouillement graphique donne une valeur très proche de 36MPa, soit une limite d'endurance à 10^6 très proche de celle des ISO527 ;
- une température stabilisée inférieure à celle des ISO527 pour un même niveau de contrainte : cela confirme l'influence du volume et de la géométrie étudiés, sur nos mesures thermiques.

[1] Réglage type gains « Proportionnel, Dérivateur, Intégrateur »

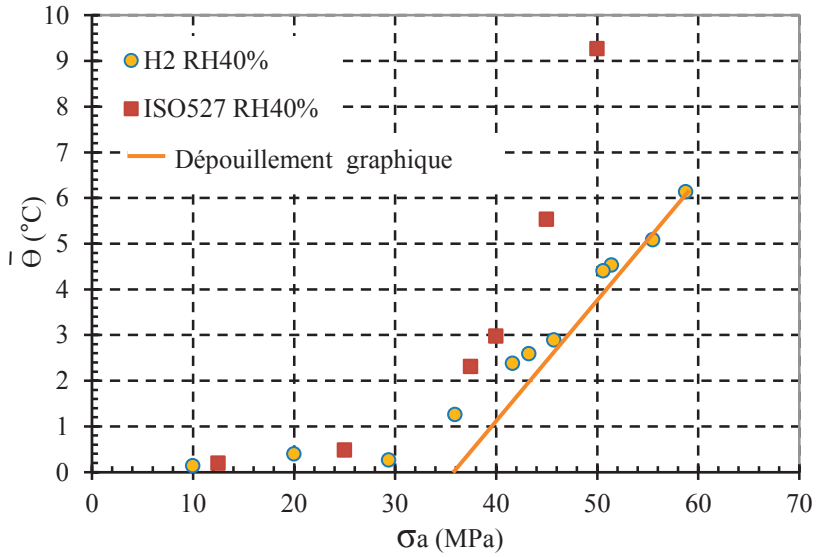


Figure 3.1 : Comparaison de courbes obtenues lors d'essais d'auto-échauffement pour 2 géométries différentes (ISO527 et H2).

1.2 Analyse des faciès de rupture

La **Figure 3.2** indique la localisation des clichés MEB illustrant l'analyse des faciès de rupture présentée dans cette section, pour les éprouvettes H2 RH40%.

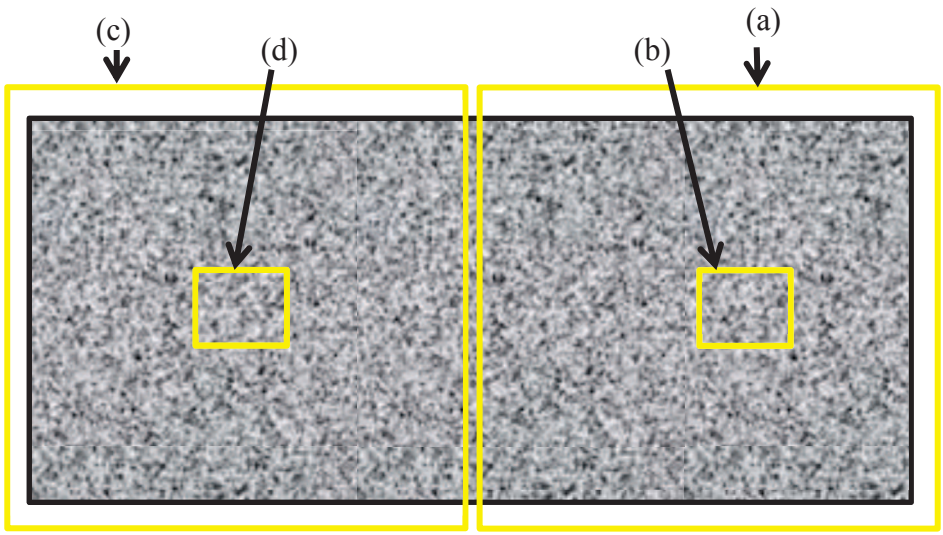


Figure 3.2 : Localisation des faciès de rupture obtenu au MEB sur H2 RH40%.

La **Figure 3.3 (a)** montre nettement l'influence de l'orientation des fibres sur les mécanismes de rupture. Un cœur moins bien orienté vis-à-vis de la direction de sollicitation est bien décalé vers le bord de la section dans le plan d'observation : on observe des empreintes dans la matrice correspondant à des fibres orientées perpendiculairement à la direction de sollicitation (voir sur la **Figure 3.3 (b)**). La topologie de zone semble militer pour une déformation importante de cette zone. Des zones d'écoulement sont observables à l'interface entre le cœur et la partie de l'éprouvette contenant des fibres majoritairement bien orientées.

(a) (b)

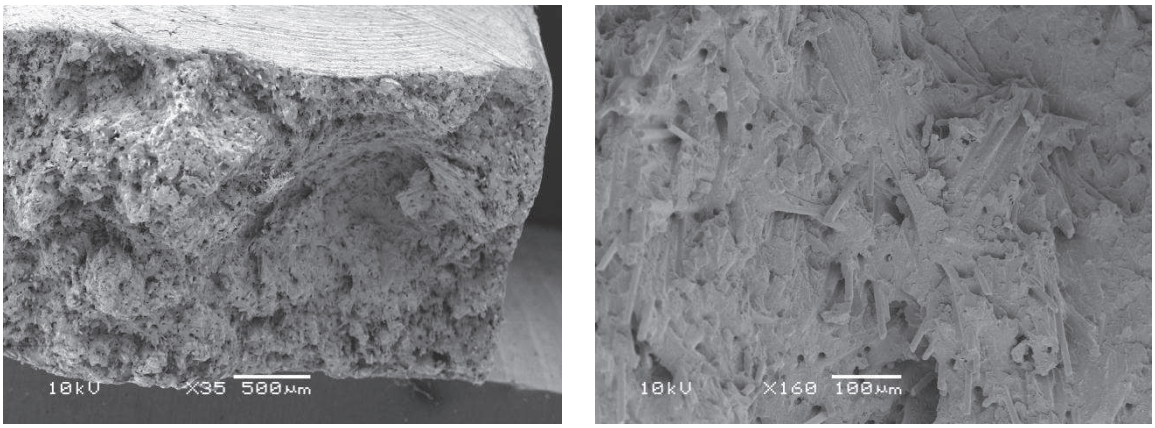


Figure 3.3 : Clichés MEB du faciès de rupture sous sollicitation cyclique d'une éprouvette H2 RH40% en PA66GF50. (a) vue de la moitié de la section avec mise en évidence de la zone de cœur et (b) vue zoomée sur la zone de cœur.

La **Figure 3.4 (c)** montre la zone de peau que nous présentions bien orientée vis-à-vis de la direction de sollicitation. Une nouvelle fois, la topologie de la surface est très variée et le matériau semble s'être déformé par blocs. L'observation en détail (**Figure 3.4 (d)**) de cette zone nous indique des mécanismes similaires à ceux observés pour les éprouvettes ISO527 RH40%, dans les zones de peau et l'interface cœur-peau : des cônes ductiles apparaissent autour des fibres dans certaines zones, des déchaussements de fibres et des zones d'écoulements locaux sont visibles.

(c) (d)

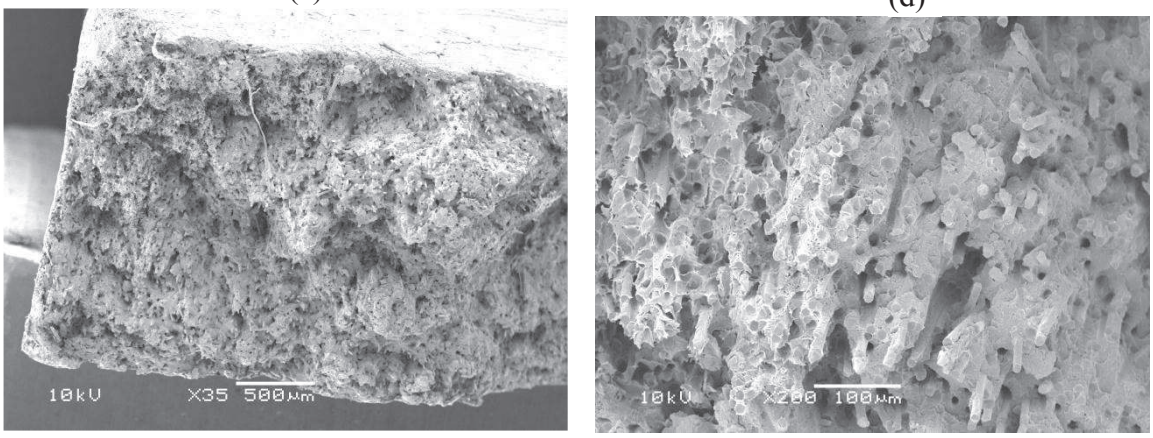


Figure 3.4 : Clichés MEB du faciès de rupture sous sollicitation cyclique d'une éprouvette H2 RH40% en PA66GF50. (a) vue de la moitié de la section avec mise en évidence de la zone de peau principalement orientée dans la direction de sollicitation et (b) vue zoomée sur la zone de peau.

1.3 Corrélation aux essais de fatigue

La **Figure 3.5** présente une évaluation de la courbe S-N (droite rouge) à partir des points obtenus lors des essais d'auto-échauffement (losange rouge). En comparaison avec les résultats issus des essais de fatigue, nous constatons que cette première évaluation est représentative de l'endurance moyenne du matériau. Nous pouvons conclure à nouveau à la pertinence du dépouillement pragmatique associé aux essais d'auto-échauffement pour notre matériau.

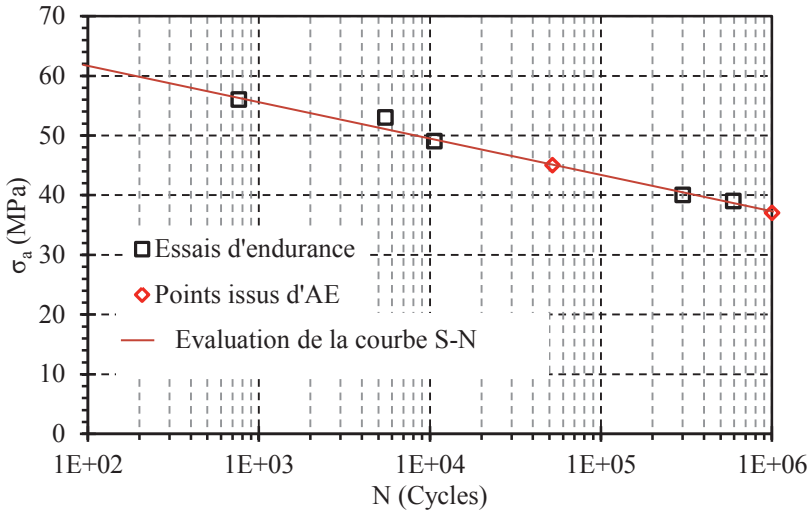


Figure 3.5 : Evaluation de la courbe S-N à partir des points obtenus en auto-échauffement pour les éprouvettes H2 RH40% et comparaison aux résultats obtenus en fatigue.

Les marqueurs losanges rouges, sur la **Figure 3.6**, présentent les résultats des essais d'endurance réalisés sur éprouvettes H2 RH40%, dans les mêmes conditions expérimentales que la précédente campagne sur les ISO527 RH40%.

Nous remarquons une concordance des 2 nuages de points. Les éprouvettes H2, malgré leur structure « en caisson » légèrement différente, ont un comportement en fatigue très proche des ISO527 (bonne superposition des 2 nuages de points sur la **Figure 3.6**).

Le dépouillement graphique réalisé en section précédente sur les éprouvettes H2 est en adéquation avec les essais en fatigue : la limite d'endurance à $N=10^6$ cycles est proche de 37MPa pour ces 2 familles d'éprouvettes dans les conditions expérimentales utilisées.

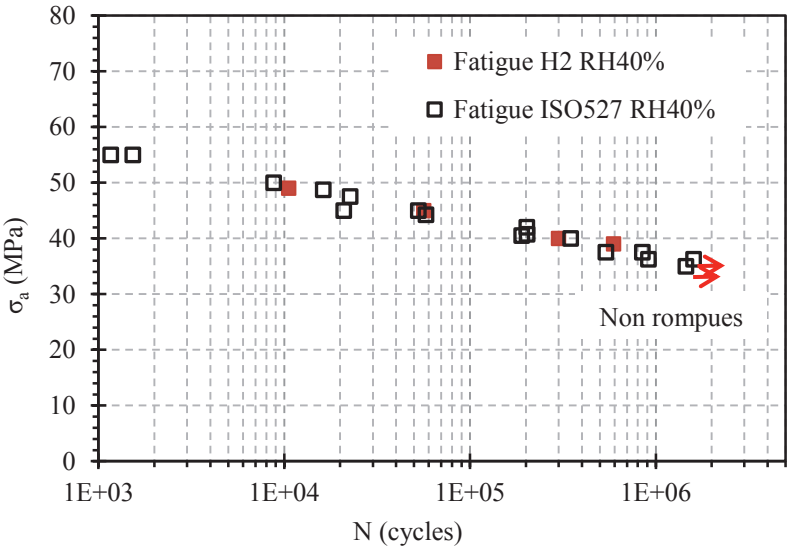


Figure 3.6 : Comparaison des essais de fatigue réalisés sur un PA66GF50 pour des éprouvettes ISO527 RH40% et des éprouvettes H2 RH40%, à R=0, f=1Hz et T_{amb}=23°C.

1.4 Synthèse

Le changement de géométrie engendre logiquement une réponse thermo-mécanique différente lors des essais d'auto-échauffement : la réduction du volume facilite les échanges thermiques (conduction et convection) avec l'environnement extérieur ce qui a pour effet de réduire l'auto-échauffement pour un niveau d'amplitude de contrainte donné. Néanmoins, un dépouillement graphique de la courbe d'auto-échauffement obtenue donne une endurance limitée très proche de celle des éprouvettes ISO527 RH40%.

L'observation des faciès de rupture nous confirme un décalage de la microstructure en termes de localisation et de taille du cœur, mais semble révéler des mécanismes de déformation proches et très influencés par l'orientation des fibres vis-à-vis de la direction de sollicitation.

Enfin, une campagne classique de fatigue confirme le fait qu'un dépouillement graphique est possible : l'estimation de l'endurance limitée à $N=10^6$ cycles et le nombre de cycles à la rupture du dernier palier d'auto-échauffement permettent une évaluation pertinente de la durée de vie de notre matériau. Une comparaison des essais d'endurance sur éprouvettes H2 RH40% et sur éprouvettes ISO527 RH40% montre un comportement en fatigue également très proche.

L'ensemble de ces constatations, nous permet de penser que les mécanismes en jeu pendant les essais d'auto-échauffement sont représentatifs des mécanismes pilotant la durée de vie, ce qui n'était pas, a priori, évident.

2 Etude de l'influence du taux d'humidité dans le Polyamide

Comme nous l'avons étudié en détail dans le chapitre 1, la reprise en eau du Polyamide est un facteur très influent sur son comportement mécanique, et notamment sur sa tenue en fatigue. Nous proposons dans cette section de confronter notre méthode de caractérisation rapide à des variations de reprise en humidité pour les éprouvettes ISO527.

2.1 Comparaison des courbes d'auto-échauffement

La **Figure 3.7**, ci-dessous, met en évidence un comportement thermomécanique très sensible aux variations de reprise en eau. Un dépouillement pragmatique de nos essais, nous indique les limites d'endurance, notée $\sigma_{aD\text{-}AE}$, pour $N=10^6$ cycles suivantes :

RH	$\sigma_{aD\text{-}AE}$ [MPa]
20	48
25	46
40	37
55	33

Tableau 3.1 : Valeurs de $\sigma_{aD\text{-}AE}$, à $N=10^6$ cycles pour différents RH

Les courbes d'auto-échauffement nous indiquent clairement une diminution significative de la résistance en fatigue du PA66GF50 avec l'augmentation de sa reprise en eau. Nous pouvons noter que cette influence ne semble pas linéaire, puisqu'une faible variation de RH sur un matériau initialement pauvre en eau (comparaison RH20% et RH25%) a plus d'influence qu'une importante variation de RH sur un matériau plus humide (comparaison RH40% et RH55%).

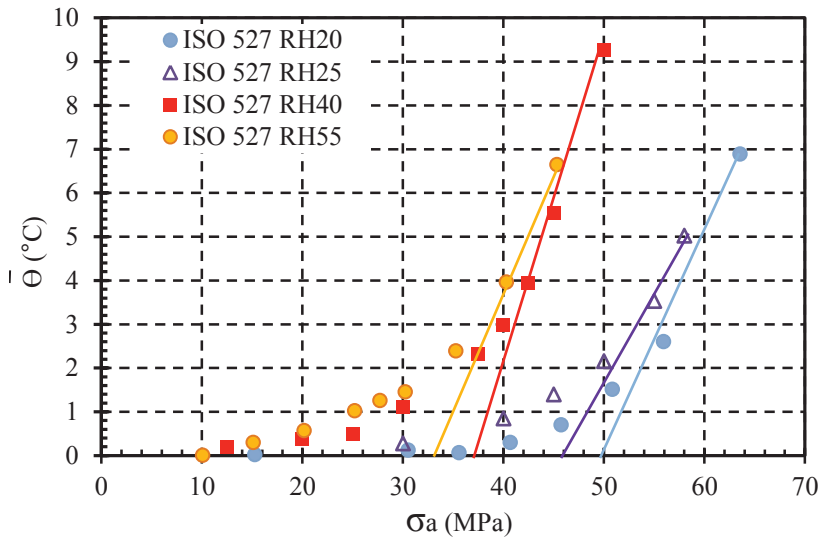


Figure 3.7 : Comparaison des courbes d'auto-échauffement d'un PA66GF50 pour différents taux d'humidité, sur éprouvettes ISO527, à température ambiante, R=0 et f=1Hz.

2.2 Analyse des indicateurs mécaniques

Nous proposons dans cette sous-section une analyse de l'endommagement scalaire, et de la déformation résiduelle au cours des différents paliers d'auto-échauffement pour une reprise en humidité significativement différente (RH25%) de celle des résultats précédemment exposés (RH40%).

2.2.1 Endommagement scalaire

La **Figure 3.8** présente l'évolution de l'endommagement scalaire au cours des paliers d'auto-échauffement pour une éprouvette ISO527 RH25%. Les points rouges montrent une augmentation régulière dès le deuxième palier, signe d'un effet couplé de la température et de l'endommagement (ici difficilement dissociable). Les points bleus quant à eux, montrent l'évolution de l'indicateur après retour à l'équilibre thermique (suite au recouvrement de 10 min entre chaque palier). Nous observons une augmentation de l'endommagement scalaire à partir de 45 MPa. Ce constat est en adéquation avec le seuil observé en **Figure 3.7** sur la courbe d'auto-échauffement et correspond à un ou plusieurs mécanismes irréversibles possiblement activés.

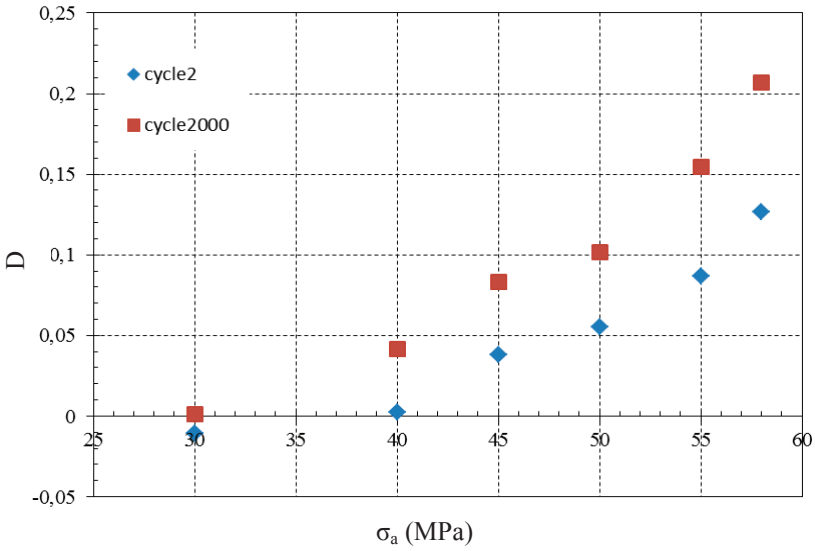


Figure 3.8 : Evolution de l'endommagement scalaire en début de palier (cycle 2) et fin de palier (cycle 2000) pour les essais d'auto-échauffement sur ISO527 RH25%

2.2.2 Déformation résiduelle

La **Figure 3.9** montre l'évolution de la déformation résiduelle au cours des paliers d'auto-échauffement pour une éprouvette ISO527 RH25%. Nous observons avec les points rouges la déformation résiduelle à la fin de chaque palier d'auto-échauffement : l'augmentation progressive de l'indicateur au début de l'essai devient brutale à partir du palier 45MPa. Il est à nouveau difficile de dissocier ici les effets dus à l'élévation de température et ceux dus à des mécanismes irréversibles. Néanmoins, les points bleus nous apportent une réponse

significative. Ce dernier montre l'évolution de l'indicateur après retour à l'équilibre thermique et ne montre une augmentation sensible qu'à partir du palier 50Mpa. La déformation résiduelle observée est donc liée à des mécanismes irréversibles possiblement activés entre 45 et 50MPa. Ce résultat est, une nouvelle fois, en accord avec le seuil détecté précédemment.

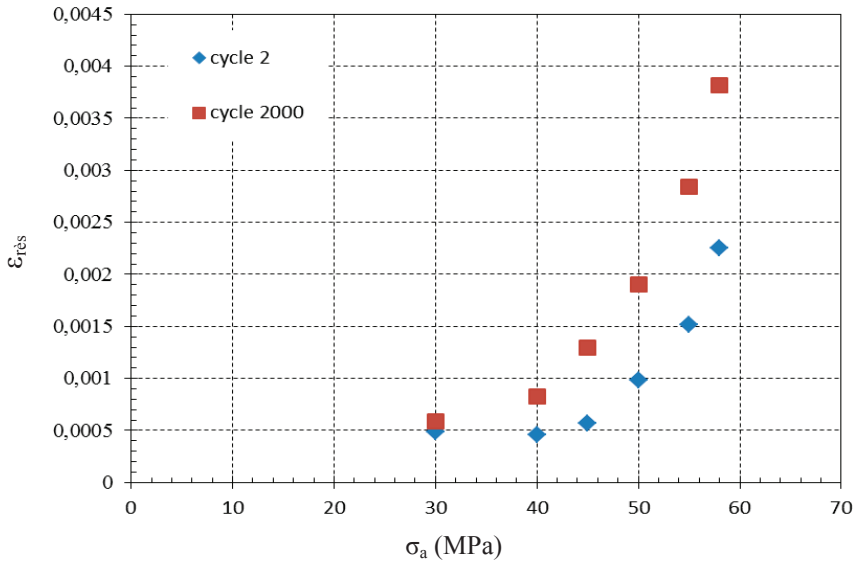


Figure 3.9 : Evolution de la déformation résiduelle en début de palier (cycle 2) et fin de palier (cycle 2000) pour les essais d'auto-échauffement sur ISO527 RH25%

2.3 Analyse des facies de rupture

L'objectif de cette section est d'analyser les mécanismes de rupture sous sollicitation cyclique des éprouvettes ISO527 RH25%, et de les comparer à ceux déjà observés à RH40% (la réponse thermomécanique étant significativement différente de celle des mêmes éprouvettes à RH40%). Nous ne présentons pas dans cette section l'analyse des faciès de rupture à RH55% car elle ne diffère pas de ceux obtenus à RH40%.

La **Figure 3.10** montre la localisation des différents clichés illustrant notre analyse.

La **Figure 3.11** propose des clichés pris dans la zone de cœur moins bien orientée vis-à-vis de la direction de sollicitation. Nous observons beaucoup de fibres intactes sortant du faciès : le phénomène de rupture des fibres observées pour les éprouvettes ISO527 RH40% semble moins présent. Les déformations en jeu semblent aussi moins importantes et plus homogènes entrainant une rupture moins ductile. Néanmoins on observe des cavités de taille significatives.

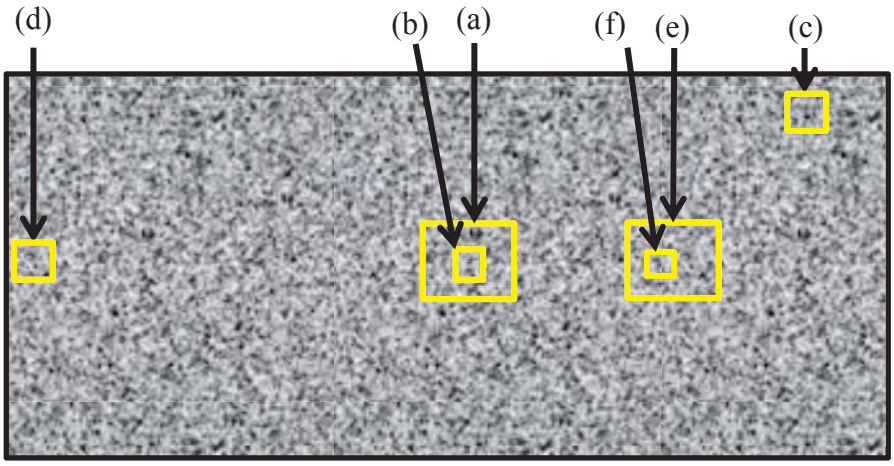


Figure 3.10 : Localisation des faciès de rupture cyclique obtenu au MEB sur ISO527 RH25%.

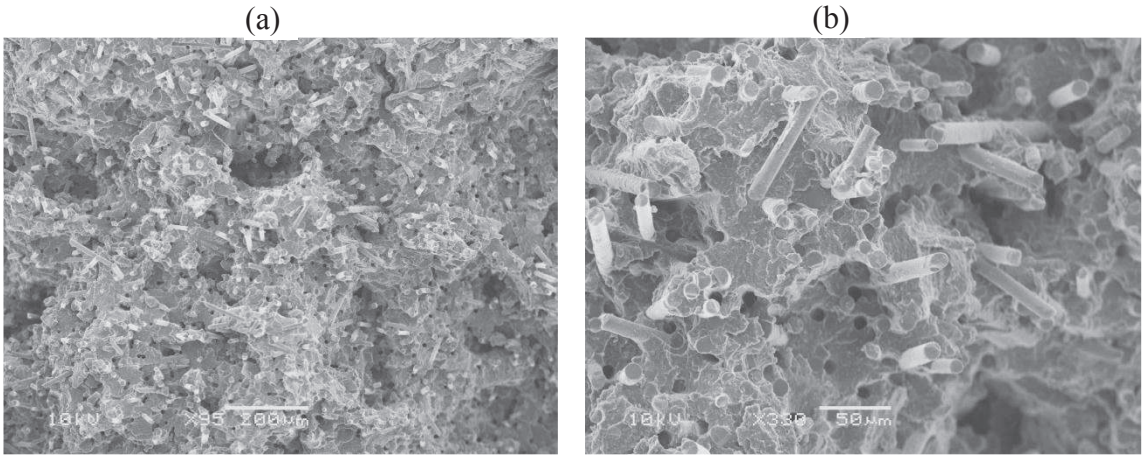


Figure 3.11 : Clichés MEB des faciès de rupture cyclique d'une éprouvette ISO527 RH25% au cœur.

L'observation post-mortem des zones de bord et de coin de la section indiquent des déformations plus hétérogènes, des cavités plus nombreuses, et des ruptures de fibres en nombre plus important (voir **Figure 3.12**).

L'observation de la zone de peau orientée dans la direction de sollicitation et de sa frontière avec la zone de cœur moins bien orientée, laisse entrevoir un certain nombre de cavités, ainsi que des surfaces de glissement, reflets du cisaillement local issu du gradient d'orientation (voir **Figure 3.13**). Nous n'observons pas de cônes ductiles autour des fibres dans la zone bien orientée contrairement aux mêmes éprouvettes à RH40%. Nous supposons donc que la matrice plus rigide limite les déformations et entraine une rupture plus fragile.

(c) (d)

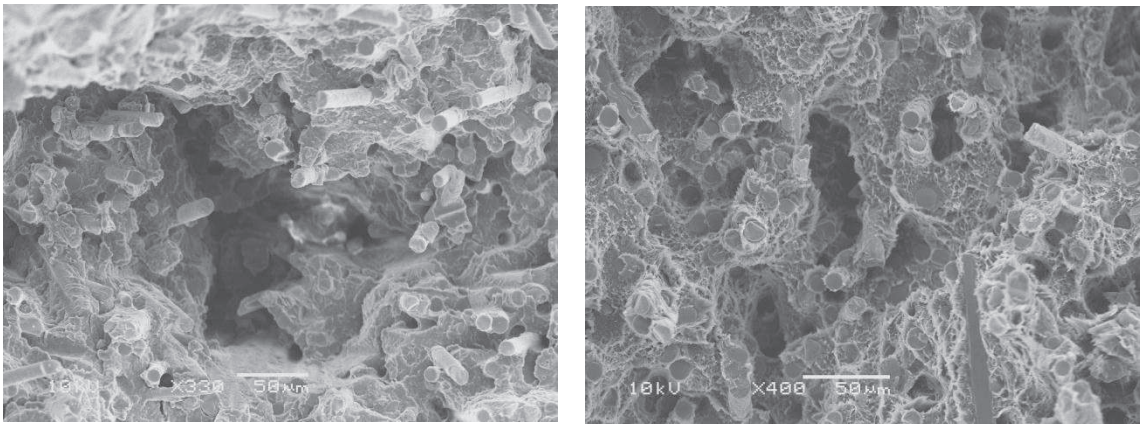


Figure 3.12 : Clichés MEB des faciès de rupture cyclique d'une éprouvette ISO527 RH25% dans un coin (c) et au bord (d).

(e) (f)

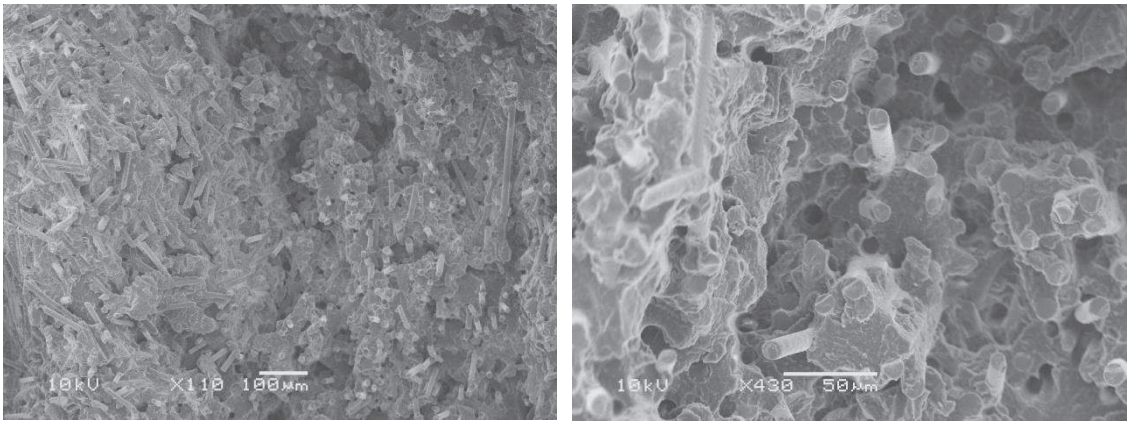


Figure 3.13 : Clichés MEB des faciès de rupture cyclique d'une éprouvette ISO527 RH25% à la frontière entre le cœur et la peau.

2.4 Courbes de fatigue

Nous avons reporté sur un diagramme S-N, les quelques points issus d'essais de fatigue réalisés à f=1Hz, R=0 et T_{amb}=23°C, sur des éprouvettes ISO527 conditionnées à RH25%, RH40% et RH55%. A ces points, nous proposons d'ajouter les points issus de la prévision de durée de vie à $N=10^6$ cycles obtenus à partir du dépouillement « pragmatique » réalisé en section précédente. Ainsi nous estimons 2 nouvelles courbes en fatigue pour des taux de reprise en humidité différents (**Figure 3.14** ci-dessous). Nous remarquons que l'évaluation faite par le dépouillement graphique des courbes d'auto-échauffement dans le cas des ISO527 RH55% offre une bonne corrélation avec des points obtenus en fatigue : la durée de vie est inférieure à celle des éprouvettes ISO527 RH40% et ce décalage semble constant sur la plage de durée de vie étudiée. Il est plus difficile de conclure pour les ISO527 RH25% : la durée de vie est supérieure pour un niveau de contrainte donné, mais nous ne disposons que de 2 essais en fatigue (ce qui est insuffisant pour donner une tendance pour des durées de vie supérieures à 10^5 cycles).

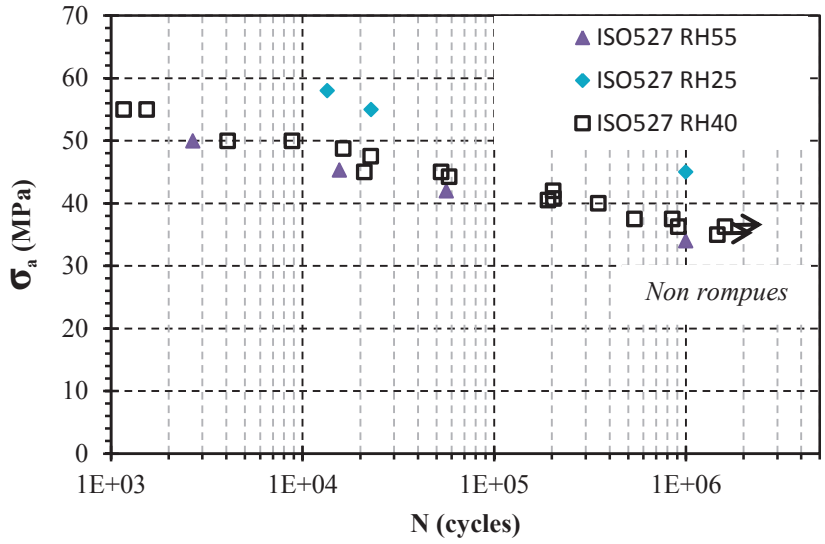


Figure 3.14 : Comparaison des courbes de fatigue pour différents taux de reprise en humidité d'un PA66GF50, à F=1Hz et R=0, à température ambiante.

2.5 Synthèse

La reprise en eau du PA66GF50 influence nettement la réponse thermomécanique lors des essais d'auto-échauffement. Les courbes à RH55% et RH40% sont assez proches, et montrent un auto-échauffement plus élevé pour une amplitude de contrainte donnée que pour les mêmes éprouvettes à RH25% ou RH20%. Une évaluation graphique de la durée de vie limitée à $N=10^6$ cycles offre un classement cohérent vis-à-vis de l'évolution présumée vis-à-vis de ce facteur influent. La campagne d'essais en fatigue confirme cette tendance et montre une bonne corrélation avec la durée de vie estimée par la caractérisation rapide. L'observation des faciès post-mortem, issus des essais d'auto-échauffement sur ISO527 RH25%, indique que les mécanismes pilotant la rupture sont globalement les mêmes : le gradient d'orientation, entre la peau orientée dans la direction de sollicitation et le cœur moins bien orienté, active des mécanismes de plasticité et/ou d'endommagement. Ces mécanismes sont aussi observés dans les coins des éprouvettes : ces zones sont le siège d'une mauvaise orientation locale et du risque accru de présence de porosités initiales. Ce qui semble distinguer les faciès de rupture des ISO527 RH40% et 25%, relève plus du niveau de déformation de la matrice et des conséquences que cela engendre : la matrice moins ductile dans le cas des RH25% se déforme moins, les cavités formées sont moins grandes, aucune macro-fissure n'apparait, les fibres cassées sont moins nombreuses, la rupture semble plus fragile.

Nous pouvons conclure à l'importance majeure du facteur étudié quant à la durée de vie d'un PA66GF50. Il semblerait que les niveaux de déformation, très influencés par la reprise en eau, soient responsables de l'activation plus ou moins précoce des mécanismes pilotant la fatigue.

3 Influence de l'orientation et de la distribution de longueur des fibres

Comme nous l'avons montré lors du chapitre 1, l'orientation et la distribution de longueur de fibres (FLD) sont des paramètres parmi les plus influents sur le comportement mécanique des polymères renforcés, et notamment sur leur durée de vie sous sollicitation cyclique.

Afin de confronter la caractérisation rapide à l'évolution de ces 2 facteurs majeurs, nous avons généré 2 familles d'éprouvettes : les ISO527 rebroyées issues d'une seconde injection (voir détails d'obtention et leur caractérisation en Chapitre 2) et les éprouvettes H2 usinées à différentes orientations réputées (présentation en et caractérisation en Chapitre 2).

3.1 Influence de l'orientation des fibres

Les éprouvettes H2 « usinées » ont une structure composée principalement de 3 couches planaires (peau/cœur/peau) mis en évidence en section 1.2.3.1.3. Nous avons quantifié l'épaisseur du cœur à environ 0.25mm, soit 12.5% de l'épaisseur totale (2mm). L'orientation réputée correspond à l'angle que forme le plan médian principal de l'éprouvette par rapport à la direction principale d'écoulement lors de l'injection en nappe de la plaque. Pour des raisons de répétabilité de nos essais, nous n'avons conservé que l'éprouvette usinée au centre de la plaque. En effet, une pré-étude de caractérisation en monotone a démontré la variabilité significative des résultats issus d'éprouvettes de même orientation « réputée » en fonction de leur position d'origine dans la plaque. Ce constat est en adéquation avec les prévisions rhéologiques (voir simulation MPI® en en section 1.2.3.1.3).

Nous exposons dans un premier temps, un certain nombre de résultats obtenus lors d'essais en traction-rupture à l'aide de corrélation d'image. L'objectif de ces essais monotones est d'évaluer le comportement mécanique du PA66GF50 en fonction de l'orientation réputée des fibres vis-à-vis de la direction de sollicitation principale.

Ensuite, nous présentons les courbes d'auto-échauffement réalisées pour ces mêmes orientations, soient 0°, 15°,30°, 45°, 60° et 90°.

3.1.1 Etude du comportement sous sollicitation monotone

L'étude du comportement sous sollicitation monotone présente un double intérêt. Tout d'abord cela permet une évaluation du comportement mécanique de nos éprouvettes usinées en fonction de l'angle réputé des fibres en peau, mais cela nous permet également une comparaison avec les résultats obtenus dans la bibliographie *(Bernasconi, 2007b)*.

3.1.1.1 Protocole

Les essais de traction uni-axiale sont réalisés sur une machine de traction électromécanique Lloyd LR5K+ dotée d'une cellule d'effort de 1 kN, à température ambiante et à une vitesse de 15kN.min^{-1}. Notre PA66GF50 a un taux de reprise en humidité proche de 40%. L'acquisition

des données mécaniques est réalisée par une caméra optique Retiga 1300 de la société QImaging® (CCD Sensor). Sa résolution est de 1.3 millions de pixels. Un mouchetis blanc est réalisé par dépôt indirect d'une peinture disponible sous forme de bombe aérosol. Ce dernier permet de créer des micro-points de références sur la face avant et sur la tranche de nos éprouvettes. Lors de la sollicitation, les points se déplacent et rendent donc possible le calcul de déformation dans les 3 directions principales.

La mesure de champ de déplacement se fait à l'aide du logiciel « Correlimr® » (développé au LMT Cachan). Cette application programmée sous Matlab® crée une grille sur une photo de référence (à effort nul) et évalue grâce aux différentes photos prises au cours de l'essai la position du motif de chaque zone afin de quantifier le champ de déplacement. Ce dernier est ensuite traduit en champ de déformation. Les avantages de cette technique sont la rapidité et la qualité des résultats obtenus (fonction également de la qualité du mouchetis réalisé). La **Figure 3.15** montre un exemple de champ de déformation pour une éprouvette H2 usinée avec une orientation réputée de 30° : nous constatons que ce dernier n'est pas symétrique de part et d'autre de la direction de sollicitation (direction 1) ; Cette asymétrie de déformation est due à l'orientation des fibres et illustre bien l'importance du facteur étudié sur la réponse mécanique.

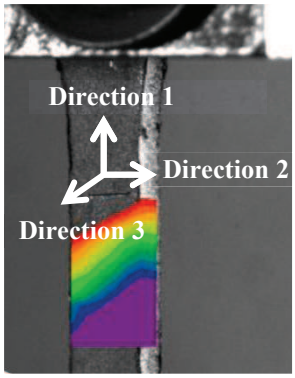


Figure 3.15 : Exemple de champ de déformations lors d'un essai de traction uni-axial sur éprouvette H2 usinée avec une orientation réputée de 30°. Résultats obtenus à l'aide du logiciel Correlimr®.

3.1.1.2 Principaux résultats

La **Figure 3.17** montre les courbes de comportement obtenues lors de nos essais de traction uni-axiale. Comme nous pouvions le pressentir, le comportement est proche de celui d'un stratifié.

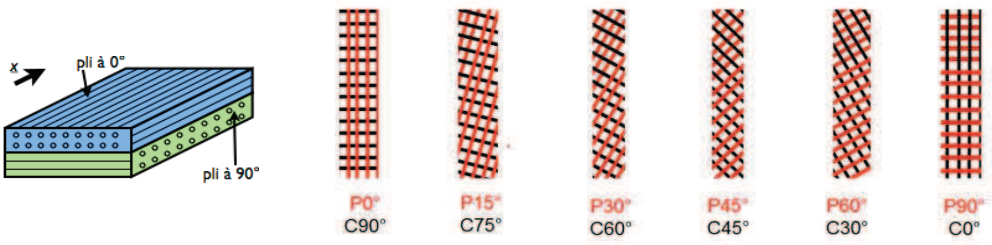


Figure 3.16 : Schéma explicatif de l'évolution de l'orientation de la microstructure type « stratifiée » des éprouvettes H2 usinées à différents angles vis-à-vis de la direction de sollicitation (voir angles P0°, P15°, P30°, P45°, P60° et P90° en rouge).

La **Figure 3.17 (a)** présente l'évolution de la contrainte principale suivant la direction 1 par rapport à la déformation dans la même direction.

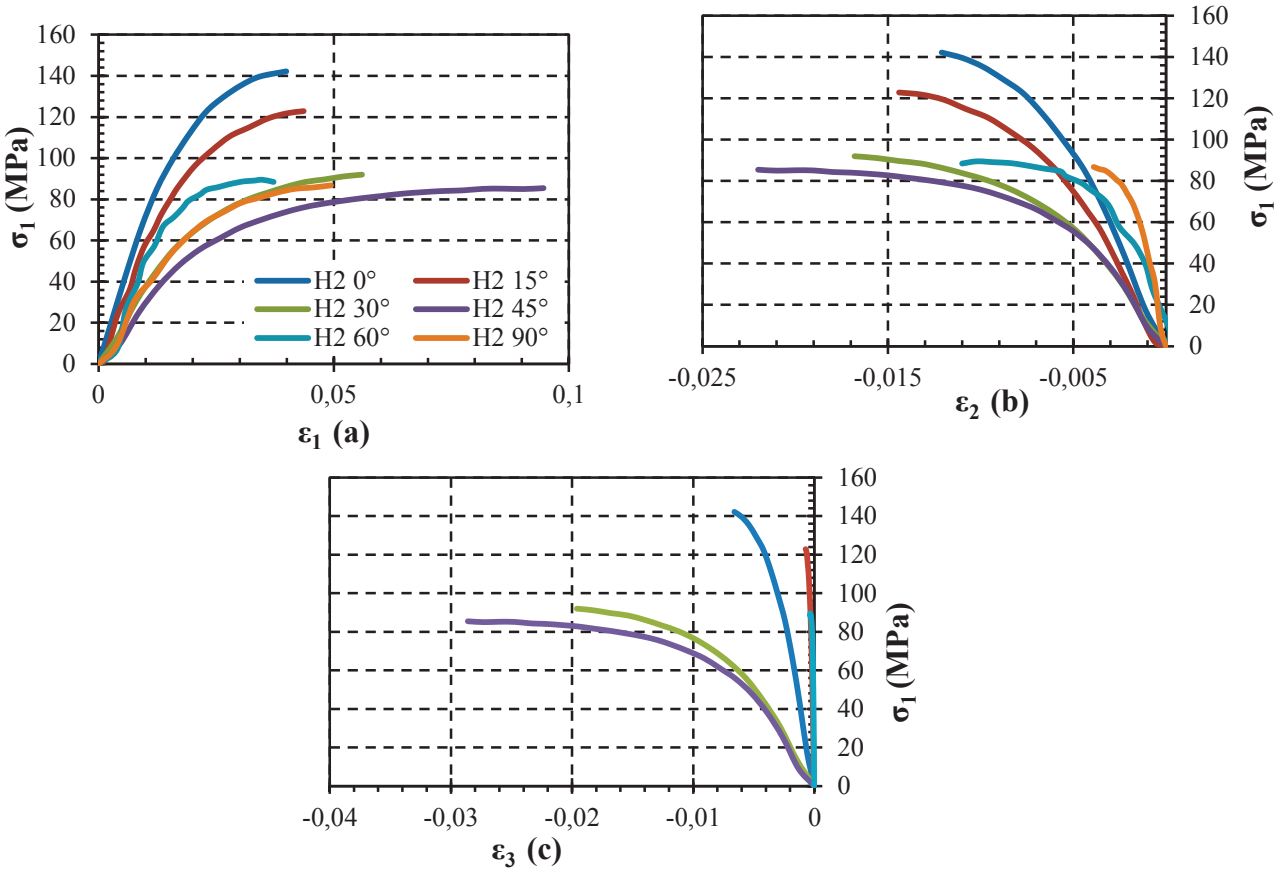


Figure 3.17 : Courbes de comportement du PA66GF50 issues d'essais en traction uni-axiale (15kN.min^{-1}) sur éprouvettes H2 « usinées » (RH40%) pour différentes orientations « réputées » de fibres

Comme nous pouvons le remarquer, l'éprouvette usinée à 0° par rapport à la DPE est la structure la plus rigide, la plus résistante et l'éprouvette usinée à 45° par rapport à la DPE est la moins rigide et la moins résistante. Pour les autres orientations, le cœur orienté perpendiculairement aux 2 zones de peau, s'oriente également et apporte une contribution non négligeable à la réponse mécanique globale : on retrouve ce type d'évolution pour un stratifié possédant un empilement de plis majoritairement à 0° et quelques plis à 90°, si on l'oriente à différents angles vis-à-vis de la direction de sollicitation en traction (voir schéma explicatif en **Figure 3.16**). Ainsi, le module dans la direction 1, noté E_1, chute régulièrement jusqu'à un angle de la peau à 45° vis-à-vis de la direction de sollicitation, puis augmente du fait de l'orientation du cœur qui pour l'orientation à 60° et 90° de la peau apporte un gain de raideur du fait de son orientation respectivement à 30° et 0° (voir **Figure 3.18 (a)**). Nous notons également l'effet majeur de l'épaisseur de la peau vis-à-vis de celle du cœur avec un module E_1 bien plus élevé lorsque la peau est orientée à 0° et le cœur à 90° par rapport à une peau à

90° et un cœur à 0°. Tout comme pour la déformation dans la direction 1, les déformations, lors de la rupture dans les directions transverses ε_{r2} et ε_{r3}, sont plus importantes pour les orientations de la peau à 30° et 60° : la striction dans la phase non linéaire du comportement est facilitée par l'orientation des fibres (voir **Figure 3.17 (a)**, **(b)** et **(c)** et **Figure 3.18 (b) et (c)**). La **Figure 3.18 (c)** indique que la contrainte à la rupture, notée σ_{r1}, suit la même évolution que le module E_1.

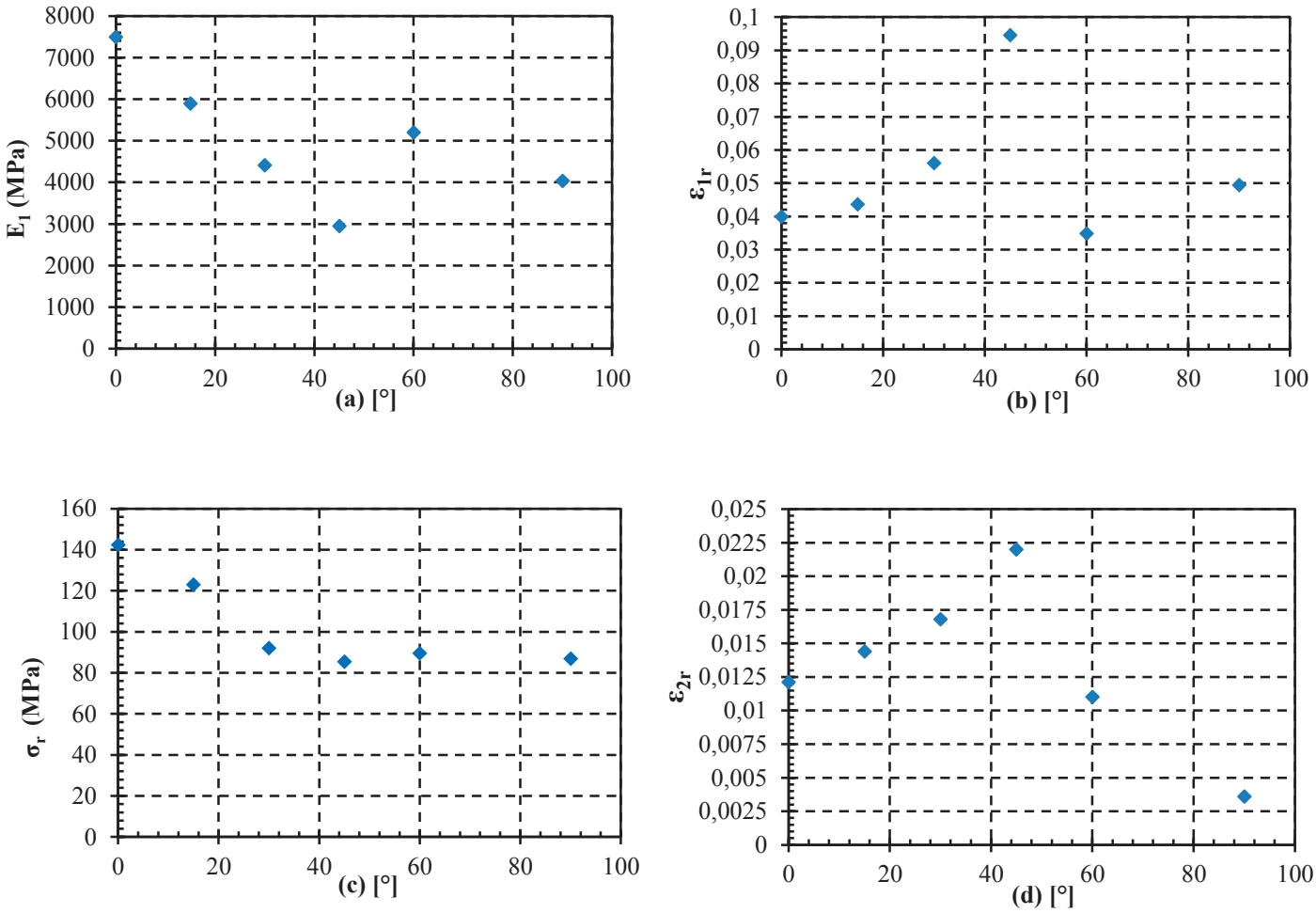


Figure 3.18 : Evolutions des propriétés mécaniques d'un PA66GF50 issues d'essais en traction uni-axiale (15kN.min^{-1}) sur éprouvettes H2 « usinées » (RH40%) pour différentes orientations « réputées » de fibres

3.1.2 Etude du comportement lors des essais d'auto-échauffement

La **Figure 3.19** présente les résultats obtenus lors d'essais d'auto-échauffement réalisés sur les éprouvettes H2 RH40% « usinées » avec différentes orientations réputées des fibres en peau.

Nous remarquons qu'une certaine hiérarchie semble respectée. En effet, pour un niveau d'amplitude de contrainte donné, les éprouvettes dont l'orientation réputée est 45° et 90° s'échauffent plus ; les éprouvettes dont l'orientation est réputée à 30° ont une température

moyenne en peau légèrement plus basse ; Enfin, les éprouvettes H2 RH40 0° s'auto-échauffent beaucoup plus tardivement.

Il faut noter que les éprouvettes dont l'orientation réputée est 0° ont un comportement sous sollicitations cycliques très proche des éprouvettes H2 injectées (triangles vert et jaune sur **Figure 3.19**). La légère différence observée provient très probablement des distinctions, que nous avons précédemment exposées, concernant la microstructure et le volume.

Un dépouillement « pragmatique » de nos essais (voir droites tracées sur la **Figure 3.19**), nous indique les limites d'endurance $\sigma_{aD\text{-}AE}$ à $N=10^6$ cycles suivantes :

Orientation	$\sigma_{aD\text{-}AE}$ [MPa]
0°	36
30°	24
45°	22
90°	20

Tableau 3.2 : Valeurs de $\sigma_{aD\text{-}AE}$, à $N=10^6$ cycles pour différentes orientations réputées de fibres.

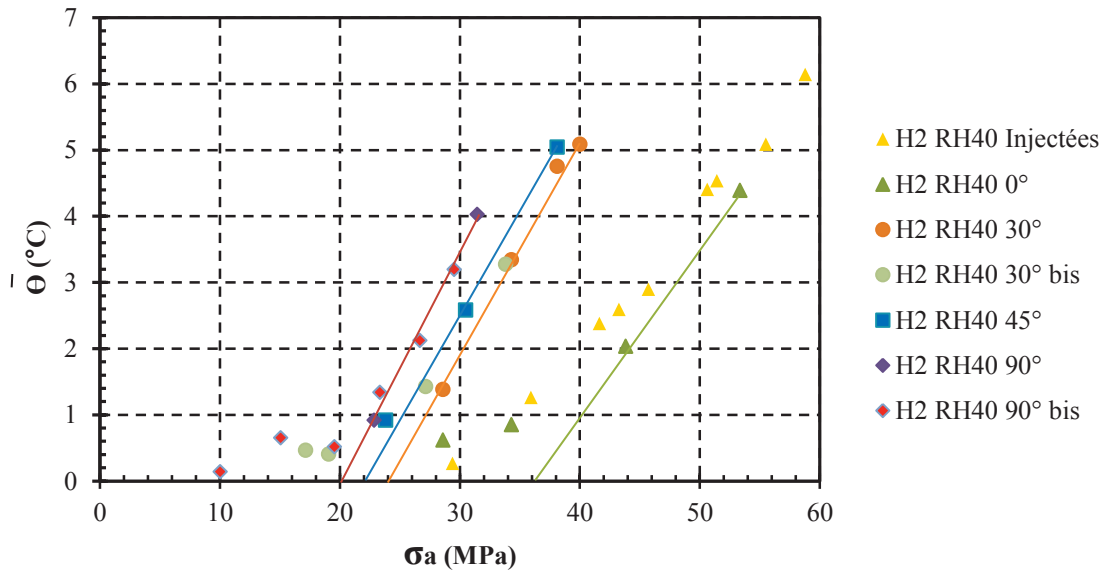


Figure 3.19 : Caractérisation « rapide » d'un PA66GF50 sous forme d'éprouvettes H2 (RH40%) usinées à différentes orientations.

3.1.3 Observation et analyse des faciès de rupture sous sollicitation cyclique

La **Figure 3.20** propose une observation par MEB des faciès de rupture obtenus pour les éprouvettes H2 usinées à 0° et à 90°. Nous retrouvons des faciès très influencés par l'effet cœur-peau par couche (décrite précédemment). Dans le cas de l'éprouvette 0°, le cœur est orienté perpendiculairement à la direction de sollicitation, et nous observons des empreintes de fibres et la présence de fibres à nu ainsi qu'une topologie assez plane de cette zone. La peau est quant à elle bien plus étirée, avec des cônes ductiles observables autour des fibres :

c'est une conséquence d'une meilleure tenue de l'interface fibre matrice quand ces dernières sont correctement orientées dans la direction de sollicitation. Le passage relativement brusque du cœur à la peau révèle des mécanismes de glissement observables sur la **Figure 3.21** (zoom de la zone en encadré en pointillé jaune localisé sur la **Figure 3.20**).

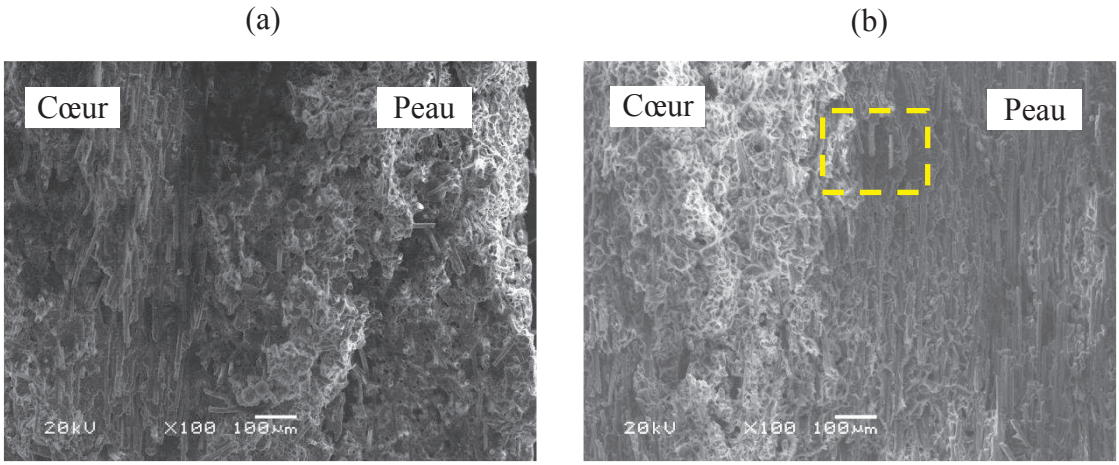


Figure 3.20 : Faciès de rupture obtenus en microscopie électronique à balayage pour des éprouvettes H2 usinées à 0° (a) et à 90° (b) : mise en évidence de l'effet cœur-peau.

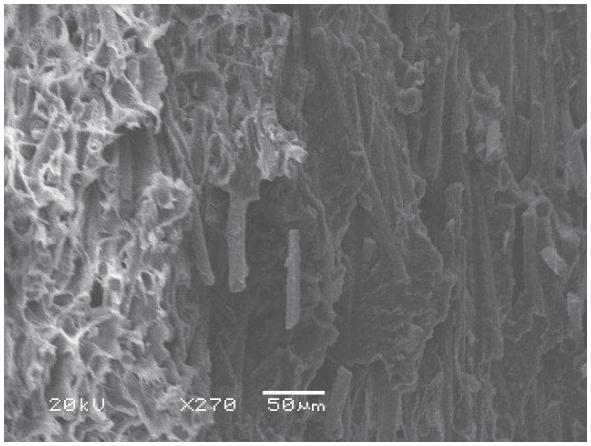


Figure 3.21 : Faciès de rupture obtenus en microscopie électronique à balayage pour des éprouvettes H2 usinées à 90° : mise en évidence des mécanismes de rupture en fonction de l'orientation des fibres.

3.1.4 Corrélation aux données disponibles en fatigue

Nous ne disposons pas de résultats en fatigue pour les éprouvettes H2 usinées à différents angles. La préparation de la surface à la suite de l'usinage nous a semblé être une source de dispersion possible et non négligeable. De ce fait, pour des raisons de temps, nous avons préféré baser notre analyse sur les résultats disponibles dans la littérature.

Les travaux d'Andréa Bernasconi et de ses collaborateurs *(Bernasconi, 2007b)* nous apportent plusieurs points de comparaison. Malgré des conditions expérimentales différentes (PA6GF30

RH50%, R=0.1, et f=4 Hz), les auteurs ont pu quantifier l'influence de l'orientation des fibres avec un protocole identique au notre (usinage dans des plaques suivant des orientations réputées). Les principaux résultats sur lesquels s'appuie notre comparaison, sont présentés dans le Tableau 3.3, ci-dessous. Ces résultats sont également illustrés dans le chapitre 1 dans la section traitant de l'influence de l'orientation des fibres sur la tenue en fatigue des SGFRT.

Orientation	σ_{maxD} (N=10^6) [MPa]	σ_r [MPa]	σ_{maxD} /σ_r
0°	40.3	89.5	0.45
30°	36.7	75.6	0.49
90°	27	53.2	0.51

Tableau 3.3 : Résultats partiels des travaux de Bernasconi sur l'influence de l'orientation des fibres sur la tenue en fatigue d'un PA6GF30 RH50%, à R=0.1, f=1 Hz et T_{amb}=23°C. (Bernasconi 2007b).

Les auteurs montrent une réduction significative de la durée de vie du PA6GF30 lorsque l'orientation réputée en peau augmente : une réduction d'environ 33% de la contrainte d'endurance à N=10^6 cycles est observée, entre l'orientation 0° et l'orientation 90°. Si l'on réalise une analyse similaire en se basant sur l'évaluation « pragmatique » présentée en Tableau 3.2, ci-dessus, nous évaluons à 44% la réduction de $\sigma_{aD\text{-}AE}$. Bernasconi et ses collaborateurs montrent également qu'il est possible de normaliser la courbe S-N par le rapport entre la contrainte maximale appliquée en fatigue et la contrainte à la rupture obtenue lors d'essai en traction rupture monotone. Ce rapport présenté dans le Tableau 3.3 varie faiblement de 0.45 à 0.51. Une analyse similaire, en se basant une nouvelle fois sur les valeurs issues de la caractérisation rapide, nous donne les valeurs suivantes :

Orientation	$\sigma_{maxD\text{-}AE}$ [MPa]	σ_r [MPa]	$\sigma_{maxD\text{-}AE}$ /σ_r
0°	72	142.2	0.51
30°	48	91.98	0.52
90°	40	86.78	0.47

Tableau 3.4 : Evaluation du rapport entre la contrainte maximale d'endurance et la contrainte ultime obtenue lors d'essais de traction uni-axiale monotone sur les éprouvettes H2 usinées

Nous constatons que le rapport $\sigma_{maxD\text{-}AE}$ /σ_r évalué par la démarche de caractérisation rapide est également peu variable. Malgré les différences entre les matériaux et les conditions d'essai utilisées, nous observons une bonne corrélation entre le comportement en fatigue décrit dans la bibliographie et la tendance estimée par notre dépouillement graphique.

3.1.5 Synthèse

La technique de caractérisation rapide offre la possibilité d'évaluer la durée de vie d'un polymère renforcé en fonction de l'orientation réputée de ses fibres en peau dans le cas d'éprouvettes usinées dans des plaques préalablement injectées. Ce facteur parait très influent puisque la durée de vie à N=10^6 cycles, semble quasiment réduite de moitié entre une

microstructure dont les fibres sont majoritairement orientées dans la direction principale des efforts (H2 RH40 0°), et une microstructure dont les fibres sont majoritairement orientées perpendiculairement à la direction principale des efforts (H2 RH40 90°). Nous observons sur les faciès de rupture obtenus après les essais d'auto-échauffement que les mécanismes pilotant les mécanismes irréversibles sont probablement très dépendants du gradient d'orientation vis-à-vis de la direction de sollicitation : la sollicitation à l'interface fibre-matrice, ainsi que la raideur locale issue de la contribution intrinsèque des fibres sont des paramètres variables à l'échelle de la section d'éprouvette H2 usinée. Le passage plus ou moins marqué d'une orientation donnée à une autre au sein du matériau peut également provoquer des gradients de déformation (cisaillement local à la frontière cœur-peau). Nous sommes en présence d'une structure bien identifiée avec des mécanismes bien localisés : la question de l'homogénéité des sources se pose alors. Nous tenterons de répondre à cette question au cours du chapitre 4.

3.2 Influence de la distribution de longueurs des fibres (FLD)

Les éprouvettes dites « rebroyées » sont issues d'une seconde injection après rebroyage d'un premier lot d'éprouvette ISO527. Comme nous l'avons mis en évidence en section **Erreur ! ource du renvoi introuvable.**, la longueur moyenne des fibres a été ainsi réduite de 200µm pour les éprouvettes ISO527 « standard » à 184µm pour les éprouvettes « rebroyées ». L'écart-type est quant à lui passé de 81µm à 65 µm : nous sommes donc en présence d'une microstructure avec une distribution de longueur de fibres significativement différentes (moins de longues fibres, plus de fibres petites à moyennes).

Nous étudierons rapidement l'impact de ce facteur sur le comportement mécanique, tout d'abord sous sollicitation monotone, puis sous sollicitation cyclique en le confrontant à notre méthode de caractérisation rapide.

3.2.1 Etude du comportement sous sollicitation monotone

Le **Figure 3.22** présente une comparaison des courbes de comportement obtenues, lors d'essais en traction uni-axiale menés à la rupture, pour une éprouvette ISO527 RH20% « standard » et pour une éprouvette ISO527 RH20% « rebroyée ». Nous constatons une chute significative du module d'Young (13.2GPa contre 15GPa) et une diminution de la contrainte à la rupture (171.6MPa contre 206.8MPa), alors que l'allongement à la rupture augmente (2.89% contre 2.72%).

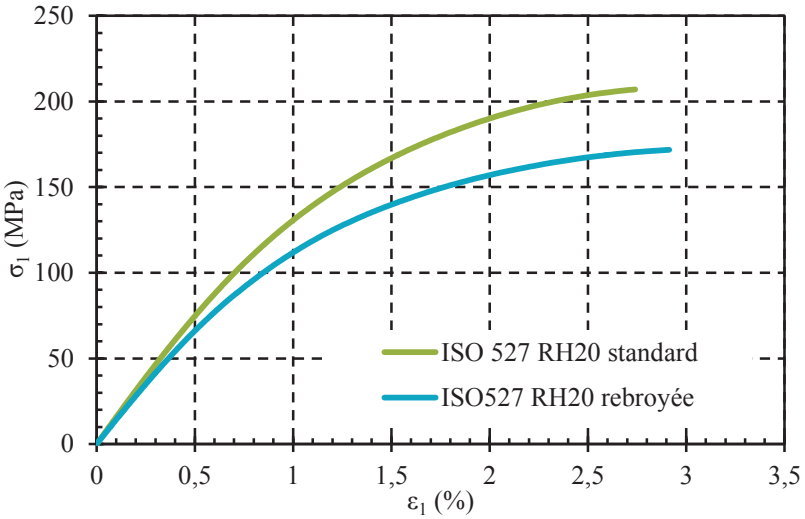


Figure 3.22 : Comparaison des courbes de comportement en traction uni-axiale d'une éprouvette ISO527 « standard » et d'une éprouvette ISO527 « rebroyée » ; 15kN.min^{-1}, RH20%, température ambiante 23°C.

3.2.2 Etude du comportement lors des essais d'auto-échauffement

3.2.2.1 Courbe d'auto-échauffement

La **Figure 3.23** montre clairement une modification de la réponse thermomécanique sous l'effet du changement de FLD. En effet, un dépouillement graphique de nos essais (voir droites tracées sur la **Figure 3.23**), nous indique que la limite d'endurance $\sigma_{aD\text{-}AE}$ (à N=10^6 cycles) est significativement réduite : 41MPa pour le matériau « rebroyé » à RH20% contre 48MPa initialement. Ce dernier semble donc être un facteur majeur influençant la tenue en fatigue du PA66GF50.

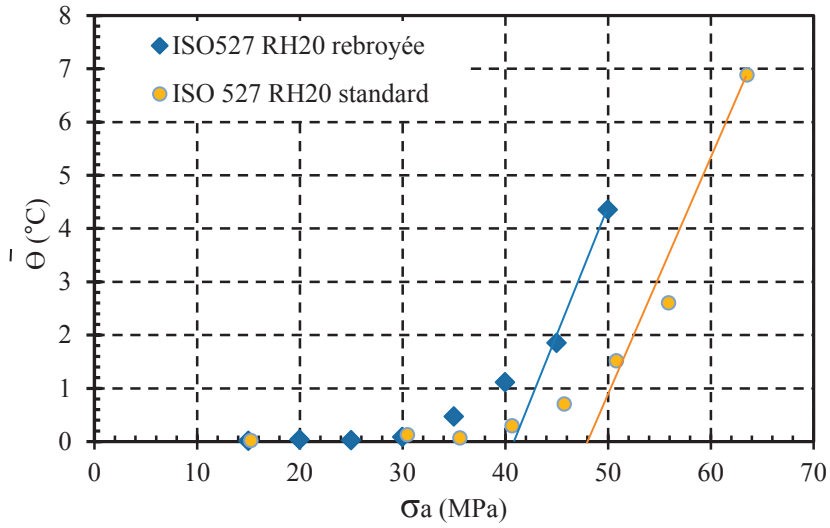


Figure 3.23 : Comparaison des courbes obtenues en caractérisation « rapide », pour un PA66GF50, sous forme d'éprouvettes ISO527 (RH20%) « standard » et « rebroyée ».

3.2.2.2 Indicateurs mécaniques

La **Figure 3.24** propose l'évolution de la déformation résiduelle en début et en fin de palier d'auto-échauffement pour les éprouvettes ISO527 rebroyées. Nous observons au cycle 2, après retour à l'équilibre thermique (palier de recouvrement de 10 min), une augmentation significative de la déformation résiduelle peu après le palier à 40MPa d'amplitude de contrainte. Il est assez difficile de parler de seuil car l'augmentation semble régulière.

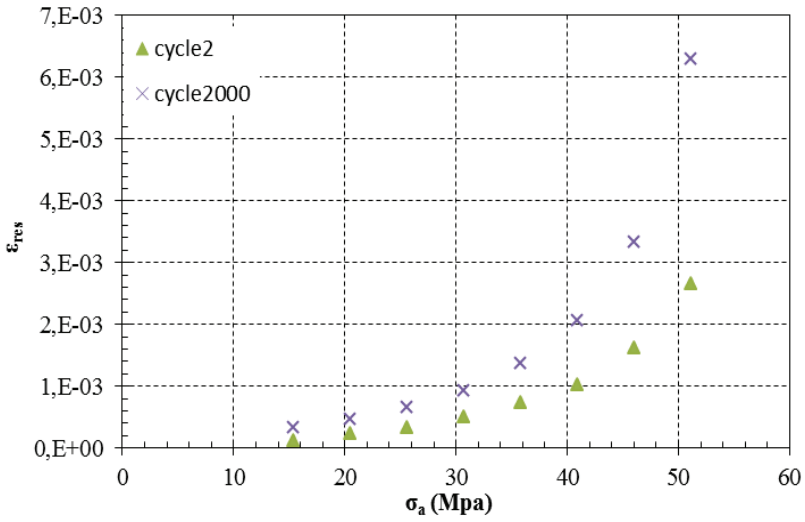


Figure 3.24 : Evolution de la déformation résiduelle en début (cycle 2) et en fin (cycle 2000) des paliers d'auto-échauffement pour les éprouvettes ISO527 rebroyée RH20%.

La **Figure 3.25** montre l'évolution de l'endommagement scalaire évalué pour les différents paliers d'auto-échauffement au cycle 2 et au cycle 2000. Nous observons, après retour à l'équilibre thermique (cycle 2), une augmentation significative de l'endommagement scalaire au palier 41MPa. Dans le cas de cet indicateur, l'évolution est moins progressive, et une analyse par seuil semble possible.

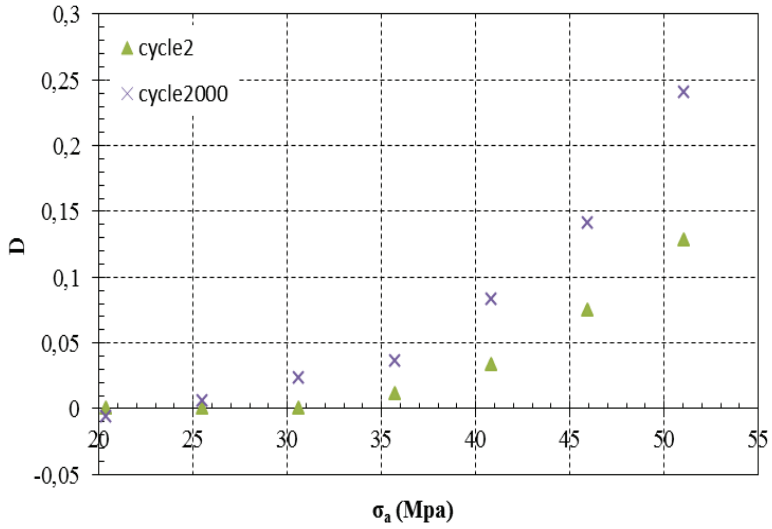


Figure 3.25 : Evolution de l'endommagement scalaire en début (cycle 2) et en fin (cycle 2000) des paliers d'auto-échauffement pour les éprouvettes ISO527 rebroyée RH20%.

3.2.3 Corrélation avec les résultats disponibles en fatigue

Nous ne disposons pas d'essais en fatigue pour cette famille d'éprouvette. De ce fait, nous proposons une étude comparative avec les résultats disponibles dans la littérature.

Bernasconi et ses collaborateurs ont proposé une étude sur l'influence du rebroyage sur les propriétés monotone et sur la tenue en fatigue d'un PA66GF35 RH50% *(Bernasconi, 2007c)*. De la même manière que pour l'influence de l'orientation des fibres précédemment détaillée, les auteurs comparent les propriétés mécaniques issues d'essai en traction à rupture (5mm/min) aux résultats obtenus lors de campagnes d'essais en fatigue (R=0.1, f=2 Hz).

Les résultats, servant à notre analyse comparative, obtenus par Bernasconi et ses collaborateurs, sont formalisés dans le Tableau 5, ci-dessous. D'autres résultats et illustration de ces travaux sont présentés au chapitre 1 dans la section traitant de l'influence de la longueur des fibres sur la tenue en fatigue des SGFRT.

Matière rebroyée	Ln (µm)	σ_{maxD} (N=10^6) [MPa]	σ_r [MPa]	σ_{maxD}/σ_r
0%	278	95.8	187.9	0.51
100%	213	83.1	167.3	0.50

Tableau 5 : Evaluation du rapport entre la contrainte maximale d'endurance et la contrainte ultime obtenue lors d'essais de traction uni-axiale monotone sur les ISO527 RH50% en PA66GF35 « standards » (0% de matière rebroyée) et « rebroyées » (100% de matière rebroyée). (Bernasconi, 2007c).

Nous observons une diminution de 13% de la contrainte d'endurance limitée dans le cas des éprouvettes ISO527 RH50% en PA66GF35. Une nouvelle fois, les auteurs montrent une normalisation possible de la courbe d'endurance avec ce type d'éprouvette, puisque le rapport entre la contrainte d'endurance et la contrainte ultime en traction obtenue lors d'un essai monotone est quasi constant (voir valeurs de σ_{maxD}/σ_r dans le Tableau 5).

Si nous tentons le même type d'analyse, nous observons une réduction de 15% de la contrainte d'endurance évaluée graphiquement $\sigma_{max\text{-}AE}$ et la même constance dans le rapport $\sigma_{maxD\text{-}AE}/\sigma_r$.

Matière rebroyée	Ln (µm)	$\sigma_{maxD\text{-}AE}$ [MPa]	σ_r [MPa]	σ_{maxD}/σ_r
0%	200	96	206.8	0.46
100%	184	82	171.6	0.48

Tableau 6 : Evaluation du rapport entre la contrainte maximale d'endurance et la contrainte ultime obtenue lors d'essais de traction uni-axiale monotone sur les éprouvettes ISO527 RH20% en PA66GF50 « standard » (0% de matière rebroyée) et rebroyée à 100%.

Malgré les différences entre les matériaux (longueur moyenne des fibres, fraction volumique de renfort, RH) et les conditions d'essai utilisées, nous observons une bonne corrélation entre le comportement en fatigue décrit dans la bibliographie et la tendance estimée par notre

dépouillement graphique. Cela conforte une nouvelle fois la possibilité d'utiliser les essais d'auto-échauffement pour estimer rapidement la durée de vie de notre matériau.

3.2.4 Synthèse

La réponse thermomécanique est significativement influencée par la réduction de longueur des fibres. Les indicateurs mécaniques montrent un seuil pour une valeur d'amplitude de contrainte très proche de celle estimée par le dépouillement « pragmatique » des essais d'auto-échauffement. La bibliographie confirme l'influence de ce paramètre sur la tenue en fatigue d'un Polyamide renforcé et conforte l'évolution de l'amplitude de contrainte en endurance limitée, estimée par nos essais de caractérisation rapide.

4 Influence des paramètres d'injection.

Comme nous l'avons exposé préalablement, certains facteurs, liés au procédé et facilement réglables, sont a priori influents sur la qualité de la pièce obtenue. Ces derniers sont autant de paramètres que les transformateurs doivent absolument maitriser, afin de garantir la tenue en service des futures structures automobiles en PA66GF50. Nous avons donc jugé intéressant d'étudier l'impact de modifications « raisonnables » de ces paramètres d'injection sur la tenue en fatigue de notre polymère renforcé.

Nous avons choisi d'étudier en détail l'influence de la température du moule et de la pression de maintien. Ces 2 paramètres sont constamment surveillés en production sérielle, puisqu'ils influencent directement soit le bon remplissage de l'empreinte, soit le retrait lors de la solidification. Les industriels garantissent ainsi l'obtention de pièces complètes respectant les cahiers des charges dimensionnel et géométrique. Or ces 2 facteurs, susceptibles de varier lors de l'injection d'une série de pièce (variabilité naturelle du procédé ou déréglage ponctuel), peuvent également avoir un impact sur la rhéologie du polymère renforcé et donc sur l'état de sa microstructure. Ceci nous amène à considérer leur influence sur la tenue en fatigue du PA66GF50. Nous présentons donc dans la prochaine section, un ensemble de résultats issus de la caractérisation en « monotone » et en « auto-échauffement » d'éprouvettes injectées suivant un plan d'expériences 2^2 complet : chacun des 2 facteurs étudiés (la pression de maintien et la température du moule) varient à 2 niveaux. Ainsi, les 2 niveaux retenus pour la température du moule sont 30°C et 80°C, et les 2 niveaux retenus pour la pression de maintien sont 30% et 100% de la pression à la commutation (fixée à 750 bars).

Au cours du chapitre 2, une première étude a présenté de l'influence de la pression de maintien et de la température du moule sur le taux de cristallisation de la matrice Polyamide. Nous avons montré à cette occasion, un effet modéré des 2 facteurs. Néanmoins, nous avons mis en évidence une cristallisation plus importante dans la peau que dans le cœur de nos éprouvettes ISO527. La question en suspens concerne l'influence de paramètres d'injection étudiés sur l'orientation des fibres, donc sur la géométrie de la microstructure en « caisson ».

Dans un premier temps, nous présentons les résultats du plan d'expériences sous sollicitation monotone et, dans un second temps, les résultats obtenus par la méthode de caractérisation rapide basée sur les essais d'auto-échauffement. Les résultats sont mis sous forme de graphes des effets individuels classiquement utilisés lors des dépouillements avec ce type de méthode expérimentale (Pillet, 2000).

4.1 Rappel de notions sur l'analyse des résultats issus d'un plan d'expériences

L'objectif d'un plan d'expériences est de proposer une table « orthogonale » qui permet le calcul des réponses ou effets individuels de facteurs étudiés sur une ou plusieurs réponse(s) quantitative(s) donnée(s). La méthode offre la possibilité de quantifier d'éventuelles interactions entre facteurs. La significativité des effets peut être vérifiée en regard des dispersions expérimentales grâce à une analyse de la variance (ANAVAR : test de Fischer-Snedecor). Un modèle additif peut ensuite être établi afin de prévoir une réponse en fonction des réglages envisagés. Un autre intérêt de la méthode réside dans la mise en forme des résultats sous forme de graphiques appelés graphes des effets ou graphes des interactions.

L'effet d'un facteur à un niveau donné se traduit par une différence des réponses moyennes. Ainsi l'effet du facteur A au niveau i est égal à la moyenne des résultats quand ce facteur est au niveau i moins la moyenne générale des résultats. Ce qui se traduit par l'équation suivante :

$$E_{Ai} = \bar{Y}_{Ai} - \bar{\bar{Y}} \tag{3.1}$$

Ainsi l'effet global d'un facteur variant à 2 niveaux se calcule par soustraction des effets à chacun des 2 niveaux, et se matérialise graphiquement par la pente du segment sur le graphe des effets :

$$E_A = E_{A1} - E_{A2} \tag{3.2}$$

Graphiquement, plus la pente est élevée, plus l'effet est important. On sait alors du premier coup d'œil si le facteur est plus influent qu'un autre, et s'il a tendance à augmenter ou diminuer la réponse observée.

L'étude de l'interaction entre 2 facteurs A et B, variant à 2 niveaux, correspond au calcul de l'effet du premier en fonction du niveau de l'autre. Ce graphique prend alors la forme de 2 segments : effet du facteur A lorsque B est au niveau 1 et effet du facteur A quand B est au niveau 2. Si ces 2 segments sont parallèles il n'y a pas d'interaction, puisque l'effet de A (pente du segment) est alors le même quel que soit le niveau de B. Dans le cas contraire, nous pouvons y voir l'effet d'une interaction entre les 2 facteurs étudiés.

L'analyse de la variance (ANAVAR) vient comparer les variances intergroupes (correspondant par exemple à l'effet d'un facteur) à la variance intragroupe (correspondant à la dispersion expérimentale). De ce fait, plus une expérience est bruitée, plus il est difficile pour des facteurs peu influents d'affirmer leur significativité au regard de ce test. Il est

nécessaire d'effectuer des répétitions expérimentales afin de pouvoir calculer les variances intragroupes. Ce n'est malheureusement pas toujours possible pour des questions de temps, de coûts et cela enlève du crédit aux résultats alors affichés.

4.2 Etude de l'influence des facteurs étudiés sur le comportement mécanique en traction-rupture

Les essais de traction sont réalisés à 15kN.min^{-1} sur la machine INSTRON 1342 équipée d'une cellule d'effort de 100kN. Les éprouvettes sont conditionnées à RH20%. L'utilisation simultanée de corrélation d'image et d'extensométrie permet de quantifier avec précision les données mécaniques. Un minimum de 3 répétitions par condition expérimentale est respecté. Pour chacune d'entre elle, nous avons conservé la courbe la plus représentative du comportement du matériau, à savoir la courbe passant au milieu du faisceau de courbes obtenu.

Comme nous pouvons l'observer sur la **Figure 3.26**, les courbes de comportement sont identiques jusqu'à un niveau de contrainte proche de 150MPa. Nous notons ensuite une légère différence de comportement avec un allongement à la rupture plus faible pour 2 d'entre elles (T30P30 et T80P30). La contrainte à la rupture et le module d'Young des 4 éprouvettes semblent très proches.

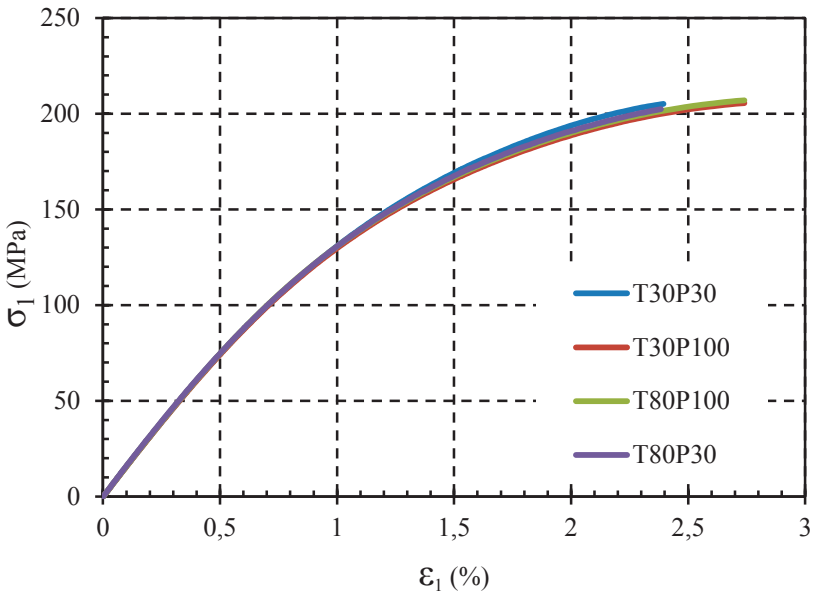


Figure 3.26 : Comparaison des courbes de comportement en traction uni-axiale d'éprouvettes ISO527 RH20% injectées dans différentes conditions : T température du moule en °C et P pression de maintien en % de la pression à la commutation.

La **Figure 3.27** ci-dessous présente les graphes des effets des 2 facteurs étudiés T (Température du moule) et P (Pression de maintien) et un graphe d'interaction T-P sur le Module d'Young.

Notons, que cette pré-étude des effets de T et P sur la réponse mécanique sous sollicitation monotone n'a pas permis d'observer d'influences très significatives (pentes existantes mais

faibles). Malgré l'utilisation de corrélation d'image pour l'étude de l'évolution des déformations selon les 3 directions principales, cette série d'essais s'est révélée trop bruitée au regard des faibles effets calculés (ANAVAR). Il est donc difficile de conclure quant à la pertinence de ces résultats. Notre géométrie d'éprouvette et son système d'alimentation en nappe (trop) bien conçus n'offrent pas beaucoup de difficultés lors de l'injection du polymère. De ce fait, de faibles variations sur les réglages du procédé n'ont pas d'influence certaine sur la réponse mécanique sous sollicitation monotone. Nous avons décidé tout de même d'analyser les mesures thermiques.

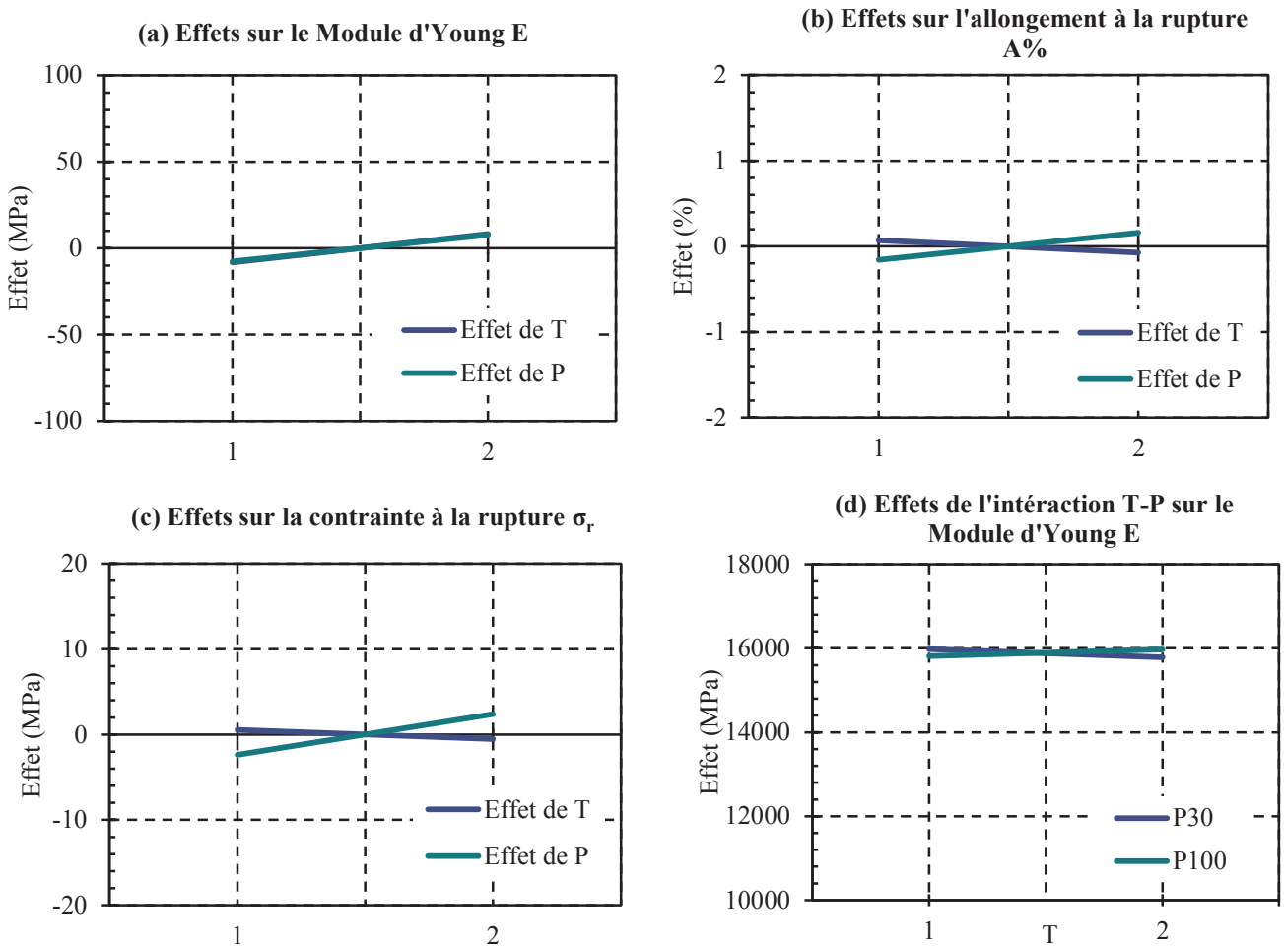


Figure 3.27 : Graphe des effets de la température du moule T et de la pression de maintien P sur (a) le module d'Young, (b) l'allongement à la rupture A%, (c) la contrainte à la rupture σ_r et Graphe de l'interaction T-P sur le module d'Young E (d)

4.3 Evaluation de l'influence des facteurs étudiés sous sollicitation cyclique, à travers les essais d'auto-échauffement

La **Figure 3.28** met en évidence un comportement thermo-mécanique très proche lors des essais d'auto-échauffement. Il parait difficile de conclure quant à l'influence des facteurs étudiés sans calcul des effets individuels. Pour ce faire, nous proposons d'étudier les effets de T et P sur la contrainte d'endurance à $N=10^6$cycles ($\sigma_{aD\text{-}AE}$) évaluée par un dépouillement « pragmatique » de nos essais (voir droites tracées sur la **Figure 3.28**).

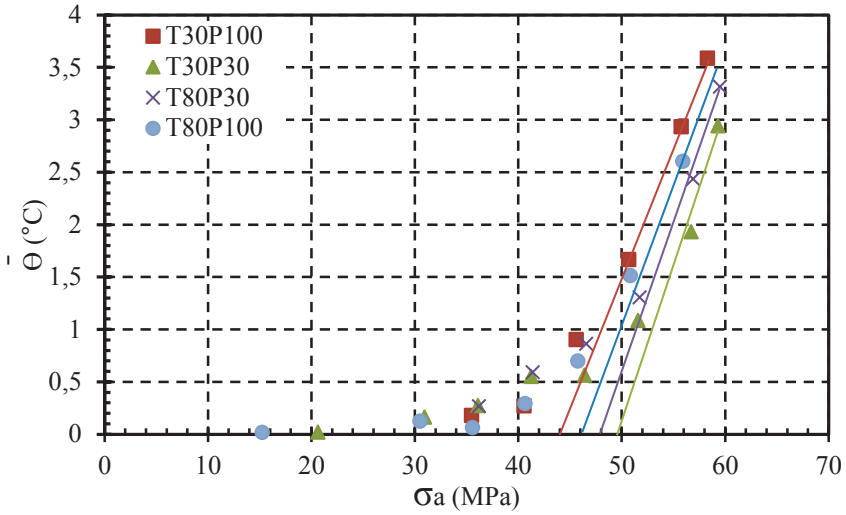


Figure 3.28 : Comparaison des courbes obtenues en caractérisation « rapide », pour un PA66GF50, sous forme d'éprouvettes ISO527 (RH20%) injectée dans différentes conditions : T température du moule en °C et P pression de maintien en % de la pression à la commutation.

La moyenne des essais est $\sigma_{aD\text{-}AE}$ = 47MPa avec une étendue de de W= 6 MPa (voir **Tableau 7**). Le **Tableau 8** met en évidence un effet de la pression de maintien sur la contrainte d'endurance limitée estimée: E_p = 4MPa (voir le graphe des effets en **Figure 3.29**). La température du moule n'aurait aucun effet. Ces résultats n'ont pas été confrontés à une analyse ANAVAR ; nous ne pouvons donc pas conclure quant à la significativité de l'effet de P. Nous avons tenté une analyse microstructurale [observation en microscopie optique de la section $(\vec{X}; \vec{Y})$] afin de voir une éventuelle modification de la structure « cœur/peau » en « caisson » en fonction des variables du procédé. Cette étude qualitative n'a pas permis de mettre en évidence de réelle différence d'orientation des fibres.

Conditions	σ_{aD} [MPa]
T80P30	48
T80P100	46
T30P30	50
T30P100	44
moyenne	47

Tableau 7 : Valeurs de σ_{aD} à $N=10^6$ Cycles pour les différentes conditions d'injection

Effets	σ_{aD} [MPa]
E_{T30}	0
E_{T80}	0
E_{P30}	+2
E_{P100}	-2

Tableau 8 : Valeurs des effets des facteurs T et P à leur différents niveaux, sur σ_{aD} à $N=10^6$ Cycles.

Du fait de la simplicité géométrique de nos éprouvettes, Il est possible que ces structures soient très proches à l'échelle macroscopique et entrainent des résultats peu variables en termes de réponse thermomécanique. Nous pensons que la température du moule et la pression de maintien ont une influence certaine sur des géométries plus complexes (pièces structurelles). Une nouvelle étude nécessiterait un remplissage plus contraignant de l'empreinte : « trajet » de la matière plus long et moins linéaire, variations d'épaisseurs …

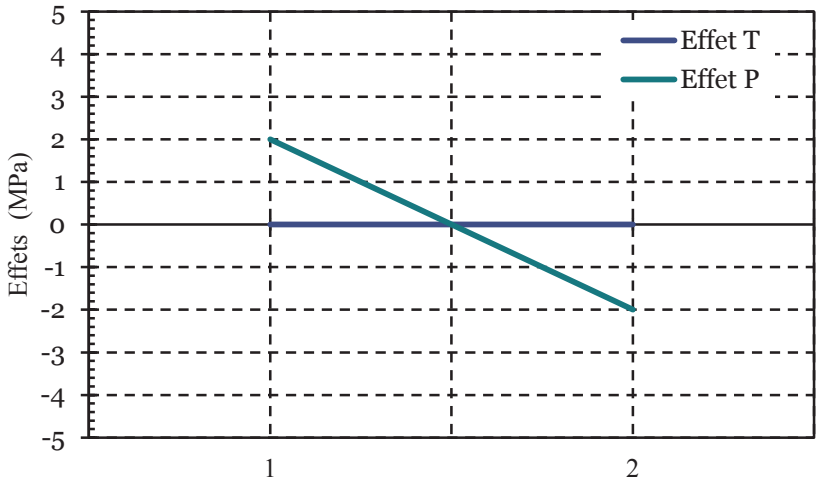


Figure 3.29 : Graphe des effets de T et de P sur σ_{aD} à $N=10^6$ Cycles.

5 Influence du procédé sur la tenue d'une ligne de soudure

La section **Erreur ! Source du renvoi introuvable.**, du chapitre 2, présente la structure articulière d'une ligne de soudure (LS) provoquée sur une éprouvette H2. Nous avons décrit une zone orientée perpendiculairement à la DPE et contenant des défauts initiaux (porosités). Nous savons que ces lignes de soudure sont quasi inéluctables sur une pièce industrielle complexe et nous imaginons volontiers l'influence de la pression de compactage sur la tenue en fatigue d'une telle zone (réduction de la taille et du nombre des défauts initiaux, influence sur l'orientation, etc.).

Nous étudions, dans un premier temps, l'influence de la présence d'une ligne de soudure et d'une variation de la pression de maintien sur le comportement sous sollicitation monotone. La tenue de la ligne de soudure et l'influence de la pression de compactage sont ensuite confrontées à la caractérisation rapide. Notons qu'une étude récente, menée au LBMS par Pierrick Florin, concernant la caractérisation rapide des assemblages soudés d'alliages métalliques a donné des résultats très prometteurs *(Florin, 2000)*.

5.1 Etude de l'influence d'une ligne de soudure sur le comportement mécanique sous en traction-rupture

Les essais de traction uni-axiale sont réalisés sur une machine de traction électromécanique Lloyd LR5K+ dotée d'une cellule d'effort de 1 kN, à température ambiante et à une vitesse de 15kN.min^{-1}. Le PA66GF50 a un taux de reprise en humidité proche de 40%. La pression de maintien appliquée lors de la mise en œuvre est de 25 bars. Comme nous l'avons présenté en 3.1.1.1, nous utilisons le logiciel Correlimr® associé à Matlab® pour l'analyse des déformations locales et ainsi pouvoir caractériser le comportement mécanique local de la LS. Chaque essai (avec ou sans LS) est répété 5 fois afin d'avoir une information sur la dispersion expérimentale.

5.1.1 Contrainte à la rupture

La **Figure 3.30**, ci-dessous, présente une analyse comparative des contraintes à la rupture avec et sans LS. Nous remarquons une influence très significative de la présence d'une ligne de soudure sur ce critère mécanique.

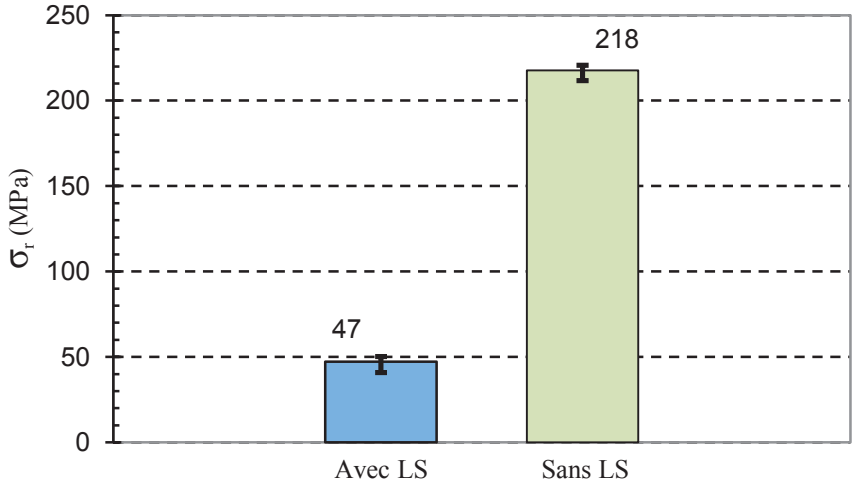


Figure 3.30 : Comparaison des contraintes à la rupture avec et sans LS pour des essais de traction uni-axiale à 15kN.min^{-1}, température ambiante, sur H2 R40%.

Notons ξ le rapport entre la contrainte ultime sans LS et la contrainte ultime avec LS :

$$\xi = \frac{\sigma_{r\ avec\ LS}}{\sigma_{r\ sans\ LS}} \tag{3.3}$$

Sur la **Figure 3.31**, nous avons placé la valeur obtenue lors de nos essais (ξ = 0.22), sur des données provenant d'une étude menée chez un fournisseur de Polyamide renforcé (Dupont de Nemours, 2007). La droite de régression linéaire, tracée sur cette figure, est appliquée à ces 5 premiers points de couleur bleue provenant de l'étude industrielle sur du Zytel® (PA66 renforcés de fibres de verre courtes). Nous remarquons alors une dépendance linéaire de ξ vis-à-vis de la fraction massique de renfort, ainsi qu'une bonne corrélation avec la valeur obtenue sur notre PA66GF50. En d'autres termes, plus le matériau est renforcé, plus l'écart augmente entre la contrainte ultime sans LS (qui augmente) et la contrainte ultime avec LS (qui stagne, voire qui diminue). Ce constat confirme la forte hétérogénéité microstructurale et donc mécanique des pièces complexes.

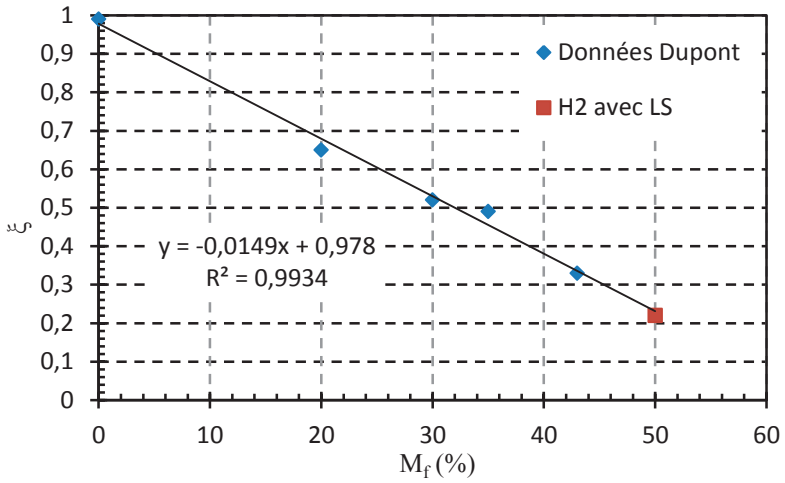


Figure 3.31 : Evolution de ξ vis-à-vis du taux massique de renfort pour des Polyamides renforcés de fibres de verre courtes.

5.1.2 Module d'Young

Une mesure par corrélation d'image réalisée dans la zone de soudure, nous permet de tracer sur la courbe contrainte-déformation dans la direction principale de traction (voir **Figure 3.32**). Lors de l'injection des éprouvettes H2, la pression de compactage est réglée soit à 25 bars ou soit à 80 bars : ces niveaux de pression correspondent respectivement à 30% ou 100% de la pression à la commutation. Nous constatons un effet significatif de la pression de maintien sur la rigidité locale de notre matériau. En effet, le module E_1 peut être multiplié par 2 en imposant un maintien à 100% de la pression à la commutation plutôt qu'un maintien à 30%.

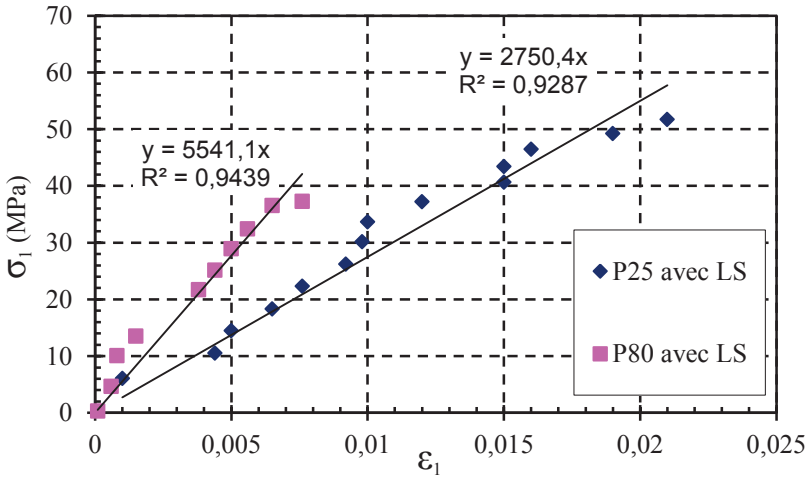


Figure 3.32 : Estimation du module d'Young d'une ligne de soudure en fonction de la pression de maintien appliquée P25 (25 bar) et P80 (80 bar).

Le module d'Young obtenu sur des éprouvettes vierges (sans renfort) d'un Polyamide 66 est d'environ 3500Mpa. Nous pouvons conclure que le renfort est peu utile à la raideur d'une structure à l'endroit d'une ligne de soudure. Dans le cas le plus défavorable, un mauvais compactage (pression et/ou temps de maintien insuffisants, ou figeage prématuré du seuil) entrainerait une rigidité locale inférieure à celle d'un matériau non renforcé bien compacté.

5.1.3 Faciès de rupture

Une étude des faciès de rupture au MEB nous confirme les mécanismes de la rupture en traction uni-axiale de notre éprouvette H2. Nous observons des porosités, mais aussi des zones de mauvaise adhésion au sein même de la matrice sensée être soudée. Nous retrouvons la structure en caisson, mais sous une forme dégradées et très mal orientée (**Figure 3.33**).

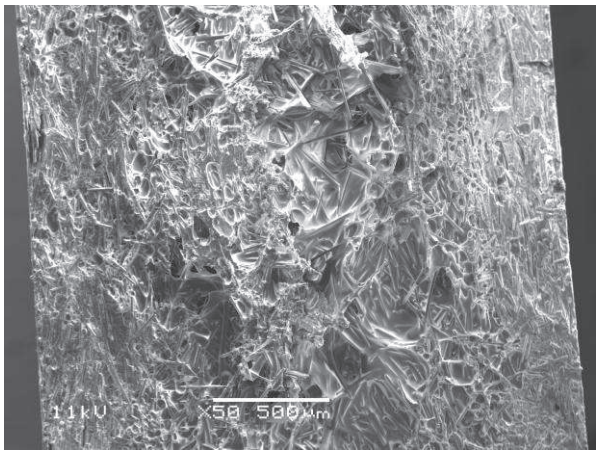


Figure 3.33 : Vue MEB d'un faciès de rupture à la ligne de soudure d'une éprouvette H2 injectée avec une pression de maintien de 25 bars et sollicitée en traction uni-axiale à 15kN.min^{-1}, à RH40%, à température ambiante

La différence de faciès de rupture de 2 éprouvettes compactées à 25 bar, avec et sans ligne de soudure, est frappante. Sans ligne de soudure, le faciès est typique d'un polymère chargé bien

orienté avec une très bonne interface fibre-matrice et une plasticité de la matrice évidente (voir **Figure 3.34 (b)**). Avec une ligne de soudure, nous observons des déchaussements de fibres en peau car elles sont orientées perpendiculairement à la direction de sollicitation ; nous observons également les zones non cohésives et les porosités initiales au cœur (voir **Figure 3.34 (a)**). Une pression de maintien plus élevée semble réduire les zones non cohésives et les porosités des éprouvettes avec LS : ce constat pourrait expliquer l'influence sur la rigidité locale et sur le niveau de contrainte ultime estimé.

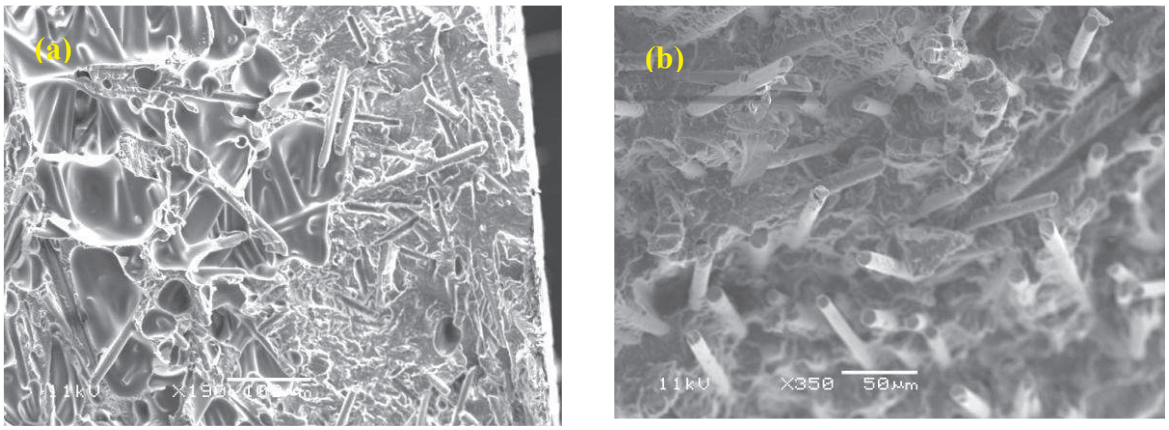


Figure 3.34 : Comparaison des faciès de rupture obtenus après des essais de traction uni-axiale à 15kN.min-1 et température ambiante, sur des éprouvettes H2 RH40% avec (a) et sans (b) ligne de soudure.

5.2 Evaluation de l'influence d'une ligne de soudure et de la pression de maintien associée, sous sollicitation cyclique, à travers les essais d'auto-échauffement

5.2.1 Influence de la présence d'une ligne de soudure

Les mesures thermiques ont été réalisées à l'aide de la caméra infrarouge FLIR SC7600BB et du capteur G1 (décrit au cours du précédent chapitre). La **Figure 3.35** présente les champs de températures mesurés à la surface d'une éprouvette H2 en présence d'une ligne de soudure lors d'un essai d'auto-échauffement à 1Hz, R=0 et T_{amb}= 24°C.

La **Figure 3.35** met ainsi en évidence le comportement thermomécanique localement différent lors de mesures thermiques localisées à la ligne de soudure : l'amplitude du couplage thermoélastique est significativement plus importante à la ligne de soudure (courbe bleue) que sur les zones hors ligne de soudure (courbes verte et orange). Néanmoins, la température moyenne dans la zone de soudure stabilise rapidement et permet une évaluation de l'auto-échauffement selon le protocole précédemment établi.

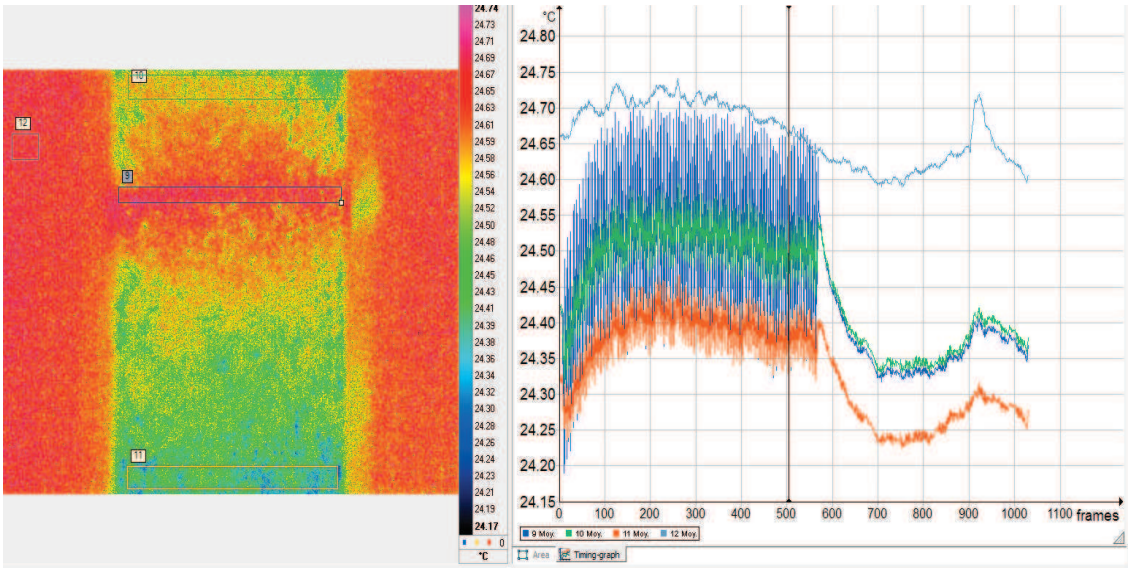


Figure 3.35 : Mise en évidence de l'auto-échauffement localisé à la ligne de soudure sur éprouvette H2, à l'aide du logiciel Altair®.

La **Figure 3.36** propose une comparaison des courbes d'auto-échauffement ainsi obtenue à la ligne de soudure par rapport à une courbe d'auto-échauffement en l'absence de ligne de soudure. Une élévation de température significative apparait pour des niveaux d'amplitude de contrainte particulièrement bas. Malgré, un manque de valeurs à des niveaux de contrainte plus élevés, un dépouillement « pragmatique » de ces courbes d'auto-échauffement semble indiquer une limite d'endurance à $N=10^6$ cycles pour une amplitude de contrainte proche de 18 MPa. Le même type de dépouillement réalisé sur l'éprouvette sans LS, nous donne une limite d'endurance à $N=10^6$ cycles pour une valeur d'environ 34MPa. Le seuil mécanique apparait donc pour un niveau de contrainte 2 fois plus faible en présence d'une ligne de soudure : les mécanismes de plasticité et d'endommagement sont donc activés de manière beaucoup plus précoce.

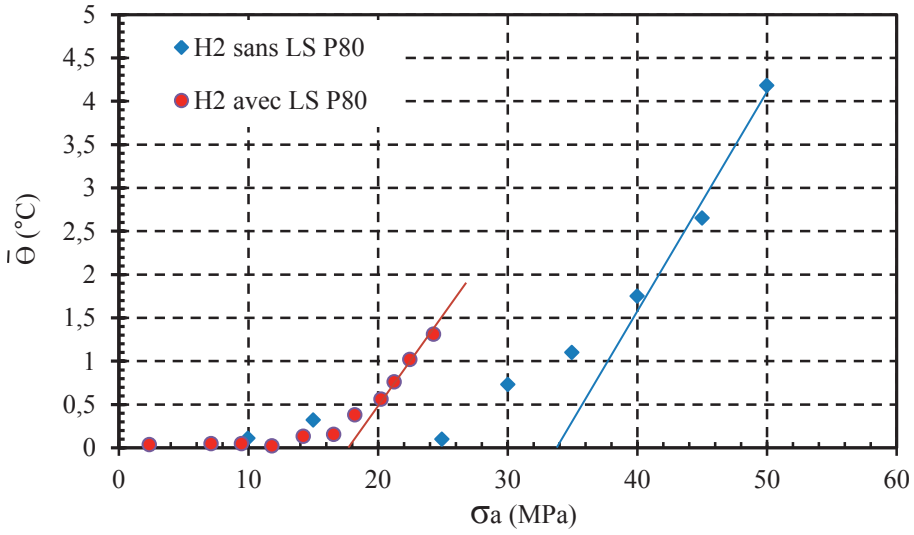


Figure 3.36 : Comparaison des courbes obtenues en caractérisation « rapide », pour un PA66GF50, sous forme d'éprouvettes H2 (RH50%) avec ou sans LS, pour une pression de maintien de 80 bar.

La **Figure 3.37** confirme que l'auto-échauffement précoce à la ligne de soudure est une mesure très locale (ronds rouges): à quelques millimètres en dehors de la zone de soudure, la température moyenne mesurée est proche de celle d'une éprouvette sans LS (voir les triangles verts et les losanges bleus). Notons une légère différence sur les niveaux d'amplitude de contrainte nominale estimés du fait d'une section initiale plus importante à l'endroit de la ligne de soudure (retrait, au cours de la solidification, « bloqué » par l'orientation des fibres majoritairement orientées perpendiculairement à la direction principale d'écoulement, et donc à la direction de sollicitation).

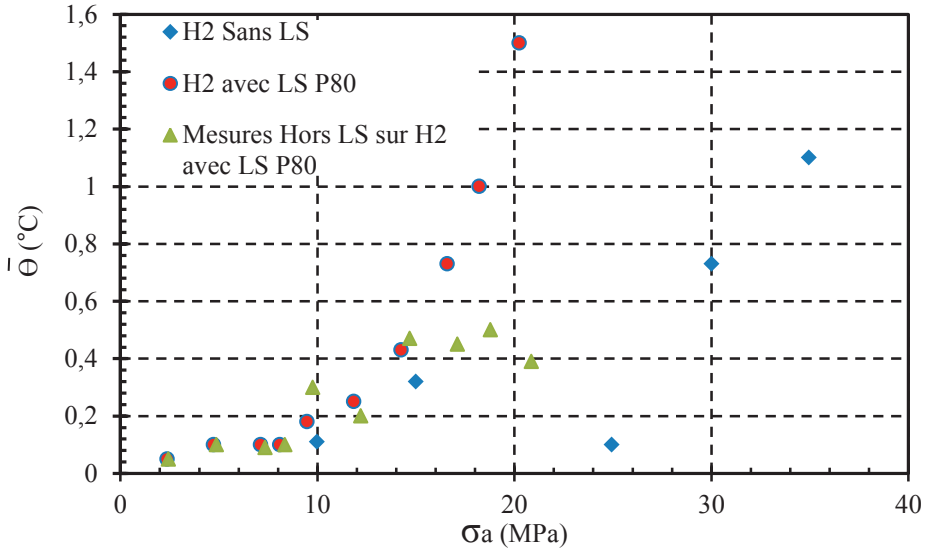


Figure 3.37 : Comparaison des courbes obtenues en caractérisation « rapide », pour un PA66GF50, sous forme d'éprouvettes H2 (RH50%) avec LS dans la zone de soudure et quelques mm en dehors de la zone de soudure.

5.2.2 Influence de la pression de maintien sur la réponse thermomécanique d'une ligne de soudure

La **Figure 3.38** présente des mesures réalisées avec le capteur G1 dans le cadre d'essais d'auto-échauffement sur des éprouvettes, avec ligne de soudure, ayant subi des pressions de compactage différentes. Malgré une élévation de température moyenne relativement faible lors des essais, la précision du capteur, et de la calibration associée, nous permet de détecter un effet significatif de la pression de maintien sur la réponse thermomécanique des lignes de soudure. En effet, à partir d'une amplitude de contrainte de 10MPa, les courbes se séparent et la température moyenne mesurée semble suivre une logique liée au procédé : la LS ayant subi une pression de 25 bar s'échauffe plus tôt que les éprouvettes compactées à 60 bar et à 80 bar. Pour ces dernières l'élévation de température parait plus progressive et intervient pour une amplitude de contrainte plus élevée (15MPa environ pour la H2 avec LS P60 et 18MPa pour la H2 avec LS P80).

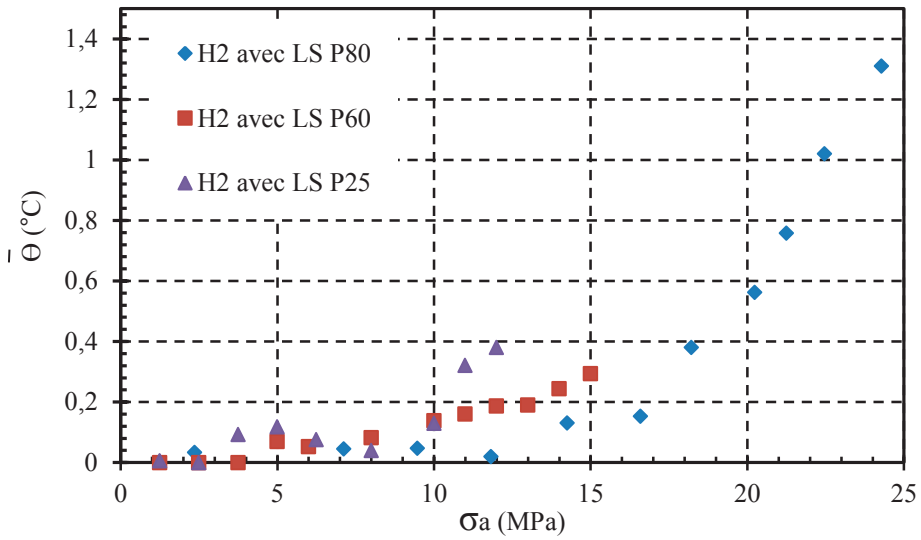


Figure 3.38 : Comparaison des courbes obtenues en caractérisation « rapide », pour un PA66GF50, sous forme d'éprouvettes H2 (RH50%) avec LS, pour une pression des maintien de 80 bar, 60 bar et 25 bar.

5.3 Corrélation aux résultats obtenus en fatigue

Nous ne disposons que d'un nombre limité de données issues de test en fatigue (voir **Figure 3.39**). Concernant les éprouvettes compactées à 25 bars, les points symbolisés par un rond vert proviennent d'essais cycliques (les 3 points avec des durées de vie < 10^5 cycles) ou de l'estimation graphique sur la courbe d'auto-échauffement (pour N=10^6 cycles). Les trois points pour N>10^4 cycles sont bien alignés, laissant entrevoir une bonne corrélation de l'estimation réalisée par auto-échauffement et des résultats obtenus en fatigue. Le premier point (N<10^3 cycles) est légèrement décalé sous cette tendance, mais cela s'explique par la plus grande dispersion des résultats obtenus à ce niveau de contrainte plus élevé (moins représentatif de la durée de vie limitée à grand nombre de cycles). Malgré, l'unique point obtenu en fatigue pour une pression de maintien à 60 bars, nous observons une tendance confirmant les observations obtenues par la caractérisation rapide.

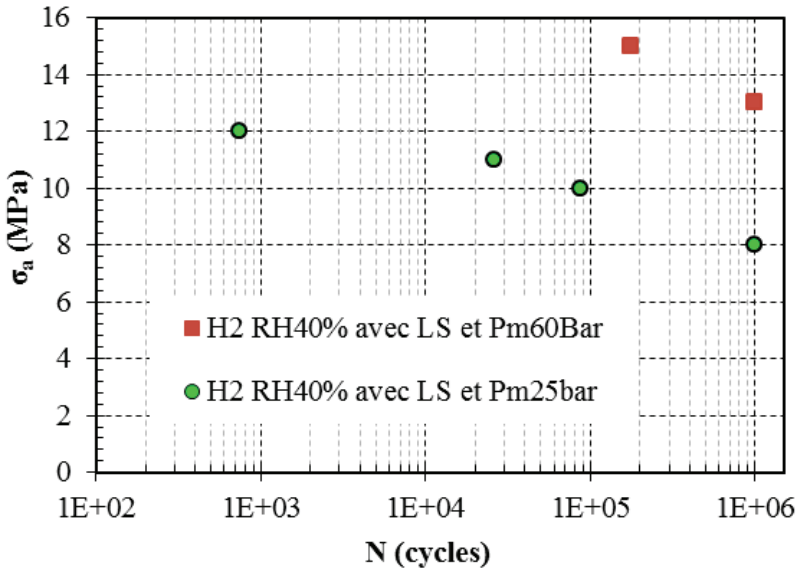


Figure 3.39 : Essais de fatigue et points issus de la caractérisation rapide (pour N=10^6 cycles) pour des éprouvettes H2 avec ligne de soudure, compactées à 25 bar (ronds verts) ou à 60 bar (carré rouge).

5.4 Synthèse

Si on se réfère aux propriétés mécaniques observées localement sous sollicitation monotone, le module d'une ligne de soudure bien compactée est 2 fois plus élevé : cette différence de rigidité entraine des différences de déformation dans cette zone critique, ce qui pilote probablement l'apparition de mécanismes de plasticité ou d'endommagement. Au regard de la microstructure initiale d'une ligne de soudure, la cohésion (soudure) des 2 fronts de matière, l'orientation des fibres et la présence de porosités sont les facteurs susceptibles d'influencer la tenue en fatigue. Ainsi, on observe que la pression de maintien, appliquée lors du refroidissement, apporte une contribution non négligeable à la tenue d'une telle microstructure. Ce constat confirme que les lignes de soudure doivent être évitées ou soigneusement localisées en regard du niveau de contrainte locale lors de la conception d'une structure complexe.

6 Bilan de l'influence des facteurs étudiés sur la réponse thermomécanique lors des essais d'auto-échauffement

L'objectif de cette section est de dresser un bilan comparatif de l'influence des paramètres étudiés sur la réponse thermomécanique mesurée lors du protocole de caractérisation rapide. Les températures moyennes stabilisées $\bar{\theta}$ sont très dépendantes du volume étudié et de manière moindre (à l'échelle des éprouvettes testées) de la microstructure en présence. De ce fait, l'analyse sera réalisée par grande famille d'éprouvette : ISO527 d'un côté et type H2 (injectées ou usinées) de l'autre.

6.1 Comparaison des facteurs influents sur les éprouvettes ISO527

La **Figure 3.40** présente les principales courbes d'auto-échauffement obtenues avec la géométrie ISO527. Nous remarquons que la reprise en eau (RH) est le facteur influençant le plus la réponse thermomécanique du PA66GF50, suivie par la longueur des fibres, puis dans une moindre mesure par les paramètres d'injection.

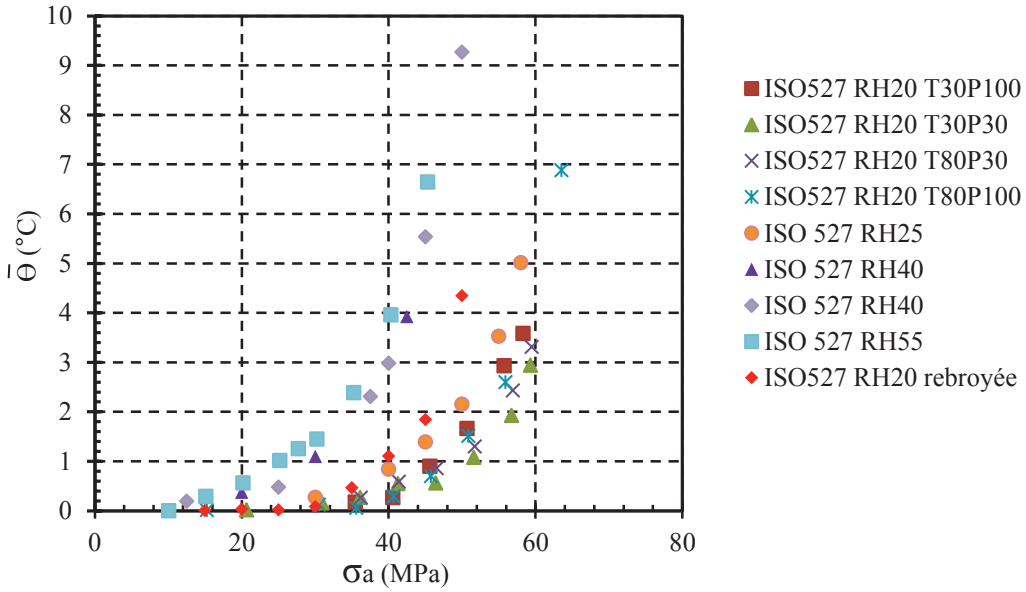


Figure 3.40 : Comparaison de l'influence de différents paramètres sur la réponse thermomécanique en auto-échauffement d'un PA66GF50 sous forme d'éprouvettes ISO527.

6.2 Comparaison des facteurs influents sur les éprouvettes H2

La **Figure 3.41** montre les courbes d'auto-échauffement obtenues lors des différents essais sur éprouvettes H2. Nous observons des réponses thermomécaniques très proches pour les éprouvettes injectées et compactées à 80 bar et pour les éprouvettes usinées dans des plaques avec une orientation réputée à 0°. L'éprouvette usinée s'auto-échauffe légèrement moins pour un niveau d'amplitude de contrainte donnée, ce qui peut être imputé à sa plus faible section ou à sa microstructure en orientation par couches. L'orientation des fibres ou la présence d'une ligne de soudure sont des facteurs influençant fortement la réponse thermomécanique. Notons la bonne répétabilité des essais obtenus sur éprouvettes usinées. Notons également que les éprouvettes usinées à 90° présentent une réponse proche de celle des éprouvettes avec ligne de soudure. Néanmoins, nous remarquons que la température $\bar{\theta}$ ne stabilise plus pour des niveaux de contrainte supérieurs à 25MPa, ce qui semble matérialiser l'activation de mécanismes de rupture de manière précoce. La présence de défauts initiaux engendre une section réelle vraisemblablement plus petite que celle mesurée : le niveau de contrainte affiché est peut-être sous-estimé.

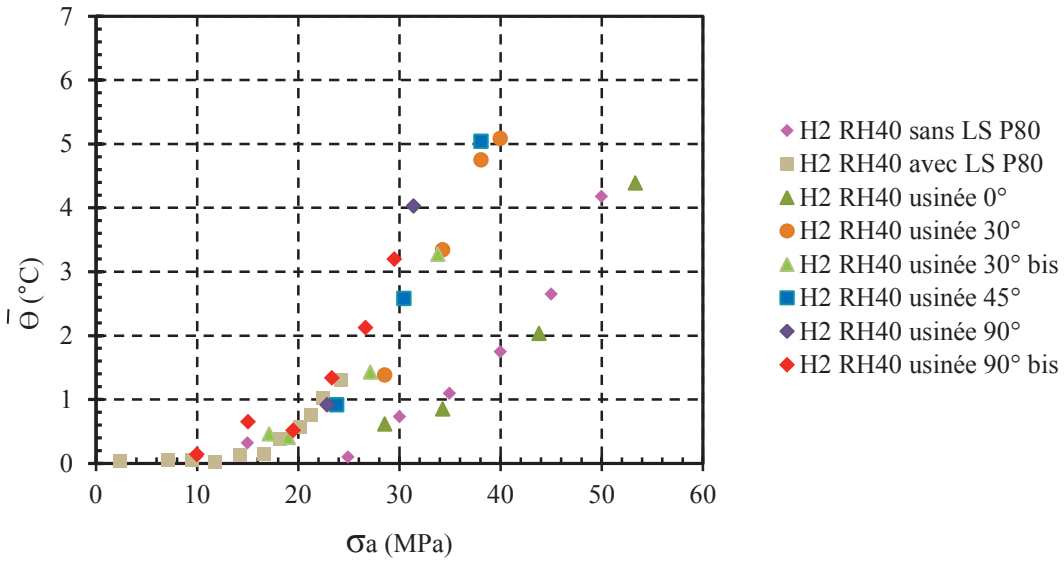


Figure 3.41 : Comparaison de l'influence de différents paramètres sur la réponse thermomécanique en auto-échauffement d'un PA66GF50 sous forme d'éprouvettes H2.

6.3 Synthèse

Au regard de nos résultats, nous pouvons hiérarchiser l'influence des différents paramètres étudiés sur la réponse thermomécanique d'une éprouvette standard injectée et soumise à une sollicitation cyclique. Ainsi, nous pouvons affirmer que le taux de reprise en humidité, l'orientation des fibres et la présence d'une ligne de soudure sont des facteurs influents d'ordre 1 sur la réponse thermomécanique et donc probablement sur la durée de vie du PA66GF50. Nous pouvons également conclure que la longueur des fibres à une influence certaine, mais de deuxième ordre (à l'échelle de la réduction de longueur effectuée dans notre étude). Enfin, les variations des paramètres d'injection étudiés semblent quant à eux avoir une influence limitée de troisième ordre. Il est probable qu'à l'échelle d'une pièce structurelle (ou éprouvette de structure), cette hiérarchie soit légèrement modifiée : cette étude est à envisager dans l'avenir.

7 Conclusion et perspectives

L'utilisation des outils développés au cours du chapitre 2 (Analyse thermomécanique et caractérisation microstructurale) ont permis de quantifier l'influence des facteurs géométriques, environnementaux et des paramètres liés au procédé d'injection. Ainsi, nous avons montré l'influence très significative du taux de reprise en eau (RH), de la distribution de longueur des fibres (FLD), de l'orientation des fibres et de la présence d'une ligne de soudure. L'influence des paramètres d'injection étudiés (température du moule et pression de maintien) est moins évidente et nécessiterait l'utilisation d'éprouvettes issues d'une injection plus contraignante en termes de rhéologie (géométrie d'empreinte du moule plus complexe).

L'analyse des faciès de rupture sous sollicitation cyclique confirme l'influence de la reprise en eau et du gradient d'orientation (vis-à-vis de la direction de sollicitation) sur les mécanismes de déformation observés.

Le dépouillement empirique proposé lors de l'analyse des courbes d'auto-échauffement montre par ailleurs une bonne pertinence au regard des résultats de fatigue à disposition. Ce protocole semble donc directement applicable, et permet de multiplier les conditions expérimentales sans craindre une inflation exagérée du délai d'obtention des résultats. Ce dernier point n'est pas négligeable dans le contexte très concurrentiel de l'industrie automobile.

Néanmoins, même si cette interprétation à seuil parait corrélée par les indicateurs mécaniques et microstructuraux, ce dépouillement est plus délicat à utiliser que pour les matériaux métalliques du fait de l'augmentation progressive de la différence de température. Une analyse de la courbe d'auto-échauffement complète parait beaucoup plus intéressante. De plus, l'auto-échauffement mesuré en surface n'est pas une caractéristique intrinsèque de notre matériau : elle dépend de la géométrie de l'éprouvette et des conditions limites expérimentales.

Le prochain chapitre propose de relier la température mesurée à l'énergie dissipée par cycle en régime stationnaire en identifiant les termes sources à l'origine de la dissipation. Une démarche de caractérisation rapide, basée sur l'utilisation d'un critère énergétique, est alors proposée pour prédire la durée de vie du PA66GF50 et ceci, en se basant sur l'intégralité de la courbe d'auto-échauffement préalablement obtenue.

Chapitre 4 : Critère énergétique et caractérisation rapide en fatigue

L'objectif de ce chapitre est double. Il s'agit d'une part de déterminer la courbe d'endurance complète du PA66GF50 à partir de la courbe d'auto-échauffement, et d'autre part de proposer un critère de fatigue unifiant l'influence des nombreux paramètres observés. Parmi les nombreux critères proposés dans la littérature, la famille des critères énergétiques est celle que nous privilégierons, car des études récentes ont montré son important potentiel *(Klimkeit, 2009) (Launay, 2011) (Munier, 2012)*, mais également car la passerelle entre l'élévation de température observée et l'énergie dissipée semble plus naturelle.

Dans un premier temps, nous proposons une identification des termes sources à partir des mesures de température : cela nous permet de relier l'énergie dissipée cyclique à l'amplitude de contrainte subie par le matériau.

Dans un second temps, nous identifions les paramètres du critère énergétique à partir de la courbe d'auto-échauffement obtenue sur des éprouvettes ISO527 RH40% (f=1Hz, R=0 et température ambiante).

La prédiction de la courbe S-N est ensuite comparée aux données issues de la campagne de fatigue, ce qui nous permet de valider le critère et l'approche développée.

La validation du critère est étendue à travers la prédiction d'une courbe S-N pour une variation de géométrie avec un matériau de microstructure et d'état très proches (éprouvette H2 RH40%).

Enfin, nous étudierons la possibilité d'appliquer le critère énergétique identifié et la démarche de prédiction, aux variations des facteurs influents de premier et deuxième ordre (reprise en humidité, orientation des fibres, présence d'une ligne de soudure et longueur des fibres). Une courbe de référence en énergie dissipée cyclique est proposée afin d'unifier l'influence des différentes reprises en humidité.

Sommaire du Chapitre 4

1 IDENTIFICATION D'UN CRITERE ENERGETIQUE SUR EPROUVETTES ISO527 RH40% 189

1.1 ESTIMATION DE L'ENERGIE DISSIPEE PAR CYCLE A PARTIR D'ESSAIS D'AUTO-ECHAUFFEMENT 190

1.1.1 Equation de chaleur et hypothèses simplificatrices 190

1.1.2 Dissipation intrinsèque et température moyenne stabilisée 191

1.1.3 Application au cas d'une éprouvette ISO527 RH40% 193

1.2 CRITERE ENERGETIQUE ET PREVISION DE LA COURBE DE « WÖHLER » 195

1.2.1 Choix d'un critère énergétique 195

1.2.2 Identification des paramètres du modèle sur éprouvette ISO527 RH40% 196

1.2.3 Comparaison de la prédiction du critère et des essais de fatigue 196

2 VALIDATION DU CRITERE ENERGETIQUE 197

2.1 CONFRONTATION DU CRITERE IDENTIFIE SUR LES EPROUVETTES ISO527 RH40% AU CAS DES EPROUVETTES H2 RH40% 198

2.1.1 Application de la démarche avec un critère connu 198

2.1.2 Application de la démarche sans paramètres a priori connus pour le critère énergétique 201

2.2 APPLICATION DU CRITERE POUR DIFFERENTS TAUX DE REPRISE EN HUMIDITE 202

2.3 PROPOSITION D'UNE COURBE DE REFERENCE EN ENERGIE DISSIPEE 204

2.4 CONFRONTATION DU DEPOUILLEMENT GRAPHIQUE ET DE L'EVALUATION FAITE PAR LE CRITERE ENERGETIQUE APPLIQUE A L'INFLUENCE DE L'ORIENTATION DES FIBRES, DE LA LONGUEUR DES FIBRES ET D'UNE LIGNE DE SOUDURE SUR LA LIMITE D'ENDURANCE.205

3 CONCLUSION 206

1 Identification d'un critère énergétique sur éprouvettes ISO527 RH40%

Nous proposons dans cette section de relier l'énergie moyenne dissipée par cycle au nombre de cycles à la rupture. Pour ce faire, il nous faut relier la différence de température mesurée en surface de la zone utile de notre éprouvette ISO527 à l'énergie moyenne dissipée par cycle dans le volume. La température de chaque palier d'auto-échauffement stabilisant avant 2000 cycles, il parait plausible de relier la température moyenne stabilisée $\bar{\theta}$ à l'énergie dissipée au cours d'un cycle en se basant sur l'équation de la chaleur évoquée au chapitre 1.

Une question qui se pose néanmoins réside dans le fait d'évaluer, de manière fiable, une énergie moyenne dissipée lors d'une sollicitation cyclique limitée à 2000 cycles alors que généralement, le nombre de cycles intéressant les industriels est plus proche 10^4 à 10^7 cycles. Afin de s'assurer de la pertinence de cette évaluation, nous proposons un suivi de l'énergie dissipée par cycle au cours d'essais de fatigue réalisés à différents niveaux d'amplitude de contrainte sur des éprouvettes ISO527 RH40%. Nous proposons donc en **Figure 4.1** l'évolution de l'aire d'hystérésis pour des paliers à 35MPa, 45MPa et 47MPa d'amplitude de contrainte. Ces paliers correspondent à la plage de durée de vie qui intéresse les industriels (à savoir 10^4 à 10^7 cycles environ sur la courbe de fatigue obtenue au chapitre précédent pour cette famille d'éprouvette). Nous remarquons que l'aire d'hystérésis stabilise avant 2000 cycles environ, quelque soit le niveau d'amplitude de contrainte testé ici; ce constat justifie pleinement une évaluation raisonnable de l'énergie dissipée par cycle à partir des mesures réalisées lors de paliers d'auto-échauffement composés de 2000 cycles.

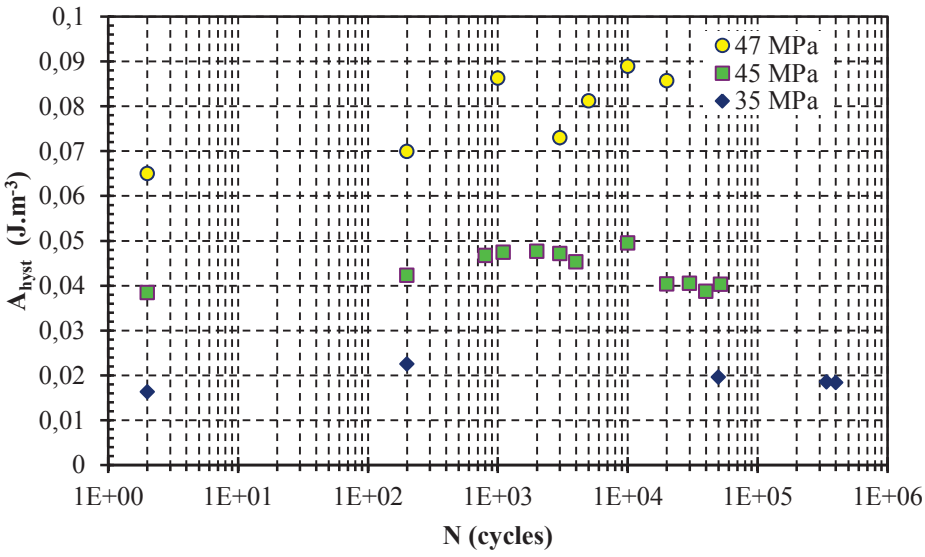


Figure 4.1 : Suivi de l'aire d'hystérésis au cours d'essais d'endurance sur éprouvettes ISO527 RH40%, à 1Hz et R=0, température ambiante et à différents niveau d'amplitude de contrainte.

1.1 Estimation de l'énergie dissipée par cycle à partir d'essais d'auto-échauffement

L'évaluation de l'énergie dissipée lors des essais d'auto-échauffement nécessite de résoudre un problème liant les équations de la thermique et de la mécanique. Nous avons détaillé, au chapitre 1, le cadre thermodynamique permettant une interprétation des essais d'auto-échauffement. Cela nécessite la résolution de l'équation de chaleur sous certaines hypothèses. Cette section présente ces hypothèses permettant de simplifier l'expression de l'équation de la chaleur dans le cadre de nos expérimentations et ainsi d'identifier les sources de dissipation thermique.

1.1.1 Equation de chaleur et hypothèses simplificatrices

Comme nous l'avons détaillé au chapitre 1, l'équation de la chaleur s'écrit à partir de la loi de conservation locale de l'énergie (premier principe de la thermodynamique) :

$$\rho c\dot{T} + div(\vec{q}) = \rho c S_t = \Delta_{int} + r + \rho T \frac{\partial^2 \Psi}{\partial V_k \partial T} : \dot{V}_k + \rho T \frac{\partial^2 \Psi}{\partial \varepsilon^e \partial T} : \dot{\varepsilon^e} \quad (4.1)$$

Avec ρ la masse volumique, c la chaleur spécifique, T la température mesurée, V_k variables internes, S_t termes sources, Δ la dissipation intrinsèque, r terme lié au rayonnement, Ψ potentiel d'énergie libre d'Helmholtz et ε^e composante du tenseur de déformation élastique.

Les termes sources se décomposent donc en 3 contributions :

- La dissipation intrinsèque Δ_{int}
- Le rayonnement r
- Les couplages thermomécaniques $\rho T \frac{\partial^2 \Psi}{\partial V_k \partial T} : \dot{V}_k + \rho T \frac{\partial^2 \Psi}{\partial \varepsilon^e \partial T} : \dot{\varepsilon^e}$

Dans le cadre des essais d'auto-échauffement que nous avons réalisés, plusieurs hypothèses simplificatrices sont possibles. Elles reposent sur le fait que les variations de températures mesurées sont faibles (<10°C), que notre matériau a une très mauvaise conductibilité thermique. Ainsi, nous considérons, en première approche, que :

- Les variations de c et ρ sont négligeables
- La convection interne est négligeable i.e. $\frac{dT}{dt} = \frac{\partial T}{\partial t}$
- Le terme source dû au rayonnement est constant dans le temps et négligeable.
- La conductibilité thermique λ sera considérée isotrope

En utilisant la loi de Fourrier qui relie le flux de chaleur au gradient de température :

$$\vec{q} = -\lambda \overrightarrow{grad}(T) \quad (4.2)$$

Soit :

$$div(\vec{q}) = -\lambda \Delta T \quad (4.3)$$

Nous obtenons alors une expression simplifiée de l'équation de la chaleur :

$$\rho c\dot{T} - \lambda \Delta T = \Delta_{int} + \rho T \frac{\partial^2 \Psi}{\partial \varepsilon^e \partial T} : \dot{\varepsilon^e} \tag{4.4}$$

Soit k le tenseur de couplage thermoélastique :

$$k = -\frac{\partial \sigma}{\partial T} \tag{4.5}$$

Et suivant la loi d'état :

$$\sigma = \rho \frac{\partial \Psi}{\partial \varepsilon^e} \tag{4.6}$$

Nous pouvons écrire l'équation (4.4) soit la forme:

$$\rho c\dot{T} - \lambda \Delta T = \Delta_{int} + \rho T k : \dot{\varepsilon^e} \tag{4.7}$$

L'équation (4.7) fait intervenir des variables dépendantes du temps. Il convient, pour des sollicitations cycliques, de la simplifier en considérant un cycle stabilisé. Nous pouvons alors considérer :

- Δ_{int}^* la dissipation intrinsèque sur un cycle.
- f_r la fréquence de sollicitation du signal sinusoïdale.
- La contribution liée au couplage thermoélastique s'annule lors de son intégration sur 1 cycle : $\int_{cycle} \rho T k : \dot{\varepsilon^e} = 0$

L'équation de la chaleur peut donc se réduire à l'expression scalaire suivante :

$$\rho c\dot{T} - \lambda \Delta T = f_r \Delta_{int}^* \tag{4.8}$$

1.1.2 Dissipation intrinsèque et température moyenne stabilisée

Dans le cadre de nos essais, sous sollicitations cycliques et uni-axiales, nous ne considérons qu'une vision moyenne des termes sources dans la section (approche « 0D ») et que les fuites thermiques par les mors de la machine de fatigue sont négligeables (hypothèse liée à la mauvaise conductibilité thermique de notre PA66GF50).

Pour nos éprouvettes ISO527 et H2, le gradient de température peut alors être considéré en 2D :

$$\underline{\nabla T} = \frac{\partial T}{\partial x_2} \vec{e}_2 + \frac{\partial T}{\partial x_3} \vec{e}_3 \tag{4.9}$$

Avec $\vec{e}_1$ la direction de sollicitation et $(\vec{e}_2; \vec{e}_3)$ les directions transversales.

Soit S=l.e la section de l'éprouvette avec l la largeur et e l'épaisseur.

Quand on intègre l'équation (4.8) sur la surface de mesure, la composante $-\lambda\Delta T$ se transforme en l'expression suivante :

$$\int_S -\lambda\Delta T = -\int_S div\lambda(\underline{\nabla T})\, ds = -\int_{\partial S} \lambda \frac{\partial T}{\partial n} dl = -\int_{\partial S} h\theta\, dl = \frac{2h(e+l)}{el}\theta \qquad (4.10)$$

Avec h le coefficient de convection thermique (échange de chaleur entre l'air et l'éprouvette), θ la température moyenne et e, l respectivement l'épaisseur et la largeur de la ZU.

Posons alors $\tau_{éq}$, constante de temps caractéristiques des conditions thermiques:

$$\tau_{éq} = \frac{el}{2h(e+l)} \qquad (4.11)$$

L'équation de la chaleur s'écrit alors:

$$\dot{\theta} + \frac{\theta}{\tau_{éq}} = \frac{f_r \Delta^*_{int}}{\rho c} \qquad (4.12)$$

Cette expression permet de relier directement la dissipation intrinsèque de notre matériau à la température de la surface mesurée.

Néanmoins, pour chaque type d'éprouvette, et sur chaque machine de fatigue utilisée, il nous faut évaluer $\tau_{èq}$. Cette constante liée aux conditions thermiques peut être identifiée aisément lors du recouvrement prévu entre chaque palier d'auto-échauffement. Nous avons alors un effort imposé nul, et donc un couplage thermoélastique nul ainsi qu'une dissipation intrinsèque nulle. Dans ce cas, l'expression (4.12) prend la forme d'une équation différentielle du premier ordre :

$$\dot{\theta} + \frac{\theta}{\tau_{éq}} = 0 \qquad (4.13)$$

La résolution de (4.13) nous donne :

$$\theta = \theta_0 e^{(-t/\tau_{éq})} \qquad (4.14)$$

Avec $\theta_0$la température au début du palier de recouvrement (refroidissement).

Nous pouvons maintenant résoudre l'équation de la chaleur (4.12), ce qui nous donne :

$$\theta = \frac{f_r \Delta^*_{int} \tau_{éq}}{\rho c}\left(1 - e^{(-t/\tau_{éq})}\right) \qquad (4.15)$$

Si $t \to \infty$, l'expression (4.15) devient :

$$\theta_\infty = \frac{f_r \Delta^*_{int} \tau_{éq}}{\rho c} \qquad (4.16)$$

Or lors d'un palier d'auto-échauffement, nous avons montré que la température se stabilisait systématiquement à une valeur $\bar{\theta}$. En introduisant cette dernière dans l'équation (3.16), nous proposons une expression reliant la dissipation intrinsèque de notre matériau à la température moyenne stabilisée issue de chaque palier d'auto-échauffement, soit :

$$\Delta_{int}^{*} = \frac{\rho c}{f_r \tau_{éq}} \bar{\theta} \tag{4.17}$$

Après identification de $\tau_{éq}$, nous pouvons désormais relier la dissipation intrinsèque par cycle à l'amplitude de contrainte exercée lors de chaque palier en se basant sur la courbe d'auto-échauffement obtenue.

Pour ce faire, nous proposons d'identifier une fonction sur la courbe d'auto-échauffement, soit :

$$\bar{\theta} = \bar{\theta}(\sigma_a) \tag{4.18}$$

Nous obtenons finalement un modèle liant la dissipation intrinsèque à l'amplitude de contrainte exercée lors de chaque palier grâce à l'expression suivante :

$$\Delta_{int}^{*}(\sigma_a) = \frac{\rho c}{f_r \tau_{èq}} \bar{\theta}(\sigma_a) \tag{4.19}$$

1.1.3 Application au cas d'une éprouvette ISO527 RH40%

Nous proposons dans la présente section de quantifier la dissipation intrinsèque en fonction de l'amplitude de contrainte appliquée dans le cas d'essais réalisés à 1Hz et R=0 sur les éprouvettes ISO527 RH40% à température ambiante.

Nous retiendrons comme propriétés du PA66GF50, les données issues du fournisseur : soit ρ=1543 kg.m^{-3} et c=1336 J.kg^{-1}.K^{-1}.

L'identification de $\tau_{éq}$ (voir **Figure 4.2** ci-dessous) nous donne une valeur de 175s.

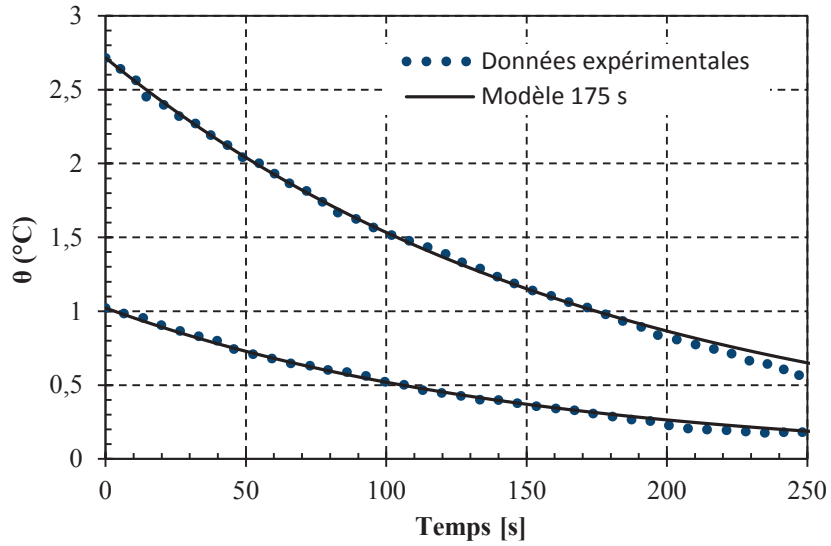


Figure 4.2 : Identification de $\tau_{éq}$ réalisée sur la courbe de température lors du palier de recouvrement d'un essai d'auto-échauffement. Eprouvette ISO527 RH40% sur machine INSTRON 1342.

La **Figure 4.3** montre l'identification d'une loi exponentielle permettant de modéliser la courbe d'auto-échauffement et d'obtenir la fonction $\bar{\theta}(\sigma_a)$ de l'équation (4.18) :

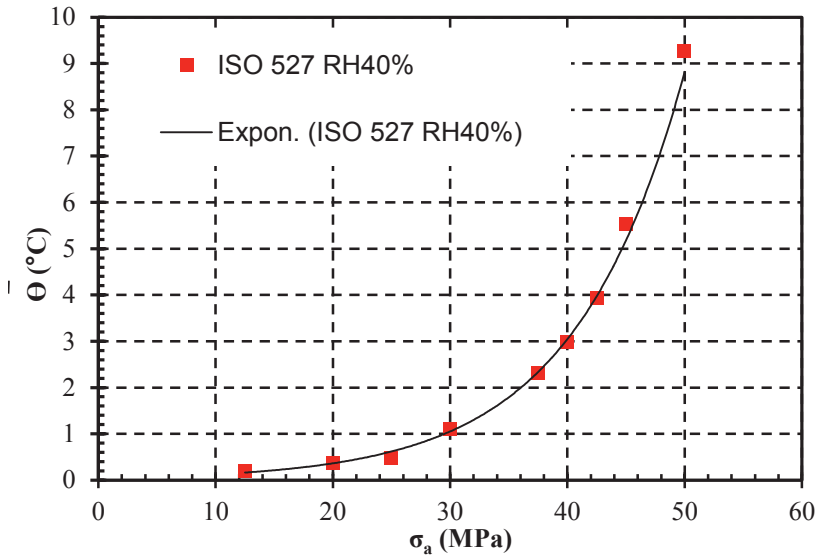


Figure 4.3 : Identification d'une loi puissance sur courbe d'auto-échauffement pour une éprouvette ISO527 RH40% à 1Hz et R=0, à température ambiante.

Grâce à l'équation (4.19), nous traçons sur la **Figure 4.4** l'évolution de la dissipation intrinsèque en fonction de l'amplitude de contrainte de chaque palier d'auto-échauffement. Nous reportons sur la même figure l'énergie dissipée évaluée à travers l'aire des boucles d'hystérésis en régime stationnaire (losanges bleus) : la bonne corrélation entre l'énergie dissipée évaluée à partir des mesures thermiques et celle évaluée par l'aire des boucles d'hystérésis montre que la majorité de l'énergie mécanique non restituée est dissipée sous

forme de chaleur ; c'est un résultat important confirmant la pertinence du protocole proposé afin d'évalué la dissipation intrinsèque.

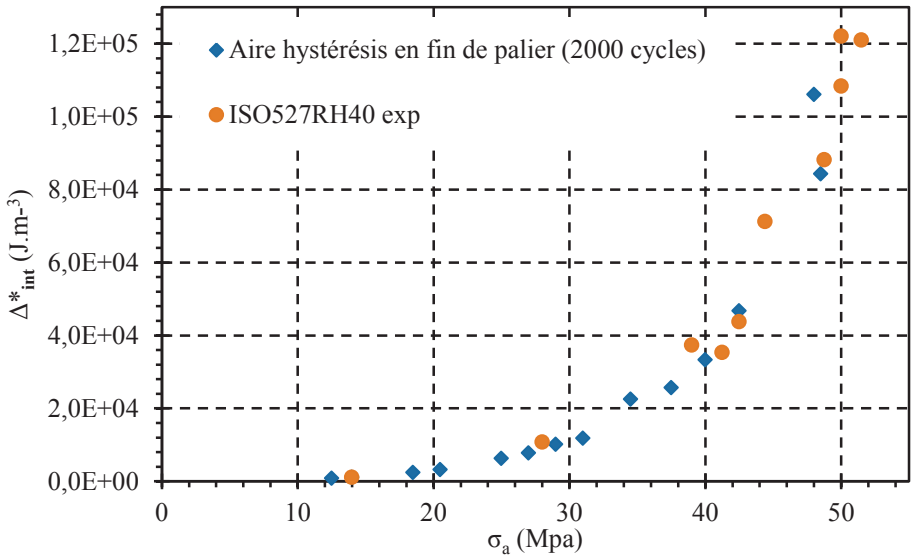


Figure 4.4 : Evolution de la dissipation intrinsèque par cycle en fonction de l'amplitude de contrainte des paliers d'auto-échauffement et comparaison avec l'aire d'hystérésis évaluée pour chaque palier en régime stabilisé.

1.2 Critère énergétique et prévision de la courbe de « Wöhler »

1.2.1 Choix d'un critère énergétique

L'objet de cette section est de proposer un modèle énergétique permettant de relier le nombre de cycles à la rupture N à l'énergie dissipée au cours d'un cycle en régime stabilisé ΔW_{diss}.

Ce type de relation peut prendre la forme suivante :

$$\Delta W_{diss}.N^b = C \tag{4.20}$$

Avec ΔW_{diss} l'énergie dissipée durant un cycle et b, C les paramètres du modèle.

Soit pour nous :

$$\Delta^*_{int}.\ N^b = C \tag{4.21}$$

D'après l'équation (4.17), cette expression peut prendre la forme :

$$\frac{\rho c}{f_r \tau_{éq}} \bar{\theta}.N^b = C \tag{4.22}$$

D'après l'équation (4.19), nous pouvons également écrire :

$$\frac{\rho c}{f_r \tau_{éq}} \bar{\theta}(\sigma_a).N^b = C \tag{4.23}$$

Cette dernière équation nous permet de relier le nombre de cycles à la rupture à l'amplitude de contrainte des paliers d'auto-échauffement.

1.2.2 Identification des paramètres du modèle sur éprouvette ISO527 RH40%

Pour identifier les paramètres b et C, nous disposons de 2 couples (N_R,Δ^*_{int}). issus de la courbe d'auto échauffement :

- la valeur du nombre de cycles à la rupture, obtenu lors du dernier palier, que nous noterons N_R et la dissipation intrinsèque par cycle associée Δ^*_{intRC} : premier point (N_R, Δ^*_{intRC}) ;
- la valeur de la dissipation intrinsèque par cycle Δ^*_{intD} associée à l'amplitude de contrainte dite « d'endurance » issue du dépouillement pragmatique σ_{aD} : deuxième point (10^6, Δ^*_{intD}).

Uniquement à partir de ces 2 couples de points une résolution analytique nous permet d'identifier les 2 paramètres du modèle. Pour les ISO527 RH40%, nous obtenons b=0.221 et C=638026 $J.m^{-3}$.

1.2.3 Comparaison de la prédiction du critère et des essais de fatigue.

Disposant d'une campagne de fatigue réalisée sur les ISO527 RH40%, nous proposons en **Figure 4.5** une comparaison de la courbe issue du critère énergétique et qui passe bien sûr par les 2 couples de points issus des essais d'AE (en rouge) avec le nuage de points issu des essais d'endurance. Rappelons qu'aucune optimisation n'est réalisée sur les données expérimentales issues des essais en fatigue (nous ne sommes pas censés les avoir).

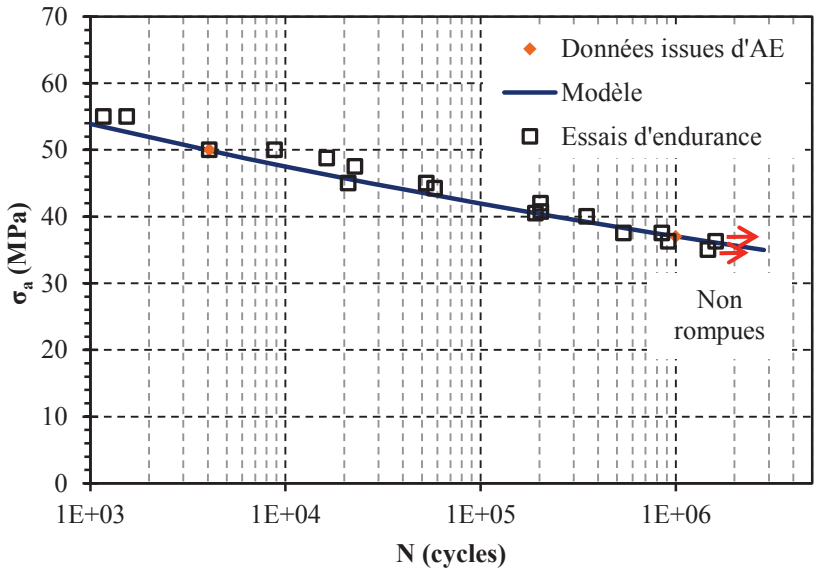


Figure 4.5 : Comparaison de la courbe prédite par le critère énergétique et les points issus des essais d'endurance (courbe de Wöhler) pour les éprouvettes ISO527 RH40%, à 1Hz, R=0 et température ambiante.

La prédiction du critère énergétique, à partir des 2 points obtenus en auto-échauffement est très satisfaisante. Nous pouvons conclure à l'efficacité de ce protocole de caractérisation rapide en vue de la détermination d'une courbe S-N (pour la condition expérimentale testée).

2 Validation du critère énergétique

Cette section propose de valider le critère énergétique en le confrontant aux variations des paramètres suivants: géométrie et microstructure différentes (éprouvettes H2), et taux de reprise en humidité (RH) différents.

Précisons que par la suite, les paramètres du critère que nous utiliserons, proviennent d'une identification sur l'ensemble des points disponibles pour les éprouvettes ISO527 RH40% (voir **Figure 4.6**). Nous obtenons alors les valeurs suivantes : b=0.30 et C=1538012 J.m^{-3}. Ces dernières seront conservées pour la suite de l'analyse dans ce chapitre (validation du critère énergétique et applicabilité à des paramètres influents).

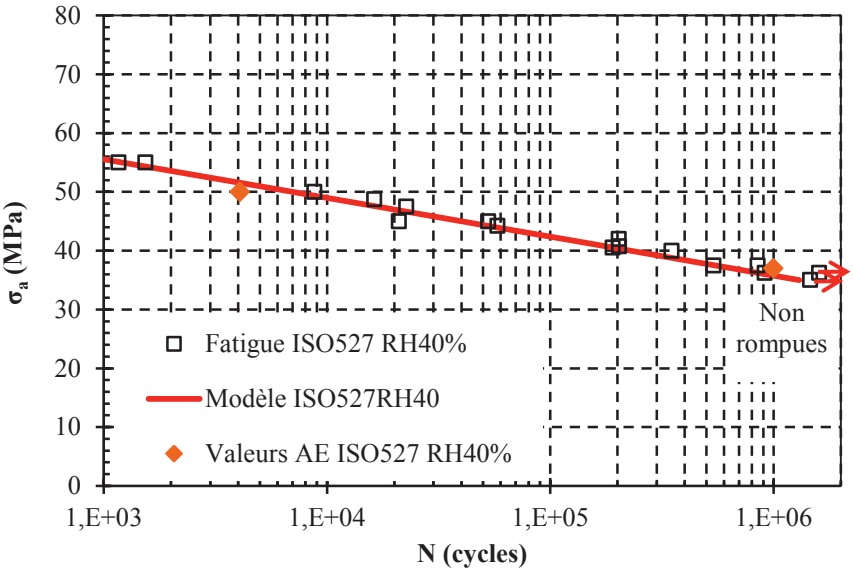


Figure 4.6 Comparaison de la courbe prédite par le critère énergétique, après optimisation, et les points issus des essais d'endurance (courbe de Wöhler) ou d'auto-échauffement, pour les éprouvettes ISO527 RH40% (à 1Hz, R=0 et température ambiante).

Dans un premier temps, disposant d'essais d'endurance pour les éprouvettes H2 RH40%, nous comparons les points expérimentaux avec la prédiction du modèle issue des essais d'AE en conservant les paramètres b et C identifiés sur les ISO527 RH40%. Ce test nous permet de valider que l'énergie dissipée par cycle en régime stationnaire est un paramètre intrinsèque au matériau.

Dans un second temps, nous proposons une prédiction de la courbe S-N pour les éprouvettes ISO527 ayant des taux de reprise en humidité de 25%, 40% et 55% et pour des éprouvettes

H2 DAM. Cette nouvelle confrontation permet de vérifier si les termes sources sont les mêmes malgré une variation de l'écart à la T_g.

Enfin, nous modifions notre point de vue en construisant une courbe de référence modélisant l'énergie dissipée par cycle, en régime stationnaire, en fonction du nombre de cycles à la rupture. La dissipation intrinsèque moyenne par cycle est évaluée à partir de la mesure de la température en surface de nos éprouvettes, et devient alors un indicateur de durée de vie plus pertinent que l'amplitude de contrainte théorique exercée (dans le cadre d'un signal sinusoïdal piloté en effort, dans un cadre uni-axial).

Nous proposons également une comparaison (à titre indicatif) entre l'énergie dissipée par cycle en régime stationnaire issue du critère énergétique et les valeurs calculées à partir de l'endurance $\sigma_{AD\text{-}AE}$ estimée lors des dépouillements graphiques : cette analyse est réalisée dans le cas des éprouvettes H2 usinées (orientations des fibres différentes), des éprouvettes H2 avec ligne de soudure (microstructure locale particulière) et des éprouvettes ISO527 rebroyée (Longueur moyenne des fibres différente). Les valeurs ainsi calculées sont placées sur la courbe de référence à $N=10^6$ cycles et permettent d'appréhender simultanément la pertinence d'un tel dépouillement du critère de fatigue proposé.

2.1 Confrontation du critère identifié sur les éprouvettes ISO527 RH40% au cas des éprouvettes H2 RH40%

2.1.1 Application de la démarche avec un critère connu

Comme nous l'avons détaillé en chapitre 2, les courbes de « Wöhler » pour les 2 familles d'éprouvettes sont similaires pour un RH donné. Du fait de leurs dimensions plus petites, les éprouvettes H2 offrent une courbe d'auto-échauffement bien différente de celles des éprouvettes ISO527. Rappelons que leur microstructure étant très proche (structure en « caisson » décrite en section chapitre 2). Nous conservons les paramètres b=0.30 et $C=1538012 J.m^{-3}$ identifiés sur les éprouvettes ISO527 RH40% (voir équation 4.23) et nous utilisons les données issues de la caractérisation rapide [$\tau_{éq}$et $\bar{\theta}(\sigma_a)$] pour prédire une courbe S-N. Cette dernière sera comparée aux points expérimentaux obtenus lors d'une campagne de fatigue classique.

La première étape consiste à identifier le $\tau_{éq}$ sur la courbe de température lors de la phase de recouvrement entre 2 paliers d'auto-échauffement. Cette identification nous donne une valeur de 95s pour nos éprouvettes H2 RH40% (voir **Figure 4.7** ci-dessous).

La seconde étape consiste à déterminer de manière analytique une loi $\bar{\theta}(\sigma_a)$ sur la courbe d'auto-échauffement (voir **Figure 4.8** ci-dessous).

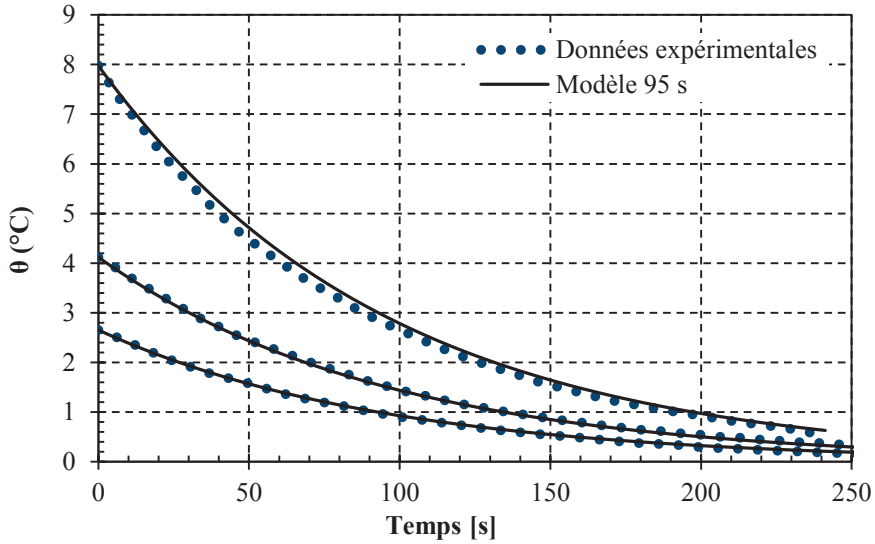


Figure 4.7: Identification de $\tau_{éq}$ réalisée sur la courbe de température lors du palier de recouvrement d'un essai d'auto-échauffement. Eprouvette H2 RH40% sur machine INSTRON 1342.

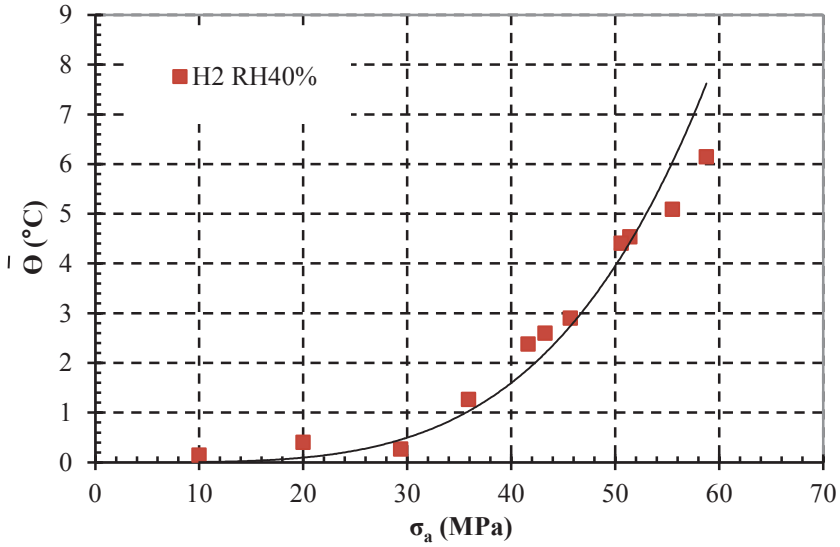


Figure 4.8 : Identification d'une loi puissance sur courbe d'auto-échauffement pour une éprouvette H2 RH40% à 1Hz et R=0, à température ambiante.

A partir de la relation décrite par l'équation (3.19), nous pouvons établir la dissipation intrinsèque par cycle en régime stationnaire en fonction de l'amplitude de contrainte pour les éprouvettes H2. La **Figure 4.9** compare l'évaluation obtenue (calcul de Δ^*_{int} réalisé à partir des valeurs expérimentales de $\bar{\theta}$) pour les éprouvettes H2 RH40% et ISO527 RH40%. Nous observons que l'évolution de Δ^*_{int} pour les éprouvettes H2 RH40% est très proche de celle des éprouvettes ISO527 RH40%. Ce résultat montre le peu de différence des termes sources mesurés entre les 2 familles d'éprouvettes : les mécanismes en jeu semblent donc très proches.

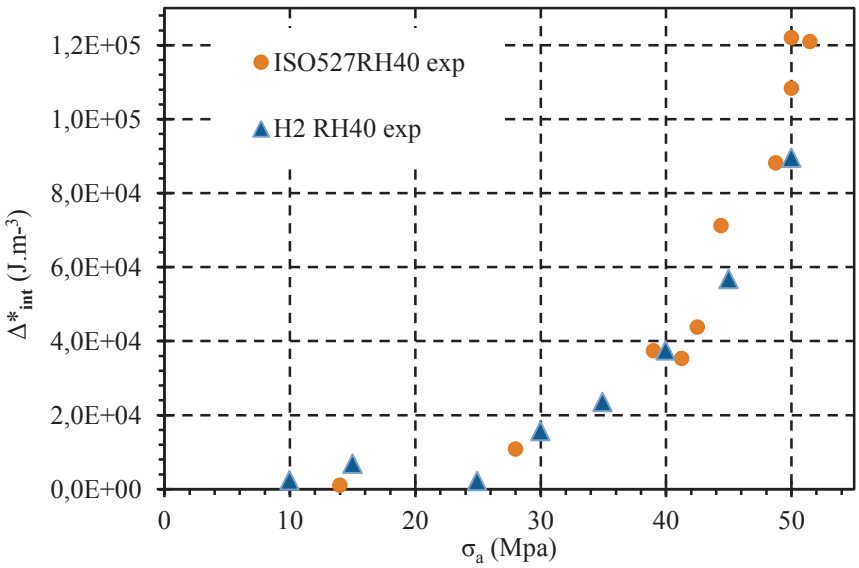


Figure 4.9 : Evolution de la dissipation intrinsèque par cycle en régime stationnaire pour les éprouvettes H2 RH40% et comparaison avec le résultat obtenu pour les éprouvettes ISO527 RH40%.

En reprenant l'équation (4.23) et en conservant les valeurs de C, b, f_r, ρ et c, nous pouvons établir la courbe de « Wöhler » pour les éprouvettes H2 (voir **Figure 4.10**). L'évaluation de la courbe S-N est très satisfaisante : les paramètres identifiés à partir des éprouvettes ISO527 sont donc utilisables pour les éprouvettes H2. Cela confirme le peu d'influence que peuvent avoir les petites différences microstructurales observées sur la durée de vie en fatigue du PA66GF50 dans nos conditions expérimentales (géométrie d'éprouvette standard, essais uni-axiaux, etc.).

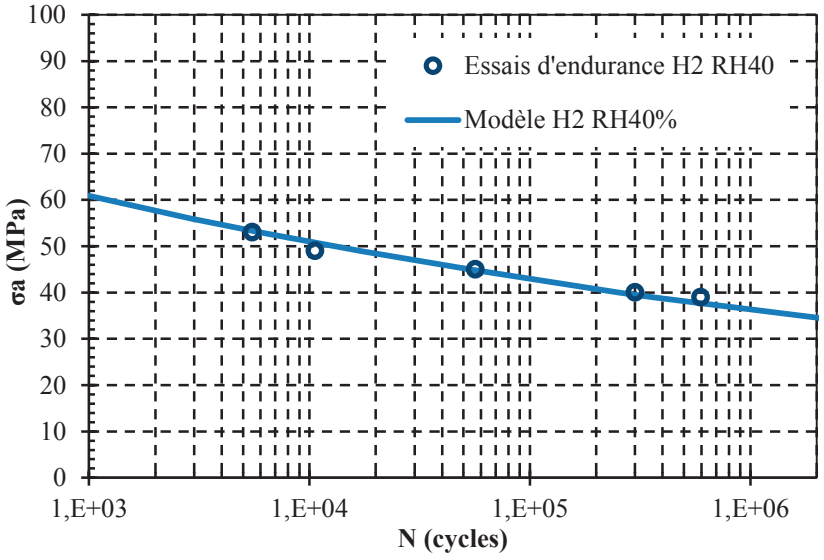


Figure 4.10 : Comparaison de la courbe prédite par le critère énergétique et les points issus des essais d'endurance (courbe de Wöhler) pour les éprouvettes H2 RH40%, à 1Hz, R=0 et température ambiante en conservant les paramètres identifiés sur les éprouvettes ISO527 RH40%.

Le paramètre $\tau_{éq}$, peut être considéré comme une variable liée aux conditions limites (machine utilisée, environnement …), à la géométrie de l'éprouvette (volume étudié) et de l'état du matériau (reprise en eau). Nous confirmons donc par ce résultat la pertinence de la dissipation intrinsèque moyenne par cycle stabilisé comme indicateur de la durée de vie du matériau.

La **Figure 4.11** propose les courbes S-N prédites pour les 2 familles d'éprouvettes et les points expérimentaux issus des campagnes d'essais en fatigue. Les courbes obtenues sont très proches pour des endurances limitées supérieures à 10^4 cycles. Le critère énergétique, utilisé avec des paramètres déjà connus et issus d'une identification réalisée sur les éprouvettes ISO527 RH40%, semble bien s'appliquer pour les éprouvettes H2 RH40%. Nous remarquons également une endurance limitée (à $N=10^6$ cycles) prévue à environ 36 MPa par le critère énergétique. Ce constat valide également la possibilité d'un dépouillement graphique rapide, en première approche.

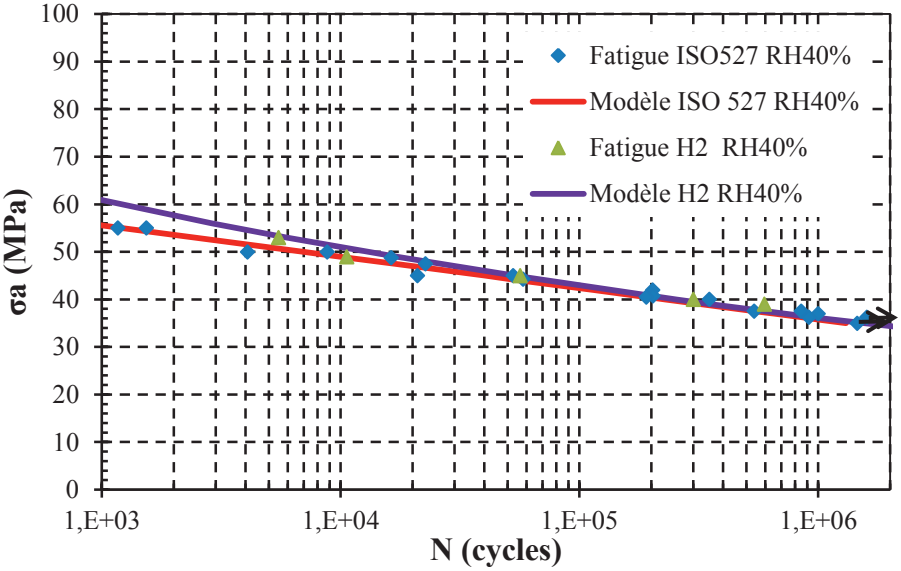


Figure 4.11 Comparaison des courbes S-N prédites et des campagnes de fatigue, pour les éprouvettes ISO527 RH40% et les éprouvettes H2 RH40% (1Hz, R=0, température ambiante).

2.1.2 Application de la démarche sans paramètres a priori connus pour le critère énergétique

Si l'on applique la démarche entière au cas des éprouvettes H2 RH40%, nous disposons également de 2 couples (N_R, Δ^*_{int}). issus de la courbe d'auto échauffement. Une résolution analytique nous indique les valeurs b et C suivantes : b=0.317 et C=1817214J.m^{-3}. Elles sont très proches de celles retenues pour les éprouvettes ISO527 RH40% : b=0.30 et C=1538012 J.m^{-3}. La courbe associée au critère énergétique avec ces nouveaux paramètres dédiés décrit alors très bien le nuage de points obtenus au cours de la campagne de fatigue (voir **Figure 4.12** ci-dessous).

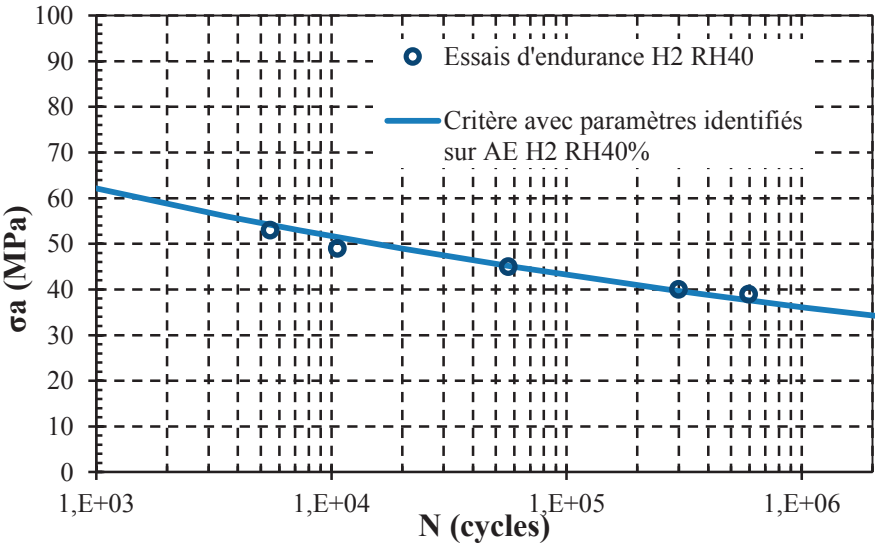


Figure 4.12 : Comparaison de l'estimation du critère avec des paramètres identifiés à partir des essais d'AE sur H2 RH40% et les essais d'endurance.

Nous pouvons conclure à la validité de la démarche de caractérisation rapide et du critère énergétique associé lorsque nous les appliquons à cette nouvelle famille d'éprouvettes.

2.2 Application du critère pour différents taux de reprise en humidité

Nous proposons dans cette section de confronter le critère énergétique à la variation d'un paramètre matériau : la reprise en eau. Nous savons que ce facteur influence fortement la réponse thermo-mécanique. Néanmoins, nous conservons les paramètres du critère, identifiés sur les ISO527 RH40%. Nous appliquons directement le critère après une identification d'une loi du type $\bar{\theta}(\sigma_a)$ sur les courbes d'auto-échauffement correspondantes et d'une identification de $\tau_{éq}$ pour les différents RH (voir résultats dans le Tableau 4.1 ci-dessous)

Eprouvette	RH [%]	τ_{eq} [s]	ρ [kg.m^{-3}]	c [J.kg^{-1}.K^{-1}]
ISO527	25	180	1554	1318
ISO527	40	175	1543	1336
ISO527	55	190	1529	1357
H2	DAM	100	1566	1300

Tableau 4.1 : Valeurs de τ_{eq} identifiées pour les différents taux de reprise en eau sur éprouvettes ISO527 lors des essais sur la machine de fatigue INSTRON, et valeurs de ρ et c correspondantes.

Nous disposons de 3 points en fatigue pour les éprouvettes ISO527 RH55% et d'un seul point pour les éprouvettes ISO527 RH25%. Nous proposons de placer sur les courbes S-N, l'évaluation pragmatique réalisée précédemment sur les courbes d'auto-échauffement pour N=10^6 cycles.
Ainsi, la **Figure 4.13** montre que le critère s'applique correctement au cas des ISO527 RH55%, et que le dépouillement « pragmatique » est en adéquation avec celui-ci. Dans le cas

des éprouvettes ISO527 RH25%, le critère semble non conservatif. Une campagne d'essais en fatigue serait nécessaire pour confirmer avec certitude ce constat.

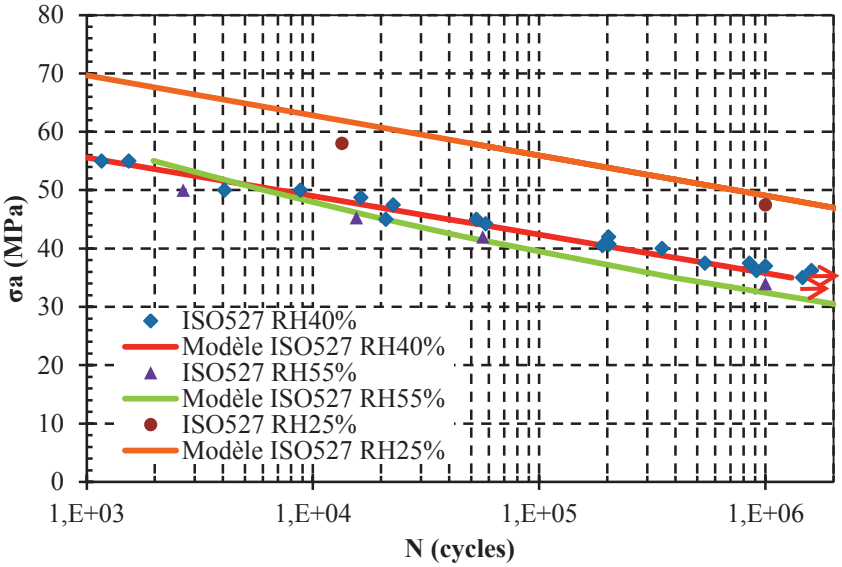


Figure 4.13 Comparaison de la courbe prédite par le critère énergétique et les points issus des essais d'endurance (courbe de Wöhler) pour les éprouvettes ISO527 RH40%, RH25% et RH55%, sollicitées à 1Hz, R=0, température ambiante et en conservant les paramètres identifiés sur les éprouvettes ISO527 RH40%.

En **Figure 4.14**, nous proposons le même type de test avec des éprouvettes H2 DAM (dry as moulded), en leur appliquant directement le critère énergétique identifié sur éprouvettes ISO527 RH40% et en utilisant le $\tau_{éq}$ identifié sur les H2 RH40%[1] pour la machine INSTRON. Nous constatons que le critère prédit correctement la durée de vie limitée (N=4.10^5 cycles), malgré un caractère un peu conservatif pour les niveaux d'amplitude de contrainte les plus élevés.

Nous pouvons conclure à l'applicabilité du critère énergétique associé au protocole de caractérisation rapide dans le cas d'une évolution de la reprise en humidité du PA66GF50.

La **Figure 4.15** présente une comparaison de la dissipation intrinsèque moyenne par cycle en régime stabilisé avec l'aire d'hystérésis, calculée sur les boucles de charge-décharge, lors des essais d'auto-échauffement sur éprouvettes ISO527 à RH25% et RH55%. La superposition des nuages de points indique une excellente corrélation entre l'énergie mécanique dissipée par cycle en régime stationnaire et Δ^*_{int}. Ce constat valide une nouvelle fois la pertinence du protocole de caractérisation rapide, et des hypothèses simplificatrices réalisées pour simplifier l'équation de la chaleur. Le fait de bien corréler les mesures de température avec des mesures mécaniques ouvre des perspectives intéressantes pour l'applicabilité de la méthode à des structures plus complexes, où la mesure des contraintes locales est très difficile, voire impossible (sujet traité au chapitre 4).

[1] La valeur $\tau_{èq}$ évaluée est peu sensible à la reprise en eau sur ce type de géométrie (section faible).

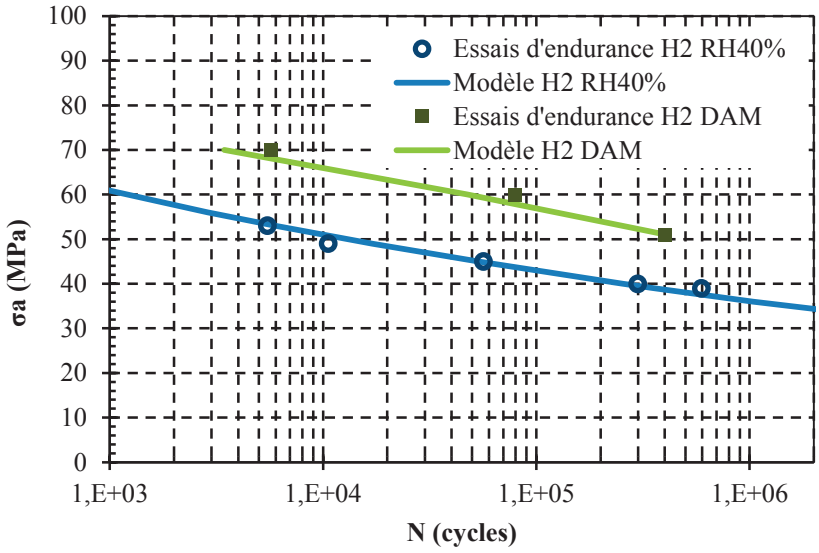


Figure 4.14 Comparaison de la courbe prédite par le critère énergétique et les points issus des essais d'endurance (courbe de Wöhler) pour les éprouvettes H2 RH40%, et H2 DAM, sollicitées à 1Hz, R=0, température ambiante et en conservant les paramètres identifiés sur les éprouvettes H2 RH40%.

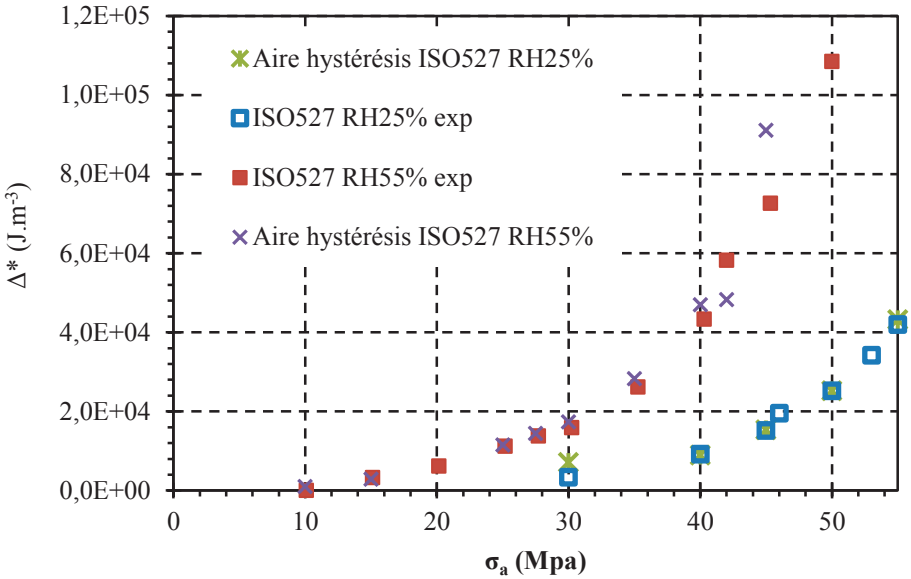


Figure 4.15 Comparaison de la dissipation intrinsèque par cycle et de l'aire d'hystérésis pour les essais d'auto-échauffement des éprouvettes ISO527 RH25% et RH55%.

2.3 Proposition d'une courbe de référence en énergie dissipée

Les courbes traditionnelles de fatigue proposent l'évolution du nombre de cycle à la rupture suivant l'amplitude de contrainte théorique imposée (courbe S-N). Nous proposons d'utiliser la dissipation intrinsèque moyenne par cycle en régime stationnaire Δ^*_{int} comme grandeur caractéristique du travail mécanique exercé durant les cycles. Cette dernière est évaluée, pour chaque niveau de contrainte testé en fatigue, par l'équation (4.19) (dont la composante $\bar{\theta}(\sigma_a)$ est identifiée sur chaque courbe d'auto-échauffement).

La **Figure 4.16** montre les valeurs issues des essais en fatigue et la courbe décrivant le critère énergétique unifié.

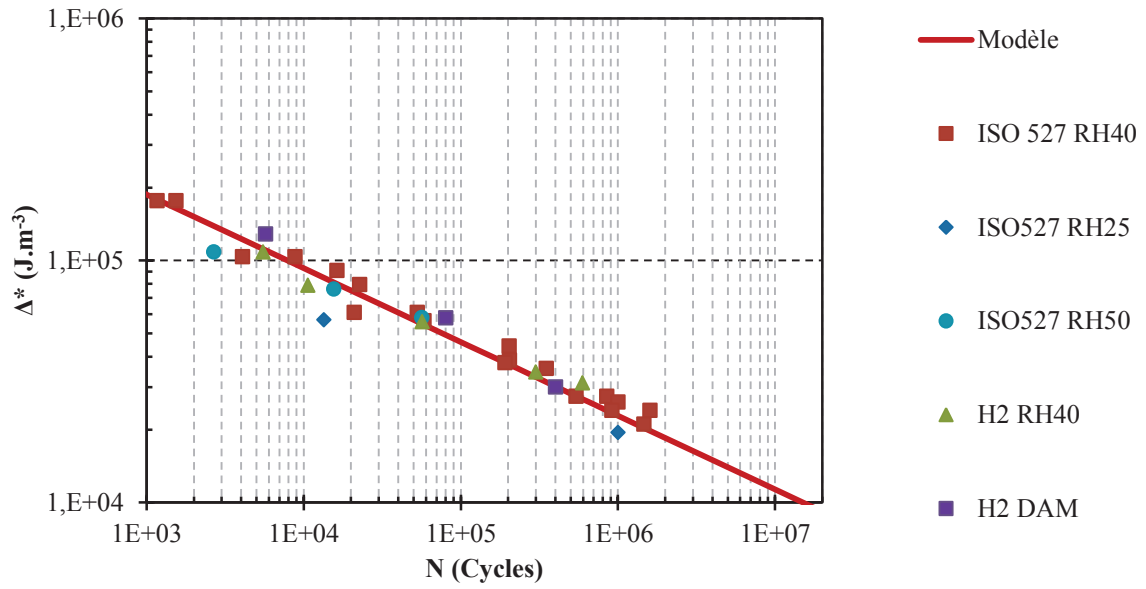


Figure 4.16 : Courbe de référence reliant la dissipation intrinsèque par cycle en régime stationnaire et le nombre de cycle à la rupture pour les différents taux de reprise en humidité.

Nous remarquons que les valeurs de Δ_{int}^{*} obtenues lors de campagnes de fatigue sont très proches de l'évaluation faite par le critère énergétique. Nous pouvons conclure au fait que la dissipation intrinsèque par cycle est un indicateur pertinent de la durée de vie du PA66GF50 sur éprouvettes standards quel que soit le taux de reprise en humidité que nous avons étudié.

2.4 Confrontation du dépouillement graphique et de l'évaluation faite par le critère énergétique appliqué à l'influence de l'orientation des fibres, de la longueur des fibres et d'une ligne de soudure sur la limite d'endurance.

Nous ne disposons pas de campagne de fatigue pour les facteurs étudiés dans cette section. Nous ne cherchons donc pas à valider l'applicabilité du critère dans le cas de l'étude de ces facteurs influents, mais simplement à s'assurer de la cohérence entre la prévision qu'il permet de la limite d'endurance à 10^6 cycles et le dépouillement graphique rapide des courbes thermomécaniques associées. Nous proposons donc une comparaison entre l'endurance limitée $\sigma_{aD\text{-}AE}$ ($N=10^6$ cycles) évaluée par le dépouillement graphique sur les courbes d'auto-échauffement et la valeur donnée par le critère énergétique $\sigma_{aD\text{-}critère}$. Cette dernière provient de l'utilisation de l'équation (3.23) en posant $N=10^6$, soit :

$$\frac{\rho c}{f_r \tau_{éq}} \bar{\theta}(\sigma_a) \,.\, (10^6)^b = C \qquad (4.24)$$

Les valeurs de b et C précédemment identifiées sont conservées, les valeurs de f_r, ρ et c sont connues et $\tau_{éq}$ et $\bar{\theta}(\sigma_a)$ proviennent des courbes d'AE associée à chaque facteur ainsi testé.

Le Tableau 4.2 présente les différents résultats obtenus. L'influence de la longueur des fibres est présentée à travers les limites d'endurance évaluées pour les éprouvettes ISO527 rebroyées, l'influence de l'orientation des fibres est présentée à travers les résultats obtenus pour les H2 usinées à différents angles :

Eprouvette	$\sigma_{aD\text{-}AE}$ [MPa]	$\sigma_{aD\text{-}critère}$ [MPa]	*% écart*
ISO527 rebroyée	41	46.02	+10.9
H2 usinée 0°	36	35.92	-0.2
H2 usinée 45°	22	24.29	+9.4
H2 usinée 90°	20	22.01	+9
H2 Ligne de soudure P25bar	18	17.85	-0.8

Tableau 4.2 : Comparaison de la limite d'endurance à N=10^6 cycles prévue par le dépouillement pragmatique de la courbe d'auto-échauffement $\sigma_{aD\text{-}AE}$ et par le critère énergétique $\sigma_{aD\text{-}critère}$.

Nous constatons que les 2 évaluations offrent des résultats assez proches : un écart d'environ 10% est constaté au maximum. Nous ne pouvons pas garantir la bonne prédiction du critère énergétique pour ces paramètres influents car nous ne disposons pas de campagnes de fatigue pour les éprouvettes présentées dans cette section. Il faut garder à l'esprit que la qualité du dépouillement graphique comme l'identification d'une loi $\bar{\theta}(\sigma_a)$, nécessaire à l'évaluation par le critère énergétique, est dépendante de la qualité des points obtenus en caractérisation rapide. Dans le cas des ISO527 rebroyées, l'identification utilisée n'est d'ailleurs pas optimale, ce qui peut expliquer la valeur, a priori, nettement surévaluée de la limite d'endurance. Néanmoins, le critère énergétique semble s'appliquer à la mesure locale de l'auto-échauffement d'une ligne de soudure. Ce résultat est encourageant dans le cadre de l'application du critère à d'autres microstructures particulières.

3 Conclusion

Nous avons établi une identification des termes sources, responsables de la dissipation mesurée en surface d'éprouvettes standards : les hypothèses de l'approche 0D nous ont permis de simplifier l'équation de la chaleur afin de relier la différence de température moyenne mesurée à la dissipation intrinsèque par cycle en régime stabilisé. Les niveaux d'énergie ainsi quantifiés correspondent bien à l'énergie mécanique évaluée lors de l'analyse des boucles d'hystérésis. De plus, lors d'un suivi des aires des boucles d'hystérésis lors d'essais en fatigue à des amplitudes de contraintes entrainant une durée de vie entre 10^4 cycles à 10^6 cycles, nous avons mis en évidence une stabilisation dès 1000 cycles, ce qui conforte la pertinence des essais d'auto-échauffement (2000 cycles) pour mettre en évidence les mécanismes en jeu.

Un essai d'auto-échauffement offre une évaluation empirique de l'amplitude de contrainte en endurance limitée à $N=10^6$ cycles, également le nombre de cycles à la rupture correspondant au dernier palier quand ce dernier est prolongé. Le protocole mis en place comprend un recouvrement thermique et mécanique de 10 minutes permettant une évaluation sur une courbe de refroidissement de la constante de temps liée aux conditions d'essai. A partir de ces informations, nous pouvons identifier analytiquement les 2 paramètres d'un critère de fatigue en énergie dissipée. La comparaison entre la prévision du critère et les résultats issus d'une campagne de fatigue réalisée sur éprouvette ISO527 est excellente. Nous avons ensuite validé ce critère en l'appliquant directement au cas des éprouvettes H2 (de géométries et de microstructures différentes) : le résultat est une nouvelle fois très probant.

La démarche de caractérisation rapide est ensuite mise en œuvre pour étudier la durée de vie des 2 familles d'éprouvettes standards soumises à des hygrométries différentes. Ainsi, les éprouvettes ISO527 contenant une humidité relative (RH) de 20, 25, 40 et 55% et les éprouvettes H2 DAM et RH40% ont été testées. L'analyse de la réponse thermomécanique correspondant aux essais d'auto-échauffement pratiqués révèle des comportements significativement différents et permet un dépouillement graphique. L'énergie dissipée évaluée à travers les mesures thermiques est, une nouvelle fois, équivalente à celle mesurée avec l'indicateur mécanique (aire des boucles d'hystérésis) quel que soit l'humidité relative des échantillons testés. L'application du critère énergétique, préalablement identifié sur ISO527 RH40%, est en très bonne corrélation avec les données de fatigue disponibles.

Enfin, nous avons mis en évidence une très bonne corrélation entre l'évaluation de l'endurance limitée à $N=10^6$ cycles et le dépouillement graphique des essais d'auto-échauffement pour des éprouvettes issues de plans d'expériences dont l'objectif était de mettre en évidence l'influence de paramètres influents majeurs sur la durée de vie (FLD, orientation des fibres, présence d'une ligne de soudure, paramètres du procédé, etc.).

Malgré le succès de notre démarche sur des éprouvettes standards, de géométrie simple et de microstructure connue, il nous faut désormais étudier l'applicabilité de ces outils à des structures plus complexes (géométries variables, microstructure pas clairement connue, ni maîtrisée…). De plus, la microstructure d'une éprouvette standard étant reconnue comme hétérogène, il est pertinent de vérifier l'homogénéité des termes sources dans l'épaisseur : en effet, des mécanismes de déformation, et/ou d'endommagement, ont été mis en évidence au sein du matériau et leur correspondance avec l'énergie dissipée est une question ouverte (effet masqué par l'opération moyenne réalisée avec l'hypothèse 0D). Nous proposons d'étudier ces questions dans le prochain chapitre.

Chapitre 5: Intégration des effets de la géométrie et de la microstructure

Le premier objectif de ce chapitre est d'étendre et de tester les mesures thermiques réalisées lors des essais d'auto-échauffement à des échelles d'observation différentes : des expérimentations ont été réalisées et analysées à l'échelle de la microstructure cœur-peau, mais aussi à l'échelle d'éprouvettes et de pièces structurelles. L'applicabilité de l'approche dite « 0D » utilisée jusqu'à présent est systématiquement testée. Au vu des limites logiquement observées, une nouvelle approche basée sur la vitesse de montée en température lors des premiers cycles dite « $\dot{\theta}_0$ » et s'affranchissant de l'identification d'une constante de temps $\tau_{éq}$ sur les courbes de refroidissement, est proposée afin d'appliquer le critère énergétique à des structures complexes.

Nous débutons ce chapitre par une présentation détaillée de la démarche d'analyse associée à la nouvelle approche en « $\dot{\theta}_0$ ».

Nous proposons, dans un second temps, une identification des termes sources au sein de la microstructure cœur-peau en mesurant la tranche d'une éprouvette ISO527 en PA66GF50 RH50% préalablement usinée lors d'essais d'auto-échauffement. L'hétérogénéité des termes sources ainsi mesurés met en évidence l'influence de la microstructure.

Dans la troisième partie de ce chapitre, nous présentons une application du protocole de caractérisation rapide à des éprouvettes de structure dites Kt2.5 et Kt9.8. L'analyse des champs de température et la localisation des points chauds sont exposées. Un suivi de fissuration est également proposé. Enfin, l'applicabilité du critère énergétique suivant l'approche « 0D » et suivant l'approche en $\dot{\theta}_0$ est discutée en s'appuyant sur les résultats issus d'une campagne de fatigue réalisée par des partenaires industriels (PSA, Sogefi, Mann+hummel).

Enfin, la démarche et les outils utilisés sur les éprouvettes de structures ont été transposés lors d'essais d'auto-échauffement sur une pièce prototype (support moteur), réalisés au sein du laboratoire de Modyn (Trelleborg Vibracoustic - Nantes). Une analyse des champs de température permet l'étude de l'amorçage ainsi que la détermination des champs de sources. L'applicabilité du critère énergétique est ensuite, une nouvelle fois, réalisée. Ces essais sont accompagnés d'une campagne de fatigue permettant d'affiner nos conclusions ou d'ouvrir des nouvelles perspectives.

Sommaire du chapitre 5

1 EVALUATION DES CHAMPS DE TERMES SOURCES A PARTIR DE L'ANALYSE EN « θ0 » 210

2 ESTIMATION DE L'EVOLUTION DES TERMES SOURCES DANS L'EPAISSEUR D'UNE EPROUVETTE ISO527 211

2.1 PREPARATION DE L'EPROUVETTE ET PRINCIPE DE L'ESSAI 211
2.2 COURBE D'AUTO-ECHAUFFEMENT 212
2.3 EVOLUTION DE LA TEMPERATURE ET DES TERMES SOURCES DANS L'EPAISSEUR 214
2.4 SYNTHESE ET PERSPECTIVES 219

3 EVALUATION DES CHAMPS D'ENERGIE DISSIPEE ET APPLICABILITE DE LA DEMARCHE DE CARACTERISATION RAPIDE A DES EPROUVETTES DE STRUCTURE. 220

3.1 EPROUVETTES ET MATERIAU 220
3.2 ESSAIS D'AUTO-ECHAUFFEMENT ET CHAMPS DE TEMPERATURE 222
3.2.1 Protocole d'essai 222
3.2.2 Analyse des champs de température 223
3.2.3 Analyse des champs de sources et durée de vie 231
3.3 CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES 236

4 APPLICABILITE DE LA DEMARCHE DE CARACTERISATION RAPIDE A UNE PIECE STRUCTURELLE 237

4.1 PRESENTATION DU SUPPORT MOTEUR ET DU PROTOCOLE D'ESSAI 237
4.1.1 Support moteur 237
4.1.2 Protocole d'essai 239
4.2 ANALYSE DES CHAMPS DE TEMPERATURES 241
4.2.1 Analyse du Couplage thermoélastique 241
4.2.2 Détection des points chauds et des fissures 242
4.2.3 Analyse des essais d'auto-échauffement en θ de la zone de fissuration 245
4.3 ANALYSE DES CHAMPS DE SOURCES ET CONFRONTATION AU CRITERE ENERGETIQUE 247
4.3.1 Illustration de la limite de l'approche « 0D » 247
4.3.2 Evaluation de l'applicabilité de l'approche en θ0 247
4.4 CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES 250

5 CONCLUSIONS 250

1 Evaluation des champs de termes sources à partir de l'analyse en « $\dot{\theta}_0$ »

La détermination des hétérogénéités de champ de termes sources, à partir de mesures de champ de température, est confrontée à une difficulté majeure : la conduction thermique au sein du matériau tend à homogénéiser le champ de température. Ainsi une hétérogénéité sur le champ de termes sources est rapidement estompée par la diffusion *(Poncelet, 2007)*.

Une autre possibilité d'analyse pour un essai d'auto-échauffement, consiste donc à quantifier la vitesse de montée en température d'une zone étudiée, entre le premier et le deuxième cycle d'un palier d'auto échauffement, notée $\dot{\theta}_0$ *(La Rosa, 2000)*. En effet, le fait de mesurer cette vitesse sur un temps très court (ex : 1s) au regard des temps caractéristiques thermiques habituels du PA66GF50 ($\tau_{éq} \geq 95s$ pour les éprouvettes préalablement testées), nous permet de négliger l'impact de la diffusion; $\dot{\theta}_0$ peut alors être directement reliée à la dissipation intrinsèque par cycle (termes sources), en simplifiant l'équation de chaleur. Nous obtenons alors l'expression suivante :

$$f_r \Delta^*_{int} = \rho c \dot{\theta}_0 \tag{5. 1}$$

Cette expression nous permet de quantifier les termes sources sans évaluation de la constante de temps $\tau_{éq}$ caractéristique des conditions thermiques lors des essais. En effet, ce paramètre est dépendant de la géométrie de l'éprouvette ou de la structure en présence, ainsi que des conditions limites (environnement, machine …) et s'avère nécessaire pour la résolution du problème avec l'approche 0D. Dans l'hypothèse où les termes sources sont constants au cours d'un palier d'auto-échauffement, cette démarche d'analyse en « $\dot{\theta}_0$ » permet d'obtenir une cartographie des termes sources à l'état initial. Nous pouvons ainsi mettre en évidence les éventuelles hétérogénéités de dissipation en prenant avantage de la faible conductivité de notre matériau. Dans la pratique, la détermination de $\dot{\theta}_0$ doit se faire à la même température, dans la même configuration de chargement (ex : à effort nul pour un pilotage en effort) et pour un intervalle de temps très court. Nous proposons donc son évaluation sur une période du signal mesuré (1s), à effort nul, au début de chaque palier (retour à l'équilibre thermique obtenu par le temps de maintien à effort nul de 10 min entre chaque palier d'auto-échauffement).

La valeur de $\dot{\theta}_0$ est donnée par l'expression suivante :

$$\dot{\theta}_0 = \frac{\Delta\theta_{cycle2/cycle1}}{\Delta t_{cycle2/cycle1}} \tag{5.2}$$

Avec $\Delta\theta_{cycle2/cycle1}$, la différence de température entre le premier pic et le deuxième pic mesuré dans la zone étudiée (température compensée par rapport à l'ambiante) et $\Delta t_{cycle2/cycle1}$ le temps entre ces 2 pics (voir schéma de principe en **Figure 5.1**).

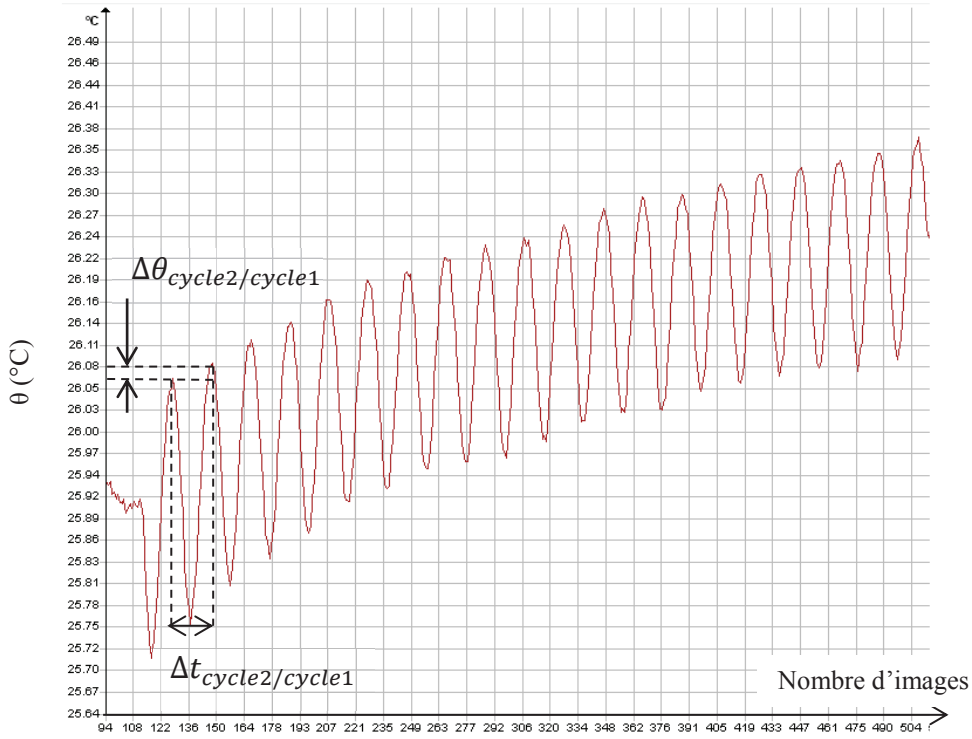


Figure 5.1 : Schéma explicatif de la mesure de $\Delta\theta_{cycle2/cycle1}$ et $\Delta t_{cycle2/cycle1}$

2 Estimation de l'évolution des termes sources dans l'épaisseur d'une éprouvette ISO527

L'objectif de cette section est d'étudier l'évolution des termes sources dans l'épaisseur d'une éprouvette ISO527. Nous tentons ainsi de mettre en évidence que les termes sources, dont on mesure l'effet moyen en surface en considérant l'approche 0D, ne sont pas peut-être pas constants au sein du volume étudié. En effet, comme nous avons pu le mettre en évidence au cours des investigations microstructurales présentées au chapitre 2 (Microtomographie rayons X, MEB, etc.), les sites de plasticité ou d'endommagement pilotant la durée de vie, semblent localisés de manière hétérogène à l'échelle d'une section d'éprouvette. Ainsi nous tentons de mettre en évidence une hétérogénéité du signal thermique au sein du volume sollicité. Les résultats présentés sont issus d'une première et unique tentative d'identification des termes sources dans l'épaisseur, et offrent un certain nombre de perspectives.

2.1 Préparation de l'éprouvette et principe de l'essai

Nous avons usiné par polissage progressif environ 2mm de matière de part et d'autre de la section utile de l'éprouvette (sur sa tranche). Ainsi, sa largeur initiale de 10 mm est réduite à 6 mm et son épaisseur de 4 mm est conservée. Les nouvelles surfaces (en pointillé vert sur la **Figure 5.2 à gauche**) se situent à la frontière entre la zone de peau (orientée principalement dans la direction principale d'écoulement) et la zone de cœur (moins bien orientée vis-à-vis de la direction principale d'écoulement). Une observation réalisée en microscopie optique nous

indique qu'une zone moins bien orientée (cœur) apparait tout de même : la largeur de cette zone est évaluée entre 0.5mm et 0.7mm. L'usinage révèle donc bien une différence de microstructure notable.

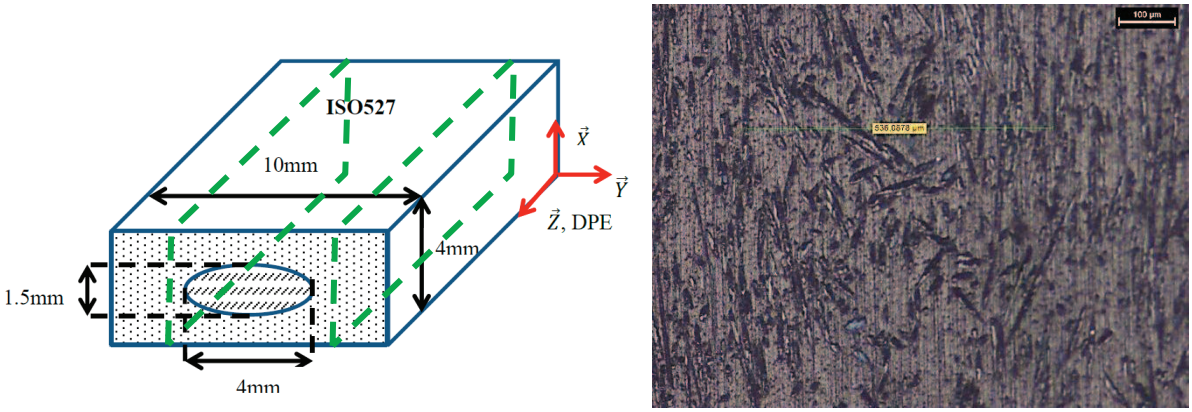


Figure 5.2 : Schéma de l'usinage sur la tranche de l'éprouvette ISO527 vis-à-vis de sa microstructure prévue (à gauche) et image de la microstructure au microscope optique (à droite).

Nous proposons la mise en œuvre d'un protocole d'auto-échauffement, identique à celui développé au chapitre 2 (R=0, f=1Hz, T_{amb}=24°C), mais en mesurant la température en surface sur la tranche de l'éprouvette ISO527 ainsi préparée. Notons que lors de ces essais, un drap opaque est disposé autour du montage expérimental afin de l'isoler des influences extérieures.

Les résultats obtenus sont analysés en utilisant les 2 approches :

- Une analyse classique de l'évolution de la différence de température moyenne en régime stabilisé $\bar{\theta}$ en fonction de l'amplitude de contrainte théorique exercée (courbe d'auto-échauffement) ;
- Une analyse des termes sources par l'évaluation de la vitesse de montée en température $\dot{\theta}_0$ de la zone étudiée au début de chaque palier d'auto-échauffement en fonction de l'amplitude de contrainte théorique exercée.

2.2 Courbe d'auto-échauffement

Comme le montre la **Figure 5.3**, la température augmente progressivement lors des 500 premiers cycles, puis se stabilise (voir valeur $\bar{\theta}$ reportée sur la **Figure 5.4** pour σ_a=40 MPa). Cette réponse est conforme aux mesures réalisées précédemment sur la face extérieure de la zone utile (chapitre 2).

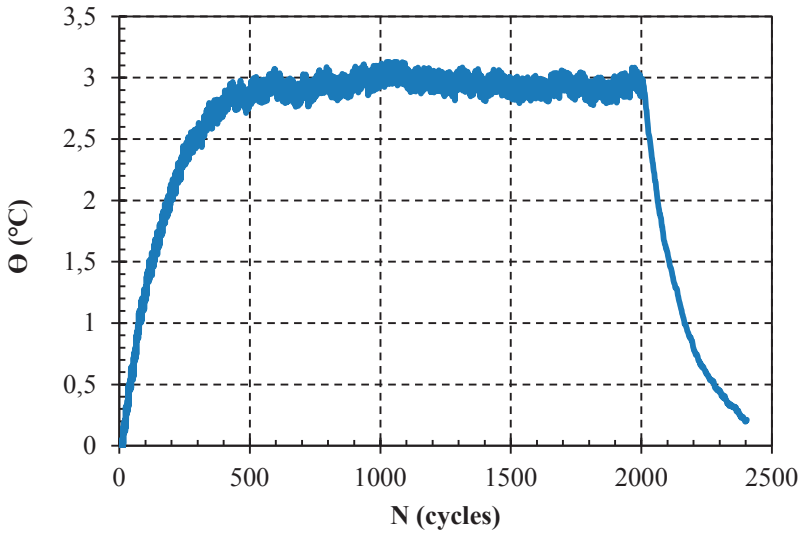


Figure 5.3 : Evolution de différence de température moyenne Θ dans la zone mesurée (sur la tranche) pour le palier 40 MPa.

La **Figure 5.4** présente les résultats obtenus en auto-échauffement sur la tranche de l'éprouvette ISO527 usinée et permet une comparaison avec les résultats obtenus en caractérisation rapide de manière traditionnelle (mesure sur la face avant de l'éprouvette au milieu de la zone utile) pour la même famille d'éprouvette. La différence de température moyenne stabilisée $\bar{\theta}$ est issue d'une mesure sur l'intégralité des 4 mm d'épaisseur de l'éprouvette, au milieu de la zone utile classiquement mesurée.

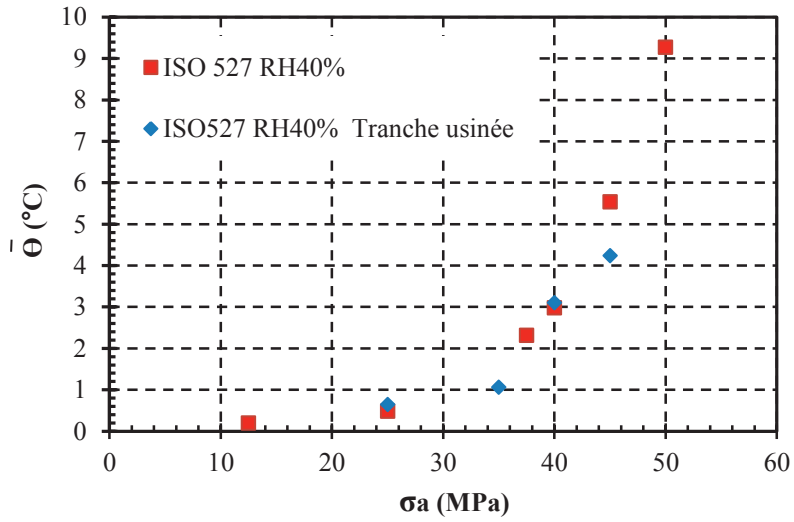


Figure 5.4 : Comparaison des courbes d'auto-échauffement obtenues sur éprouvettes ISO527 RH40% : mesures sur la surface de la zone utile (carrés rouges) et mesures sur la surface de la tranche après usinage (losanges bleus).

Nous constatons que les températures moyennes $\bar{\theta}$ en régime stabilisé sont légèrement différentes pour les deux essais, ce qui provient de la diminution de volume opérée lors de l'usinage des éprouvettes étudiées dans cette section.

Une évaluation de la dissipation intrinsèque moyenne par cycle en régime stabilisé, nous indique que les énergies dissipées moyennes mesurées lors de paliers d'auto-échauffement sont bien identiques. Ce constat valide notre démarche expérimentale appliquée à cette nouvelle éprouvette.

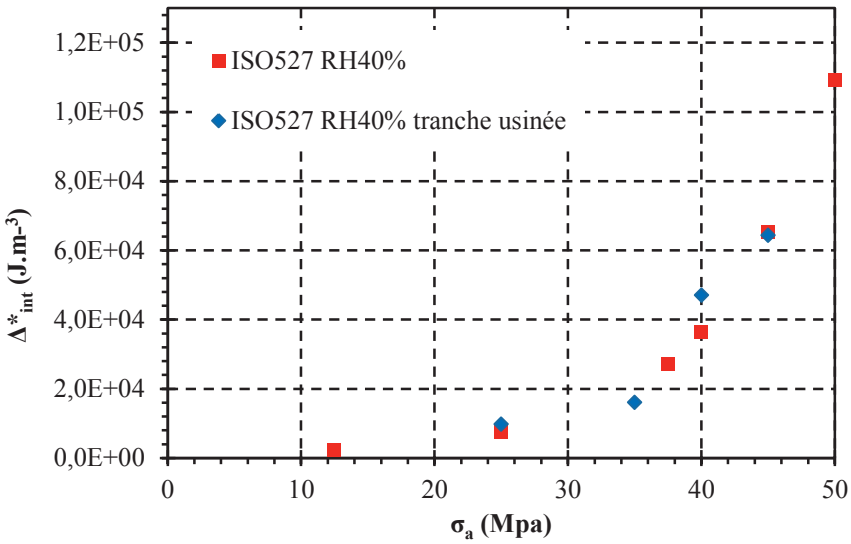


Figure 5.5 : Evaluation de la dissipation intrinsèque moyenne par cycle en régime stationnaire lors d'essais d'auto-échauffement (1Hz, R=0, 23°C) pour une éprouvette ISO527 RH40% classique et pour une éprouvette ISO527 RH40% usinée et mesurée sur la tranche.

2.3 Evolution de la température et des termes sources dans l'épaisseur

Nous proposons dans cette section différents résultats obtenus pour le palier à 40 MPa d'amplitude de contrainte. Ce niveau de chargement permet une activation des termes sources à des niveaux suffisamment élevés pour les différencier du bruit de mesure. L'acquisition des données thermiques se fait à nouveau en 2 étapes : une première acquisition à 20 Hz pendant une dizaine de cycles permet d'obtenir avec précision l'amplitude du couplage thermoélastique en début de palier d'auto-échauffement ; dans un deuxième temps, une acquisition à 0.7 Hz de l'ensemble du palier (2000 cycles) permet d'isoler les cartographies de température pour différents pics et ainsi d'isoler les valeurs lors des pics correspondant à un effort nul piloté. Rappelons que la résolution spatiale de l'objectif G1 utilisé est de 15µm/pixel. Cette dernière semble suffisante pour distinguer des hétérogénéités en lien avec la microstructure préalablement identifiée. Un logiciel développé au LBMS par Vincent Le Saux, permet d'appliquer une « calibration pixel à pixel auto-compensée » (présentée succinctement en chapitre 2 section 2.1.1.2.1) en température et d'extraire dans la zone mesurée:

- les champs de température au cours du temps ;
- des soustractions de champs de température.

La **Figure 5.6**, ci-dessous, présente l'outil d'analyse (ligne AB) appliquée sur la tranche de l'éprouvette ISO527 usinée et qui permet une analyse de l'évolution dans l'épaisseur des champs de température et des soustractions de champs de température au cours du temps.

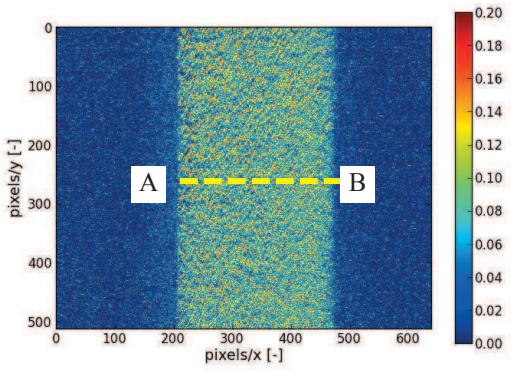


Figure 5.6 : Schématisation de la ligne AB permettant l'analyse de l'évolution en différence de température ΔΘ (°C) d'un bord à l'autre de la tranche d'une éprouvette ISO527 usinée (exemple du cycle 2 à effort nul).

La **Figure 5.7** présente l'évolution de la température d'un bord à l'autre de la tranche (épaisseur de 4 mm) pour différents cycles (à effort nul). Nous observons :

- une augmentation de la température moyenne au cours des premiers cycles ;
- un profil dissymétrique de la température dans l'épaisseur quel que soit le cycle présenté (cycle 1 à 11) : ceci est probablement dû aux conditions limites ;
- une diminution significative de la température aux bords de l'éprouvette ;
- un profil globalement parabolique.

Il parait difficile de conclure à l'homogénéité des sources et à l'évolution de leur effet au cours du temps, à partir d'une simple analyse des champs de température.

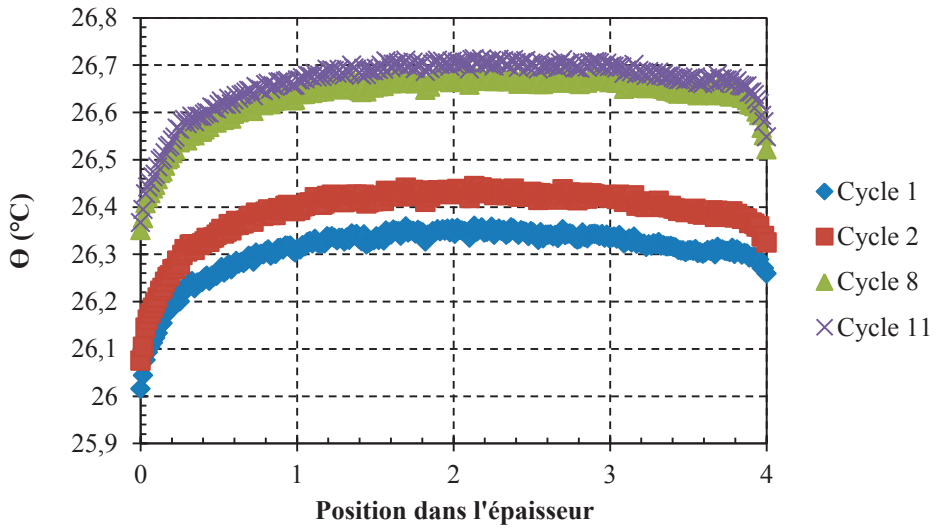


Figure 5.7 : Evolution de la température dans l'épaisseur d'une éprouvette ISO527 durant les premiers cycles d'auto-échauffement.

La **Figure 5.8** propose un tracé de l'évolution des différences de température $\Delta\Theta$ sur la l'épaisseur de l'éprouvette (segment AB), pour différents cycles à effort nul, et calculée par rapport à une mesure initiale au cycle 1 (effort nul également). Nous observons :

- une augmentation de la différence de température au cours des cycles ;
- un profil plus symétrique car les conditions limites sont en partie compensées ;
- une différence de température plus basse aux bords de l'éprouvette ;
- le profil évolue d'un profil légèrement concave dans la partie centrale (cycle 2- cycle 1), à un profil plus parabolique (cycle 40- cycle 1).

La **Figure 5.9** met en évidence encore plus clairement la particularité du profil en $\Delta\Theta$ entre le deuxième et le premier cycle, suivant l'épaisseur. Nous constatons bien un profil assez linéaire avec des valeurs légèrement plus faibles à cœur (positions de 1 à 3 mm). Cette observation est probablement due à une hétérogénéité des termes sources si on se réfère à l'équation (5.1). Notons que cette influence s'estompe au cours des cycles de chargements, du fait d'un phénomène de convection couplé à de la conduction au sein du matériau.

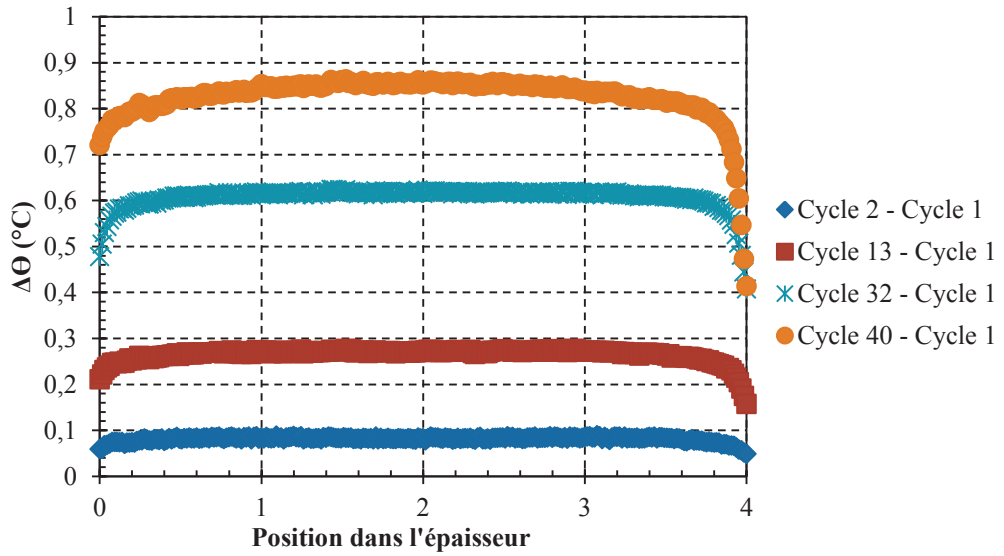


Figure 5.8 : Evolution des différences de température dans l'épaisseur d'une éprouvette ISO527 entre les cycles 2, 13, 32 et 40, et le premier cycle.

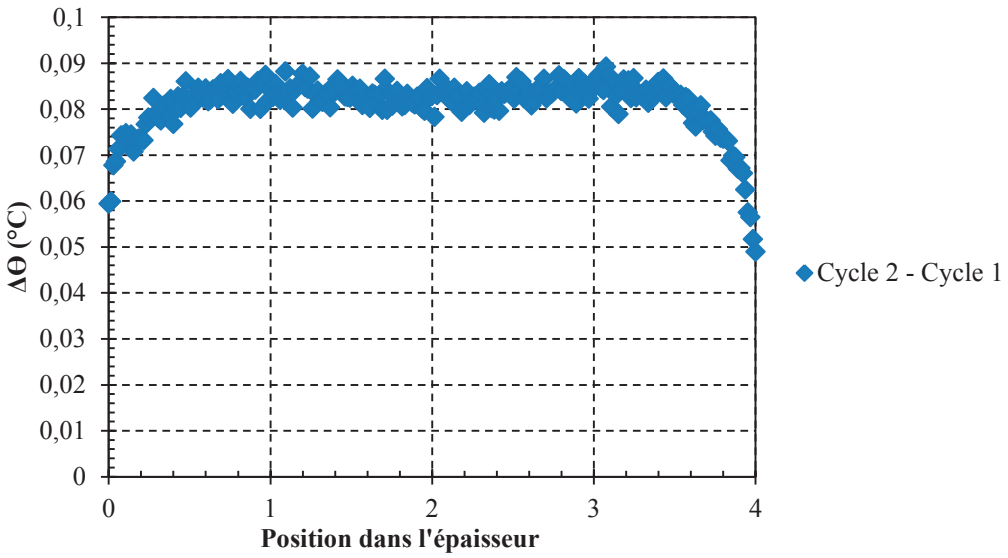


Figure 5.9 : Evolution des différences de température dans l'épaisseur d'une éprouvette ISO527 entre les cycles 2 et le premier cycle.

La **Figure 5.10** propose, sous forme de cartographies 2D, l'évolution des différences de température $\Delta\Theta$, à effort nul, toujours calculées par rapport à une mesure initiale au cycle 1 pour différents cycles. Notons que sur cette même figure, une cartographie des différences de température notée « cycle 0 » nous permet d'appréhender le bruit de mesure (±0.05°C). Cette cartographie provient d'une soustraction des champs de températures entre 2 images avant le début du palier d'auto-échauffement étudié (soit à la fin du maintien 10 min à effort nul à la suite du palier précédent). Nous remarquons, pour les cycles 2, 13, 32 et 40, une certaine hétérogénéité sur les cartographies de différence de températures : celle-ci n'est sans rappeler l'hétérogénéité observée lors des caractérisations microstructurales. Pour le cycle 1140, les différences de températures semblent plus homogènes en surface de nos éprouvettes.

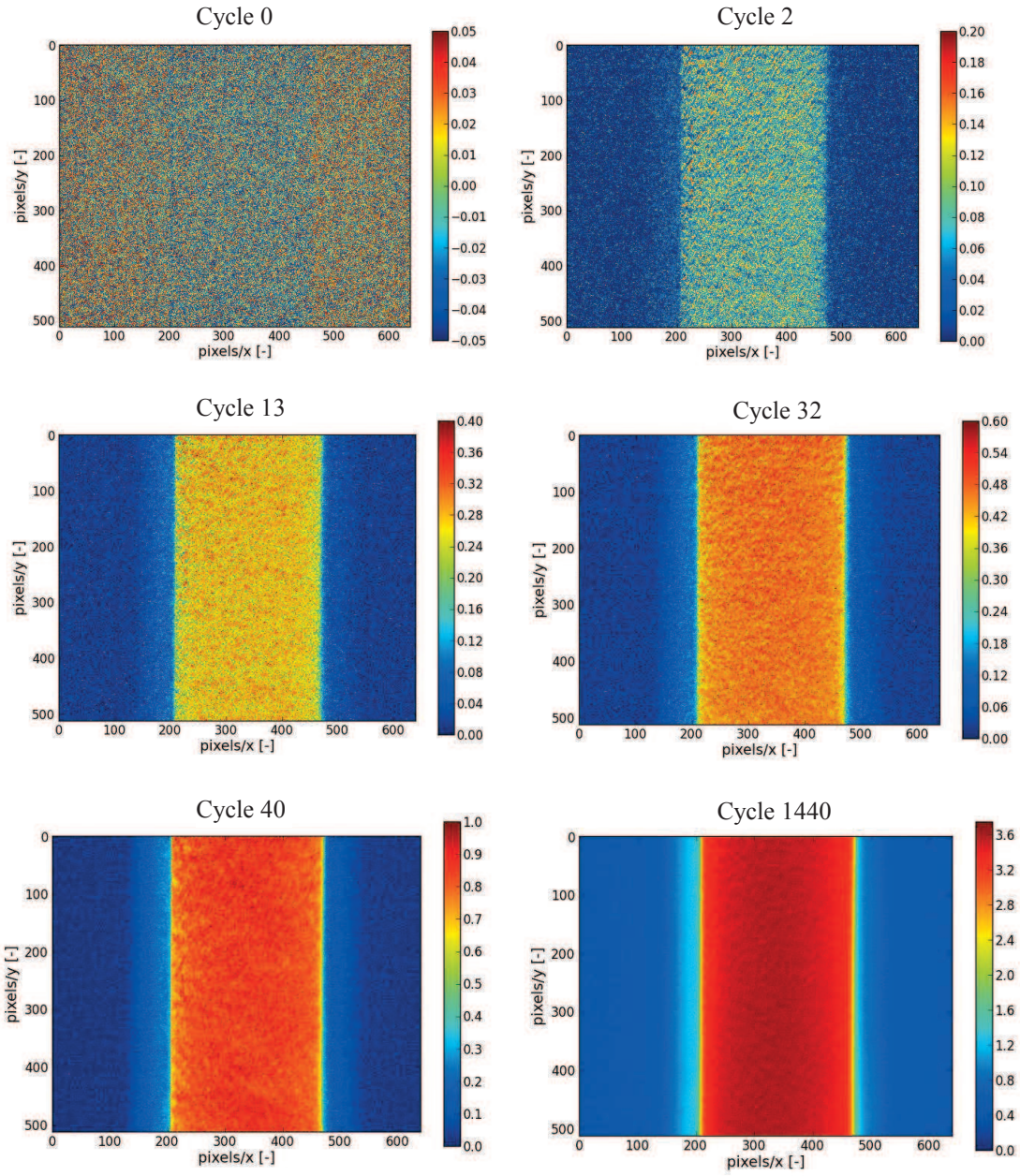


Figure 5.10 : Cartographies des différences de températures ΔΘ (°C) entre les cycles 2, 13, 27, 40 et 1440 et le premier cycle (à effort nul). L'image intitulée cycle 0 correspond à une différence de températures entre 2 images avant le début de l'essai.

La **Figure 5.11** présente l'évolution des termes sources Δ^*_{int} d'un bord à l'autre de l'épaisseur mesurée (obtenue à partir des valeurs illustrées en **Figure 5.9** avec f_r=1 Hz, ρ=1529kg.m^{-3}, c=1357J.Kg^{-1}.K^{-1}). Nous constatons que les niveaux d'énergie dissipée correspondent bien en moyenne à ceux précédemment évalués (voir la **Figure 5.5** présentée en section 2.2). Les valeurs proviennent ici de la mise en œuvre de l'approche en $\dot{\theta}_0$ présentée précédemment et de son application entre le cycle 2 et le cycle 1 (intervalle de temps de 1s). Les termes sources semblent bien hétérogènes dans l'épaisseur : nous remarquons que les termes sources sont plus faibles à cœur, et qu'ils sont encadrés de manière symétrique par 2 légers pics. Un rapprochement avec la microstructure, du PA66GF50, observée pour les éprouvettes ISO527 est évidemment tentant. En effet, nous avons observé lors de la tentative d'identification des

mécanismes pilotant la durée de vie (à l'aide de micro-tomographie rayons X et d'analyse MEB des faciès de rupture), des hétérogénéités dans les mécanismes de déformations induites par la sollicitation cyclique. Ce dernier résultat semble corréler ces observations : un cœur moins bien orienté qui dissipe plus (entre les pointillés bleus sur la **Figure 5.11**) et une zone de peau bien orientée, de part et d'autre, qui dissipe moins. Le profil de termes sources semble influencé par la totalité du cœur et non uniquement par la partie visible mise à découvert par l'usinage (voir pointillés verts sur la **Figure 5.11**). Notons que la dissipation maximale est observée au voisinage de la zone de transition cœur-peau dans laquelle des phénomènes de déformation et d'endommagement spécifiques ont été observés. Ce résultat ouvre des perspectives intéressantes en termes de choix de l'échelle pertinente d'analyse, autant pour la caractérisation que pour la simulation numérique.

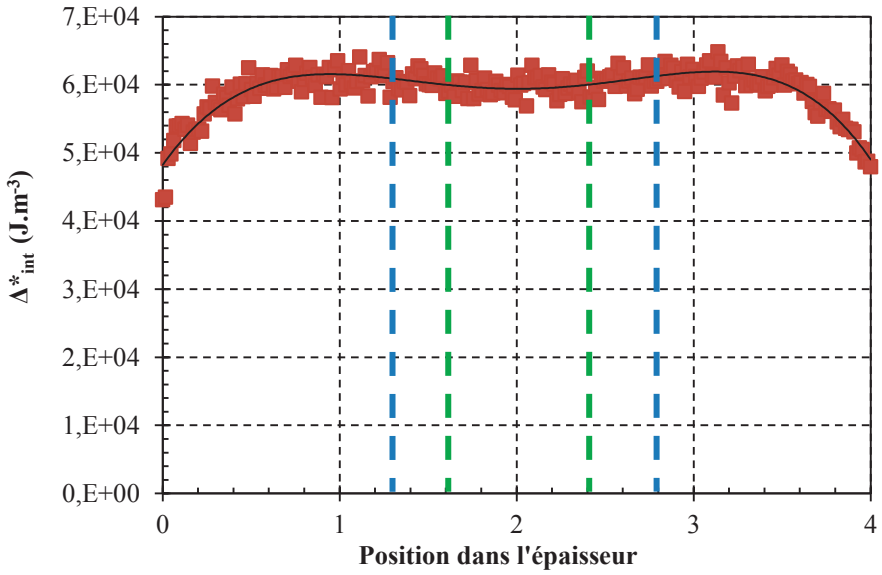


Figure 5.11 : Evolution des termes sources dans l'épaisseur d'une éprouvette ISO527. Entre les pointillés bleus, la largeur maximale estimée du cœur derrière la surface mesurée et entre les pointillés verts, la largeur visible de la zone présentant une désorientation des fibres en microscopie optique.

2.4 Synthèse et perspectives

Le protocole de mesure proposé a permis de mettre en évidence une hétérogénéité des termes sources dans l'épaisseur d'une éprouvette ISO527. Cette première tentative appelle à des mesures mieux maitrisées en termes de conditions limites : l'isolation autour du montage expérimental afin de stabiliser les conditions limites, par exemple. Nous pourrions également répéter ces essais en réalisant différentes éprouvettes usinées avec des sections variables (modification du ratio cœur peau) afin de vérifier que ce lien existe entre la microstructure ainsi identifiée et l'hétérogénéité des termes sources dans l'épaisseur.

3 Evaluation des champs d'énergie dissipée et applicabilité de la démarche de caractérisation rapide à des éprouvettes de structure.

Les objectifs de cette section sont d'appliquer la technique d'analyse en $\dot{\theta}_0$ afin d'évaluer les champs de sources et d'utiliser ces mesures pour tester l'applicabilité de la démarche de caractérisation rapide en utilisant le critère énergétique. Les essais réalisés sur ces éprouvettes de structure ont également vocation à appréhender l'apport des mesures thermiques en vue de la caractérisation sur pièce industrielle (étude développée dans la section 4 de ce chapitre).

Soulignons que les éprouvettes testées, dans cette section, sont en PA66GF35 (renforcées par 35% en masse de fibres de verre courtes) et ont été gracieusement mises à disposition par le groupe PSA (travail collaboratif en cours).

3.1 Eprouvettes et matériau

Les éprouvettes sont injectées avec du Polyamide 66 renforcé avec 35% en masse de fibres de verre courtes. Les éprouvettes à notre disposition pour ces essais présentent un ratio de reprise en humidité proche de RH50%. La présence dans l'empreinte d'un bloc amovible permet de faire varier la géométrie de la structure en lui imposant une rhéologie différente lors du remplissage. Nous obtenons donc des éprouvettes de type « plaque » de 250 mm de longueur, de 40 mm de largeur et de 3 mm d'épaisseur. En leur centre est localisé un ajourage de 10 mm de large ayant des rayons d'entaille induisant des concentrations de contraintes (Kt) variables. Nous disposons ainsi d'éprouvettes « Kt2.5 » constituées d'un trou de diamètre 10 mm en son centre et d'éprouvette « Kt9.8 » constituées d'une rainure de largeur 10 mm bordée de 2 rayons de 0.2 mm (voir **Figure 5.12** ci-dessous).

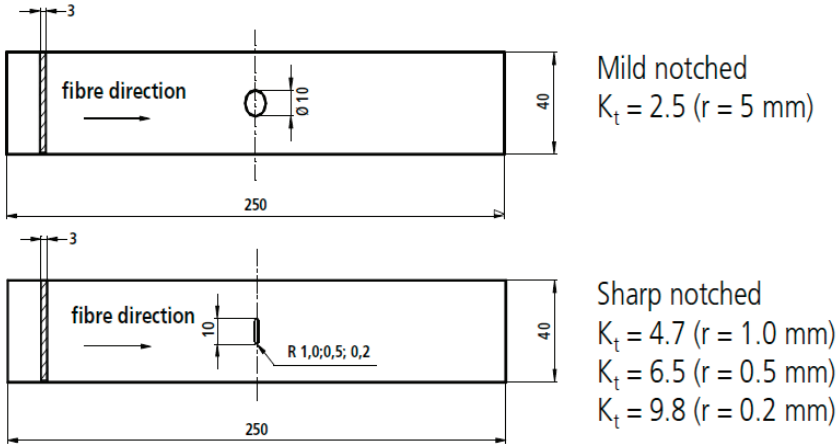


Figure 5.12 : Description de la géométrie des éprouvettes de structure en PA66GF35. (Sonsino, 2007)

Nous pressentons également que la présence d'un trou ou d'une rainure engendre une désorientation locale des fibres (en amont par effet « tampon » et autour de la forme à

contourner lors du remplissage) et un front de recollement en aval de ces perturbations (voir **Figure 5.13** pour l'éprouvette Kt2.5 **et Figure 5.14** pour l'éprouvette Kt9.8)

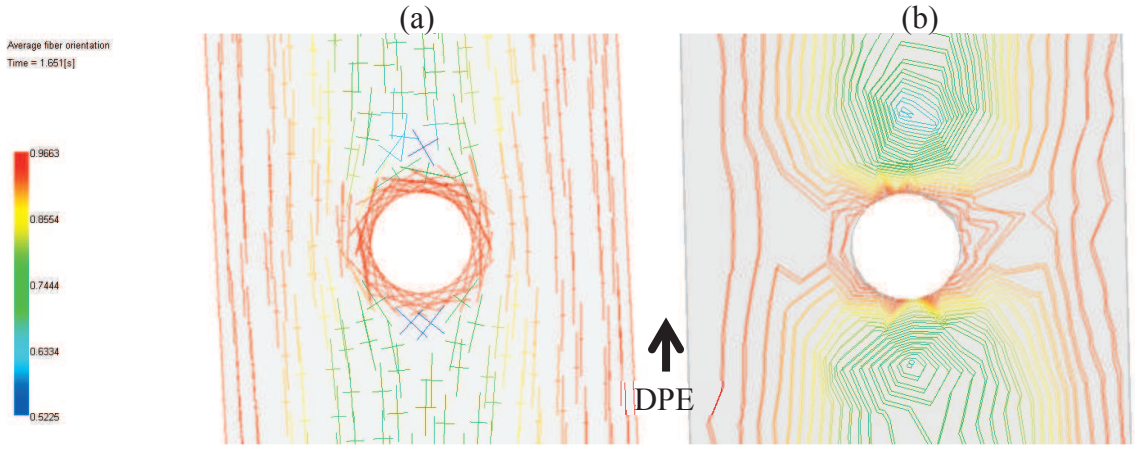


Figure 5.13 : Evaluation de l'orientation des fibres pour un PA66GF35 sur éprouvette Kt2.5 à l'aide du logiciel Moldflow® au niveau de la zone de mesure pour les essais d'auto-échauffement : (a) moyenne de la composante a_{11} sur l'épaisseur totale et (b) courbes d'iso-orientation moyenne.

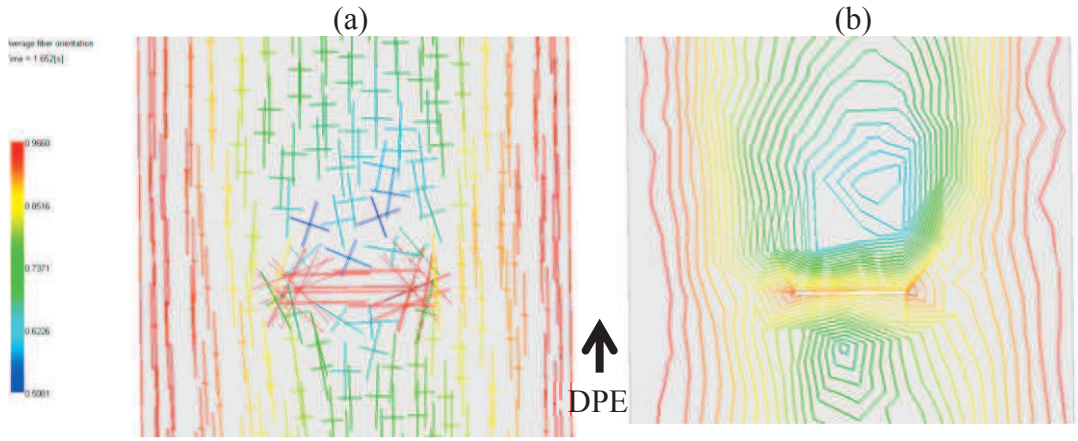


Figure 5.14 : Evaluation de l'orientation des fibres pour un PA66GF35 sur éprouvette Kt9.8 à l'aide du logiciel Moldflow® au niveau de la zone de mesure pour les essais d'auto-échauffement : (a) moyenne de la composante a_{11} sur l'épaisseur totale et (b) courbes d'iso-orientation moyenne.

3.2 Essais d'auto-échauffement et champs de température

3.2.1 Protocole d'essai

Nous utilisons la caméra infrarouge FLIR Systems SC7600BB munie de l'objectif de 50mm afin de mesurer la température en surface des éprouvettes de structure autour de la zone ajourée (voir **Figure 5.13** ci-dessus). L'ensemble du montage expérimental est isolé par un drap noir opaque et d'un fond noir. Les différents paliers d'auto-échauffement sont pilotés en amplitude de contrainte nominale théorique (effort piloté divisé par la section minimale au niveau du trou) à R=0, f=1Hz et T_{amb}=24°C. Nous mesurons simultanément la moyenne de température de 5 zones (voir **Figure 5.15**) : 4 zones autours du trou (zone n°1 à gauche, zone n°2 en haut, zone n°3 en bas et zone n°4 à droite) et une 5ème zone à l'extérieur de l'éprouvette (suivi de la température ambiante). Chaque palier se déroule en 2 blocs d'essais : une première acquisition des mesures thermiques est effectuée à 20 Hz afin d'évaluer avec précision la température des pics de sollicitations mécaniques (20 cycles programmés à 1 Hz). Ensuite, après 2 min de pause pour permettre un retour à l'équilibre thermique, le bloc d'auto-échauffement traditionnel (2000 cycles, à 1 Hz) est effectué avec une désynchronisation de l'acquisition des mesures thermiques (0.7 Hz) permettant l'évaluation de la température des pics de sollicitations mécaniques tous les 35 images.

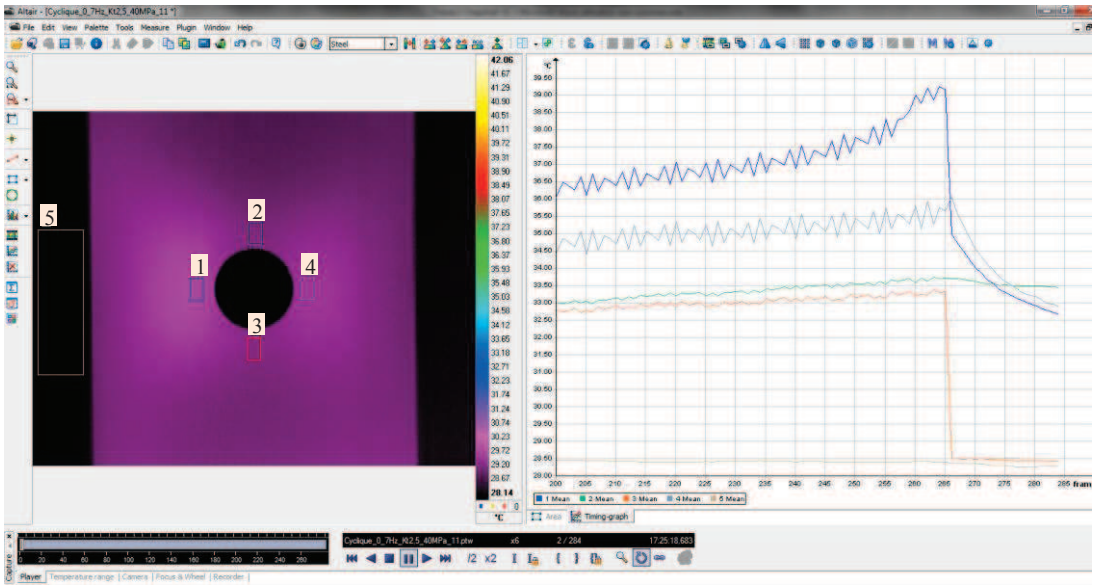


Figure 5.15 : Localisation des mesures thermiques sur éprouvette de structure.

3.2.2 Analyse des champs de température

3.2.2.1 Localisation des points chauds

3.2.2.1.1 Eprouvette Kt2.5

La **Figure 5.16** présente les cartographies en champs de température pour l'ultime palier d'auto-échauffement réalisé sur éprouvette Kt2.5. Sur la première image (a), nous constatons une certaine homogénéité des champs de température à la suite du recouvrement de 10 min qui précède chaque palier d'auto-échauffement. Nous constatons l'apparition progressive d'une hétérogénéité dans le champ de température sous sollicitation cyclique (forme d'ailes de papillon sur les clichés (b), (c) et (d)). Sur cet ultime palier, la température ne se stabilise pas et nous remarquons un point chaud (42°C environ) localisé à environ 1 mm, à gauche du trou. Un deuxième point chaud est visible à droite du trou mais à des niveaux de températures inférieures (37°C environ). Ces points chauds caractérisent le signal thermique d'un endommagement localisé provoqué par une concentration de contraintes (effet de la géométrie et de la microstructure).

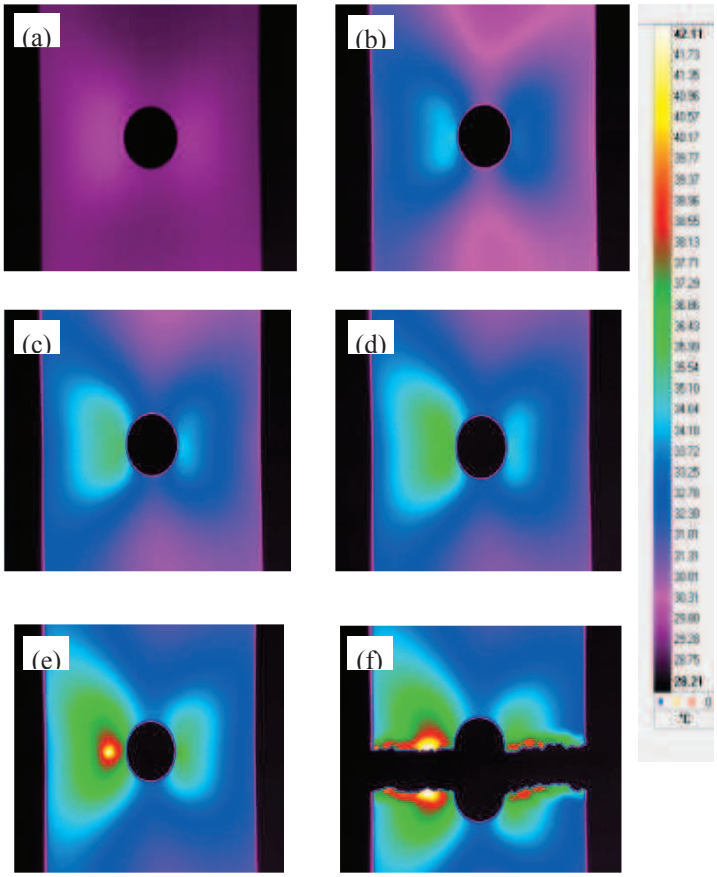


Figure 5.16 : Evolution des champs de température sur éprouvette de structure Kt2.5 au cours du dernier palier d'auto-échauffement (amplitude de contrainte 40 MPa) et détection des points chauds entrainant la rupture finale : (a) 0% du palier, (b) 33% du palier, (c) 50% du palier, (d) 66% du palier, (e) 99% du palier et (f) rupture finale.

3.2.2.1.2 Eprouvette Kt9.8

La **Figure 5.17** présente les cartographies de champs de température pour l'ultime palier d'auto-échauffement réalisé sur éprouvette Kt9.8. Nous observons de nouveau une hétérogénéité des champs de température en forme d'ailes de papillon, de part et d'autre du trou. En fin de palier, quelques cycles avant la rupture, nous constatons l'apparition d'un point chaud (42°C environ) à droite du trou (dès le cliché (b)): lors du retour à effort nul, ce point chaud s'estompe quelque peu ; puis lors de la traction appliquée à l'éprouvette, il augmente en taille et en température. Sur le cliché (e), nous observons une séparation du point chaud en deux points chauds distincts séparés par une zone légèrement plus froide : il s'agit probablement de la fissure avec ses deux extrémités. La dernière image montre la cartographie des champs de température à la rupture. On remarque que la zone la plus élevée en température correspond à la localisation des points chauds : cette température atteint localement 57.8°C.

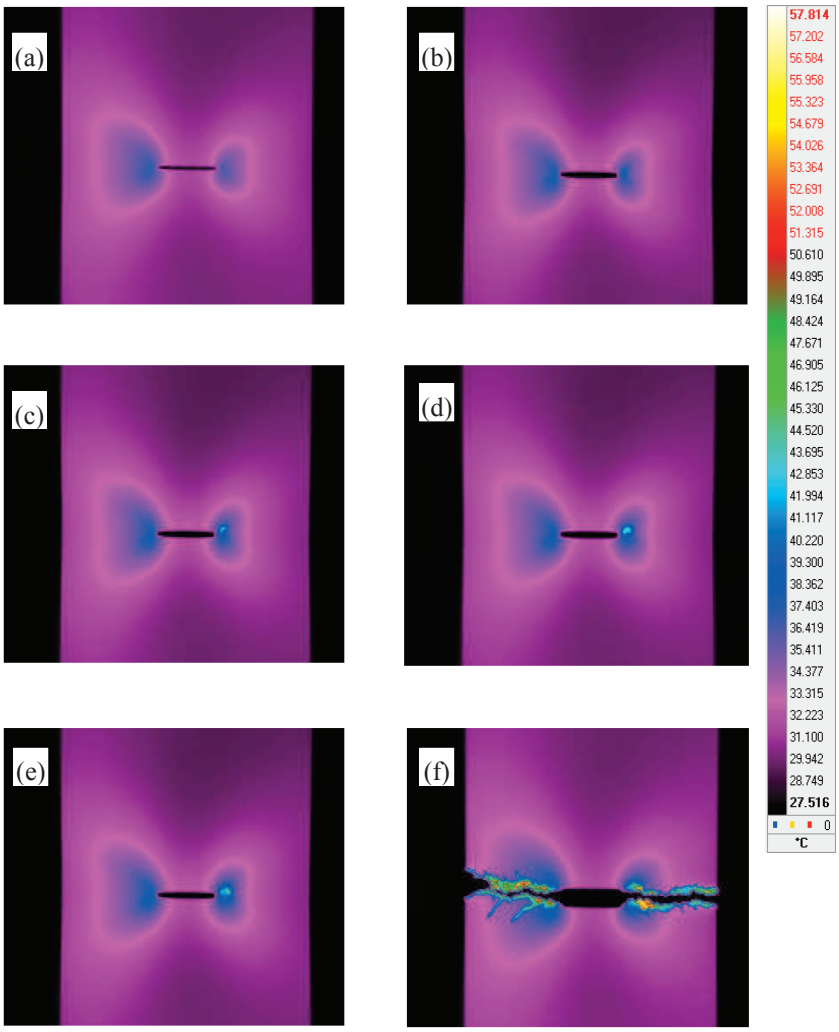


Figure 5.17 : Evolution des champs de température sur éprouvette de structure Kt9.8 au cours du dernier palier d'auto-échauffement (amplitude de contrainte théorique 55 MPa) et détection des points chauds entrainant la rupture finale : (a) 0% du palier, (b) 33% du palier, (c) 90% du palier, (d) 95% du palier, (e) 99% du palier et (f) rupture finale.

3.2.2.2 Suivi de fissuration

Le logiciel Altair® nous permet de localiser le point chaud en générant des profils de température (voir **Figure 5.18**) au cours du temps. On remarque sur la **Figure 5.18**, que la température s'élève progressivement, et que le pic de température le plus élevé (correspondant à notre point chaud) se décale progressivement sur la gauche de la plage de mesure.

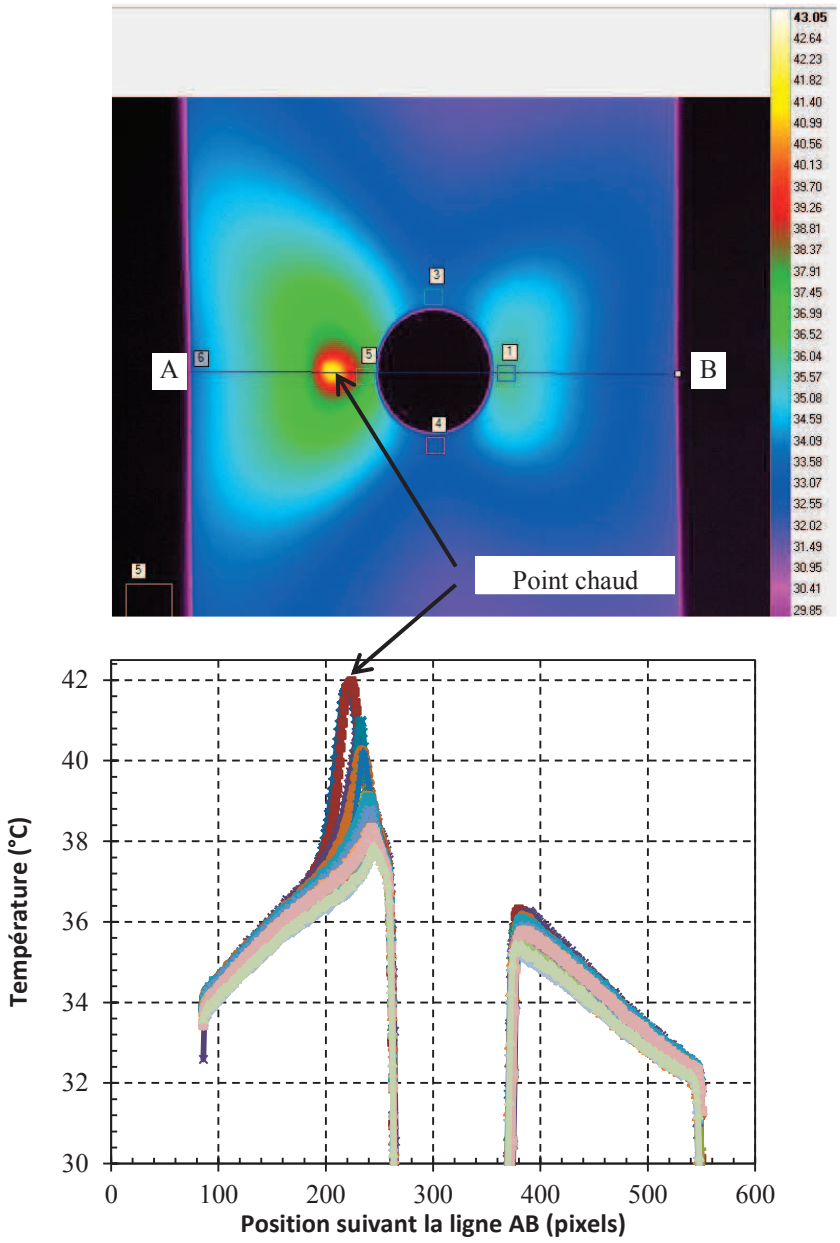


Figure 5.18 : Exemple de profils de température, tous les 1.4s, générés à partir des données issues du logiciel Altair® et le suivi en position au cours du temps d'un point chaud.

Connaissant la résolution de notre image (1 pixel = 0.15 mm) et notre fréquence d'acquisition (0.7 Hz, soit 1 image tous les 1.4s), nous pouvons calculer la position relative du point chaud au cours du temps (voir **Figure 5.19** ci-dessous). Nous constatons que le point chaud se

déplace d'environ 4 mm au total, avant la rupture finale, avec une vitesse de propagation non constante.

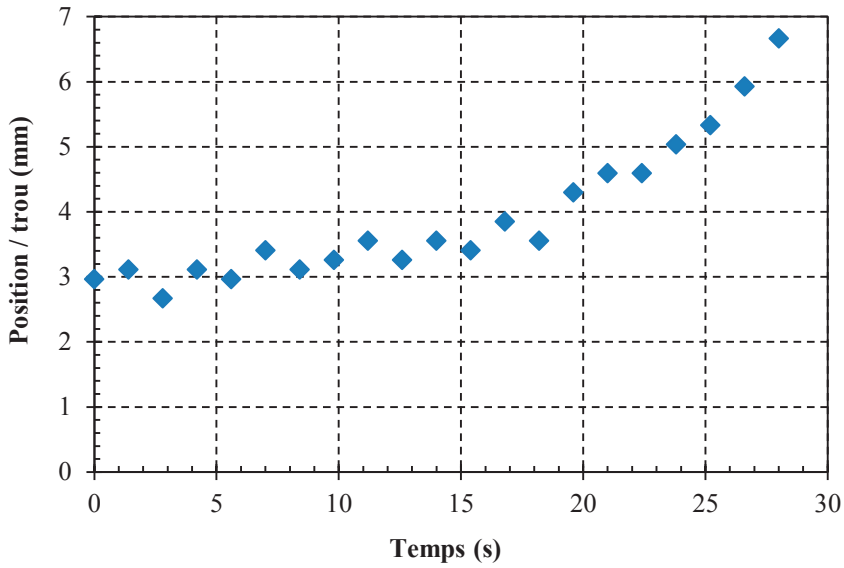


Figure 5.19 : Exemple de suivi de la position du point chaud par rapport au bord du trou au cours du temps.

3.2.2.3 Corrélation avec les faciès de rupture

L'objectif de cette sous-section est de faire un lien entre les points chauds mesurés et les mécanismes de déformation et de rupture observables (à l'aide d'un MEB) sur les faciès de rupture.

3.2.2.3.1 Eprouvette Kt2.5

La **Figure 5.20** présente une analyse des faciès de rupture obtenus au MEB. Nous remarquons globalement des mécanismes de déformation classiques sous sollicitation cyclique : de fréquents déchaussements de fibres et des cavités en grand nombre (voir clichés **e** et **f** sur la **Figure 5**.20). Néanmoins, nous notons une différence significative à l'endroit du point chaud mis en évidence lors des mesures thermiques. Cette zone localisée à environ 3mm du trou, s'étend sur environ 3.5mm (encadré jaune, à gauche sur la **Figure 5.20**). Elle est le siège de mécanismes de déformation très ductiles, illustrés par le cliché **b** en **Figure 5.20** : de nombreux cônes ductiles apparaissent clairement ; des gerbes de matrices sont la conséquence de déformations importantes à des températures élevées pour le matériau (42°C mesurés en surface par la caméra infrarouge). Le cliché **a** de la **Figure 5.20** met en évidence la transition brutale des mécanismes de déformation décrits à l'endroit du point chaud à des mécanismes plus classiques : sur la partie supérieure de l'image, les mécanismes associés au point chaud sont visibles, et sur la deuxième moitié de la même image, les mécanismes classiques hors point chaud sont nettement identifiables. Nos mesures thermiques sont donc bien le reflet des mécanismes de déformation locaux pilotant la durée de vie de la mini-structure en présence.

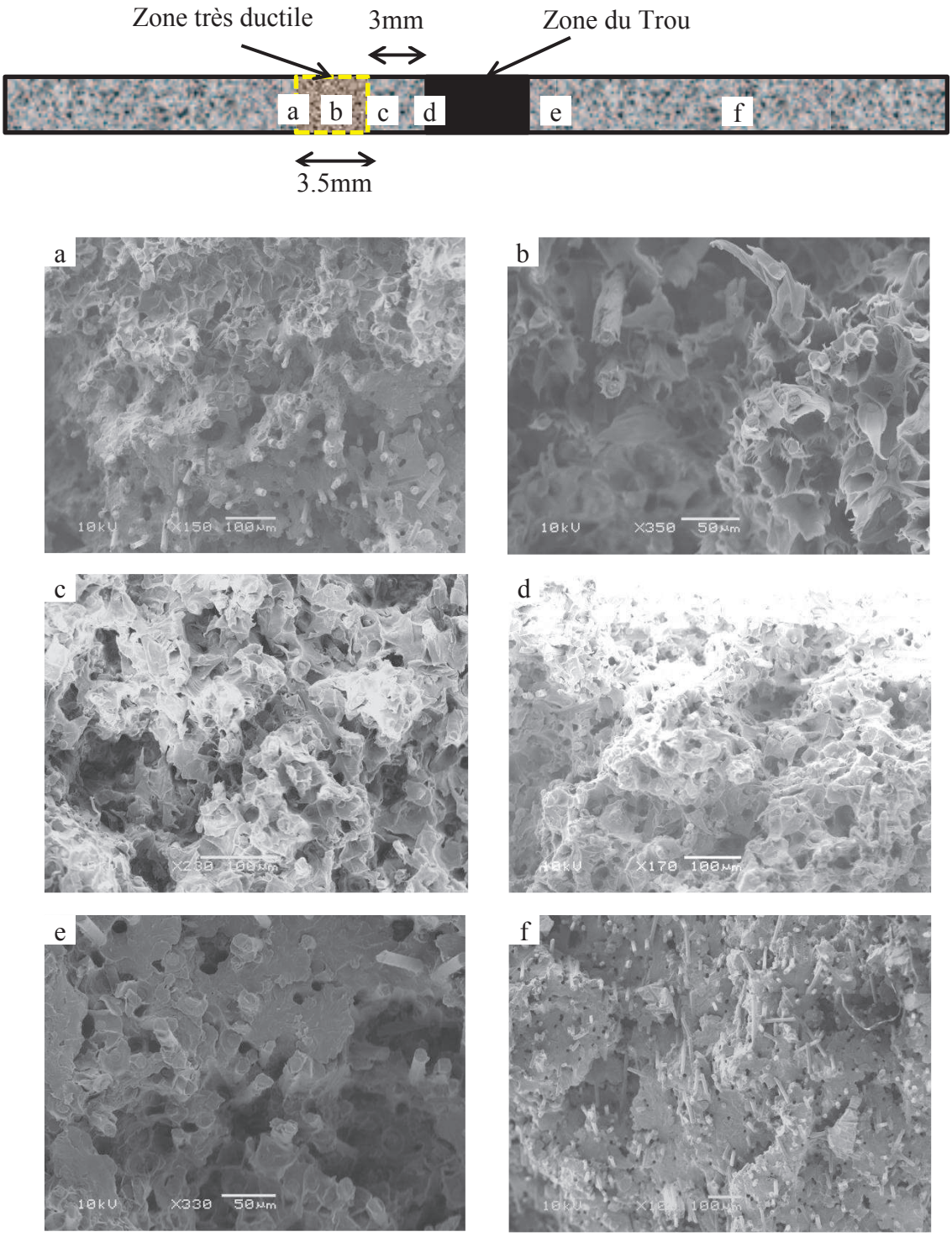


Figure 5.20 : Schéma explicatif de l'analyse du faciès de rupture de l'éprouvette Kt2.5 et clichés MEB locaux.

3.2.2.3.2 Eprouvette Kt9.8

La **Figure 5.21** présente les faciès de rupture obtenus sur une éprouvette Kt9.8 lors de l'essai présenté ci-dessus. Comme dans le cas des faciès de l'éprouvette Kt2.5 présentée en section précédente, nous observons une topologie de surface classique d'essais cycliques à température ambiante (clichés **a** et **f**), sauf pour une zone localisée à l'endroit du point chaud.

Dans cette dernière, nous observons de nombreux cônes ductiles et des gerbes de matrice, signes d'une déformation plastique importante très probablement sous l'effet de mécanismes thermiquement activés (clichés **d** et **e**).

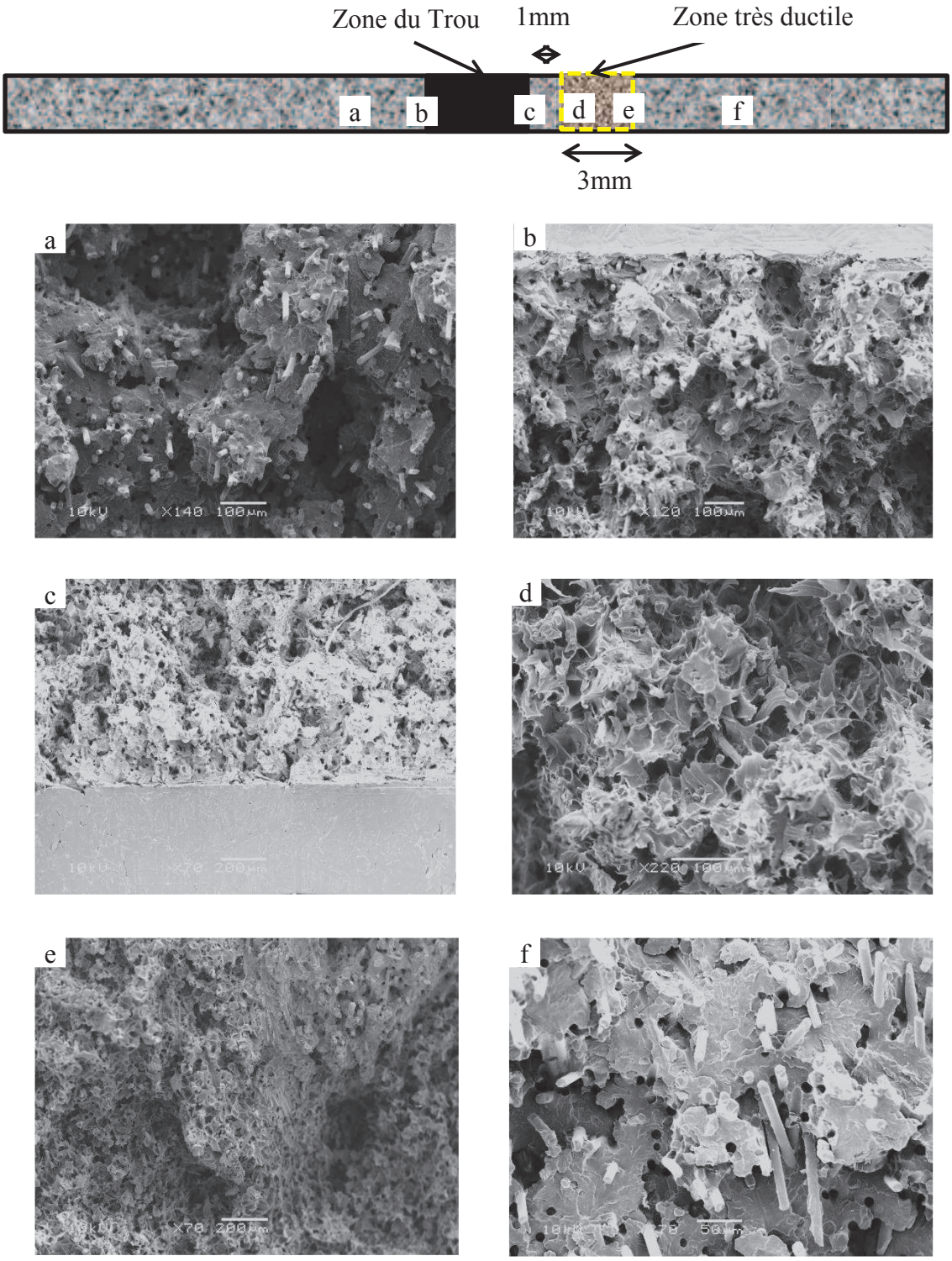


Figure 5.21 : Schéma explicatif de l'analyse du faciès de rupture de l'éprouvette Kt9.8 et clichés MEB locaux.

Rappelons que la température dans cette zone atteint 57°C en surface. Nous observons, sur le bord opposé au point chaud, quelques cônes ductiles (cliché **b**) conséquences des mécanismes

en jeu. Enfin, le cliché **e** montre une transition assez net d'une topologie à l'autre : l'hypothèse de déformation par bloc associé à des mécanismes de méso-plasticité, et entrainant la rupture, est une nouvelle fois confortée.

3.2.2.3.3 Conclusion

Nous pouvons conclure à la pertinence de nos mesures thermiques dans le cas des essais d'auto-échauffement sur nos éprouvettes de structure. Ici encore, nous obtenons une bonne corrélation entre le signal thermique mesuré en surface et la localisation des mécanismes activés en fatigue.

3.2.2.4 Courbes d'auto-échauffement et évaluation de l'énergie dissipée pour l'éprouvette Kt2.5

Nous proposons dans cette section les résultats obtenus en auto-échauffement pour une zone de mesure à gauche du trou (à l'endroit où apparait le point chaud).

Nous avons bien conscience qu'il est difficile de justifier l'utilisation de l'approche « 0D » dans le cas de nos éprouvettes de structure. Néanmoins, nous pensons intéressant d'étudier, à travers la démarche de caractérisation rapide développée au chapitre 3, la réponse thermomécanique de la zone étudiée et ainsi de mettre en évidence la stabilisation et la constance des termes sources. Nous proposons également dans cette section une tentative d'évaluation de la constante de temps $\tau_{éq}$ et de l'estimation de la dissipation intrinsèque moyenne par cycle associée.

Pour l'éprouvette présentée dans cette section, les 3 premiers paliers (10 MPa, 20 MPa et 30 MPa d'amplitude de contrainte théorique) stabilisent bien à partir de 800 cycles dans toutes les zones mesurées (voir **Figure 5.22** ci-dessous).

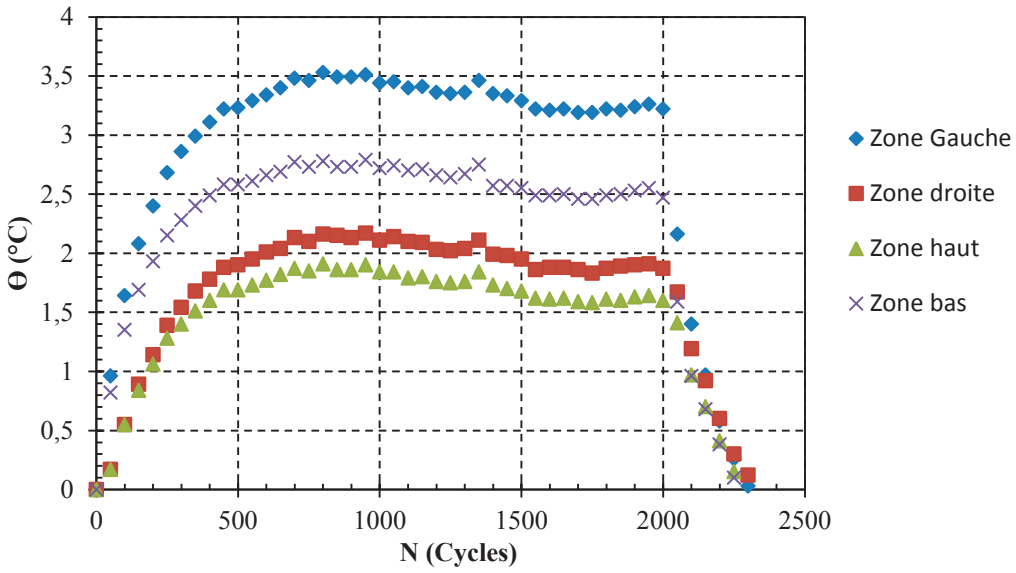


Figure 5.22 : Evolution de la température Θ au cours d'un palier d'auto-échauffement (amplitude de contrainte théorique 30 MPa) pour les 4 zones mesurées autour du trou.

Nous reportons, pour chaque palier de la zone « Gauche », la température moyenne stabilisée corrigée par rapport à la température ambiante $\bar{\theta}$. Le dernier point de la courbe d'auto-échauffement obtenue, qui prend la forme d'un rond de couleur rouge sur la **Figure 5.23**, ne provient pas de la stabilisation en température. En effet, pour cet ultime palier, la température d'auto-échauffement de la zone ne stabilise pas avant la rupture. Néanmoins, nous proposons de placer ce point sur la courbe afin de donner un aperçu de l'allure que pourrait avoir l'auto-échauffement dans la zone du point chaud. Il est toutefois difficile de dépouiller graphiquement ce résultat au vu du faible nombre de points à notre disposition (3 réellement exploitables au total). En première approximation, en analysant l'allure de la courbe, la limite d'endurance estimée à $N=10^6$ cycles devrait se situer entre 22 MPa et 26 MPa.

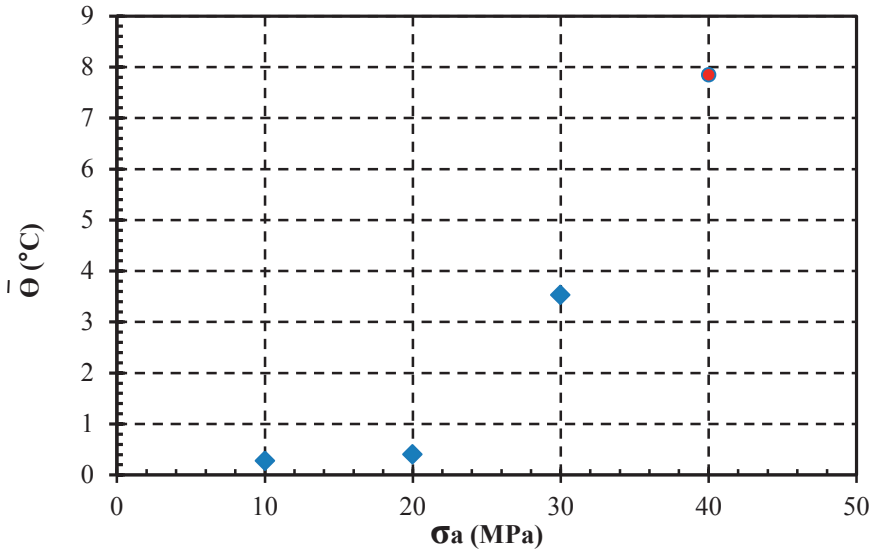


Figure 5.23 : Courbe d'auto-échauffement pour l'éprouvette Kt2.5 en PA66GF35 sollicitée à R=0, f=1Hz et T_{amb}=24°C à l'endroit du point chaud (zone 5 sur la Figure 5.18)

L'identification d'un $\tau_{éq}$ sur les courbes de refroidissement (recouvrement à effort nul) n'est pas aisée sur une zone où l'auto-échauffement local et le retour à l'équilibre thermique sont forcément influencés par la géométrie et les volumes de matière en présence. Nous atteignons la limite de l'approche « 0D » sur les éprouvettes de structure. L'identification la moins mauvaise révèle un $\tau_{éq}$=70s : nous remarquons, sur la **Figure 5.24** que le modèle exponentiel utilisé ne permet pas une évaluation totale du refroidissement (écart important pour un temps supérieur à 100s).

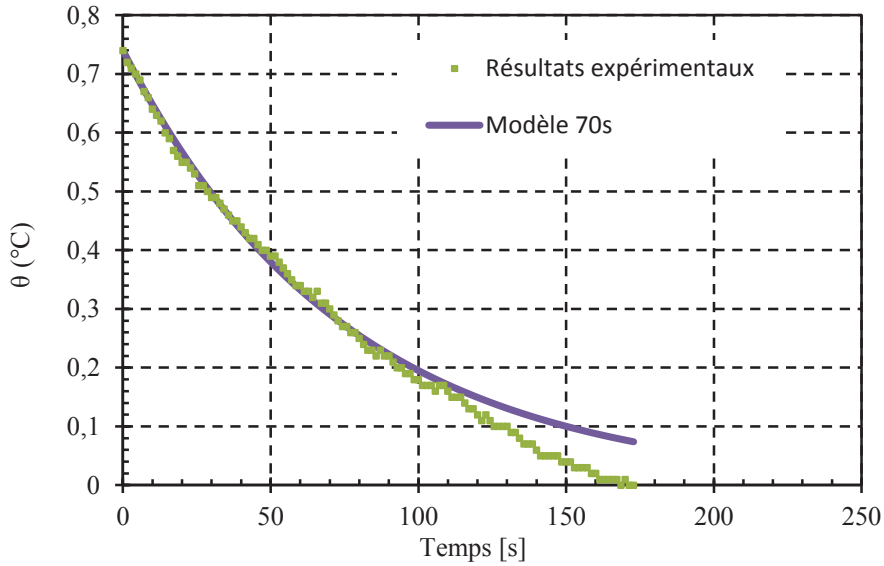


Figure 5.24 : Identification de $\tau_{éq}$ sur la courbe de refroidissement de la zone à gauche du trou sur éprouvette Kt2.5 à l'endroit du point chaud (zone 5 sur la Figure 5.18).

Nous proposons néanmoins une évaluation de l'énergie dissipée par cycle en régime stabilisé pour les 4 paliers, en utilisant le $\tau_{éq}$ identifié (Tableau 5.1). Bien que non représentatives de l'énergie réelle dissipée, ces valeurs seront comparées à celle issues d'un dépouillement plus pertinent, en $\dot{\theta}$, dans la prochaine section.

Palier [MPa]	$\overline{\theta}$ [°C]	Δ^*_{int} $[J.m^{-3}]$
10	0.28	8.29E+3
20	0.4	1.18E+4
30	3.53	1.04E+5
40[1]	7.85	2.32E+5

Tableau 5.1 : Evaluation de la dissipation intrinsèque par cycle Δ^*_{int} pour les paliers d'auto-échauffement sur éprouvette Kt2.5 avec un dépouillement en $\overline{\theta}$ (approche 0D) à l'endroit du point chaud (zone 5 sur la Figure 5.18).

3.2.3 Analyse des champs de sources et durée de vie

3.2.3.1 Eprouvette Kt2.5

3.2.3.1.1 Evaluation de la dissipation intrinsèque par cycle et première analyse

Nous présentons dans cette section une analyse en $\dot{\theta}_0$ sur une autre éprouvette Kt2.5 pour la même zone que l'analyse menée sur la première éprouvette, en section précédente (zone 5 sur la **Figure 5.18** à l'endroit du point chaud). L'objectif est ici de disposer de plus de points expérimentaux dans la plage d'amplitude de contrainte [0 ;40] MPa. Le logiciel propose la

[1] Valeurs obtenues sur le cycle précédent la rupture finale.

moyenne des valeurs de ΔΘ pour chaque zone étudiée : nous retiendrons la valeur entre le 1er et le 2ème cycle de la zone 5 afin d'évaluer la valeur de $\dot{\theta}_0$ au point chaud. La **Figure 5.25** présente une courbe d'évolution de $\dot{\theta}_0$ en fonction de l'amplitude de contrainte théorique appliquée.

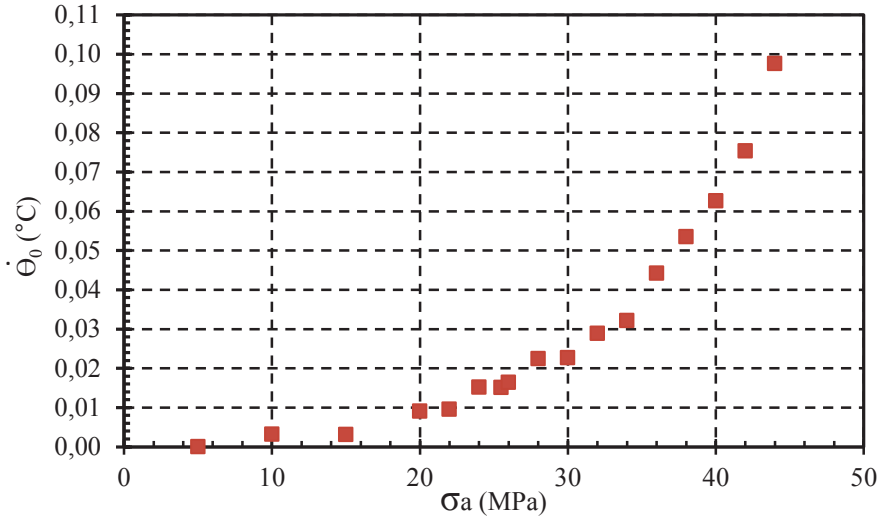


Figure 5.25 : Evaluation de $\dot{\theta}_0$ pour l'éprouvette Kt2.5 pour la zone du point chaud (à gauche du trou).

En utilisant l'équation (5.1), nous pouvons calculer l'évolution de la dissipation intrinsèque par cycle pour chaque palier d'auto-échauffement (voir Tableau 5.2 ci-dessous). Pour ce faire, nous tenons compte de la modification de matériau à travers les données ρ=1410kg.m^{-3} et c=2130J.Kg^{-1}.K^{-1}.

Palier [MPa]	$\dot{\theta}_0$ $[°C.s^{-1}]$	Δ^*_{int} $[J.m^{-3}]$
5	0	0
10	3.21E-3	9.64E+3
15	3.10E-3	9.31E+3
20	9.02E-3	2.71E+4
22	9.52E-3	2.86E+4
24	1.52E-2	4.57E+4
25.5	1.51E-2	4.53E+4
26	1.64E-2	4.93E+4
28	2.24E-2	6.73E+4
30	2.27E-2	6.82E+4
32	2.89E-2	8.68E+4
34	3.21E-2	9.64E+4
36	4.42E-2	1.33E+5
38	5.35E-2	1.61E+5
40	6.26E-2	1.88E+5
42	7.35E-2	2.26E+5
44	9.76E-2	2.93E+5

Tableau 5.2 : Evaluation de la dissipation intrinsèque par cycle Δ^*_{int} pour les paliers d'auto-échauffement sur éprouvette Kt2.5 avec un dépouillement en $\dot{\theta}_0$.

La **Figure 5.26** propose une comparaison de l'énergie dissipée calculée et de l'énergie dissipée sur la courbe S-N à N=10^6 cycles lors de l'indentification du critère sur éprouvettes ISO527 RH50% (Δ^*_{int} = 2.28.10^4 J.m-^{3} en tirets rouge sur la **Figure 5.26**).

Si l'on compare les valeurs de Δ^*_{int} obtenues par l'approche en $\bar{\theta}$ (voir Tableau 5.1 ci-dessus) et par l'approche en $\dot{\theta}_0$, nous constatons que l'évaluation faite par la deuxième approche est certainement plus proche des énergies dissipées à la limite d'endurance limitée sur ce type de matériau. Ce constat confirme la non pertinence de l'approche « 0D » sur les structures de géométrie et de microstructure complexes.

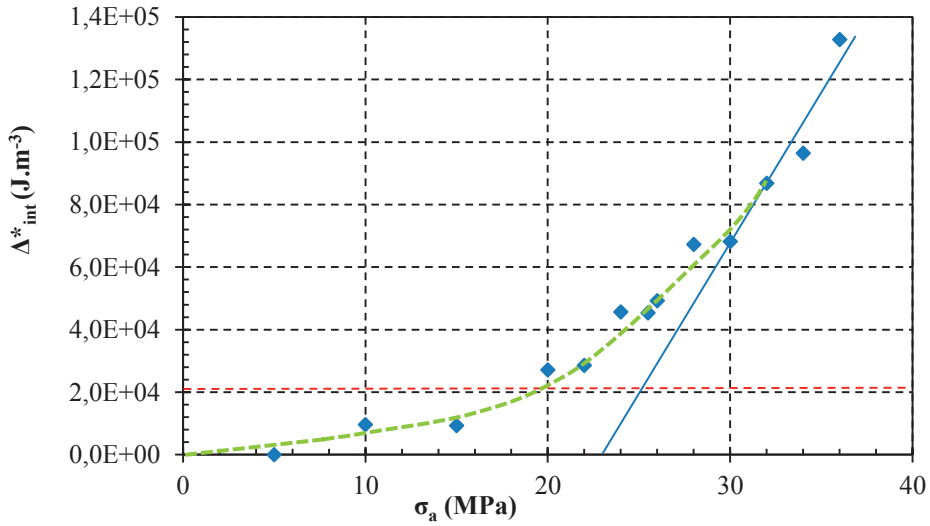


Figure 5.26 : Evaluation de Δ^*_{int} pour l'éprouvette Kt2.5 pour la zone du point chaud (à gauche du trou). En tirets rouges, l'énergie dissipée estimée par le critère identifié sur éprouvette ISO527 RH50% à N=10^6 Cycles.

Nous constatons que si on se réfère au critère préalablement identifié sur les éprouvettes ISO527 RH50% pour un PA66GF50, la limite d'endurance à N=10^6 cycles serait proche de 20MPa (intersection de la ligne en pointillés verts et de la droite en tirets rouges sur la **Figure 5.26**). Un dépouillement graphique semblable à celui appliqué sur les courbes d'auto-échauffement classique, nous donne une évaluation plus proche de 23MPa d'amplitude de contrainte.

3.2.3.1.2 Comparaison aux résultats de fatigue et évaluation de l'applicabilité du critère énergétique préalablement identifié sur éprouvettes standards

Nous disposons d'une campagne de fatigue sur les éprouvettes Kt2.5 RH50% réalisée à R=0 et température ambiante (données confidentielles PSA voir **Figure 5.27**), mais avec des fréquences variables (1 à 7 Hz). Si l'on pratique une analyse rapide de cette courbe, on peut estimer une durée de vie moyenne à N=10^6 cycles proche de 24 MPa (tirets rouges sur la **Figure 5.27**). L'analyse graphique faite précédemment à l'aide de l'approche en $\dot{\theta}_0$ semble donc prometteuse, mais nous ne pouvons pas conclure à l'applicabilité du critère préalablement identifié au cas de ces éprouvettes de structure.

En utilisant l'ensemble de la courbe décrite en **Figure 5.26**, nous pourrions relier Δ_{int}^{*} à l'amplitude de contrainte. Cette description du comportement thermomécanique pourrait alors permettre d'estimer le niveau d'énergie dissipée associée à chaque essai de fatigue décrit en **Figure 5.27**. Pour ce faire, il faudrait disposer d'essais d'endurance réalisés à une fréquence comparable à celle utilisée en auto-échauffement (soit 1 Hz).

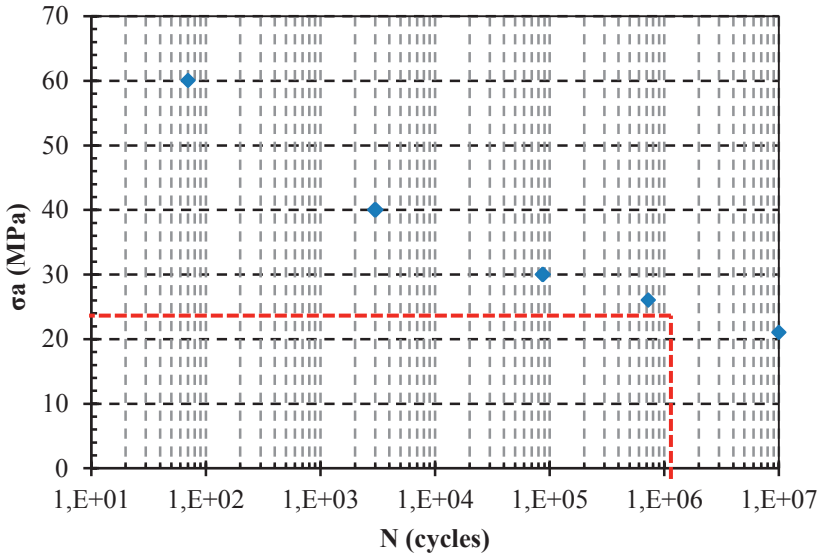


Figure 5.27 : Essais d'endurance sur éprouvettes Kt2.5 en PA66GF35 RH50%, R=0 et température ambiante. Estimation de la limite d'endurance à N=10^6 cycles pointillés rouges (Source PSA, Sogefi, Mann+Hummel)

3.2.3.2 Eprouvette Kt9.8

3.2.3.2.1 Evaluation de la dissipation intrinsèque par cycle et première analyse

La même procédure de dépouillement est appliquée à l'éprouvette Kt9.8. Le Tableau 5.3 présente les principaux résultats pour la zone du point chaud (à droite du trou) :

Palier [MPa]	$\dot{\theta}_0$ [$°C.s^{-1}$]	Δ_{int}^{*} [$J.m^{-3}$]
10	5.0E-3	1.50E+4
25	2.5E-2	7.51E+4
35	6.0E-2	1.80E+5
40	1.0E-1	3.00E+5
45	1.1E-1	3.30E+5
48	1.4E-1	4.20E+5
50	1.4E-1	4.20E+5
52	1.8E-1	5.41E+5
55	2.1E-1	6.31E+5

Tableau 5.3 : Evaluation de la dissipation intrinsèque par cycle Δ_{int}^{*} pour les paliers d'auto-échauffement sur éprouvette Kt9.8 avec un dépouillement en $\dot{\theta}_0$.

Notons que les paliers d'amplitude de contrainte supérieure ou égale à 40 MPa n'ont pas stabilisé au cours des 2000 cycles programmés. La **Figure 5.28** présente l'évolution de la dissipation intrinsèque par cycle en fonction de l'amplitude de contrainte théorique exercée et la compare à l'énergie dissipée de référence obtenue sur éprouvettes ISO527 RH50% pour une durée de vie de 10^6 cycles. La courbe semble composée de 3 régimes : un premier régime entre 10 et 20 MPa, un deuxième entre 20 et 35MPa et un troisième correspondant aux paliers n'ayant pas stabilisés. La limite d'endurance limitée semblerait proche de 15 MPa (intersection de la ligne des pointillés verts et la droite de référence en tirets rouges sur la **Figure 5.28**). Notons qu'un dépouillement graphique est rendu difficile par le faible nombre de points pour les 2 premiers régimes observés (Δ^*_{int} < 2.10^5 J.m-^{3} et stabilisation lors des 2000 cycles programmés). Néanmoins, une tentative visible en pointillés bleus sur la **Figure 5.28**, laisse entrevoir une différence entre l'amplitude de contrainte d'endurance limitée estimée (environ 18 MPa), et le niveau d'énergie évalué par le biais du critère.

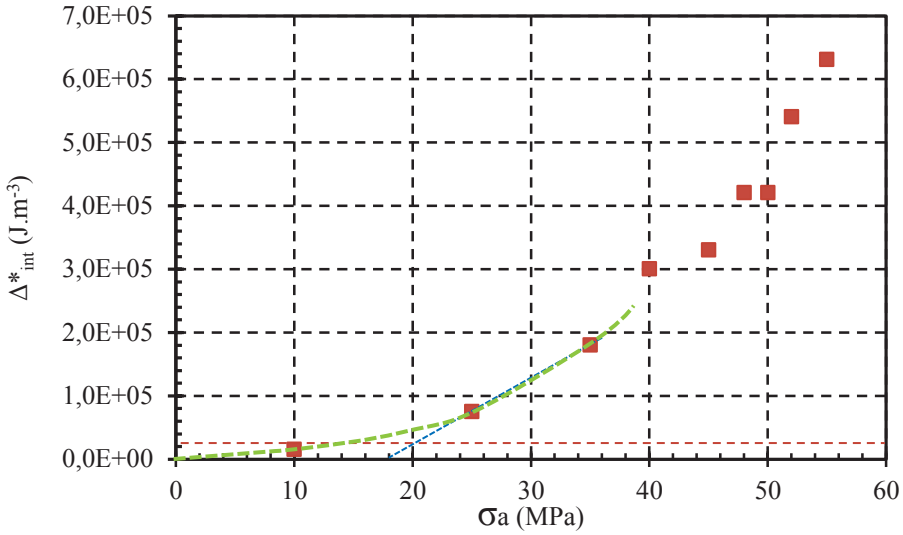


Figure 5.28 : Evaluation de Δ^*_{int} pour l'éprouvette Kt9.8 pour la zone du point chaud (à droite du trou). En tirets rouges, l'énergie dissipée estimée par le critère identifié sur éprouvette ISO527 RH50% à N=10^6 Cycles.

3.2.3.2.2 Comparaison aux résultats de fatigue et évaluation de l'applicabilité du critère énergétique préalablement identifié sur éprouvettes standards

Nous disposons également d'une campagne de fatigue sur les éprouvettes Kt9.8 RH50% réalisée à R=0 et température ambiante (données confidentielles PSA voir **Figure 5.29**), mais cette dernière est également réalisée à des fréquences variables (1.5 à 7Hz). Si l'on pratique une analyse rapide de cette courbe, on peut estimer une durée de vie moyenne à N=10^6 cycles proche de 20 MPa (tirets rouges sur la **Figure 5.29**). L'évaluation graphique réalisée précédemment n'est pas très éloignée de cette valeur. En l'absence d'essais d'endurance à la fréquence de 1Hz, il ne nous est pas possible d'évaluer la dissipation intrinsèque par cycle correspondante et nous ne pouvons donc pas conclure quant à l'applicabilité du critère préalablement identifié dans le cas de cette éprouvette de structure Kt9.8.

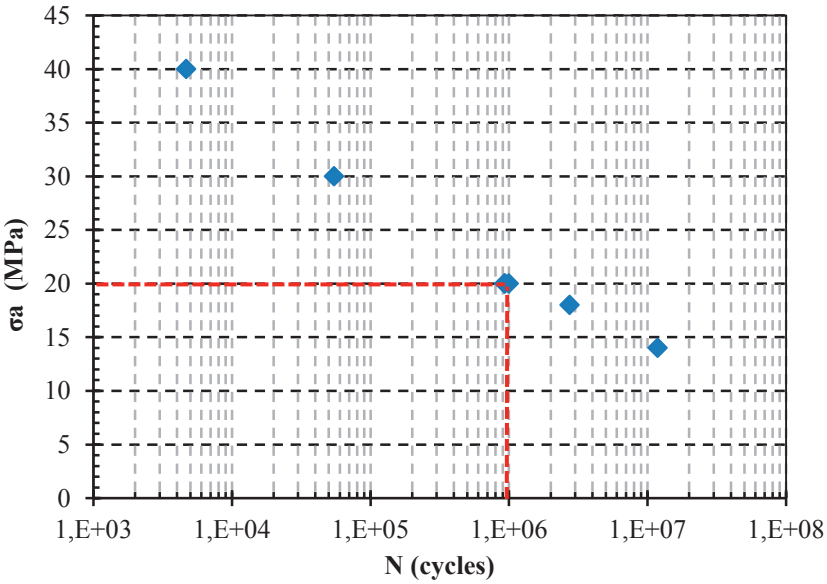


Figure 5.29 : Essais d'endurance sur éprouvettes Kt9.8 en PA66GF35 RH50%, R=0 et température ambiante. Estimation de la limite d'endurance à N=10^6 cycles pointillés rouges (Source PSA, Sogefi, Mann+Hummel)

3.3 Conclusions et perspectives

Les mesures thermiques réalisées sur les 2 géométries d'éprouvettes structurelles indiquent clairement l'activation de mécanismes dissipatifs locaux (points chauds) pilotant la durée de vie sous sollicitation cyclique. L'aspect local de cet auto-échauffement, du fait de l'action combinée de la géométrie et de l'orientation des fibres (concentrations de contraintes) met en échec l'approche « 0D ». Néanmoins, l'approche en $\dot{\theta}_0$ semble prometteuse puisqu'elle permet d'évaluer l'énergie dissipée localement. En l'absence de résultats issus d'une campagne de fatigue sur le PA66GF35 menée à une fréquence de 1 Hz, nous ne pouvons pas tester l'applicabilité du critère énergétique (identifié sur ISO527 en PA66GF50) à nos éprouvettes de structure. Néanmoins, au regard des courbes de fatigue disponibles, une évaluation graphique sur la courbe d'énergie dissipée issue des essais d'auto-échauffement semble également prometteuse.

Ces résultats nous invitent à tester l'applicabilité de la démarche de caractérisation rapide et du critère énergétique, à travers un protocole d'auto-échauffement sur pièces complexes.

4 Applicabilité de la démarche de caractérisation rapide à un prototype de support moteur.

4.1 Présentation du prototype de support moteur et du protocole d'essai

4.1.1 Prototype de support moteur

La pièce étudiée est un support moteur (prototype de première génération) mis à disposition par la société Trelleborg Vibracoustic® dans le cadre de notre collaboration. Le système complet est composé du support injecté en PA66GF50, d'une butée en élastomère vulcanisée et de 3 inserts métalliques (voir **Figure 5.30** ci-dessous). Un repère orthonormé (en rouge) est proposé pour la suite des descriptions.

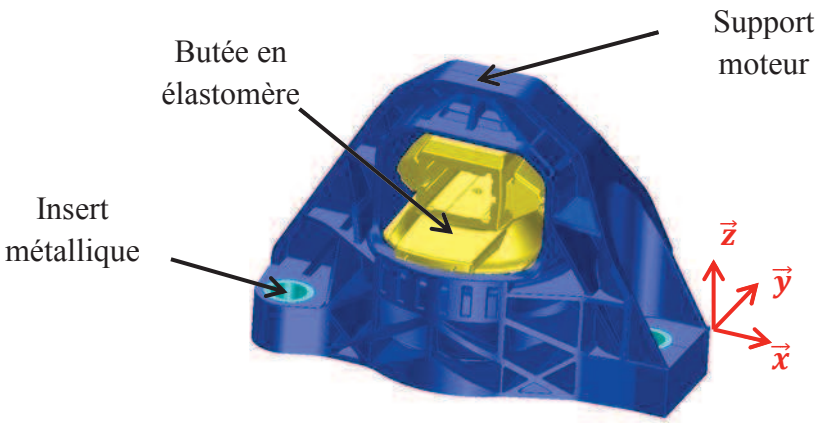


Figure 5.30 : Modèle numérique du support moteur

La pièce étudiée est injectée dans un moule prototype en alliage d'aluminium chez un sous-traitant. Pour des raisons de confidentialité, nous ne dévoilons pas dans ce manuscrit les conditions d'injection utilisées. Néanmoins, nous illustrons les problématiques liées à sa fabrication à travers des simulations de remplissage et de compactage réalisées à l'aide du logiciel Moldflow® à partir d'un maillage 3D.

La **Figure 5.31** présente les principales étapes du remplissage (1.5s au total) avec un point d'injection placé au même endroit que sur la pièce réelle. Les paramètres utilisés sont ceux recommandés pour l'injection d'un PA66GF50 : un remplissage piloté par le temps imposé, soit 1.5s à débit constant, par une température de moule à 85°C, par une température de matière à 290°C, et par une commutation en pression automatique avec un maintien de 30s à 100% de la pression à la commutation.

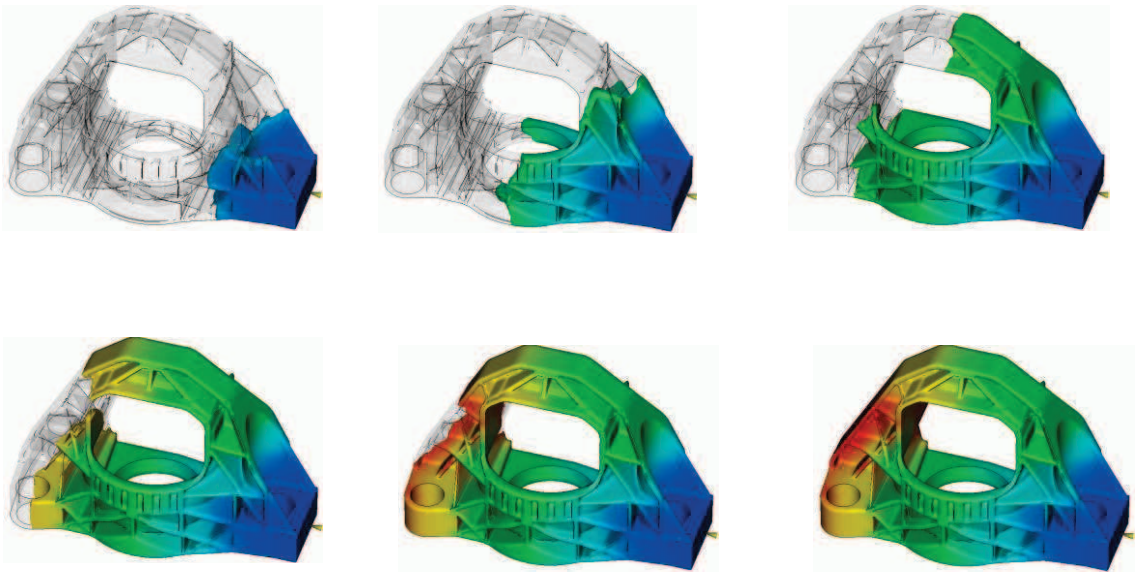


Figure 5.31 : Etapes de remplissage de la pièce prévues par Moldflow® (maillage 3D).

Les principales problématiques concernent la position des lignes de soudure et le refroidissement des zones de fortes épaisseurs. En effet, nous avons mis en évidence, au cours du chapitre 2 sur des éprouvettes H2, que les lignes de soudure sont néfastes à la tenue mécanique sous sollicitation monotone comme sous sollicitations cycliques. Le logiciel Moldflow® prévoit 3 lignes de soudures principales visibles sur la **Figure 5.31** et détaillées sur la **Figure 5.32 (à gauche)**. Les 2 premières sont au droit des alésages de fixation au châssis du véhicule automobile et sont peu préoccupantes ; la troisième est plus délicate car elle se situe dans une zone siège de fortes déformations lors des sollicitations mécaniques prévues (voir section suivante). Cependant, elle est située en dehors des zones de concentration de contrainte. Enfin, en fin d'écoulement, dans ces zones de soudure, il existe un risque élevé de porosités du fait d'une éventation plus difficile.

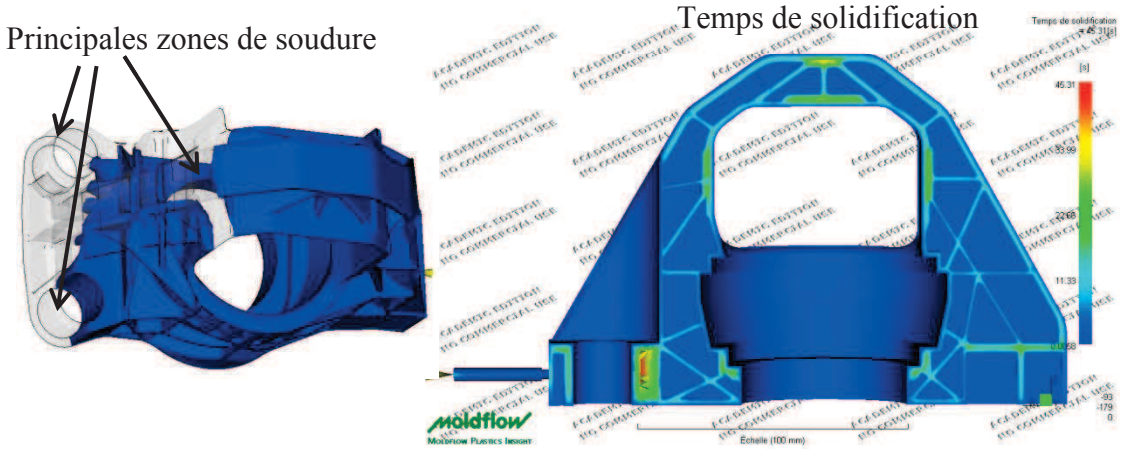


Figure 5.32 : Mise en évidence des principales lignes de soudure et du temps de solidification (vue en coupe du plan médian $(\vec{x};\vec{z})$) prévus pour la pièce à l'aide du logiciel Moldflow®.

Concernant la deuxième problématique, nous constatons que la pièce possède des épaisseurs importantes (jusqu'à 7 mm localement) et des variations d'épaisseurs assez fréquentes

(**Figure 5**.32 **à droite**). Certaines zones pourraient être mal compactées puisque le figeage du seuil (solidification) intervient potentiellement avant leur refroidissement à température de solidification. Ces zones sont donc le siège de porosités internes et/ou de déformations localisées (phénomènes de retassures internes ou externes).

4.1.2 Protocole d'essai

Les essais sont réalisés sur une machine hydraulique INSTRON® V19 pilotée par un système Labronic® 8800, mise à disposition par l'entreprise Trelleborg Vibracoustic®. Comme le montre la **Figure 5.33**, la pièce structurelle est bridée au bâti par l'intermédiaire des alésages équipés d'inserts métalliques. Un vérin hydraulique horizontal est piloté en effort, et applique une sollicitation cyclique sinusoïdale suivant la direction $\vec{x}$ (définie en **Figure 5.30**) en venant appuyer sur la face interne du support moteur. Notre pièce est équipée de jauges de déformation (rosettes 0°/45°/-45°) à 5 endroits différents. Les pièces testées ont une teneur en eau connue (2 types de conditionnements garantissent un RH35% ou RH45%). Cette humidité relative est systématiquement vérifiée par prélèvement, à la suite de l'essai, d'un échantillon. Ce dernier subit une procédure composée d'un pesage, d'un séchage complet et d'un dernier pesage : la perte en eau ainsi quantifiée est transposée en pourcentage d'humidité relative à l'aide des courbes mises à disposition par le fournisseur de matière.

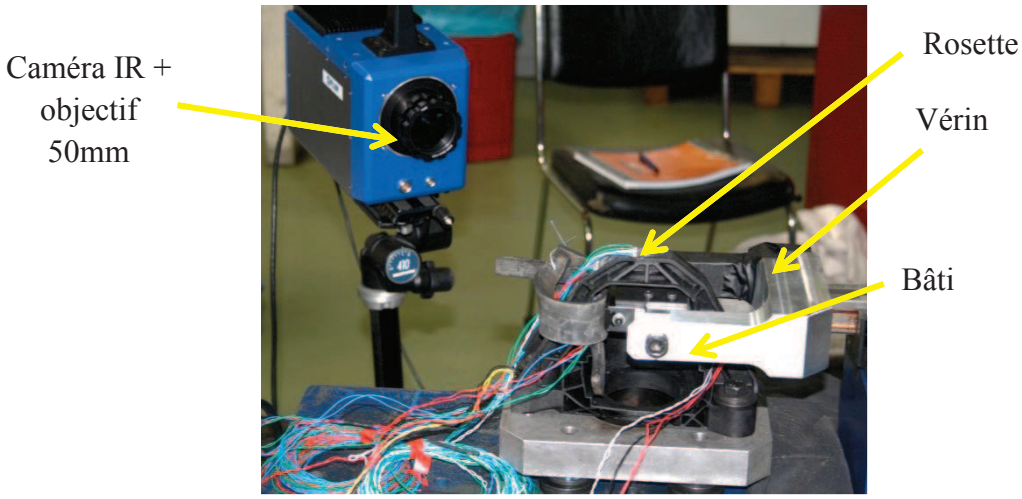


Figure 5.33 : Photo du montage de la pièce sur la machine de fatigue.

Nous utilisons la caméra infrarouge FLIR Systems SC7600BB munie de l'objectif de 50mm. Afin de limiter l'influence de l'environnement (atelier d'essais), nous disposons une boite ajourée autour de notre pièce, et un drap pour recouvrir l'ensemble du dispositif.

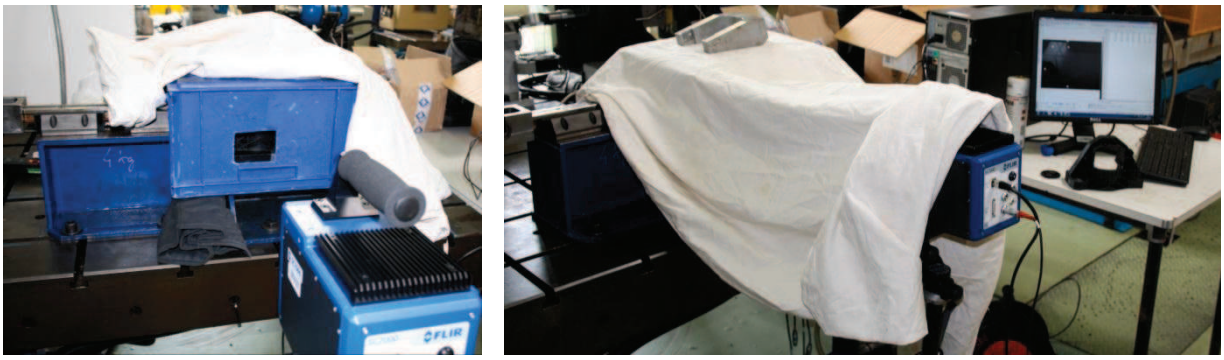


Figure 5.34 : Dispositif destiné à isoler la mesure thermique de l'environnement extérieur.

Un essai de fatigue préliminaire avec une amplitude d'effort de 10kN, R=0, f= 1Hz, à température ambiante nous a permis de localiser les zones de rupture probables. Nous constatons principalement 2 zones de rupture visibles entre les traits bleus tracés sur la pièce en **Figure 5.35** (N_r=1336 cycles).

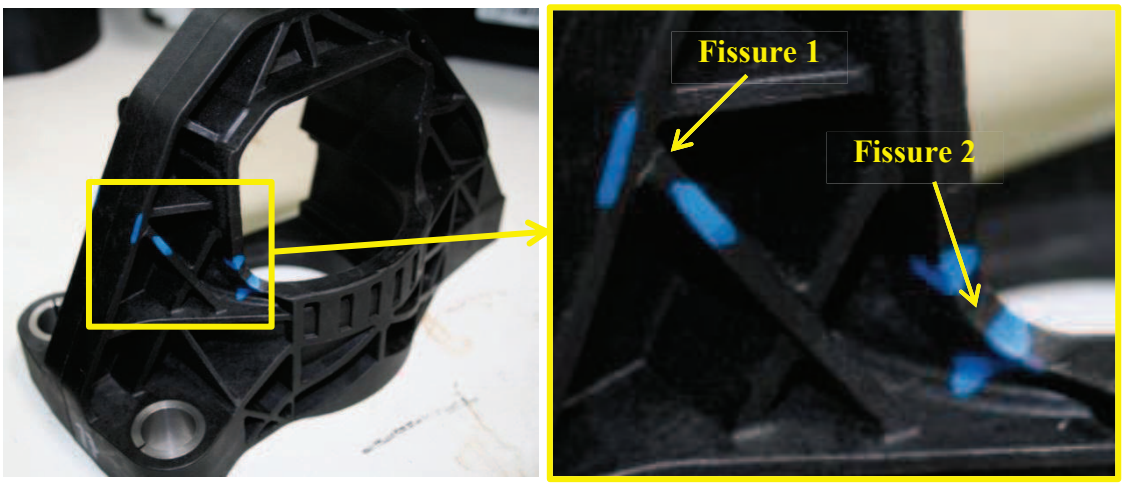


Figure 5.35 : Localisation des zones de rupture lors d'un essai de fatigue préliminaire à F_a=10kN, R=0, f=1Hz, T_{amb}=20°C sur X95 en PA66GF50 à RH40% (N_r=1336 cycles).

Les essais d'auto-échauffement sont pilotés en amplitude d'effort par palier croissant suivant les conditions évoquées lors de tous nos précédents essais (R=0, f=1Hz, T_{amb}=20°C). Nous réalisons pour chaque palier d'auto-échauffement une double acquisition des mesures thermiques : un premier bloc de 20 cycles est programmé avec une fréquence d'acquisition de 20 Hz pour la caméra infrarouge, afin de permettre une future évaluation des $\dot{\theta}_0$ (mesure entre 2 pics de sollicitation mécanique). Ensuite, après une brève interruption (2 min pour permettre un retour à l'équilibre de la température des zones étudiées), un bloc entier de 2000 cycles suivi d'un recouvrement (effort nul) de 10min sont programmés. Lors de ce second essai, la fréquence d'acquisition de la caméra est désynchronisée (0.7Hz) ce qui permet une évaluation des champs de température aux pics de sollicitation mécanique, tous les 35 images.

4.2 Analyse des champs de températures

Cette section explore les possibilités offertes par la caractérisation thermomécanique sur pièce complexe : nous mettons en évidence le couplage thermoélastique d'amplitude variable à l'échelle d'une structure et nous localisons ainsi les zones critiques à surveiller (forte dissipation locale attendue). Nous tentons également une analyse de la courbe d'auto-échauffement sur une zone d'amorçage entrainant la défaillance du prototype au terme de l'essai.

4.2.1 Analyse du couplage thermoélastique

La **Figure 5.36** propose un exemple de cartographie en température d'une partie de la face avant du prototype de support moteur (choisie en fonction des fissures constatées lors de l'essai de fatigue préalable). Nous observons un gradient de température entre la partie inférieure et la partie supérieure de la pièce sur la plage de mesure ainsi définie : ce phénomène illustre l'influence thermique du bâti de la machine d'essai (qui reste à température ambiante). Nous plaçons des outils de mesure sur 3 zones différentes sur la pièce (notées 2, 3 et 11 sur la **Figure 5.36**), et sur une zone prise au fond de la boite entourant la pièce (notée 1 et correspondant à la température ambiante). Nous remarquons sur le graphique d'évolution des températures moyennes dans chaque zone étudiée (à droite sur la **Figure 5.36**) qu'il existe un fort couplage thermoélastique dépendant de la zone mesurée. Les zones numérotées 2 et 3 (positions les plus basses sur la pièce) ont le même comportement thermomécanique (courbe rouge et courbe marron superposées). La zone 11, positionnée au niveau de la zone critique évaluée précédemment, n'a pas le même comportement (amplitude thermique plus élevée sur la courbe verte) : nous sommes donc en présence d'un point fortement sollicité.

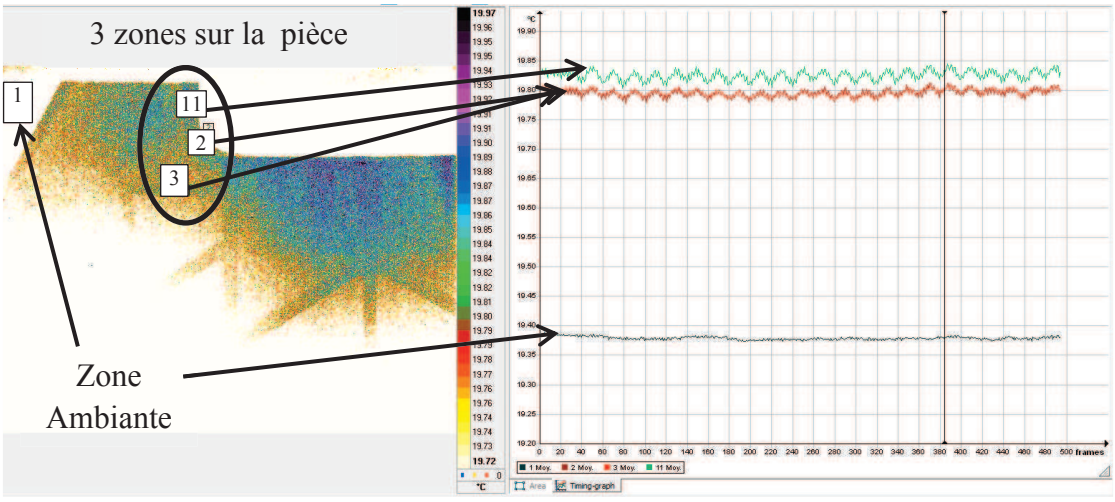


Figure 5.36 : Cartographie en température dans 4 zones étudiées (à gauche) et évolutions de la moyenne en température dans ces zones au cours du temps (à droite). Résultats obtenus à l'aide du logiciel Altair® lors d'un essai d'auto-échauffement (à F_a=9kN, R=0, f=1Hz) sur pièce structurelle en PA66GF50.

La température ambiante ne subit pas de variation cyclique, et parait donc peu influencée par les actions mécaniques environnantes à très court terme (un suivi de son évolution au cours des essais est tout de même nécessaire pour quantifier toute dérive). De plus, elle est le reflet d'un bruit de mesure très faible (à peine 0.01°C).

4.2.2 Détection des points chauds et des fissures

4.2.2.1 Premier exemple : mesure de la face avant

Le suivi en temps réel des champs de températures dans les zones présélectionnées nous permet de détecter le moment de l'amorçage macroscopique sur la pièce. La **Figure 5.37** présente une image prélevée juste après que la fissure ait débouché en peau (visible au niveau de la zone n°2).

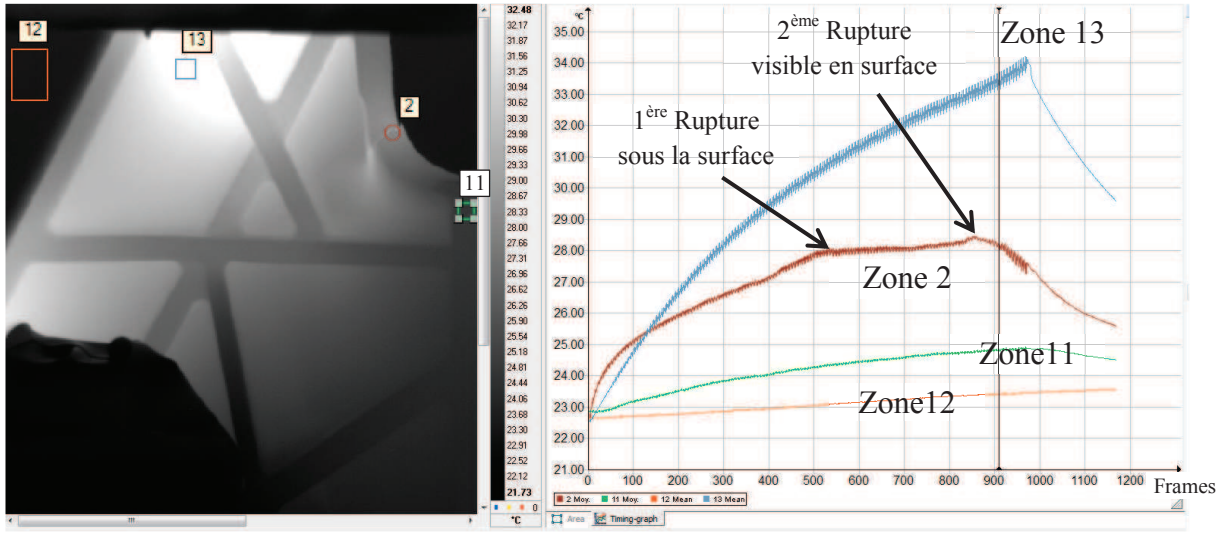


Figure 5.37 : Détection des points chauds et de la rupture locale (fin de vie de la pièce) sur pièce structurelle en PA66GF50 (mesure de la face avant) lors d'un palier d'auto-échauffement à F_a=10kN, R=0, f=1Hz, T_{amb}=20°C. Résultats obtenus à l'aide du logiciel Altair®.

Une étude plus détaillée des courbes de températures dans les différentes zones (toujours sur la **Figure 5.37**), nous indique clairement une rupture dans la zone n°2, en deux étapes : une première rupture intervient à l'image n°500 (voir « frames » sur l'axe des abscisses du graphique proposé), puis une seconde, visible en surface à l'image n°830. Nous constatons que la zone n°2 est en train de stabiliser lorsqu'un emballement soudain de la température a lieu (image n°400 environ) : la zone est alors vraisemblablement en phase de propagation de fissure.

Notons que le suivi des données mécaniques (déplacement du vérin hydraulique mesuré en temps réel présenté en **Figure 5.38**) ne permet pas une détection aussi précise de cette rupture en 2 étapes : la fissuration étant un phénomène très localisé à l'échelle de la pièce, elle n'engendre pas instantanément une chute de raideur globale significative.

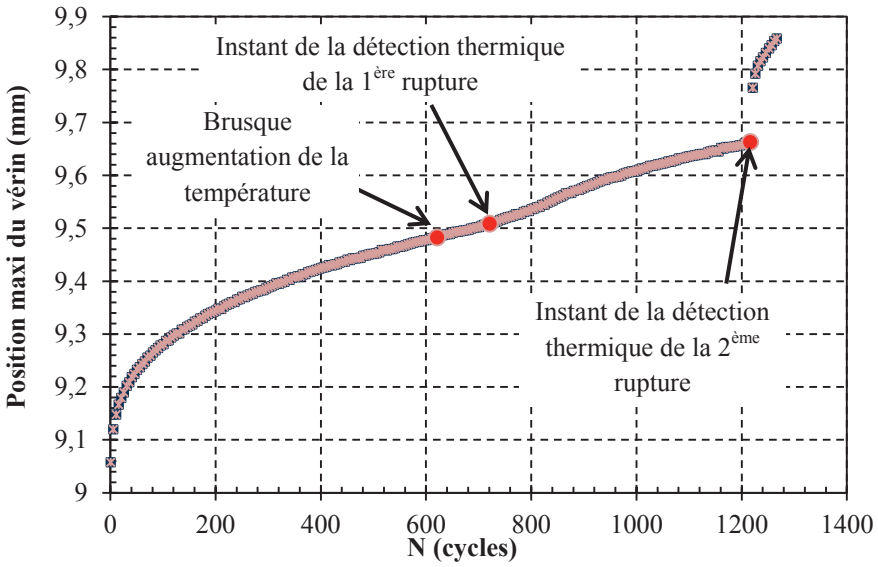


Figure 5.38 : Courbe de la position du vérin au cours du temps (1 cycle = 1s) lors d'un palier d'auto-échauffement à F_a=10kN, R=0, f=1Hz, T_{amb}=20°C sur pièce structurelle X95 en PA66GF50 et correspondance temporelle avec les changements de régime thermique observés lors de mesures infrarouges simultanées (points rouges).

Nous observons également que la zone n°13 s'auto-échauffe dans des proportions plus importantes et ne stabilise pas. Ce constat est probablement lié au fait qu'une seconde fissuration est en cours dans cette zone (voir zones critiques localisées a posteriori en **Figure 5.35**) La zonen°11 (en vert en bas de l'image) semble quant à elle stabilisée. La température ambiante (zone n°12) évolue lentement et de manière linéaire dans le temps.

4.2.2.2 Deuxième exemple : mesure de la face avant et de l'intérieur

La **Figure 5.39** illustre une mesure thermique réalisée de sorte à quantifier l'auto-échauffement du matériau dans la zone de fissuration sur la face avant et à l'intérieur de la pièce. La zone de fissuration, notée n°1, subit 3 sauts de température durant la sollicitation cyclique : à l'image n°123, le point chaud apparait plus visible et plus localisé, probablement du fait d'une initiation en subsurface ; à l'image 208, l'accident de courbe est sans doute le signe d'une fissuration en subsurface ; enfin, à l'image 304 apparait la fissure en surface (rupture totale sur l'épaisseur). Nous remarquons un lien de causalité entre les étapes d'endommagement décrites pour la zone n°1 et l'auto-échauffement mesuré en zone n°3 (face interne de la pièce). La perte de rigidité progressive de la zone n°1 entraine une déformation plus importante de la zone n°3. A l'image 433, la fissure s'est propagée jusqu'à la zone n°3 qui s'emballe pour fissurer à son tour.

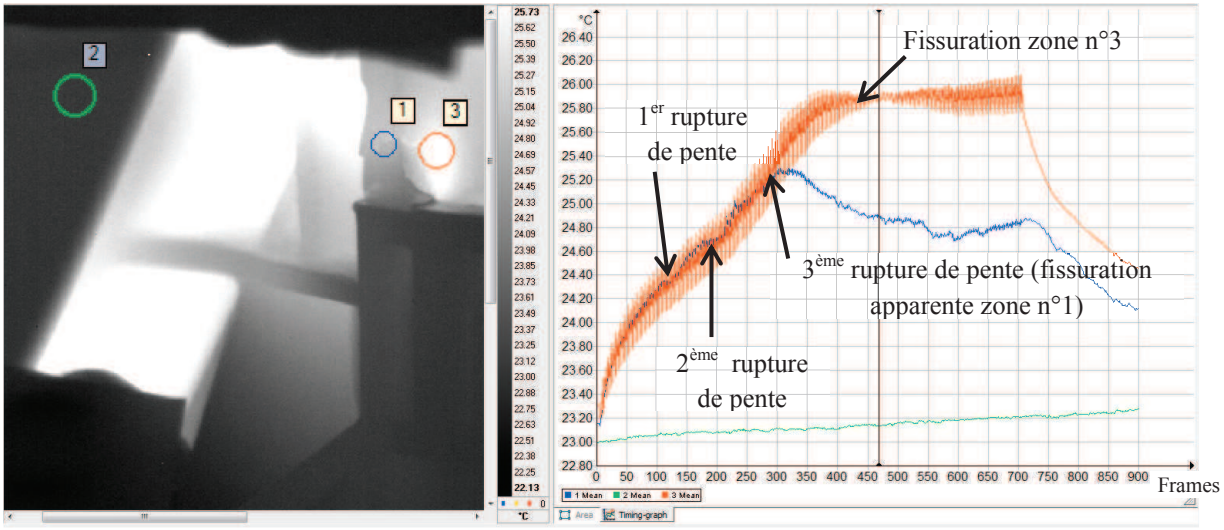


Figure 5.39 : Détection des points chauds et de la rupture locale (fin de vie de la pièce) sur pièce structurelle en PA66GF50 (mesure de la face avant et de l'intérieur) lors d'un palier d'auto-échauffement à F_a=9kN, R=0, f=1Hz, T_{amb}=20°C. Résultats obtenus à l'aide du logiciel Altair®.

Nous constatons sur la **Figure 5.40** que la mesure de position du vérin au cours du palier de sollicitation cyclique est peu sensible aux phénomènes d'endommagement mis en évidence par les mesures thermiques. Ce dernier outil s'avère plus précis, plus efficace quant à la détection de l'initiation en subsurface ou de la rupture locale lors d'essais cycliques. De plus, il renseigne sur les mécanismes en jeu en analysant le signal thermique sur des zones proches comme la zone n°1 et la zone n°3 analysées dans cette section.

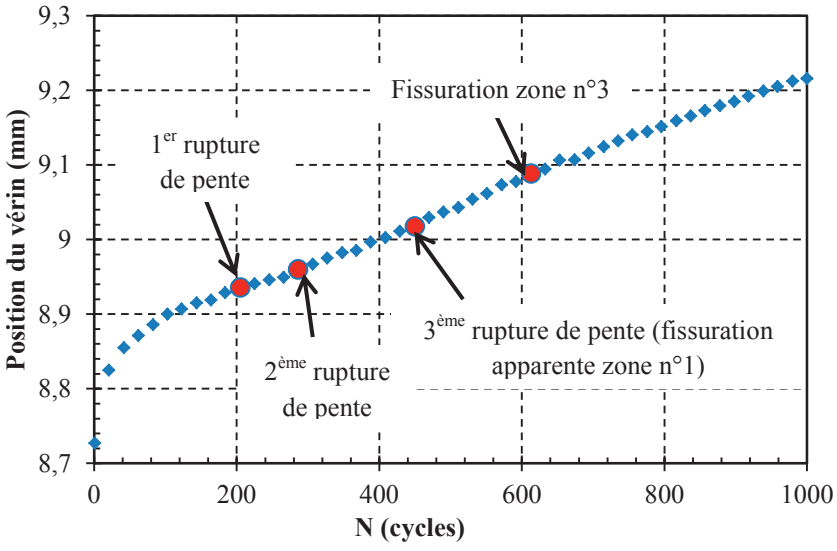


Figure 5.40 : Courbe de la position du vérin au cours du temps (1 cycle = 1s) lors d'un palier d'auto-échauffement à F_a=9kN, R=0, f=1Hz, T_{amb}=20°C sur pièce structurelle en PA66GF50 et correspondance temporelle avec les changements de régime thermique observés lors de mesures infrarouges simultanées (points rouges).

4.2.3 Analyse des essais d'auto-échauffement en $\bar{\theta}$ de la zone de fissuration

4.2.3.1 Courbes d'auto-échauffement

L'analyse des données thermomécaniques est réalisée à postériori en 2 étapes : une première analyse est faite sur le dernier palier menant à la rupture, et permet de localiser les outils permettant le suivi thermique au cours du temps dans les zones d'intérêt ; la position des zones de mesure est ensuite systématiquement conservée afin d'analyser l'ensemble des paliers programmés.

La **Figure 5.42** présente les courbes d'auto-échauffement obtenues sur 2 pièces prototypes avec des ratios de reprise en humidité différent. Nous avons reporté en bleu (RH45%) et en vert (RH35%) les valeurs $\bar{\theta}$ des paliers stabilisés de la zone ou apparait la fissure (exemple de palier stabilisé[2] en **Figure 5.41**). Les derniers points en rouge (8kN pour la RH45% et 9kN pour la RH35%) sont des paliers n'ayant pas stabilisé. De ce fait, ils sont exclus du dépouillement pragmatique *(Munier, 2012)*.

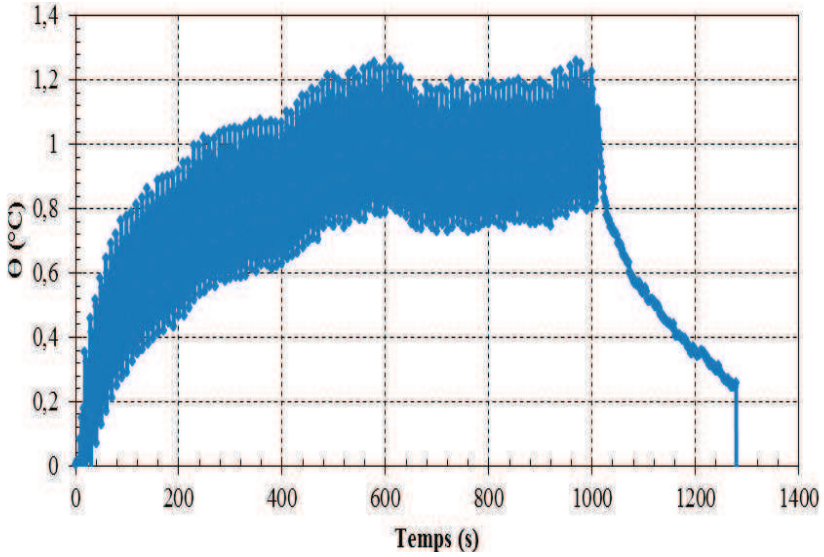


Figure 5.41 : Exemple de courbe de température pour la pièce prototype en PA66GF50 RH35% au palier F_a=7.5 kN.

Un dépouillement graphique, similaire à celui appliqué sur éprouvettes, semble militer pour une amplitude d'effort appliqué proche de 4.5 kN en endurance limitée (N=10^6 cycles) pour la pièce RH45% et à 5.6 kN pour la pièce X95 RH35%.

[2] La largeur du nuage de point correspond à l'amplitude du couplage thermoélastique mesuré.

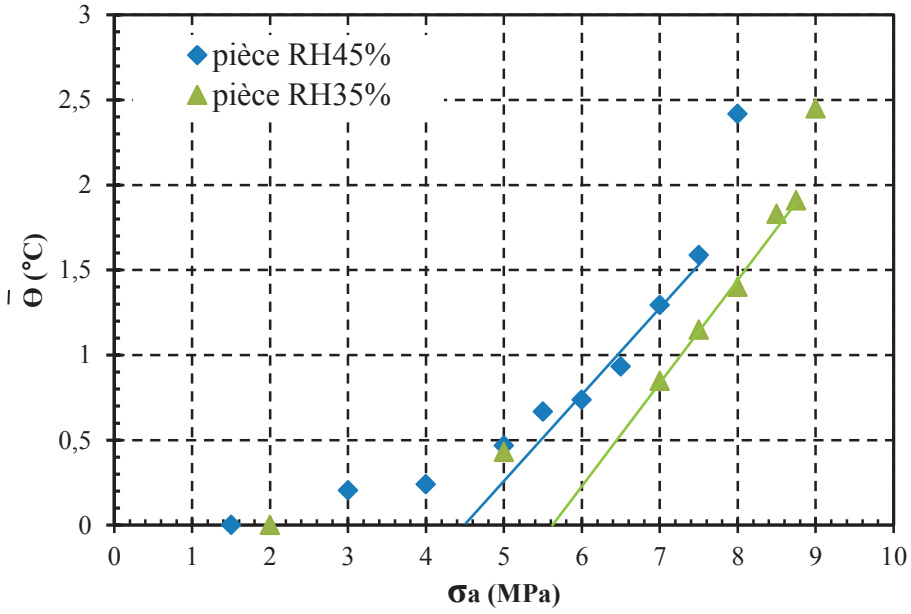


Figure 5.42 : Courbes d'auto-échauffement obtenues sur pièces de structure en PA66GF50 RH35% et RH45% à R=0, f=1Hz, T_{amb}=20°C.

4.2.3.2 Confrontation aux résultats obtenus en fatigue

Trois essais de fatigue ont été réalisés sur des pièces prototypes RH45% avec les mêmes conditions expérimentales que dans le cadre des essais d'auto-échauffement. Nous disposons donc de 4 points au total si l'on reporte, sur une courbe S-N, le point mené à la rupture lors du dernier palier d'auto-échauffement (voir **Figure 5.43**).

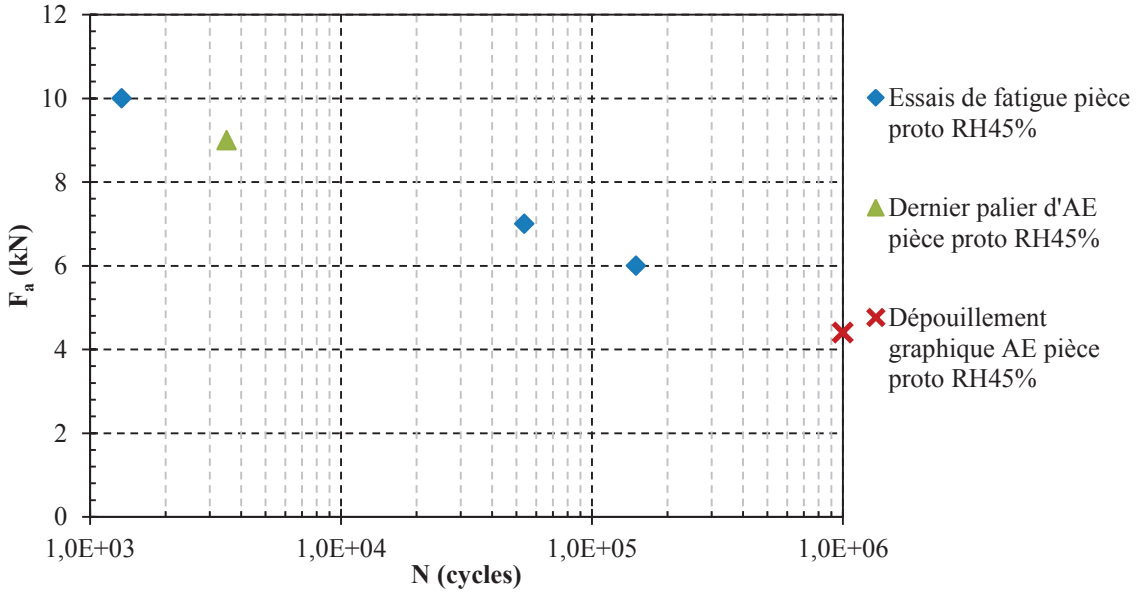


Figure 5.43 : Courbe S-N pour une pièce prototype RH45% (à R=0, f=1Hz, T_{amb}=20°C) et comparaison avec un dépouillement graphique des essais d'auto-échauffement.

Nous constatons que la valeur d'amplitude d'effort évaluée graphiquement sur la courbe d'auto-échauffement de la pièce RH45% est dans le prolongement des autres points issus

d'essais expérimentaux. Ce résultat semble montrer que le dépouillement graphique peut servir d'outil de premier diagnostic pour l'applicabilité du dépouillement empirique dans le cas d'une structure complexe.

4.3 Analyse des champs de sources et confrontation au critère énergétique

4.3.1 Illustration de la limite de l'approche « 0D »

Une tentative d'identification de $\tau_{éq}$ sur les courbes de refroidissement (10 min de recouvrement à effort nul) est mis en échec : la **Figure 5.44** montre que le modèle le plus adapté ($\tau_{éq}$ =100s) suit les points expérimentaux uniquement les 20 premières secondes. Du fait de la complexité de la géométrie étudiée, l'approche « 0D » est une nouvelle fois impossible à appliquer. L'évaluation de l'énergie dissipée doit alors être réalisée par l'approche en $\dot{\theta}_0$.

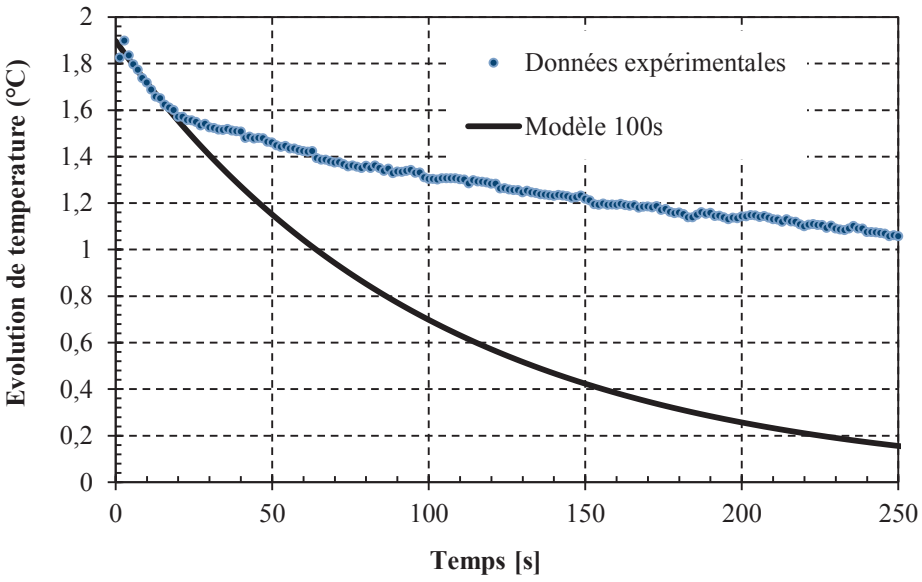


Figure 5.44 : Identification de $\tau_{éq}$ sur la courbe de refroidissement du palier F_a=7.5 kN lors d'un essai d'auto-échauffement sur pièce prototype en PA66GF50 RH35%.

4.3.2 Evaluation de l'applicabilité de l'approche en $\dot{\theta}_0$

La **Figure 5.45** présente les résultats obtenus pour l'évaluation de $\dot{\theta}_0$ au début de chaque palier d'auto-échauffement. Nous avons tracé une courbe de tendance afin de filtrer le bruit de mesure et de permettre une meilleure évaluation de l'énergie dissipée.

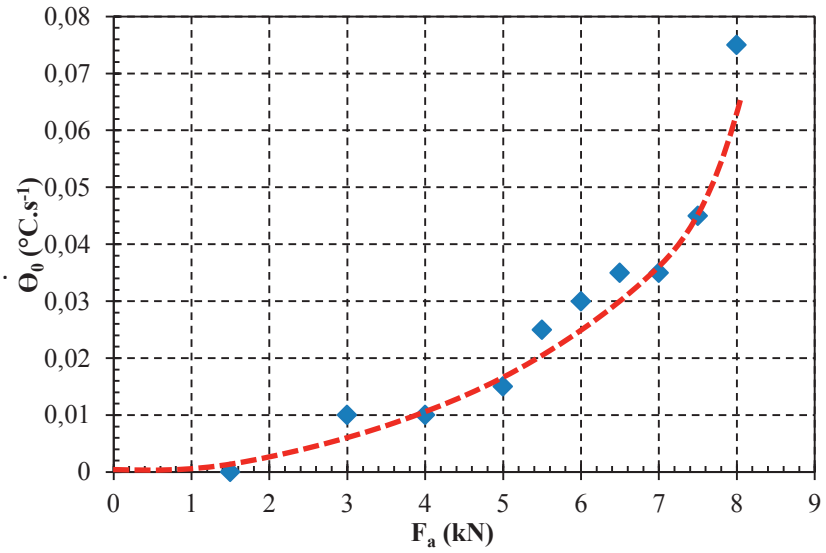


Figure 5.45 : Courbe d'auto-échauffement en $\dot{\theta}_0$ pour la pièce prototype en PA66GF50 RH45% et courbe de tendance (pointillés rouges).

Nous proposons en **Figure 5.46**, des cartographies, en différence de température, réalisées entre le premier et le deuxième pic de sollicitation mécanique (retour à effort nul) : nous constatons l'apparition progressive de la localisation des sources aux zones les plus sollicitées (voir zone d'intérêt encadré en pointillés).

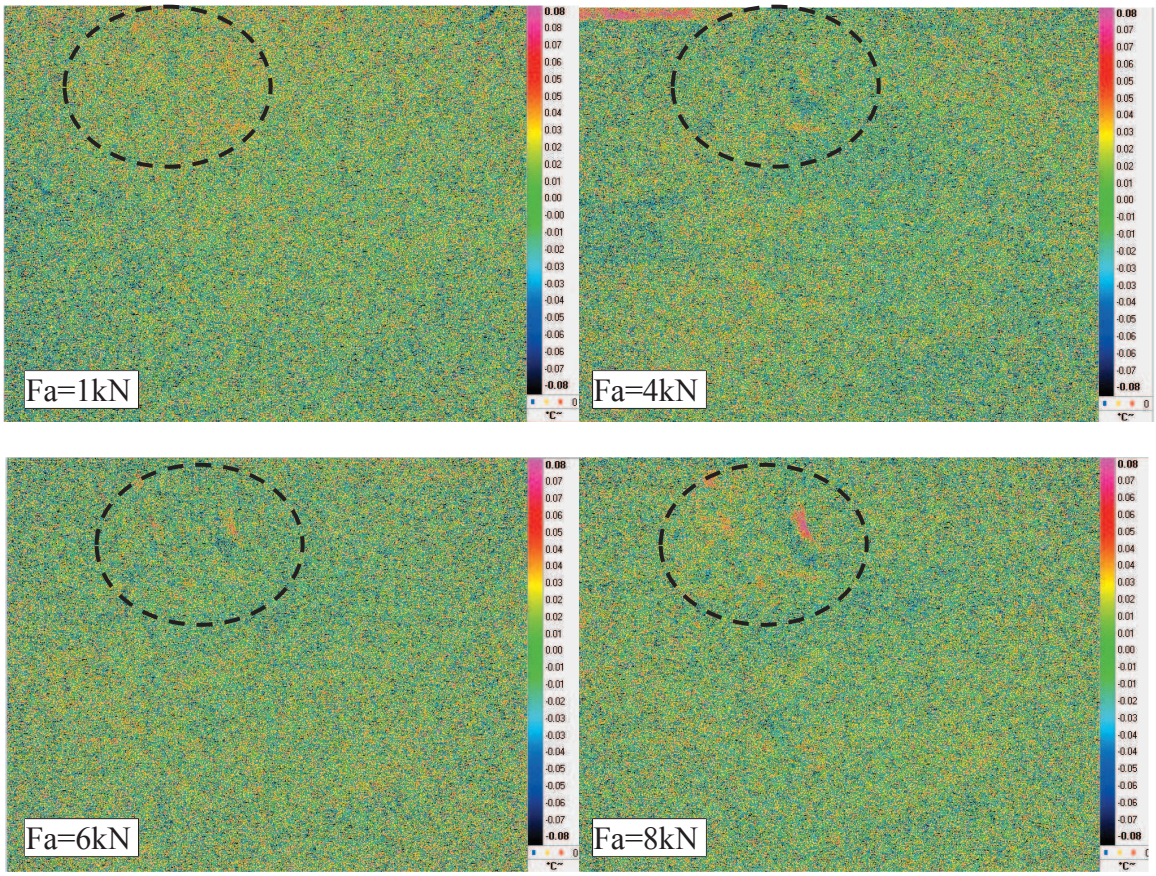


Figure 5.46 : Cartographie en $\dot{\theta}_0$ pour 4 paliers d'auto-échauffement sur pièce structurelle en PA66GF50 RH45% (ΔΘ sur 1s).

L'équation (5.1) qui relie la dissipation intrinsèque par cycle à $\dot{\theta}_0$, nous permet de tracer l'évolution de Δ^*_{int} pour chaque palier d'auto-échauffement (voir en **Figure 5.47**).

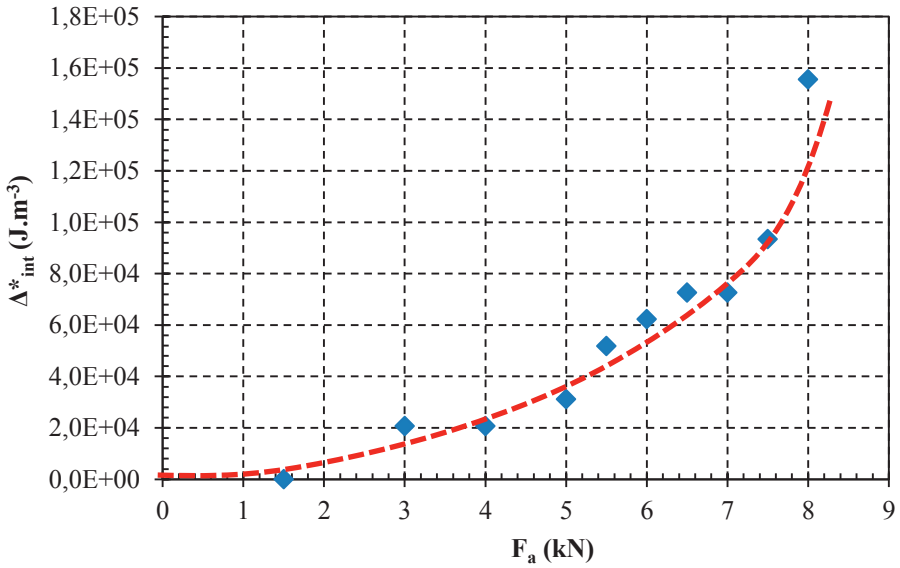


Figure 5.47 : Evaluation de la dissipation intrinsèque par cycle pour les différents paliers d'auto-échauffement sur la pièce prototype RH45% et courbe de tendance (pointillés rouges).

Après une évaluation du $\dot{\theta}_0$ et de Δ^*_{int} pour les niveaux d'effort appliqués lors des essais de fatigue, ainsi que pour l'amplitude d'effort estimée à N=106 Cycles (voir Tableau 5.4), nous proposons en **Figure 5.48** une superposition de ces derniers résultats avec ceux obtenus sur éprouvettes. Nous constatons que les niveaux d'énergie dissipée évalués sont très proches de ceux estimés par le critère énergétique.

Fa [kN]	$\dot{\theta}_0[°C.s^{-1}]$	$\Delta^*_{int}\ [J.m^{-3}]$	Nr [cycles]
4.5	0.014	2.90E+4	1E+6
6	0.025	5.19E+4	1.50E+5
7	0.035	7.26E+4	5.38E+4

Tableau 5.4 : Evaluation de $\dot{\theta}_0$ et de l'énergie dissipée pour la pièce en PA66GF50 RH45% à partir des essais de fatigue et de l'évaluation empirique obtenue lors des essais d'auto-échauffement.

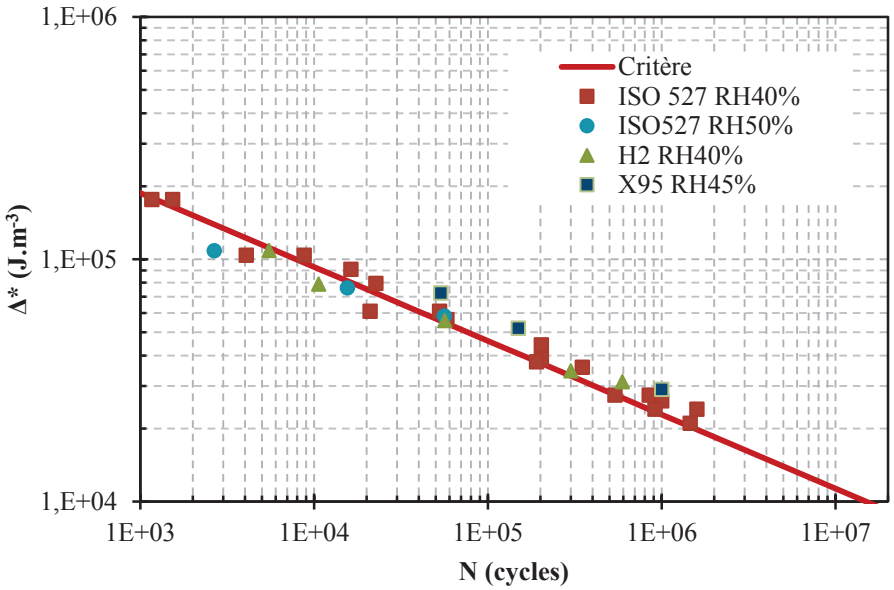


Figure 5.48 : Comparaison de l'énergie dissipée estimée lors des essais sur pièce structurelle RH45% en PA66GF50 et le critère énergétique identifié sur éprouvettes.

Ce dernier résultat est bien sûr très encourageant car il offre la possibilité d'appliquer le protocole d'auto-échauffement dans le cadre de pièces structurelles complexes.

4.4 Conclusions et perspectives

La mesure des champs de température en surface d'une pièce structurelle complexe permet d'identifier la localisation des mécanismes dissipatifs activés lors de sollicitations cycliques. La localisation des points chauds et le suivi de fissuration est tout à fait envisageable ce qui tend à préconiser l'utilisation de ce moyen de caractérisation pour le suivi d'essais d'endurance sur pièces structurelles, afin d'assurer la bonne détection de l'amorçage, voire l'étude de la propagation.

L'application de l'approche « 0D » est une nouvelle fois mise en échec du fait de la complexité géométrique de la pièce étudiée ($\tau_{éq}$ impossible à identifier). Une approche en « $\dot{\theta}_0$ » semble très prometteuse puisque les niveaux d'énergie dissipée ainsi estimés semblent en bonne corrélation avec le critère énergétique identifié sur éprouvettes ISO527.

5 Conclusions

Ce chapitre révèle des travaux à l'état exploratoire qui ouvrent des perspectives intéressantes quant à l'applicabilité d'une démarche de caractérisation rapide des propriétés en fatigue d'un Polyamide renforcé à différents niveaux d'échelle d'observation.

Ainsi, la mise en évidence de l'hétérogénéité des termes sources dans l'épaisseur d'une éprouvette ISO527 en PA66GF50, permet d'envisager une nouvelle contribution dans la modélisation du comportement thermomécanique lors des essais d'auto-échauffement, et ainsi

une meilleure prédiction de la durée de vie en tenant compte de la microstructure en présence. Néanmoins ces travaux doivent être confirmés par une campagne d'essais mettant en œuvre des microstructures variables, ainsi qu'une meilleure maitrise des conditions limites lors de mesures en auto-échauffement. Ils ont le mérite d'ouvrir une voie jusqu'alors peu étudiée dans le cas des SGFRT.

L'analyse des mesures thermomécaniques issues des essais d'auto-échauffement pratiqués sur des éprouvettes de structure, ou sur des pièces prototypes, a révélé que la thermographie infrarouge est un outil précieux et plus précis que l'analyse les données mécaniques en temps réel. En effet, elle permet la détection des points chauds, et donc la détection de l'amorçage très localisée à l'échelle d'une structure complexe. Nous avons mis en évidence qu'un suivi de fissuration était envisageable malgré l'aspect brusque de la propagation sur un PA66GF50. Soulignons néanmoins que la maîtrise des conditions limites (isolation thermique du montage expérimental) est un point clé à ne pas négliger dans l'optique d'une transposition de ces méthodes dans l'industrie.

L'étude en caractérisation rapide d'éprouvettes de structure et d'une pièce industrielle complexe, a démontré l'applicabilité de la démarche à d'autres géométries que celle d'une éprouvette standard. L'approche « 0D » est logiquement mise en échec pour prévoir la courbe S-N. Nous proposons avec succès une approche basée sur l'estimation de l'énergie dissipée à partir de la vitesse de montée en température lors des premiers cycles. Cette méthode, dite en $\dot{\theta}_0$, offre une estimation du niveau d'énergie dissipée qui semble pertinente. Nous ne disposons pas, à l'heure actuelle, de résultats en fatigue permettant de valider l'application du critère énergétique (identifié sur les éprouvettes standards en PA66GF50) au cas des éprouvettes de structure. Il est donc difficile de conclure. Néanmoins, un dépouillement empirique de la courbe reliant l'énergie dissipée à l'amplitude de contrainte semble en bonne corrélation avec la limite d'endurance connue (à $N=10^6$ cycles). Nous proposerons dans les semaines à venir une comparaison des énergies dissipées mesurées et des énergies dissipées évaluées par le critère : elles devraient être logiquement différentes du fait de fraction volumique significativement moindre. Dans le cas contraire, ce constat relancerait le débat sur l'origine des mécanismes pilotant la fatigue des Polyamides renforcés : si l'énergie dissipée, pour une endurance limitée donnée, est la même pour deux fractions volumiques de renfort différentes, il serait alors probable que cette énergie dissipée proviennent d'un phénomène d'endommagement matriciel.

La campagne de fatigue effectuée sur les pièces prototypes, a permis de valider le critère énergétique et le protocole de caractérisation rapide. En effet, les énergies dissipées par cycle estimées pour chaque point de fatigue sont très proches de la prévision faite à l'aide du critère énergétique : il est donc envisageable d'estimer la courbe d'endurance en énergie dissipée pour une structure complexe à partir d'essais d'auto-échauffement, en appliquant un critère énergétique identifié sur éprouvette standard. La **Figure 5.49** illustre d'ailleurs la très bonne prédiction du protocole de caractérisation rapide pour les différents essais réalisés. Cet objectif majeur de notre étude peut être considéré comme atteint.

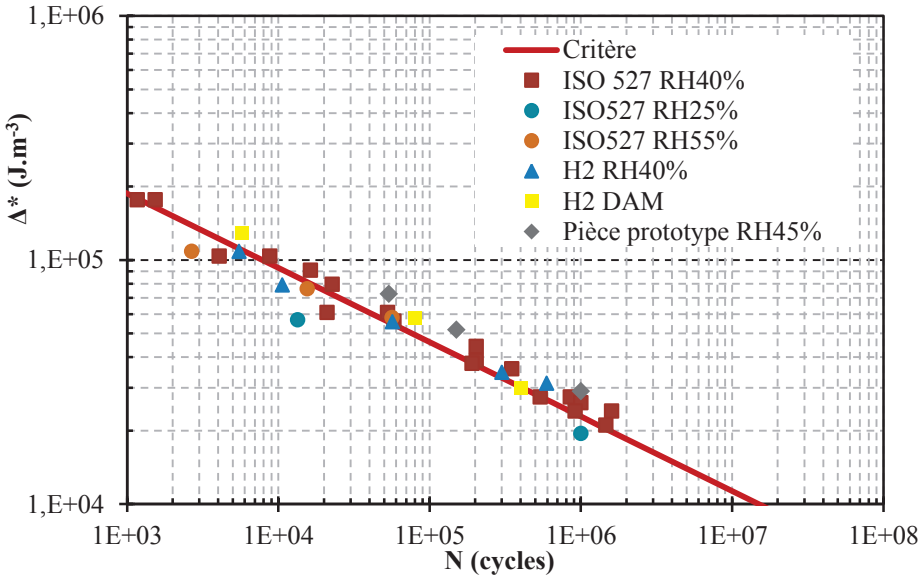


Figure 5.49 : Courbe d'endurance unifiée en énergie dissipée et principaux essais sur éprouvettes ou pièces pour un PA66GF50.

Conclusion et perspectives

La problématique générale de cette étude était d'étudier le comportement en fatigue d'un polymère renforcé par des fibres de verre pour des applications automobiles structurelles. Au regard de la complexité des différentes problématiques soulevées par cette vaste thématique, nous avons proposé d'accélérer la caractérisation d'un Polyamide renforcé en appliquant un protocole d'auto-échauffement qui avait déjà fait ses preuves dans le cadre de l'étude en fatigue des matériaux métalliques.

L'objectif ciblé de notre étude était donc de prédire la durée de vie d'un PA66GF50 en un minimum d'essais, sachant que la démarche utilisée devrait s'appliquer aussi bien à l'étude sur éprouvettes de l'influence des conditions d'usage (exemple : le taux d'humidité relative du matériau, etc.), qu'à l'étude des paramètres liés au procédé d'injection (exemple : l'orientation des fibres, etc.). De plus, le protocole de caractérisation rapide devait également être transposable sur des pièces structurelles complexes (exemple : support moteur).

Nous disposions au LBMS des outils et des procédures de mesure thermique, mis au point lors de la thèse de Vincent Le Saux *(Le Saux, 2010)* concernant l'étude de la durée de vie des élastomères. Il nous fallait néanmoins adapter ces dispositifs à l'étude de notre matériau et simultanément générer et caractériser des microstructures types : ainsi, plusieurs familles d'éprouvettes ont permis de matérialiser l'effet de paramètres majeurs sur la durée de vie d'un polymère renforcé (reprise en eau, longueur et orientation des fibres, géométrie de l'éprouvette, présence d'une ligne de soudure, température du moule, pression de compactage). Chaque famille d'éprouvette a été largement caractérisée afin d'obtenir un maximum d'informations sur le matériau en présence (microstructure cœur/peau, taux de cristallinité, taux de renfort, distribution de longueurs des fibres, etc). Dans ce cadre, de nombreux moyens de caractérisation ont été utilisés : MEB, Microscopie optique, DSC, ATG, DMA, Microtomographie à rayons X, etc.

Dans un premier temps, le protocole d'auto-échauffement a été développé sur une famille d'éprouvette standard ISO527, avec un ratio d'humidité relative maîtrisé de 40%. Cet outil thermomécanique, basé sur l'utilisation de la thermographie infrarouge, nous a permis de mettre en évidence :

- une stabilisation de la température moyenne compensée en surface des éprouvettes pour un nombre de cycles inférieur à 2000 (fréquence de 1Hz);
- un auto-échauffement faible (<10°C) permettant de limiter toute influence de la température sur les mécanismes dissipatifs observés ;
- un retour à l'équilibre thermique possible en moins de 10 minutes (recouvrement programmé) ;
- un comportement thermomécanique à seuil, mais avec une augmentation de la différence de température en régime stabilisé plus progressive que dans le cas des matériaux métalliques ;
- une très bonne répétabilité des essais et une influence négligeable de l'histoire du chargement ;

- des termes sources constant au cours de chaque palier d'auto-échauffement ayant stabilisé (aires d'hystérésis similaires en début et en fin de palier).

Les analyses mécaniques et microstructurales réalisées (faciès de rupture au MEB et microtomographie à rayons X) confirme l'existence d'un seuil d'origine mécanique (activation de viscoplasticité ou d'endommagement). L'analyse des aires d'hystérésis lors d'essais d'endurance nous confirme la pertinence de notre protocole d'auto-échauffement (composé de blocs de 2000 cycles) car l'énergie totale semble stabiliser à 1000 cycles pour les niveaux d'amplitude de contraintes qui nous intéressent. Une campagne d'essais en fatigue a permis de mettre en évidence la pertinence d'un dépouillement empirique des courbes d'auto-échauffement obtenues : une limite d'endurance limitée à $N=10^6$ cycles peut ainsi être estimée en première approche. Ce premier résultat est certes encourageant mais n'utilise pas l'ensemble de la courbe d'auto-échauffement et ne permet pas de disposer d'une courbe d'endurance complète. De plus, la précision de cette évaluation dépend fortement du nombre de paliers choisi et des valeurs d'amplitudes de contraintes associées.

La température n'étant pas une grandeur physique intrinsèque au matériau étudié, nous avons identifié les termes sources responsables des conséquences de la dissipation mesurée, en appliquant un certain nombre d'hypothèses simplificatrices à l'équation de la chaleur (approche 0D). Nous avons pu ainsi relier la différence de température moyenne mesurée en surface des éprouvettes à la dissipation intrinsèque par cycle en régime stationnaire pour une fréquence de sollicitation donnée. Une constante de temps caractéristique des conditions thermiques en présence doit alors être identifiée sur les courbes de refroidissement (recouvrement programmé). L'énergie dissipée ainsi évaluée est en plein accord avec les niveaux d'énergie mesurés à travers les boucles d'hystérésis, ce qui confirme la pertinence des hypothèses réalisées.

Nous avons proposé l'application d'un critère en énergie dissipée reliant le nombre de cycle à la rupture N_r à la dissipation intrinsèque par cycle en régime stationnaire Δ^*_{int}. Ce critère est composé de 2 paramètres facilement identifiables de manière analytique puisque nous disposons pour chaque essai d'auto-échauffement de 2 couples de points (Δ^*_{int} ; N_r). Le premier provient de l'évaluation graphique à $N=10^6$ cycles et le second du nombre de cycles observé si l'on conduit le dernier palier jusqu'à la rupture. L'évaluation du critère est en très bonne corrélation avec les points de fatigue obtenus sur les éprouvettes ISO527 RH40%. Ce deuxième résultat est majeur. Nous avons alors décidé de confronter le protocole d'auto-échauffement et le critère énergétique à une famille d'éprouvette de volume inférieur et de microstructure légèrement différente, ainsi qu'à des variations maîtrisées de reprise en eau : la prédiction du critère s'avère, dans les deux cas, très bonne. Nous avons donc proposé une courbe unifiée de référence reliant la dissipation intrinsèque par cycle au nombre de cycles à la rupture. L'énergie dissipée semble être un indicateur pertinent de la durée de vie du PA66GF50 dans les conditions d'essai testées. Le premier objectif majeur de nos travaux est atteint.

Nous avons complété cette étude en appliquant le critère à des essais réalisés sur des éprouvettes matérialisant les variations des paramètres supposés influents (liés au procédé)

afin d'établir entre eux une certaine hiérarchie. Une comparaison avec un dépouillement empirique à systématiquement été appliqué. Nous avons pu valider la bonne corrélation entre l'outil graphique et la prédiction du critère. Ainsi, à travers les familles d'éprouvettes testées, nous pouvons conclure à l'influence très significative sur la durée de vie de la reprise en eau, de l'orientation des fibres et la distribution de longueurs des fibres. Nous n'avons pas observé une influence significative des paramètres procédés étudiés (température du moule et pression de compactage). Ce dernier point serait à étudier avec une famille éprouvette de structure plus discriminante en termes de microstructure obtenue.

Afin d'atteindre notre dernier objectif, il nous fallait transposer la démarche de caractérisation rapide à d'autres échelles d'observation :

- l'échelle de la microstructure afin de vérifier le lien supposé entre l'orientation des fibres et les mécanismes dissipatifs identifiés ;
- l'échelle de la structure complexe.

Les hypothèses de l'approche 0D ne sont pas applicables ici : l'identification d'une constante de temps caractéristique des essais mécaniques, à travers la forme simple d'une loi exponentielle, n'est pas possible. Ainsi, nous avons développé une analyse basée sur la vitesse de variation de différence de température sur les 2 premiers cycles de chaque palier d'auto-échauffement programmé : approche dite en $\dot{\theta}_0$. Cette échelle de temps (1s) étant beaucoup plus courte que le temps caractéristique habituel de diffusion (100s en moyenne), nous pouvons établir pour chaque niveau d'effort, ou d'amplitude de contrainte, une cartographie des termes sources sur la surface mesurée.

Cette analyse a permis de mettre en évidence une hétérogénéité certaine des termes sources au sein de la microstructure d'une éprouvette ISO527 RH40% mesurée sur la tranche (après usinage de la peau). Ce résultat est intéressant, car il ouvre des perspectives en termes d'échelle de modélisation pour les mécaniciens. Il serait intéressant de compléter cette première étude par un plan d'expériences visant à relier de manière certaine la localisation des termes sources à la microstructure en présence. Nous proposons pour cela l'utilisation d'éprouvettes découpées dans des plaques par exemple car elles possèdent une transition cœur/peau brusque et qu'elles permettent en fonction de l'orientation réputée d'isoler certains mécanismes de déformation (exemple : cisaillement à l'interface cœur/peau).

L'utilisation de la thermographie infrarouge pour l'étude en auto-échauffement d'éprouvettes de structure et de pièces prototypes complexes s'est révélée très fructueuse. En effet, outre la détection des points chauds et la détection instantanée de l'amorçage, nous avons pu démontrer sur les éprouvettes de structure qu'un suivi de la fissuration (propagation) était tout à fait envisageable. Nous avons également, en appliquant l'approche en $\dot{\theta}_0$, pu quantifier l'énergie dissipée par cycle en surface de nos mini-structures et ainsi envisager l'utilisation de la démarche de caractérisation rapide à des géométries et à des microstructures complexes. Malheureusement, ne disposant pas encore d'une campagne de fatigue à 1Hz sur ces pièces en PA66GF35, nous n'avons pas pu valider l'application du critère énergétique. Nous avons néanmoins pu valider la démarche entière (auto-échauffement et analyse en $\dot{\theta}_0$), avec le

critère énergétique préalablement identifié sur les éprouvettes ISO527, sur des pièces prototypes (supports moteurs). L'évaluation de la courbe d'endurance est bonne ce qui confirme la possibilité d'utiliser l'énergie dissipée intrinsèque par cycle comme indicateur de la durée de vie d'une pièce industrielle. Notre dernier objectif est donc atteint.

Ce travail ouvre un certain nombre de perspectives à court, moyen et long termes. Tout d'abord, il pourrait être intéressant de comparer la prédiction d'un modèle thermomécanique aux résultats de nos mesures thermiques afin de mieux les interpréter. Ce modèle devra prendre en compte l'anisotropie du matériau (orientation des fibres par exemple). Les éprouvettes de structure sont un bon support pour ce genre d'étude. A court terme, il serait d'ailleurs judicieux d'étudier l'influence des différents paramètres du procédé d'injection sur des éprouvettes de structure (chemin d'écoulement plus complexe que sur éprouvettes standards). Toujours à court terme, l'étude de l'hétérogénéité des termes sources en lien avec la microstructure générée (gradient d'orientation des fibres) devrait être approfondie en mesurant par exemple la tranche usinée d'une éprouvette découpée dans une plaque d'épaisseur fine (variation nette et brutale d'orientation).

A moyen terme, nous pourrions envisager le développement d'un modèle probabiliste intégrant par exemple une population de défauts et une énergie d'activation critique (évènement déterministe du type orientation, variabilité de fraction volumique de fibres, etc.). A moyen terme toujours, les sujets des chargements multiaxiaux, du type de sollicitation (exemple : rapports de charges variables, pause en fluage pendant un essai cyclique, etc) et du cumul d'endommagement devront être traités : ces problématiques sont très importantes vis-à-vis du cahier des charges de l'application industrielle automobile.

A long terme, nous pouvons entrevoir deux perspectives différentes. La première pourrait être l'application de la démarche de caractérisation rapide en fatigue à des matériaux composites à fibres longues ou continues. Ces familles de matériaux intéressent grandement les industriels pour d'autres applications industrielles structurelles (châssis, etc.). La deuxième perspective est de réussir le défi de quantifier l'énergie dissipée sur une structure complexe soumise à des cas de chargement complexes et variables, ainsi qu'à des conditions environnementales variables. Nous avons prouvé que les critères énergétiques pouvaient être pertinents : la durée de vie pourrait alors être prévue numériquement sans essais sur prototype (temps et coût supplémentaire dans le développement du produit).

Bibliographie

Advani SG et Tucker III, CL The use of tensors to discribe and predict fiber orientation in short fiber composites. - Journal of Rheology, 1987. - Vol. 31, pp. 751.
Akay Barkley Fibre orientation and mechanical behaviour in reinforced thermoplastic injection mouldings - Journal of materials science, 1991. - Vol 26, pp. 2731-2742.
Andriyana A - Silva L - Billon N Mechanical response of short fiber reinforced thermoplastic: experimental investigation and continuous mechanical modeling - European Journal of Mechanics-A/Solids, 2010. - Vol. (article soumi).
Avérous Quantin, Gréspy Determination of the microtexture of reinforced thermoplastics by image analysis - Composites Science and Technology - Vol 58, 377-387, 1997.
Barbouchi S - Bellenger V - Tcharkhtchi A Effect of water on the fatigue behaviour of a pa66/glass fibers. - J Mater Sci , 2007. - Vols. 42, pp. 2181–2188.
Bay RS - Tucker III CL Fiber orientation in simple injection moulding. part i : Theory and numerical methods. - Polymer Composite, 1992a. - Vols. 13 (issue 4), pp. 317-331.
Bay RS - Tucker III CL Fiber orientation in simple injection moulding. part ii : Experimental results. - Polymer Composite, 1992b. - Vols. 13 (issue 4), pp. 332-341.
Bellenger V - Tcharkhtchi A - Castaing P Thermal and mechanical fatigue of a PA66/glass fibers composite material. - International Journal of Fatigue, 2006. - Vols. 28 (Issue 10), pp. 1348–1352.
Bernasconi A - Cosmi F Analysis of the dependence of the tensile behaviour of a short fibre reinforced polyamide upon fibre volume fraction, length and orientation. - Procedia Engineering ICM11, 2011.
Bernasconi A - Davoli P - Armanni C Fatigue strength of a clutch pedal made of reprocessed short glass fibre reinforced polyamide. - International Journal of Fatigue , 2010. - Vols. 32, pp. 100–107.
Bernasconi A - Davoli P - Basile A - Filippi A Effect of fibre orientation on the fatigue behaviour of a short glass fibre reinforced polyamide-6. - International Journal of Fatigue, 2007b. - Vols. 29, pp. 199–208.
Bernasconi A - Davoli P - Basile A- Filippi A Effect of fibre orientation on the fatigue behaviour of a short glass fibre reinforced polyamide-6. - International Journal of Fatigue, 2007b. - Vols. 29, pp.199–208.
Bernasconi A - Davoli P - Rossin D - Armani C Effect of reprocessing on the fatigue strength of a fibreglass reinforced polyamide. - Composites: Part A, 2007a. - Vols. 38, pp. 710–718. - pp. 710–718.
Bernasconi A- Kulin RM Effect of Frequency Upon Fatigue Strength of a Short Glass Fiber Reinforced Polyamide 6: A Superposition Method Based on Cyclic Creep Parameters. - Polymer Composites, 2009. - Vols. 30 (Issue 2), pp. 154–161.
Bernasconi Analysis of the effect of mechanical recycling upon tensile strength of a short glass fibre reinforced polyamide 6.6 - Engineering Fracture Mechanics. - 2007c. - Vol 74 - pp. 627–641.
Berrehili A - Nadot Y - Castagnet S - Grandidier JC - Dumas C Multiaxial fatigue criterion for polypropylene - automotive applications. - International Journal of Fatigue, 2010. - Vols. 32 (Issue 8), pp. 1389–1392.
Bijsterbosch H - Gaymans RJ Polyamide 6-Long Glass Fiber Injection Moldings. - Polymer composites, 1995. - Vols. 16 (n°5), pp. 363-369.
Boisot G Mécanismes et modélisation mécanique de la déformation, de l'endommagement et de la rupture du Polyamide 11 pur et renforcé choc. - Paris - Thèse de Doctorat ENSMP, 2009.

Bouaziz AL - Zairi F - Naït-abdelaziz M - Gloaguen JM - Lefebvre JM Micromechanical modelling and experimental investigation of random discontinuous glass fiber polymer-matrix composites. - Composites and science and technology, 2007. - Vols. 67 (n°15-16), pp. 3278-3285.

Bowden PB -Young RJ Deformation mechanisms in crystralline polymers. - Journal of materials science, 1974. - Vols. 9 - pp. 2034-2051.

Bowyer WH - Bader MG On the re-inforcement of thermoplastics by imperfectly aligned discontinuous fibres - Journal of materials science , 1972- Vol 7, pp. 1315-1321.

Bright PF - Crowsonet RJ - Folkes MJ A study of the effect of injection speed on fibre orientation in simple mouldings of short glass fibre-filled polypropylene. - Journal of Material Sciences, 1978. - Vols. 13, pp. 2497-2506.

Callister WD Science et génie des matériaux. - Canada : Dunod, 2001.

Calloch S - Doudard C - Hild F - Poncelet M - Weber B - Galtier A Dialogue essais-modèle pour l'interprétation des liens entre mesure d'auto-échauffement sous chargement cyclique et fatigue polycyclique - Revue de Métallurgie, 2010 -Vol. 107, pp. 83-91.

Castagnet S - Girault S - Gacougnolle JL - Dang P Cavitation in strained polyvinylidene fluoride: mechanical and x-ray experimental studies. - Polymer, 2000. - Vols. 41 (issue 20), pp. 7523–7530.

Charkaluk E - Constantinescu A. Dissipative aspects in High Cycle Fatigue, 2009. - Mechanics and Materials.

Cox HL The elasticity and strength of paper and other fibrous materials. - British J Appl Phys, 1952. - Vols. 3, p. 72.

Curtis PT - Baderet MG - Bailey JE The stiffness and strength of a polyamide thermoplastic reinforced with glass and carbon fibres. - Journal of materials science, 1978. - Vols. 13 (number 2) , pp. 377-390.

Darlington MW - Smith AC Some features of the injection moulding of short fibre reinforced thermoplastics in centre sprue-gated cavities. - Polymer Composite, 1987. - Vols. 8 (issue 1), pp. 16-21.

De Monte M - Moosbrugger E - Jaschek K - Quaresimin M Multiaxial fatigue of a short glass fibre reinforced polyamide 6.6 – Fatigue and fracture behaviour. - International Journal of Fatigue, 2009. - Vols. 32 (n°1), pp.17-28.

Detrez F Nanomécansimes de déformation des polymères semi-cristallins - Lille : Thèse de Doctorat Université des sciences et technologie de Lille, 2008.

Doghri I - Tinel L Micromechanical modeling and computation of elasto-plastic materials reinforced with distributed-orientation fibers. - International Journal of Plasticity, 2005. - Vols. 21, pp. 1919-1940.

Doudard C - Poncelet M - Calloch S - Boue C - Hild F - Galtier A Determination of an HCF criterion by thermal measurements under biaxial cyclic loading. - International Journal of Fatigue, 2007. - Vols. 29, pp. 748–757.

Doudard C Détermination rapide des propriétés en fatigue à grand nombre de cycles à partir d'essais d'échauffement. Thèse de Doctorat - ENS Cachan, 2004.

Dray D Prédictions des propriétés thermo-élastiques d'un composite injecté et chargé de fibres courtes. Thèse de Doctorat - ENSAM Paris, 2006.

Dupont de Nemours Modélisation numérique - 2007.

Eriksson PA - Albertson AC - Boydell P - Eriksson K - Manson JAE Reprocessing of Fiberglass Reinforced Polyamide 66:Influence on Short Term Properties. - Polymer Composites, 1996. - Vols. 17 (December issue 6), pp. 823-829.

Esmaeillou B - Fitoussi J - Lucas A - Tcharkhtchi A Multi-scale experimental analysis of the tension-tension fatigue behavior of a short glass fiber reinforced polyamide composite. - Procedia Engineering ICM11, 2011. - Vols. 10, pp. 2117–2122.

Etienne G - David L Introduction à la physique des polymères - Paris : Dunod, 2002.
European Parliament Emission performance standards for new passenger cars. - 2008.
Ezanno A - Doudard C - Calloch S - Millot T - Heuze JL Effet du procédé de compaction isostatique à chaud sur les propriétés à la fatigue polycyclique d'un alliage cuproaluminium de fonderie. - Revue de Métallurgie, 2010. - Vols. 107, pp. 83-91.
Facchinetti ML - Werber B - Doudard C - Calloch S Coupling of forming process and fatigue design computations: a local approach. - Advanced Engineering Materials, 2009. - Vols. 11 (n°9), pp.736-741.
Fédération de la plasturgie Panorama de la plasturgie [Rapport]. - 2011-2012.
Ferreira JAM - Costa JDM - Richardson MOW Effect of notch and test conditions on the fatigue of a glass-fibre-reinforced polypropylene composite. - Composites Science and Technology, 1997. - Vols. 57 (issue 9-10) ,pp. 1243-1248.
Ferreiro V - Pennec Y - Seguela R - Coulon G Shear banding in polyamide 6 films as revealed by atomic force. - Polymer, 2000. - Vols. 41, pp. 1561–1569.
Florin P Rapport de stage Master recherche. ENSTA Bretagne, 2000.
Folgar F - Tucker III JL Orientation behavior of fibers in concentrated suspensions. - Journal of Reinforced Plastics and Composites, 1984. - Vols. 3 (n°2 Avril), pp. 98-119.
Fond C - G'Sell C Localisation des déformations et mécanismes d'endommagements dans les polymères multiphasés. - Mécanique & Industries, 2002. - Vols. 3 (issue 5), pp. 431–438.
François D Essais mécaniques et lois de comportement [Book]. Hermès, 2001.
Fu SY - Lauke B Effects of fiber Lenght et fiber orientation distributions on the tensile strength of short fibers reinforced polymers - Composite Science and Technology. - 1996. - Vol. 56, pp. 1179-1190.
Fu SY - Lauke B - Zhang YH - Mai YW On the post-mortem fracture surface morphology of short fiber reinforced thermoplastics. - Composites: Part A, 2005. - Vols. 36, pp. 987–994.
Gaier G - Unger B - Dannbauer H Multiaxial fatigue analys of orthotropic materials. - Revue de métallurgie, 2010. - Vols. 107 (n°9), pp. 369-375.
Galeski A - Argon AS - Cohen RE Changes in the morphology of bulk spherulitic nylon 6 due to plasticity deformation. - Macromolecules, 1988. - Vols. 21, pp.2761-2770.
Gaussorgues G. La thermographie infrarouge. Principes, technologie. [Book]. - Technique et Documentation (Lavoisier), 1984.
Gillepsie JW - Vanderschuren JA - Pipes RB Process induced fibre orientation : numerical simulation with experimental verification. - Polymer Composite, 1985. - Vols. 6, pp.82-86.
Gourgues-Lorenzon AF - Haudin JM Matériaux pour l'ingénieur. - Paris , 2006. - Vol. ENSMP.
Gupta M - Wang KK Fiber orientation and mechanical properties of short fibre reinforced injection moulding composites : simulated and experimental results. - Polymer Composite, 1993. - Vols. 14 (issue 5), pp. 367-382.
Guster C - Pinter G - Mösenbacher A - Eichlseder W Evaluation of a Simulation Process for Fatigue Life Calculation of Short Fibre Reinforced Plastic Components. - Procedia Engineering ECM11, 2011. - Vols. 10, pp.2104-2109 .
Guster CH- Pinter G - Eichlsederet R - Lang RW The influence of fiber-orientation and stress ratio on the fatigue behavior pf short glass fiber reinforced polymers. - Proceedings ANTEC, pp. 284-288, 2007.
Handa K - Kato A - Narisawa I Fatigue Characteristics of a Glass-Fiber-Reinforced Polyamide. - Journal of Applied Polymer Science, 1999. - Vols. 72, pp. 1783–1793.
Hartmann J - Moosbrugger E - Büter A Variable amplitude loading with components made of short fiber reinforced polyamide 6.6. - Procedia Engineering ECM11, 2011. - Vols. 10, pp. 2009–2015.

Herman WA - Hertzberget RW - Manson JA The influence of loading history on fatigue in engineering plastics. - Journal of materials science , 1990. - Vols. 25 (n°1), pp. 434-440.
Hoppel CPR - Pangborn RN - Thomson RW Damage Accumulation during Multiple Stress Level Fatigue of Short-Glass-Fiber Reinforced Styrene-Maleic Anhydride. - Journal of thermoplastic composite materials, 2001. - Vols. 14 (n°1), pp. 84-94 .
Horst JJ - Spoormaker JL Fatigue fracture mechanisms and fractography of short-glassfibre-reinforced polyamide 6. - Journal of materials science , 1997. - Vols. 32, pp. 3641-3651.
Horst JJ - Spoormaker JL Mechanisms of Fatigue in Short Glass Fiber reinforced polyamide. - Polymer engineering and science, 1996. - Vols. 36 (n° 22 Novembre), pp. 2718–2726.
Horst JJ - Salienko NV - Spoormaker JL Fibre-matrix debonding stress analysis for short fibre-reinforced materials with matrix plasticity, finite element modelling and experimental verification - Composites Part A, 1998. - Vol. 29A, pp. 525-531.
International Energy Agency Key World Energy Staristics. - 2011. - p. 20.
ISO-527-1 Plastiques - détermination des propriétés en traction - Partie 1: Principes généraux [Norme]. - 1993.
Jeffery GB The motion of ellispsoidal particules immersed in a viscous fluid. - Proc. R. Soc. Lond. A, 1922. - Vols. 102 (Septembre), pp. 161-179.
Jia N - Kagan VA Effects of time and temperature conditions on the tensile-tensile fatigue behavior of short fiber reinforced polyamides. -Polymer Composites, 1998. - Vols. 19 (Issue 4), pp. 408–414.
Katho A - Handa K - Narisawa I Damage Behavior in Multi-Stage Fatigue Testing of Glass-Fiber-Reinforced Polyamide 66. - Polymer Composites, 2004. - Vols. 25 (Issue 1), pp. 60–81.
Klimkeit B Etude expérimentale et modélisation du comportement en fatigue multiaxiale d'un polymère renforcé pour application automobile. - Thèse de doctorat - ENSMA Poitier, 2009.
Krapez JC - Pacou D - Bertin C Application of lock-in thermography to a rapid evaluation of the fatigue limit in metals.. - Int. Workshop on Advanced Infrared Techn. and Appl., pp. 379–385, Venezia (Italy), 1999.
Kujawski D - Ellyin F A unified approach to mean stress effect on fatigue threshold conditions. - International Journal of Fatigue, 1995. - Vols. 17(n°2), pp.101-106.
Kuksenko V - Tamuz V Fracture micromechanics of polymer materials. - The Hague, 1981. - Vol. Martinus Nijhoff Publishers.
La Rosa G - Risitano A Thermographic methodology for rapid determination of the fatigue limit of materials and mechanical components.. - International Journal of Fatigue, 2000. - Vols. 22(n°1), pp. 65–73.
Lang RW - Manson JA - Hertzberg RW Mechanisms of fatigue fracture in short glass fibre reinforced polymers. - Journal of materials science 22 , 1987. - Vols. 22 (n°11), pp. 4015 4030.
Launay A - Maitournam MH - Marco Y - Raoult I - Szmytka F Cyclic behaviour of short glass fibre reinforced polyamide: experimental study and constitutive equations. - International Journal of Plasticity, 2011. - Vols. 27, pp. 1267-1293.
Launay A - Marco Y - Maitournamb MH - Raoult I Influence of temperature and relative humidity on the cyclic behaviour of a short glass fibre reinforced polyamide. - Mechanics of Materials, 2012.
Launay A - Maitournam MH - Marco Y - Raoult I Multiaxial fatigue models for short glass fiber reinforced polyamide: constitutive behaviour and lifetime - 2012. - Vol. International Journal of Fatigue (sumitted).

Le Saux V - Marco Y - Calloch S - Charrier P - Taveau D Heat build-up rubber under cyclic loadings: validation of an efficient demarche to predict the temperature fields - Rubber Chemistry and Technology, 2012.
Le Saux V Fatigue et vieillissement des élastomères en environnements marin et thermique: de la caractérisation accélérée au calcul de structure. - Thèse de Doctorat- UBO Brest, 2010.
Lemaitre J - Chaboche JL Mécanique des matériaux solides (seconde édition) - Dunod, 2004.
Liaw PK - Wang H - Jiang L - Yang B - Huang JY - Kuo RC - Huang JG Thermographic detection of fatigue damage of pressure vessel steels at 1000 Hz and 20 Hz.. - Scripta Materiala, 2000. - Vols. 42(n°4), pp. 389–395.
Lin L - Argon S Review Structure and plastic deformation of polyethylene. - Journal of materials science, 1994. - Vols. 29, pp. 294-323.
Luong MP Infrared thermography of fatigue in metals.. - Proceedings of SPIE, 1992. - Vol. 1682, pp. 222–233.
Luyé JF - Régnier G - Le Bot Ph - Delaunay D - Fulchiron R PVT measurement methodology for semicrystalline polymers to simulate injection-molding process. - Journal of applied polymer science, 2000. - Vols. 79, pp.302-311.
Mallick PK - Zhou Y "Effect of mean stress on the stress-controlled fatigue of a short E-glass fiber reinforced polyamide 6-6. - International Journal of Fatigue , 2004. - Vols. 26, pp. 941–946.
Mandell JF - Huang DD - McGarry J Fatigue of Glass and Carbon Fiber Reinforced Engineering Thermoplastics. - Polymer Composites, 1981. - Vols. 2 (n°3), pp. 137-144.
Marco Y Caractérisation multi-axiale du comportement et de la microstructure d'un semi-cristallin: application au PET. - Thèse de Doctorat ENS Cachan, 2003.
Mégally A Etude et Modélisation de l'orientation de fibres dans des thermoplastiques renforcés. - Thèse de Doctorat ENSMP - Paris, 2005
Mehan ML - Shadler LS Micromechanical behavior of short-fiber polymer composites. - Composites Science and Technology, 2000. - Vols. 60, pp. 1013-1026.
Meraghni F - Descrumaux F - Benzeggagh ML Implementation of a constitutive micromechanical model for damage analysis in glass mat reinforced composite structures. - Composites science and technology, 2002. - Vols. 62(n°16), pp. 2087-2097.
Moldflow . - 2006. - Vol. Tutorial MPI Fibre.
Mori T - Tanaka K Average stress in matrix and average elastic energy of materials with misfitting inclusions. - Acta Metallurgica, 1973. - Vols. 21, pp.571-574.
Mouhmid B - Imad A - Benseddiq N - Benmedakhene S - Maazouz A A study of the mechanical behaviour of a glass fibre reinforced polyamide 6,6: Experimental investigation. - Polymer Testing , 2006. - Vols. 25 (n°4), pp. 544–552.
Mourglia E Compréhension des mécanisme physique de fatigues dans le PA vierge et renforcé de fibres de verre.. - Lyon : Thèse de Docorat INSA Lyon - CNRS Rhodia, 2009.
Munier R Etude de la fatigue des aciers laminés à partir de l'auto-échauffement sous sollicitation cyclique: essais, observations, modélisation et influence d'une pré-déformation plastique. Thèse de doctorat - UBO Brest, 2012.
Ngargueudedjim Contribution à l'étude des lois d'endommagement en fatigue - Thèse de doctorat - INSA Lyon, 2003.
Noda K - Takahara A - Kajiyama T Fatigue failure mechanims of short-fiber reinforced nylon 66 based on nonlinear dynamic viscoelastic measurement. - Polymer, 2001. - Vol. 42 (n°13) , pp. 5803-5811.
Noguchi H - Kim YH - Nisitani H On the cumulative fatigue damage in short carbon fiber reinforced. - Engineering Fracture Mechanics , 1995. - Vols. 51 (n°3), pp. 457-468.

O'Regan D - Akay M The distribution of fibre lengths in injection moulded polyamide composite components. - Journal of Materials Processing Technology, 1996. - Vols. 56, pp. 282-291.
Ota WN - Amico SC - Satyanarayana KG Studies on the combined effect of injection temperature and fiber content on the properties of polypropylene-glass fiber composites. - Composites Science and Technology, 2005. - Vols. 65, pp. 873–881.
Pawlak A - Galeski A Plastic deformation of cristalline polymers: the role of cavitation and crystal plasticity. - Macromolecules, 2005. - Vols. 38 (issue 23), pp. 9688-9697.
Pedroso AG- Mei LHI - Agnelli JAM - Rosa DS The influence of the drying process time on the final properties of recycled glass fiber reinforced polyamide 6. - Polymer Testing, 2002. - Vols. 21, pp. 229–232.
Perez J Matériaux non cristallins et science du désordre. - Lausanne : Presses polytehniques et universitaires romandes, 2001. - Vol. sciences appliquées INSA Lyon.
Piggott MR Expressions governing stress-strain curves in short fibre reinforced polymers. - Journal of materials science, 1978. - Vols. 13 (number 8), pp. 1709-1716.
Pillet Introduction au plan d'expériences [Book]. - [s.l.] : Dunod, 2000.
Plastiques et caoutchoucs [Article]. - Janvier-Février 2012. - N°891 : Vol. Janvier / Février. - p. 22.
Poncelet M - Doudard C - Calloch S - Hild F - Weber B Steel sheets dissipation heterogeneity measurement by use of infrared thermography. - Strain, 2010. - Vols. 46, pp.101-116.
Poncelet M Multiaxialité, hétérogénéités intrinsèques et structurales des essais d'auto-échauffement et de fatigue à grand nombre de cycles. - Thèse de Doctorat - ENS Cachan., 2007.
Redjeb A Simulation numérique de l'orientation de fibres en injection de thermoplastique renforcé. - Thèse de Doctorat ENSMP Paris, 2007.
Regrain C Comportement, endommagement et fissuration par fluage du polyamide 6. Etude expérimentale et modélisation. - Thèse de Doctorat ENSMP Paris, 2009.
Rösler Harders, Bäkerl Mechanical Behaviour of Engineering Materials [Book]. - Springer, Berlin., 2007.
Sato N - Kurauchi T - Sato S - Kamigaito O "M icrofailure behaviour of randomly dispersed short fibre reinforced thermoplastic composites obtained by direct SEM observation. - Journal of materials science, 1991. - Vols. 26, pp. 3891-3898.
Sato N - Kurauchi T - Sato S - Kamigaito O Mechanism of fracture of short glass fibre-reinforced polyamide thermoplastic. - Journal of materials science, 1984. - Vols. 19, pp. 1145-1152.
Sato N - Kurauchi T - Sato S - Kamigaito O SEM observations of the initiation and propagation of cracks in a short fibre reinforced thermoplastic composite under stress. - Journal of materials science letters , 1983. - Vols. 2 , pp. 188-190.
Schultz JM Microstructural aspects of failure in semi-crystalline polymers. - Polymer engineering and science, 1984. - Vols. 24 (n°10), pp. 770-785. - pp. 770-785.
Song DY - Takeda N - Shioya T - Nakata K Approximate analysis of the stress state near the fibre ends of short fibre-reinforced composites and the consequent microfracture mechanisms. - Composites: Part A, 1996. - Vols. 27 (issue 5), pp. 351-364.
Sonsino CM - Moosbrugger E Fatigue design of highly loaded short-glass-fibre reinforced polyamide parts in engine compartments. - International Journal of Fatigue doi: 10.1016, 2007.
Thevenet D Ruines des matériaux métalliques: mécanique de la rupture et fatigue - Cours ENSTA Bretagne (ex-ENSIETA)- Brest, 2005.

Thomason JL The influence of fibre length, diameter and concentration on the modulus of glass fibre-reinforced polyamide 6,6 - Composites: Part A 39,1618–1624, 2008.
Trotignon JP - Verdu, J - Dobracginsky, A - Piperaud, M Précis Matières plastiques, structures- propriétés, mise en oeuvre, normalisation. - Paris : Nathan, 1996.
Viana JC - Cunha M - Billion N The thermomechanical environnement and the microstructure of injection moulded polypropylene copolymer. - Polymer, 2002. - Vols. 43, pp. 4185-4196.
Viana JC -Cunha AM - Billon N The effect of the skin thickness and spherulite size on the mechanical properties of injection mouldings. - Journal of materials science, 2001. - Vols. 36, pp. 4411 – 4418.
Viana JC Development of the skin layer in injection moulding:phenomenological model. - Polymer, 2004. - Vols. 45, pp. 993–1005.
Viana JC Structural interpretation of the strain-rate, temperature and morphology dependence of the yield stress of injection molded semicrystalline polymers. - Polymer, 2005. - Vols. 46, pp. 11773–11785.
Vincent M - Agassant JF Experimental study and calculations of short glass fibre orientation in centre gated molded disks. - Polymer Composite, 1986. - Vols. 7 (issue 2), pp. 76-83.
Wöhler A Wöhler's experiments on the strength of metals [Book]. -Engineering, 4:160-161, 1867.
Zago A - Springer GS Fatigue Lives of Short Fiber Reinforced Thermoplastics Parts. - Journal of reinforced plastics and composites, 2001. - Vols. 20 (n° 7), pp. 606-620 .
Zhou Y - Mallick PK Fatigue Performance of an Injection-Molded Short E-Glass Fiber-Reinforced Polyamide 6,6. I. Effects of Orientation, Holes, and Weld Line. - Polymer Composites, 2006. - Vols. 27, pp. 230-237.
Zhou Y - Mallick PK Fatigue Performance of Injection-Molded Short E-Glass Fiber Reinforced Polyamide-6,6. II. Effects of Melt Temperature and Hold Pressure. - Polymer Composites, 2011. - Vols. 32 (Issue 2), pp. 268–276.

ANNEXES

1 ANNEXE 1 : COMPORTEMENT DES PHASES AMORPHES ET CRISTALLINES D'UN POLYMÈRE 265

1.1 COMPORTEMENT DES PHASES AMORPHES 265
1.2 COMPORTEMENT DES LAMELLES CRISTALLINES 266

2 ANNEXE 2 : NOTION DE TENSEUR D'ORIENTATION DES FIBRES 268

3 ANNEXE 3 : MODELISATION DES PROPRIETES A LA RUPTURE ET DU MODULE ELASTIQUE D'UN POLYMERE RENFORCE EN TRACTION UNI-AXIALE 270

3.1 CONTRAINTE À LA RUPTURE EN TRACTION UNI-AXIALE ET ORIENTATION DES FIBRES 270
3.2 CONTRAINTE EXERCEE DANS UNE FIBRE ET INTERFACE FIBRE-MATRICE 271
3.3 CONTRAINTE A LA RUPTURE : PRISE EN COMPTE DE L'INTERFACE ET DE L'ORIENTATION 272
3.4 MODELISATION DU MODULE ELASTIQUE ET FLD 273

4 ANNEXE 4 : NOTIONS SUR LA FATIGUE DES MATERIAUX 274

4.1 DÉFINITIONS 274
4.2 INFLUENCE DE LA CONTRAINTE MOYENNE 276
4.3 AMORÇAGE ET PROPAGATION 277
4.3.1 Amorçage et indicateurs mécaniques classiques 277
4.3.2 Propagation 278
4.4 DURÉE DE VIE ET CRITÈRES ASSOCIÉS 279
4.4.1 Lois de cumul de dommage 279
4.4.2 Critères pour l'endurance limitée 280
4.4.3 Critères pour l'endurance oligocyclique 281
4.4.4 Critères énergétiques 281

5 ANNEXE 5 : ARTICLE SUR LA CARACTERISATION RAPIDE DU PA66GF50 283

1 Annexe 1 : Comportement des phases amorphes et cristallines d'un polymère

1.1 Comportement des phases amorphes

Nous pouvons distinguer 3 types de phases amorphes : la phase amorphe de masse (régions non cristallisée), la phase amorphe inter-lamellaire dite « libre » et la phase amorphe inter-lamellaire dite « liée ». La première et la seconde sont confinées mécaniquement entre des régions cristallisées, mais gardent une certaine liberté de déformations. La troisième, comme son nom l'indique, est étroitement lié à une phase cristalline avoisinante. Ceci a pour conséquence une moindre mobilité et orientation influencée par la région cristalline associée. Ainsi le comportement des phases amorphes dépendent, en plus de la température de l'essai, de son degré de confinement. Néanmoins, nous pouvons retenir 3 mécanismes de déformations principaux, illustrés en **Figure A.1** : le cisaillement (b) et l'élongation interlamellaire (a), mais également une accommodation possible induite lors de la rotation d'ensemble subie par les blocs lamellaires (c).

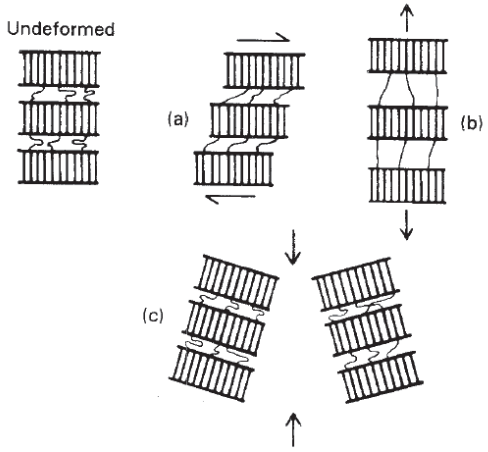


Figure A.1 : Descriptions des mécanismes de déformations des régions amorphes d'un polymère semi-cristallin : (a) cisaillement inter-lamellaire, (b) élongation inter-lamellaire, (c) déformation lors de la rotation d'ensemble des cristaux. (Bowden, 1974).

Soumis à une contrainte de traction, le polymère semi-cristallin s'allonge dans la direction de sollicitation. Dans le domaine élastique, cet allongement résulte de la flexion et de l'étirement des liaisons covalentes constituants les chaines macromoléculaires et éventuellement d'un déplacement des molécules adjacentes (liaisons secondaires ou de Van der Waals).

Enfin, lors de fortes déformations, les zones non cristallisées se tendent et s'orientent, laissant place à des fibrilles qui, en se rompant, engendrent l'apparition de micro-cavités coalescentes. Ces dernières entrainent des craquelures qui progressent dans la direction perpendiculaire au chargement : c'est le phénomène de « Crazing » préalable à l'apparition d'une fissure *(Callister, 2001) (Fond, 2002)*.

Notons une forte dépendance du comportement de ces zones amorphes à la pression hydrostatique, qui associée à un certain confinement physique, peut engendrer des mécanismes d'endommagement par cavitation *(Fond, 2002)*.

1.2 Comportement des lamelles cristallines

Lors de déformations plus importantes, des mécanismes irréversibles apparaissent au sein des régions cristallisées. La **Figure A.2** offre une description des différentes étapes de déformation plastique d'un semi-cristallin, en partant de 2 lamelles voisines à chaines repliées reliées par une phase amorphe (a). La première étape de déformation (b) montre un glissement relatif des phases amorphes qui s'alignent alors dans la direction de traction. Ceci provoque un glissement des 2 régions cristallisées l'une sur l'autre, puis une torsion des chaines repliées provoquant leur orientation dans la direction de sollicitation (c). Ensuite, les segments cristallins se détachent des lamelles sous forme de blocs, tout en restant liés les uns aux autres par des chaines (d). Enfin, le tout s'oriente suivant la direction de traction. Cette nouvelle structure orientée en micro-fibrilles est généralement accompagnée d'une striction locale du matériau à l'échelle macroscopique: ce phénomène est appelé fibrillation.

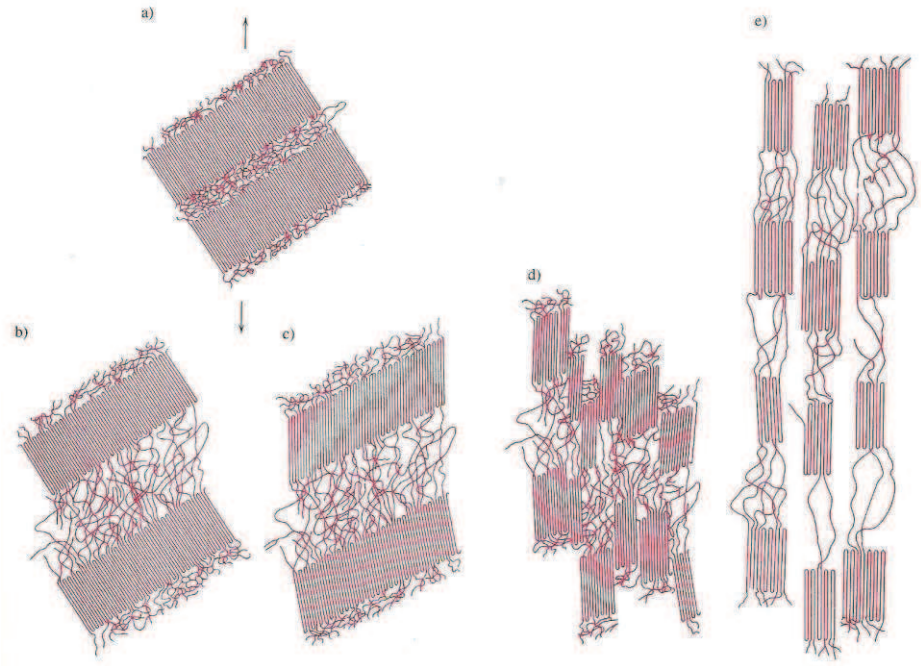


Figure A.2 : Etapes de déformation d'un polymère semi-cristallin. (Schultz, 1974)

Ces mécanismes ne sont pas sans rappeler les mécanismes de dislocation observés dans les métaux et qui se traduisent bien souvent par des glissements « plan » au sein du réseau cristallin. Comme nous le montrons en **Figure A**.2**,** dans le cas des lamelles cristallines d'un polymère, nous observons une orientation progressive des chaines moléculaires constituées de liaisons fortes dans le plan de glissement inter-lamellaire. La micro-plasticité induite par ces mécanismes de déformation provient de ruptures de liaisons inter-chaines plus faibles (liaisons de type hydrogène ou de Van der Walls) entrainant la destruction locale de l'ordre cristallin par un processus de fragmentation.

1.2.1.1.1 Comportement des sphérolites

A l'échelle des sphérolites, les mécanismes de déformation sont variables et fonction de la position des lamelles vis-à-vis de la direction du chargement. Comme l'illustrent Fond et G'Sell *(Fond, 2002)*, nous assistons dans la zone dite « polaire » en **Figure A.3 (c),** a une compression locale des lamelles, associée à une traction pouvant entrainer une rupture lamellaire *(Etienne, 2002)*. Dans la zone équatoriale en **Figure A.3 (a),** nous observons une élongation de la phase amorphe interlamellaire. Dans les zones intermédiaires (**Figure A.3 (b) et (d)**), nous sommes en présence de cisaillement de la phase amorphe inter-lamellaire et d'un glissement progressif des lamelles dans la direction du chargement. L'ensemble de ces mécanismes a pour effet une déformation globale du sphérolite dans la direction des efforts (tendant vers une forme ellipsoïde). Les travaux de Ferreiro *(Ferreiro, 2000)* illustrent ces mécanismes de déformation des sphérolites en étudiant des films de PA 6 soumis à une traction uni-axiale (voir **Figure A.4**).

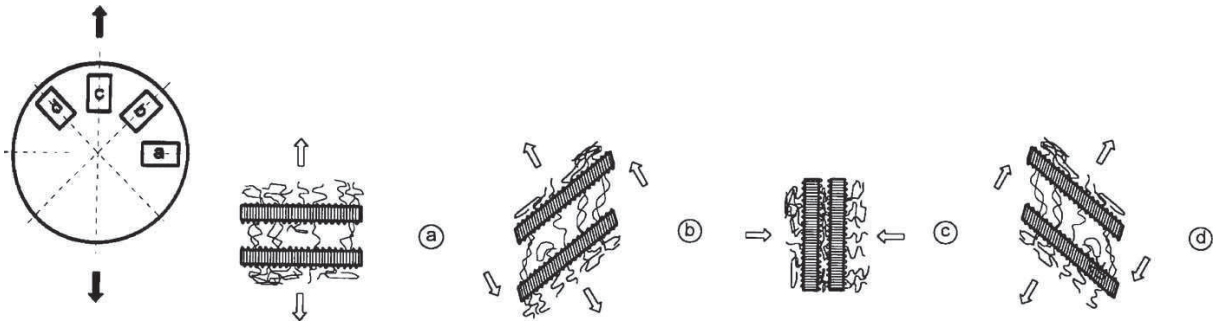


Figure A.3 : Mécanismes de déformation d'un sphérolite en fonction de la position étudiée vis-à-vis de la direction des efforts. (Fond, 2002).

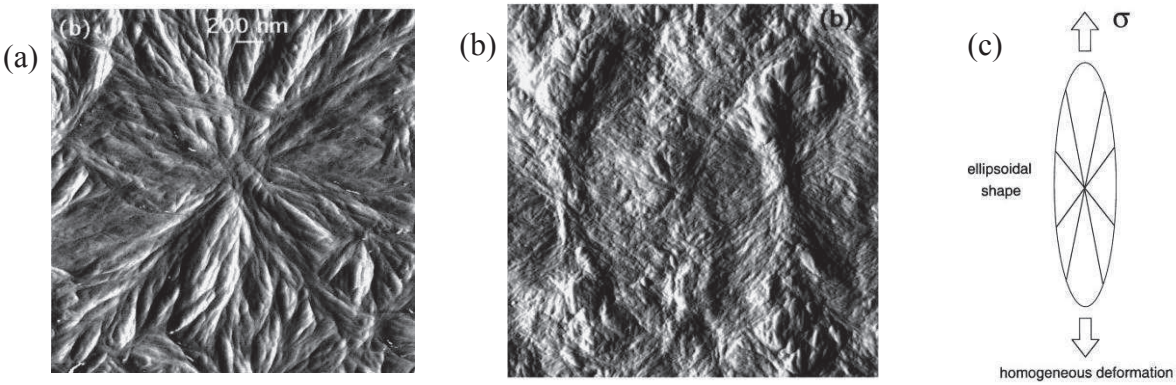


Figure A.4 : Images AFM de sphérolites dans un film de PA 6 (a) un sphérolite sans déformation macroscopique, (b) 2 sphérolites après 20% de déformation à 120°C, (c) Schéma de la forme ellipsoïdale d'un sphérolite déformé dans la direction de traction. (Ferreiro, 2000).

2 Annexe 2 : Notion de tenseur d'orientation des fibres

Considérons un repère global de directions principales (1, 2, 3), l'orientation d'une fibre seule peut être décrite par 2 angles θ et ϕ (voir **Figure A.5 (a)**). On définit alors le vecteur $\vec{p}$ par :

$$\underline{p} = (p_1, p_2, p_3)^T = (\sin\theta\cos\varphi,\ \sin\theta\sin\varphi\ ,\cos\varphi) \qquad \text{(A.1)}$$

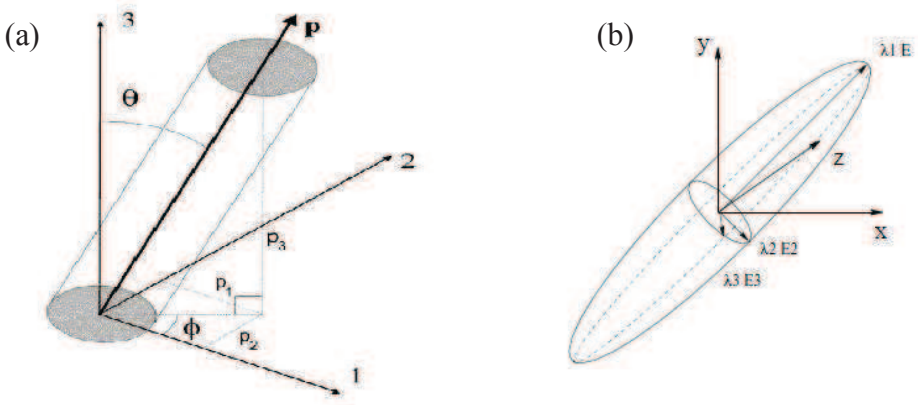


Figure A.5 : (a) Définitions des angles et du vecteur p caractérisant l'orientation d'une fibre, (b) représentation ellipsoïdale du tenseur $\underline{\underline{a}}_2$. (Redjeb, 2007).

L'orientation de $\underline{p}$ est donnée par sa fonction de distribution d'orientation $\psi(\underline{p}, t)$ qui exprime la probabilité d'obtenir une fibre ayant une certaine orientation $\vec{p}$ au cours du temps. Ainsi la probabilité d'avoir une fibre entre les angles (θ et θ +dθ), (ϕ et ϕ +dϕ) est donnée par :

$$P = \int_{\theta}^{\theta+d\theta} \int_{\varphi}^{\varphi+d\varphi} \psi(\theta,\varphi)\sin\theta d\theta d\varphi \qquad \text{(A.2)}$$

Le tenseur d'orientation d'ordre 2, noté $\underline{\underline{a}}_2$, est défini comme la moyenne spatiale du double produit tensoriel de $\underline{p}$:

$$\underline{\underline{a}}_2 = \int \underline{p} \otimes \underline{p}\ \varphi\left(\underline{p}\right) d\underline{p} \qquad \text{(A.3)}$$

Ses propriétés de symétrie et de normalisation indiquent que seulement 5 de ces composantes sur les 9 sont indépendantes.

Dans un repère orthonormé (e_1, e_2, e_3), les composantes a_{11}, a_{22} et a_{33} quantifient respectivement l'alignement des fibres suivant les axes e_1, e_2 et e_3. Ainsi, si a_{11}=1, les fibres sont toutes orientées dans la direction e_1 et si a_{11}=0, les fibres sont toutes orientées perpendiculairement à e_1 et appartiennent alors au plan (e_2, e_3). Pour une orientation isotrope 3D, les composantes a_{ij}=1/3 (voir **Figure A.6**). Dans sa représentation ellipsoïdale, les valeurs propres du tenseur d'orientation donnent la direction et les dimensions d'une ellipse représentant l'orientation d'une fibre (voir **Figure A.5 (b)**).

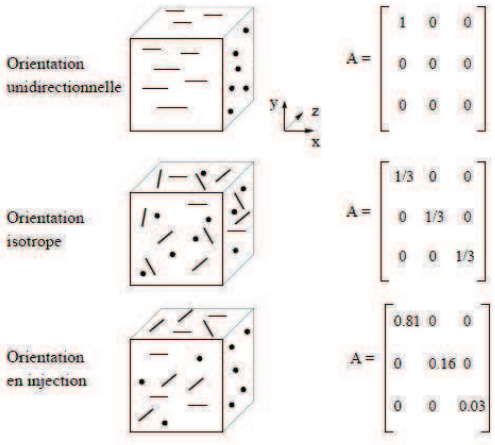


Figure A.6 : Exemples de tenseurs d'orientation $\underline{\underline{a_2}}$ pour différentes orientations théoriques. (Redjeb, 2007).

La représentation graphique de l'évolution des composantes du tenseur $\underline{\underline{a_2}}$ dans l'épaisseur d'une pièce est alors envisageable, que ce soit après mesures ou après simulation rhéologique (c'est le cas de logiciel commerciaux tel Moldflow®).

3 Annexe 3 : Modélisation des propriétés à la rupture et du module élastique d'un polymère renforcé en traction uni-axiale

3.1 Contrainte à la rupture en traction uni-axiale et orientation des fibres

De nombreuses études relatent l'effet de l'orientation des fibres sur le comportement mécaniques des SGFRT *(Akay, 1991) (Bay, 1992 a) (Bay, 1992 b) (Fu, 1996) (Bernasconi, 2007 b) (Bernasconi, 2011)*. Bernasconi compare le comportement mécanique en traction uni-axiale réalisé sur des éprouvettes prélevées dans des plaques *(Bernasconi, 2007 b)*. L'auteur précise que l'épaisseur de cœur est très faible et il retient une orientation moyenne des fibres. Comme le montre la **Figure A.7**, une orientation majoritairement dans la direction de sollicitation (0°) offre une réponse mécanique bien meilleure que toute autre orientation : ce constat se veut rassurant pour tout matériau composite qui se respecte. Nous remarquons que plus l'angle entre l'orientation des fibres et la direction de sollicitation se rapproche de 90°, plus la résistance à la rupture diminue, plus le module diminue, et plus l'allongement à la rupture augmente (respectivement UTS, E et A% dans le Tableau A.1).

Orientation [°]	UTS [MPa]	E (MPa)	A%
0	89.5 (±3.6)	4607 (±114)	6.47 (±0.73)
30	75.6 (±2.2)	3229 (±141)	9.82 (±0.52)
60	58.3 (±2.9)	2468 (±70)	9.97 (±1.85)
90	53.2 (±4.2)	2352 (±198)	10.98 (±0.44)

Tableau A.1 : Valeurs issues du comportement d'échantillons prélevé dans des plaques en PA6GF30 RH50% avec différentes orientations et sollicités traction uni-axiale, à 23°C. (Bernasconi, 2007 b)

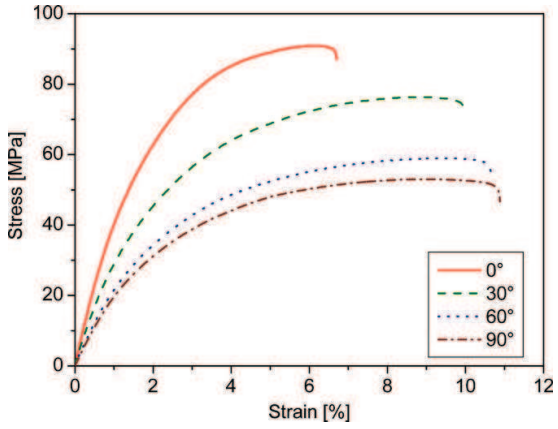


Figure A.7 : Courbes de comportement d'échantillons prélevé dans des plaques en PA6GF30 RH50% avec différentes orientations, sollicités traction uni-axiale, à 23°C. (Bernasconi, 2007 b)

Plusieurs auteurs proposent de modéliser la résistance mécanique des matériaux composites fibres courtes en fonction de l'orientation de celles-ci. Parmi les approches le modèle de

Bowyer et Bader, repris et modifié plus tard par Fu et Lauke, propose une variable décrivant l'orientation moyenne des fibres et servant de facteur correctif aux résultats ainsi obtenus *(Fu, 1996)*. Bernasconi a testé avec succès ce modèle afin de prévoir la contrainte ultime en traction de PA6 GF10, GF20 et GF30 *(Bernasconi, 2011)*. Dans la même étude, le modèle de Cox-Krenchel est utilisé avec succès pour prévoir le module longitudinal des SGFRT (ces modèles et les résultats de Bernasconi sont présentés dans la prochaine section **Erreur ! Source du renvoi introuvable.**).

Dans une étude, Bernasconi utilise une formule dérivée du critère de Tsai-Hill, afin de prévoir la contrainte ultime d'éprouvette d'un PA6 GF30 en traction uni-axiale, en fonction de l'angle d'orientation des fibres vis-à-vis de la direction de sollicitation. Cette dernière est donnée par :

$$\sigma_u(\theta) = \left[\frac{\cos^2\theta(\cos^2\theta - \sin^2\theta)}{\sigma_{1,u}^2} + \frac{\sin^4\theta}{\sigma_{2,u}^2} + \frac{\cos^2\theta\sin^2\theta}{\tau_{12,u}^2}\right] \quad \text{(A.4)}$$

Avec $\sigma_{1,u}$ et $\sigma_{2,u}$ les valeurs expérimentales des contraintes ultimes obtenues respectivement avec les essais à 0° et 90°, $\tau_{12,u}$ la valeur expérimentale de la contrainte ultime obtenue à 30° ou 60° et θ l'angle d'orientation des fibres. L'auteur prévoit, par exemple, une contrainte ultime à $\theta = 60°$ de 57.9Mpa pour une donnée expérimentale donnant une valeur de 58,7MPa. Bernasconi conclue à la pertinence de l'utilisation de ce modèle, dans les conditions expérimentales testées (éprouvettes de traction et essais en traction uni-axiale), en vue de la prédiction de contrainte à la rupture (voir **Figure A.8**).

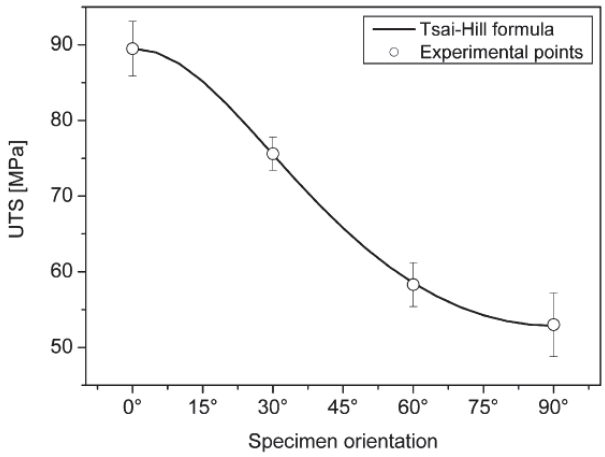


Figure A.8 : Comparaison de la prévision du critère de « Tsai-Hill » avec les données expérimentales pour un PA6GF30, sollicité en traction uni-axiale à différentes orientations. (Bernasconi, 2007 b).

3.2 Contrainte exercée dans une fibre et Interface fibre-matrice

Un modèle proposé par Cox, décrit la contrainte exercée dans une fibre lors de la sollicitation d'un polymère renforcé :

$$\sigma_f = E_f\left\{1 - \frac{\cosh\left(\beta\left(\frac{L}{2} - x\right)\right)}{\sinh\frac{\beta L}{2}}\right\} \quad \text{(A.5)}$$

Avec E_f le module de la fibre, L la longueur de la fibre, x la distance considérée le long de la fibre, et β un paramètre dépendant du module de la fibre, de la matrice E_m, de la fraction volumique de matrice V_m, de l'espace inter-fibre R, du rayon de la fibre r tel que :

$$\beta = \frac{1}{r}\left\{\frac{E_m}{(1+V_m)(E_f-E_m)ln\frac{R}{2r}}\right\}^{\frac{1}{2}} \quad (A.6)$$

3.3 Contrainte à la rupture : prise en compte de l'interface et de l'orientation

Dans la littérature, des modèles sont proposés pour décrire la résistance théorique d'un composite en tenant compte de l'interface et de l'orientation. Ainsi, les travaux de Bowyer et Bader *(Bowyer, 1972)* repris depuis par de nombreux auteurs (Lunt, 1979) *(Mehan, 2000) (Thomason, 2008)* propose une adaptation du modèle de Kelly et Tyson en y introduisant un facteur d'orientation des fibres η_0:

$$\sigma_r = \eta_0\left\{\sum_{l_i=0}^{l_i=l_c}\left(\frac{V_i\tau l_i}{d}\right) + \sum_{l_j=l_c}^{l_j=\infty}\sigma_{uf}\,V_j\left(1-\frac{l_c}{2l_j}\right)\right\} + (1-V_f)\acute{\sigma}_m \quad (A.7)$$

Avec σ_r la contrainte en rupture théorique de composite, η_0 le facteur d'orientation des fibres, V_i la fraction volumique de fibre en dessous de la longueur critique minimale l_c, τ résistance de l'interface, d diamètre des fibres, σ_{uf} la résistance en traction des fibres de verre, V_j la fraction volumique de fibre de longueur supérieure à l_c, V_f la fraction volumique de fibres, $\acute{\sigma}_m$ la contrainte imposée par la matrice à la fibre lors de sa rupture.

La relation reliant la longueur critique l_c et τ est donnée par :

$$\tau = \frac{d.\sigma_{uf}}{2l_c} \quad (A.8)$$

Comme le montre le Tableau A.2 , le modèle de « Bowyer-Bader » est peut être pertinent pour la prévision de la contrainte à la rupture d'une éprouvette sollicitée en traction uni-axiale (Bernasconi, 2011). Pour cela les auteurs ont fixé une longueur critique $l_c = 146\mu m$ et une contrainte en cisaillement de la matrice Polyamide à $\tau = 59MPa$ puisque ces 2 paramètres sont indépendant de la fraction volumique de renfort (comme nous venons de le voir, ils caractérisent uniquement la résistance de l'interface). Ils étudient ensuite la valeur de facteur d'orientation permettant d'obtenir une bonne prédiction. Ces valeurs sont comparées à des facteurs d'orientation mesurés en micro-tomographie RX : plus le taux de renforts est élevé plus le coefficient d'orientation augmente. Les auteurs concluent à la bonne corrélation « modèle-expériences » pour les 2 fractions massiques de fibres les plus grandes (qui ont des coefficients d'orientation très proches).

Matériau	η_0	$\sigma_{r,\exp}$[MPa]	$\sigma_{r,BB}$[MPa]
PA6GF10	0.83	100	99
PA6GF20	0.70	122	122
PA6GF30	0.69	148	148

Tableau A.2 : Résultats obtenus par le modèle de « Bowyer-Bader » pour 3 Polyamides renforcés à 10%, 20% et 30% en masse de fibres de verre courtes. Comparaison avec les contraintes ultimes expérimentales $\sigma_{r,\exp}$. (Bernasconi, 2011).

3.4 Modélisation du module élastique et FLD

Plusieurs auteurs proposent d'utiliser le modèle de « Cox-Krenchel » afin de modéliser le module élastique longitudinal du composite *(Avérous, 1997) (Bernasconi, 2007c) (Bernasconi, 2011) (Mehan, 2000)*. Pour cela, les auteurs utilisent la notion de FLD afin de calculer le ratio de contrainte $des\ fibres$: $s = \frac{L_w}{d}$.

Le modèle de « Cox-Krenchel » donne alors l'expression du module de traction suivante :

$$E_c = \eta_0 V_f E_f \left(1 - \frac{\tanh(ns)}{ns}\right) + (1 - V_f)E_m \qquad \text{(A.9)}$$

Avec :

$$n = \sqrt{\frac{2E_m}{E_f(1+V_m)\ln(\frac{1}{V_f})}} \qquad \text{(A.10)}$$

4 Annexe 4 : Notions sur la fatigue des matériaux

4.1 Définitions

La fatigue dans les matériaux peut être définie comme une somme de détériorations conduisant à une altération des propriétés mécaniques, et qui peut progressivement entrainer la rupture du matériau, lorsque ce dernier est soumis à des sollicitations répétées dans le temps. Ce qui distingue la fatigue des mécanismes classiques de rupture, provient du fait que les contraintes globales imposées dans le matériau sont bien inférieures à une contrainte à la rupture mesurable lors d'essais mécanique monotone. Pour certain matériau (comme les aciers par exemple), elles peuvent même être inférieures à la limite élastique identifiable lors d'essais normatifs. Néanmoins, d'un point de vue local, des sites de plasticité apparaissent (autour de défauts par exemple).

Ce phénomène provient de l'amorçage de microfissures (endommagement) qui se propagent de manière stable, en fonction des matériaux et du niveau chargement cyclique, et qui conduit bien souvent à la ruine du matériau. Pour un niveau de chargement donné, on parlera alors de nombre de cycles à l'amorçage N_a, de nombre de cycles à la propagation N_p et de nombre de cycles à la rupture N_r, tels que : $N_p = N_r - N_a$.

Généralement, dans l'étude des matériaux en fatigue, le chargement imposé est décrit par sa forme (ex : signal sinusoïdale), par son amplitude de contrainte σ_a, par la contrainte moyenne imposée σ_m et par le rapport de charge R (voir **Figure A.9**). Ce dernier est défini par le rapport entre la contrainte minimale imposée et la contrainte maximale imposée, soit :

$$R = \frac{\sigma_{mini}}{\sigma_{maxi}} \tag{A.11}$$

On définit également :

$$\sigma_m = \frac{\sigma_{maxi}+\sigma_{mini}}{2} \tag{A.12}$$

$$\sigma_a = \frac{\sigma_{maxi}-\sigma_{mini}}{2} \tag{A.13}$$

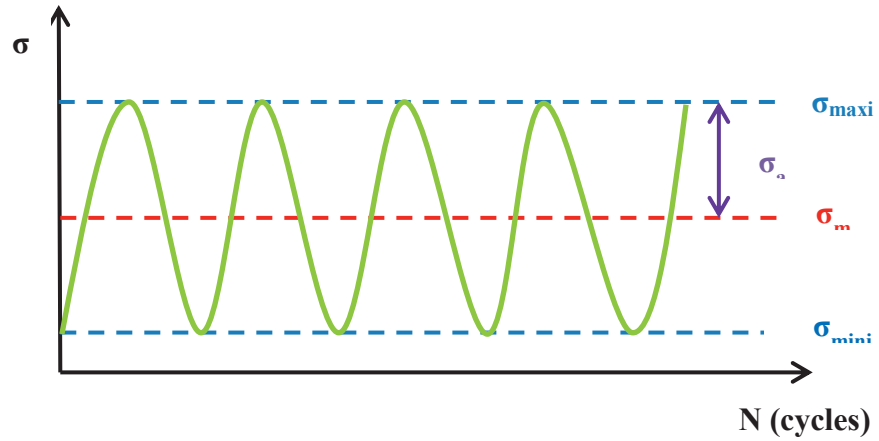


Figure A.9 : Définition des paramètres de chargement sous sollicitation cyclique périodique.

La corrélation entre le chargement imposé ainsi défini, et le nombre de cycles à la rupture prend la forme de courbes d'endurance, appelées aussi courbes S-N (i.e. Stress vs Number of cycle), ou alors courbe de « Wöhler » du nom de leur inventeur August Wöhler (Ingénieur allemand 1819-1914). Ce graphique peut être décomposé en plusieurs parties caractérisant des zones d'endurance distinctes (voir **Figure A.10**).

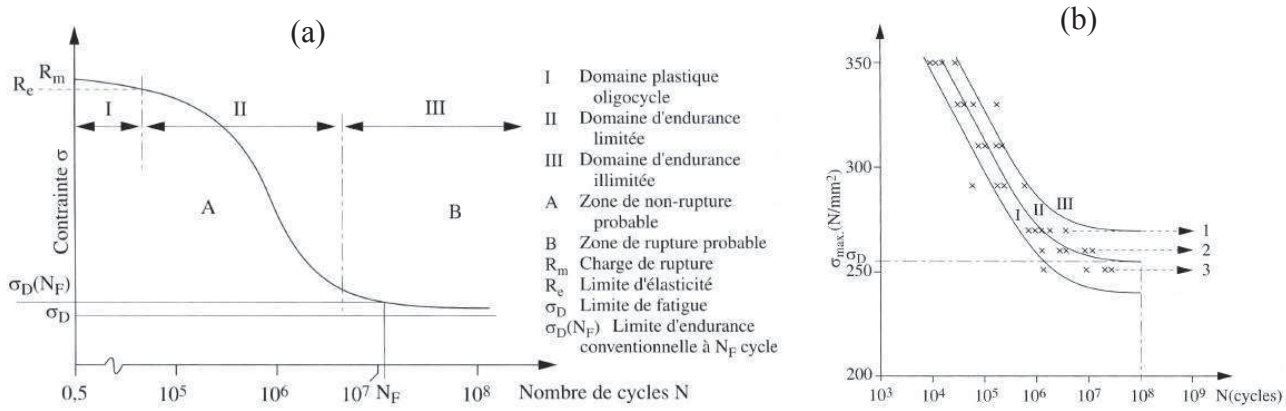


Figure A.10 : (a) représentation schématique d'une courbe de « Wöhler », (b) aspect statistique des essais d'endurance. (François, 2001)

Ainsi on parle de fatigue « à faible nombre de cycles », ou fatigue oligocyclique, lorsque la contrainte imposée entraine une rupture avant 10^4 cycles environ (zone I sur la **Figure A.10**) ; cette situation correspond à des cas rares et souvent accidentels d'utilisation des produits. Pour des valeurs de Nr entre 10^4 et 10^7 cycles (zone II sur la **Figure A.10**), on parle de fatigue « conventionnelle » ou d'endurance « limitée », ce qui concerne la plupart des applications industrielles. Enfin, la fatigue pour un nombre de cycles supérieur est appelée fatigue « gigacyclique » zone III sur la **Figure A.10**) et concerne des applications très rares. Au sens de l'ingénieur, au-delà d'un certain niveau de contrainte dite « conventionnelle » notée N_F (10^6 à 10^7 cycles), on parle d'endurance illimitée « conventionnelle » notée $\sigma_{D(\text{à NF cycles})}$.

Les essais de fatigue sont dispersifs et occasionnent donc pour un niveau de contrainte imposée donné une variation dans les valeurs de Nr (voir **Figure A.10 (b)**). Ces dispersions proviennent essentiellement du matériau (hétérogénéité, variabilité issue du procédé de fabrication …), de l'éprouvette (état de surface, géométrie, préparation) et des conditions d'essais (mise en position de l'éprouvette …). L'idéal est donc de pouvoir répéter au moins 30 fois chaque niveau de contrainte afin d'en dégager un point de vue statistique objectif. On concède communément que les points obtenus se répartissent suivant une loi normale, si les phénomènes influents sont nombreux et indépendants les uns des autres. La courbe de Wöhler est tracée à partir des moyennes des essais aux différents niveaux de chargement.

4.2 Influence de la contrainte moyenne

Le rapport de charge R conditionne la tenue en fatigue du matériau étudié. En effet, lorsque R= -1, le chargement impose des contraintes alternées symétriques en traction, puis en compression. Quand 0<R<-1, le chargement cyclique est alors dissymétrique. A R=0, le chargement est en traction répétée avec déchargement total à la fin de chaque cycle. Enfin, quand 0<R<1, le chargement est en permanence en traction ondulée.

Les ingénieurs utilisent le diagramme de Haigh (**Figure A.11**) afin de relier la contrainte d'endurance constatée pour un rapport de charge donné, à une amplitude de contrainte correspondante dans le cas d'un autre rapport de charge. Ainsi, nous retiendrons les 2 points caractéristiques du diagramme :

- A qui représente la limite d'endurance σ_D en fatigue alternée symétrique (R=-1 ; σ_m=0)
- B qui représente la limite d'endurance σ_D pour une contrainte alternée nulle (σa=0). Ce point correspond à la contrainte à rupture σ_r du matériau en essai monotone.

Pour un matériau donnée, à une température donnée, l'ensemble des limites d'endurance, pour les diverses contraintes moyennes, se place sur la courbe AB. Le domaine limité par la courbe AB correspond alors à un domaine de fonctionnement acceptable pour le matériau afin de garantir sa durée de vie. Plusieurs approximations analytiques permettent une évaluation du diagramme de Haigh lorsque l'on ne connait pas la limite σD en sollicitation alternée par exemple. Nous retiendrons les approximations par la droite de Goodman (équation (13)), par la droite de Soderberg (équation (14)) ou par la parabole de Gerber (équation (15)) :

$$\sigma_a = \sigma_D \left(1 - \frac{\sigma_m}{\sigma_r}\right) \quad \text{(A.14)}$$

$$\sigma_a = \sigma_D \left(1 - \frac{\sigma_m}{\sigma_e}\right) \quad \text{(A.15)}$$

$$\sigma_a = \sigma_D \left(1 - \left(\frac{\sigma_m}{\sigma_r}\right)^2\right) \quad \text{(A.16)}$$

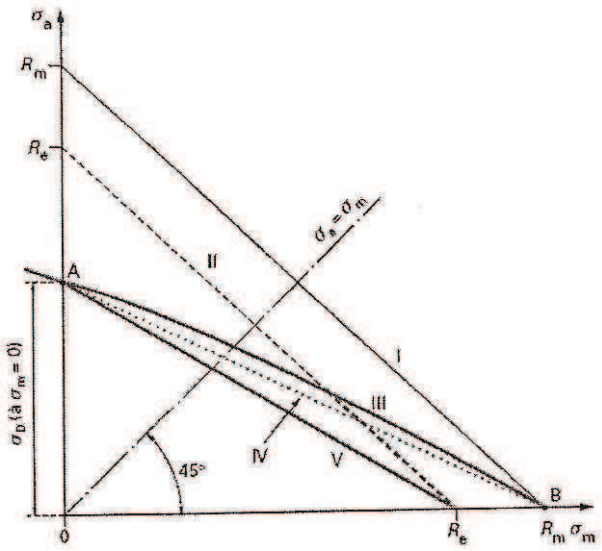


Figure A.11 : Diagramme de Haigh. (Thevenet, 2005)

Nous noterons également l'existence du diagramme de Goodman-Smith, du diagramme de Rös et du diagramme de Moore permettant de relier la contrainte maximale imposée σ_{maxi} à la contraintes minimale imposée σ_{mini}.

4.3 Amorçage et propagation

4.3.1 Amorçage et indicateurs mécaniques classiques

La notion d'amorçage dépend de l'échelle d'observation. Comme nous l'avons déjà présenté, elle correspond à l'apparition de l'endommagement (souvent sous forme de microfissures). Hormis pour des matériaux très fragiles, cet endommagement n'engendre pas forcement la ruine du matériau et est parfois difficilement détectable. Comme nous le monterons, dans le cas des polymères thermoplastiques semi-cristallins, renforcés ou non, cette détection est encore plus complexe puisque d'autres phénomènes liés à la viscosité du matériau et à sa grande sensibilité environnementale (température, RH…), complique l'interprétation des mesures mécaniques. Néanmoins, il convient généralement de considérer qu'il y a amorçage dès que l'on peut constater une dégradation significative de la réponse mécanique du matériau. Ainsi, on peut retenir des indicateurs permettant de mettre en évidence l'apparition de l'endommagement en analysant l'évolution de réponse mécanique au cours des cycles de chargement. Classiquement, on utilise l'endommagement scalaire D tel que :

$$D = 1 - \frac{E_{cyclique}}{E_0} \qquad \text{(A.17)}$$

Avec $E_{cyclique}$ le module sécant du cycle considéré et E_0 le module sécant mesuré pour le même niveau de contrainte imposée sur une courbe de traction-rupture monotone. Cet indicateur est basé sur l'hypothèse qu'une chute de raideur apparente peut être attribuée à la réduction de la section sollicitée (vides créés). Cet endommagement diffus est appelé endommagement matriciel ; la rupture intervenant quand D=1.

Un autre indicateur pertinent permettant de détecter et de suivre l'endommagement est la déformation résiduelle $\varepsilon_{rès}$ à la fin de chaque cycle. Néanmoins, pour les matériaux très visqueux (comme les polymères), un effet « Rochet » vient compliquer l'interprétation de cet indicateur. Comme nous pouvons l'observer sur la **Figure A.12 (b)**, un essai cyclique piloté en contrainte engendre une augmentation de la déformation mesurée au cours des cycles. Des arrêts programmés lors des essais cycliques permettant un temps de recouvrement suffisant sont donc à prévoir.

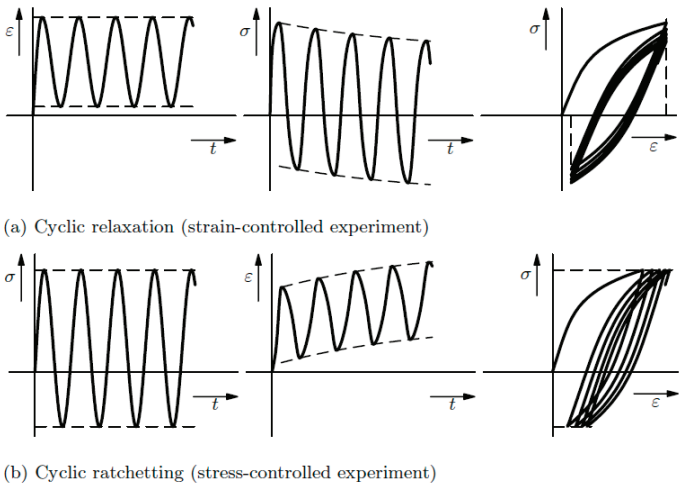


Figure A.12 : Présentation des pilotages en déformation (a) et en contrainte (b) lors d'essais cycliques. (Rösler, 2007)

4.3.2 Propagation

La propagation relève de l'étude de l'évolution stable de l'endommagement. Bien souvent, ce phénomène est étudié sur des éprouvettes spécifiques permettant, par la présence d'une entaille initiale, de suivre la propagation en pointe de fissuration (voir **Figure A.13**). Ainsi, pour un défaut initial donné, un matériau donné, un chargement donné … on peut définir un facteur d'intensité de contraintes K tel que :

$$K = Y\sigma\sqrt{a} \tag{A.18}$$

Avec Y un facteur de forme lié à la géométrie de l'éprouvette et « a » la longueur de la fissure. Les essais de propagation permettent donc de suivre la vitesse de propagation de fissure sous sollicitations cycliques. On utilise alors ΔK qui exprime la différence entre les valeurs maximales et minimales atteintes sur un cycle et qui représente donc une grandeur gouvernant la propagation : en dessous, d'une valeur seuil ΔK_s, il n'y a pas de propagation. Dans le cas contraire, on peut généralement exprimer la vitesse de propagation à ΔK par la loi de Paris telle que :

$$\frac{da}{dN} = A\Delta K^m \tag{A.19}$$

Avec $\frac{da}{dN}$ la vitesse de propagation de la fissure [mm/cycle], A et m des constantes du matériau.

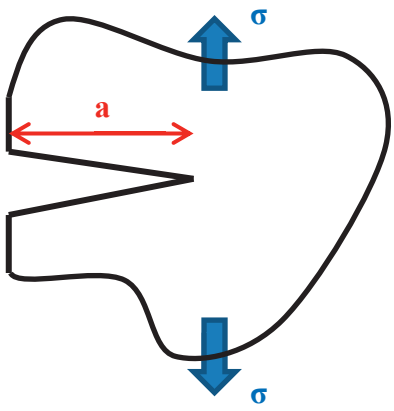


Figure A.13 : Schéma de définition des paramètres d'un essai de propagation de fissures.

4.4 Durée de vie et critères associés

4.4.1 Lois de cumul de dommage

Parmi les lois existantes, citons tout d'abord la loi de Miner qui date de 1945, et qui postule à une linéarité de l'endommagement en fatigue: l'application de n_i cycles au niveau de contrainte σ_i auquel le nombre moyen de cycles à la rupture est N_{ri}, entraine un accroissement du dommage égal à $\frac{n_i}{N_{ri}}$. La rupture intervient si $\sum_i \frac{n_i}{N_{ri}} = 1$. Cette loi ne tient pas compte de l'histoire du chargement en fatigue et postule à la stricte indépendance de chaque « groupe » de cycles. Ainsi, malgré sa simplicité d'utilisation, on constate que cette loi surestime la durée de vie dans le cas de palier croissants en contraintes.

Parmi les autres lois à disposition, la loi continue de Lemaitre et Chaboche est la plus complète et celle dont le champ d'application est le plus large *(Ngargueudedjim, 2003)*. Les auteurs ont transposés les travaux élaborés par Rabotnov et Kachanov, pour expliquer le processus de détérioration continue du matériau soumis à un essai de fluage, à la fatigue. Ainsi, l'hypothèse la plus forte de cette approche réside dans le fait que l'amorçage et la propagation des microfissures se manifestent par une évolution continue du dommage : ceci est traduit par l'équation différentielle de la variable de dommage D qui vaut zéro à l'état initial (matériau vierge) et 1 à la rupture (quand une fissure macroscopique est amorcée) :

$$dD = D^{\alpha(\sigma_{maxi},\sigma_m)} \left(\frac{\sigma_{maxi}-\sigma_m}{M(\sigma_m)}\right)^{\beta} dn \qquad \text{(A.20)}$$

Avec β sont coefficient positif dépendant du matériau, α une fonction dépendant de σ_{maxi}, σ_m et σ_D, et $M(\sigma_m)$ un coefficient dépendant de la contrainte moyenne.

L'intégration de l'équation 19 donne l'expression suivante pour la durée de vie :

$$N_r = \frac{1}{1-\alpha}\left(\frac{\sigma_{maxi}-\sigma_m}{M(\sigma_m)}\right)^{\beta} \quad (A.21)$$

Dans le cas d'une sollicitation à 2 niveaux de contrainte, la fraction de vie du second niveau est donné par :

$$\frac{n_2}{n_{r2}} = 1 - \left(\frac{n_1}{n_{r1}}\right)^{p} \quad (A.22)$$

Avec $p = \frac{1-\alpha_2}{1-\alpha_1} = \frac{1-\alpha(\sigma_{maxi2},\sigma_{m2})}{1-\alpha(\sigma_{maxi1},\sigma_{m1})}$

Les auteurs remplacent la variable D de l'équation 19 par une fonction $1-(1-D)^{\beta+1}$ prenant ainsi en compte les interactions des différents types d'endommagement. Après intégration, l'expression de la durée de vie s'exprime alors par :

$$N_r = \frac{1}{(\beta+1)(1-\alpha(\sigma_{maxi},\sigma_m)}\left(\frac{\sigma_{maxi}-\sigma_m}{M(\sigma_m)}\right)^{\beta} \quad (A.23)$$

4.4.2 Critères pour l'endurance limitée

Dans le cadre d'un chargement uni-axial, divers critères permettent de décrire une courbe d'endurance sous faibles contraintes (grande durée de vie) dans le domaine « élastique » de déformation pour les métaux. La plus ancienne d'entre elles est l'expression écrite par Wöhler en 1870 :

$$logN_r = a - b\sigma \quad (A.24)$$

Avec a et b constantes dépendantes du matériau.

Ensuite, Basquin (1910) propose une relation prenant la forme suivante :

$$N_r\sigma^b = A \quad (A.25)$$

Cette expression considère la zone d'endurance limitée comme linéaire et ne tend donc pas vers une limite d'endurance σ_D.

Afin de mieux décrire l'asymptote horizontale caractérisant la limite d'endurance de certains matériaux, Stromeyer (1914) propose :

$$N_r(\sigma-\sigma_D)^n = A \quad (A.26)$$

Avec 1<n<2 une constante dépendant du matériau. Cette loi porte le nom de loi de Weibull (1949).

Enfin, Bastenaire (1971) propose :

$$(N_r + B)\,(\sigma - \sigma_D)e^{A(\sigma-\sigma_D)} = C \tag{A.27}$$

Avec A, B et C des constantes déterminées expérimentalement.

4.4.3 Critères pour l'endurance oligocyclique

Pour les métaux, la fatigue oligocyclique correspond à un niveau de contrainte supérieur à la limite élastique du matériau. De ce fait, à chaque cycle, un écrouissage vient modifier le comportement mécanique macroscopique et entraine un endommagement progressif. Sur la boucle d'Hystérésis obtenue, on peut donc quantifier la déformation totale comme la somme de la déformation élastique et de la déformation plastique :

$$\Delta\varepsilon_t = \Delta\varepsilon_e + \Delta\varepsilon_p \tag{A.28}$$

Dans le cadre d'essais uni-axiaux, le critère de Manson-Coffin (1954) propose de relier la durée de vie à l'amplitude de déformation plastique par :

$$\frac{\Delta\varepsilon_p}{2} = \varepsilon_f'(2N_r)^c \tag{A.29}$$

Avec c appelé exposant de ductilité en fatigue et ε_f' coefficient de ductilité.

La durée de vie en fonction de la déformation élastique, nous est donnée par Basquin, suivant la relation :

$$\frac{\Delta\varepsilon_e}{2} = \frac{\sigma_f'}{E}(2N_r)^b \tag{A.30}$$

Avec b appelé exposant de résistance à la fatigue et σ_f' coefficient de résistance à la fatigue.

Au final, l'équation 27 donne l'expression suivante :

$$\frac{\Delta\varepsilon_t}{2} = \frac{\sigma_f'}{E}(2N_r)^b + \varepsilon_f'(2N_r)^c \tag{A.31}$$

4.4.4 Critères énergétiques

Les critères précédemment exposés sont difficilement transposable dans des cas anisothermes ou en fatigue multiaxiale. Les critères énergiques ont l'avantage de relier la durée de vie à une quantité physique intrinsèque du matériau, sous forme d'un scalaire : l'énergie dissipée par cycle en régime stationnaire ΔW_{diss}.

Ce critère s'écrit généralement sous la forme :

$$\Delta W_{diss} N_a^b = C \tag{A.32}$$

Avec N_a le nombre de cycles à l'amorçage, b et C les paramètres du modèle. ΔW_{diss} est l'énergie dissipée par mécanismes plastiques puisque la déformation élastique s'annule lors de l'intégration sur un cycle, soit donc :

$$\Delta W_{diss} = \int_{cycle} \underline{\underline{\sigma}} : d\underline{\underline{\varepsilon}} \quad \text{(A.33)}$$

5 Annexe 5 : Article sur la caractérisation rapide du PA66GF50

ARTICLE IN PRESS

International Journal of Fatigue xxx (2012) xxx–xxx

Contents lists available at SciVerse ScienceDirect

International Journal of Fatigue

journal homepage: www.elsevier.com/locate/ijfatigue

Fast prediction of the Wöhler curve from heat build-up measurements on Short Fiber Reinforced Plastic

L. Jegou [a,b], Y. Marco [a,*], V. Le Saux [a], S. Calloch [a]

[a] ENSTA Bretagne – Laboratoire Brestois de Mécanique et des Systèmes (EA 4325), 2 rue F. Verny 29806 Brest Cedex 9, France
[b] IUT Saint-Brieuc, rue H. Wallon, 22000 Saint-Brieuc, France

ARTICLE INFO

Article history:
Received 14 February 2012
Received in revised form 10 September 2012
Accepted 12 September 2012
Available online xxxx

Keywords:
PA66GF50
SFRP
Fatigue
Heat build-up
Energetic criterion

ABSTRACT

The fatigue design of short fiber reinforced plastic (SFRP) components for structural applications in the automotive industry requires an accurate knowledge of the numerous factors affecting the fatigue lifetime (process, loading type, environment, etc.). It is therefore crucial to reduce the characterization duration, which is even higher than for metallic materials as the test frequency has to be limited in order to reduce the influence of the temperature rise. The goal of this paper is to apply a heat build-up protocol on a SFRP used for structural automotive applications (PA66GF50, a polyamide filled with 50% of glass fiber in mass) and to predict the fatigue properties from the temperature measurements. A first approach based on the temperature measurements only is proposed, providing a good correlation to the fatigue data obtained classically. In order to provide a relation between the full heat build-up curve and the Wöhler curve, the dissipated energy is then evaluated from the thermal measurements and the parameters of an energetic fatigue criterion are identified from the results obtained from one single sample. The fatigue curve predicted from the heat build-up curve is compared to the one obtained from a classical fatigue campaign and the agreement is very good. The energy based criterion as well as the identification of the dissipation sources from the temperature measurements are finally challenged by an experimental campaign on smaller samples, conditioned at the same humidity ratio of 35% and tested for the same load ratio. The agreement obtained is there again very good and clearly calls for further investigation on the ability of the approach to predict the influence of other factors (humidity, load ratio, fibers orientation, etc.).

© 2012 Elsevier Ltd. All rights reserved.

1. Introduction

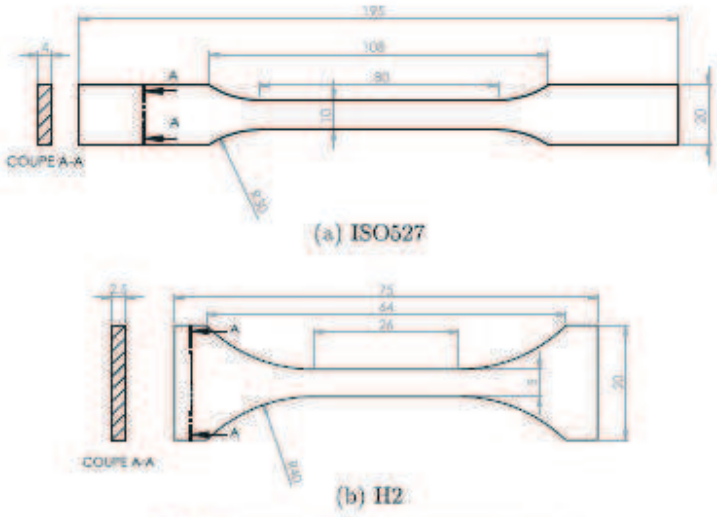
Short fibers reinforced plastics (SFRP) provide today a major opportunity to obtain lightweight components at an attractive cost. The recyclable nature of these materials by comparison to thermoset matrixes composites is also clearly appealing. Restricted a few years ago to automotive applications with limited mechanical requirements, these materials, filled with glass fibers up to 50% in mass, are now used for structural components [1–5]. Designing those parts against fatigue has therefore become a serious issue during the last years, generating an extended literature [6–15]. Solving this issue is clearly not an easy task because of two main factors. The first one is the nature of the matrix, which is usually Nylon (PA66) because it provides a good balance between thermo-mechanical performances and price. This material exhibits a low glass temperature (around 70 °C for a dry state) compared to the service temperature, which therefore requires a rich constitutive law accounting for viscosity, plasticity, damage [16,17]. The complexity is even reinforced by the hydrophilic nature of this matrix inducing a decrease of the glass temperature [18–21] and consequently a drop of the fatigue properties under humid service conditions [14,22]. The second main factor for these injection molded parts is the very strong coupling between the microstructure on the one hand and the geometry and the process parameters on the other hand. The characterization of the influences of these numerous environment and process parameters on the fatigue properties therefore requires wide fatigue campaigns, which are even more time consuming than for metallic materials because this viscous material exhibits a high heat build-up generating artifacts for fatigue tests lead at high frequencies [15,23,24]. It would therefore be very useful to speed-up the characterization of the fatigue properties of these materials, which is the goal of this study.

In the field of metallic materials, the use of thermal measurements to evaluate quickly the fatigue properties has been used for several years (see [25] and references therein) and is clearly reaching now maturity: prediction of the full Wöhler curve including the fatigue scattering from a single test [25], validation on several kind of alloys, investigation of non-standard initial state [26] or multi-axial loading [27], etc.

* Corresponding author. Tel.: +33 (0)2 98 34 89 11; fax: +33 (0)2 98 34 87 30.
E-mail address: yann.marco@ensta-bretagne.fr (Y. Marco).

0142-1123/$ - see front matter © 2012 Elsevier Ltd. All rights reserved.
http://dx.doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2012.09.007

Please cite this article in press as: Jegou L et al. Fast prediction of the Wöhler curve from heat build-up measurements on Short Fiber Reinforced Plastic. Int J Fatigue (2012), http://dx.doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2012.09.007



(a) ISO527

(b) H2

Fig. 1. Samples geometries. The dimensions are given in mm.

Dealing with organic materials, the use of temperature measurements to predict the fatigue properties is facing the difficulty to dissociate the fatigue signature from the numerous dissipation sources, which can require the use of additional information on the damage scenario [28].

For composite materials, following the temperature fields is usually a way to perform a non-destructive evaluation [29,30] or to identify the damage initiation and evolution along a fatigue test, alternatively to the stiffness drop [2,31–33]. Even if some attempts have been performed recently [3,34,35] to link the temperature evolution to a given lifetime, to our knowledge no study proposed a demarche to evaluate quickly the full fatigue curve from heat build-up measurements.

The aim of this paper is therefore to investigate the relevancy of predicting the fatigue curve from heat build-up measurements for SFRP materials. In a first part, a specific heat build-up experiment is detailed and the results obtained on PA66GF50 tensile samples are presented. The estimation given by a first rough analysis is compared to the fatigue curve obtained from a classical campaign and to the evolution of the classical mechanical parameters, i.e. tangent stiffness, permanent strain and hysteresis. In a second part, a method to evaluate the cyclic dissipated energy from the temperature measurements is detailed. The parameters of a fatigue criterion based on the dissipated energy are then identified directly from the data provided by the heat build-up test from one single sample. The fatigue curve predicted by this criterion is then compared to the Wöhler curve obtained from classical fatigue tests. Another validation is then performed on smaller samples: the dissipated energies are evaluated from the heat-build up curve and the fatigue curve is predicted using the energy criterion with unchanged parameters. This prediction is finally compared to the Wöhler curve obtained by a classical fatigue campaign.

2. Material and testing

2.1. Material and specimens

The material used here is a short glass fiber reinforced polyamide 6,6 containing 50% by weight (PA66GF50). Two kinds of standard tensile test specimens were used (geometries reported in Fig. 1). The first one (called in the following ISO527) is as defined in ISO 527-2-1A standard [36]. The second one (called in the following H2) is defined according to the ISO527-2-1BA standard [36]. These geometries were chosen because they are both classical for fatigue tests and because this choice induces a strong change of the nominal section from one to another. The samples were injection moulded and weighted immediately after moulding in order to master as precisely as possible the subsequent water uptake. The specimens were conditioned in a humidity ratio kept at 35% and weighted before the tests to insure the same water content.

2.2. Mechanical testing and thermal measurements

2.2.1. Thermal measurements

The temperature measurements were performed with a MWIR 9705 FLIR infrared camera. This device is equipped with a Stirling-cycle cooled Indium-Antimonide (InSb) Focal Plane Array (FPA). The FPA is a 256 × 320 array of detectors digitized on 14 bits and sensitive in the 3–5 μm spectral band. In order to convert the signal into a temperature (in °C), a preliminary calibration operation was achieved with a HGH DCN1000 N4 extended black body and a classical two points Non-Uniformity Correction (NUC) was applied to the array of detectors [37]. To minimize the influence of the external environment on the measurements, a "black box" surrounds the sample and the grips of the testing machine. After this calibration operation, a 20 mK precision is obtained for differential measurements.

The temperature variation is computed from measurements performed on three zones. One located in the middle of the specimen (between the knives of the extensometer, called T) and the 2 others located on the upper and lower grips (respectively T^u and T^l). The temperature variation is then calculated from the current set of temperatures (T, T^u, T^l) and from the initial temperatures $\left(T_0, T_0^u, T_0^l\right)$ using the equation:

$$\theta = T - T_0 - \left[\frac{\left(T^u - T_0^u\right) + \left(T^l - T_0^l\right)}{2}\right] \quad (1)$$

This correction permits to take into account the variation of the ambiant or the servo-hydraulic machine temperature during the experiment.

Please cite this article in press as: Jegou L et al. Fast prediction of the Wöhler curve from heat build-up measurements on Short Fiber Reinforced Plastic. Int J Fatigue (2012), http://dx.doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2012.09.007

2.2.2. Heat build-up protocol

A heat build-up experiment can be defined by submitting a sample to a succession of cyclic tests of increasing stress or stain amplitude while recording the temperature. The number of cycles used for each loading condition is the number of cycles needed for the temperature to stabilize (for example, 2000 cycles at 1 Hz are sufficient for the samples used). These tests were achieved at room temperature, on an INSTRON 1342 hydraulic machine, equipped with hydraulic grips. The frequency of the tests was 1 Hz in order to limit the heat build-up effect and the experiments were stress controlled. The temperatures of the specimens was measured by the infrared camera and the maximum rise of temperature encountered was 10 °C. The strain is measured by an INSTRON extensometer (reference 2610-601, base length 12.5 ± 5 mm). Between each cycling period of 2000 cycles, the sample is unloaded and a pause of 10 min is performed, in order to let the sample cool down and to get back to thermal equilibrium with the ambient. The temperature drop during the cooling is used to evaluate the convection rate. This step is also used to evaluate the partial recovery of the strain reached at the end of the cyclic loading. Let us precise that the last loading step is left running until the failure of the specimen, giving a number of cycles to failure.

2.2.3. Fatigue test

Fatigue tests were achieved at room temperature, on an INSTRON 1342 hydraulic machine, equipped with hydraulic grips. The frequency of the tests was 1 Hz in order to limit the heat build-up effect and the experiments were stress controlled. This low frequency was kept for all stress amplitudes, in order to avoid any difference between fatigue and heat build-up tests. The temperature of the specimens was measured by an infrared camera and the maximum rise of temperature encountered for high amplitudes was 10 °C. This value and the limited number of cycles should limit any coupled thermal or chemical effect during the test. The load ratio was set to $R = 0$. As observed commonly [38], the propagation step is very quick, therefore, the number of cycles to initiation is very close (and will be taken equal) to the number of cycles to failure.

3. Results and first analysis of the heat build-up curve on ISO527 samples

3.1. Heat build-up curve and first analysis

Fig. 2 shows a typical result obtained for a loading step. A stabilization of the temperature increase was always observed (at the limited frequency imposed) and this stabilization means that the dissipation source is nearly constant: equilibrium between what is lost by conduction and convection and induced by cyclic loadings is reached. This conclusion is also supported by the evolution of the mechanical hysteresis computed from the cyclic stress–strain local values, presented in Fig. 3. For each loading block, the values of the second cycle (beginning of the loading block) and of the cycle 2000 (end of the loading block) are given. This chart illustrates that the area of the loop is not much influenced by the temperature evolution along the loading step and confirms that the thermal sources can be considered constant for a given block (comparison between cycles number 2 and 2000).

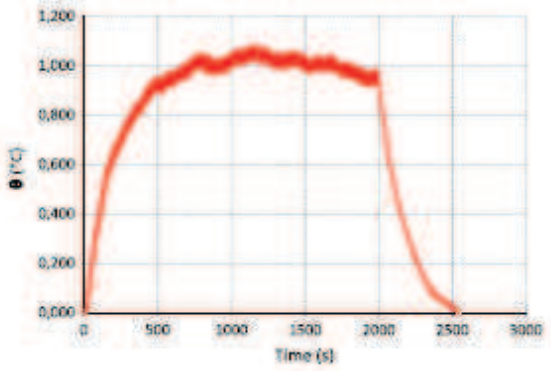


Fig. 2. Evolution of the temperature along one loading step.

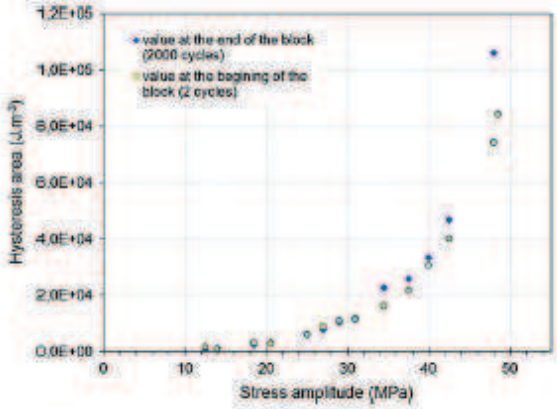


Fig. 3. Evolution of the hysteresis area during the heat build-up test.

Fig. 4 presents the evolution of the stabilized temperature with respect to the stress amplitude imposed. On this chart, the results obtained from seven different tests are plotted. Test 1 and 2 played respectively 3 and 6 consecutive loading blocks. Tests 3–7 only played one single block. The very good correlation observed on the measured stabilized temperatures is validating the reliability of the measurements and is illustrating that the thermal response obtained for one block is not much influenced by the former loading history.

Compared to metallic materials the heat build-up curve is much smoother, which is explained by the numerous dissipation mechanisms to be found in the reinforced thermoplastics, especially for tests performed around the glass transition temperature [17]. Moreover, it was expected to find no clear change of the thermal response as the existence of a fatigue limit has not been established yet for these materials.

At this stage of the study, a first empirical analysis based on the simplest evaluation performed for metallics, can be proposed. This analysis is illustrated in Fig. 4: a straight line is drawn from the last points. For ISO527 samples, the intercept with the stress amplitude axis gives a value of 37 MPa.

This kind of analysis is based on the idea that the stress amplitude evaluated can be seen as a threshold for the cyclic behavior of the material. Before comparing this value to the fatigue results and because the dissipated energy leading to the temperature rise is including all the dissipation sources, it seems therefore relevant to perform a comparison with the other classical mechanical parameters usually pointed out for fatigue, i.e. damage and plasticity. This comparison is performed in the next paragraph.

3.2. Correlation to classical mechanical indicators

The heat build-up protocol provides a wide mechanical database with interesting features because each block is composed of

Please cite this article in press as: Jegou L et al. Fast prediction of the Wöhler curve from heat build-up measurements on Short Fiber Reinforced Plastic. Int J Fatigue (2012), http://dx.doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2012.09.007

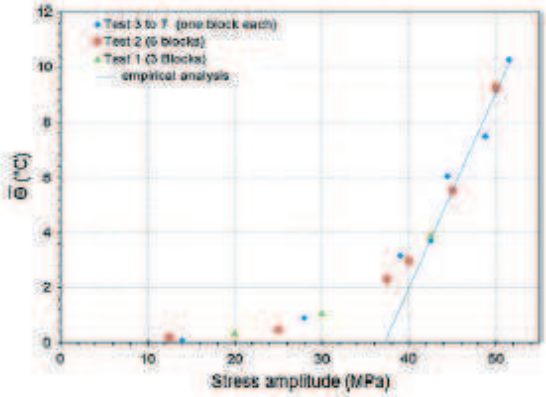


Fig. 4. Evolution of the stabilized temperature for several testing sequences.

a cyclic step with a constant stress amplitude (increasing from one block to another), followed by a pause leading the sample to cool down and to recover partially the residual strain. In the following, two indicators are followed: the scalar damage and the residual strain. For each indicator, the values of the second cycle (beginning of the loading block) and of the cycle 2000 (end of the loading block) are given. This allows the comparison of the evolution of the indicators during one block but also from one block to another, for cycles (number 2) achieved at the same temperature.

Fig. 5 illustrates the evolution of the scalar damage D during the protocol. This parameter is defined classically by [39]:

$$E = E_0(1 - D) \quad (2)$$

with E the secant modulus of the considered loading cycle and E_0 is the secant modulus evaluated on a monotonic curve for the same maximal stress applied during the loading block. The monotonic curve used was defined on three tests, achieved on samples from the same batch. The slightly negative value obtained for the low amplitudes is coming from the experimental dispersion between the samples tested under monotonic and cyclic conditions.

The first observation is related to the difference between the apparent damage obtained for cycles 2 and 2000. This apparent softening is clearly related to the temperature rise induced by the cyclic test (see Fig. 4) and illustrates that a temperature rise of 1 °C is enough to observe a softening. This is explained by the fact the glass transition of this material is close to the ambient temperature. It is also worth mentioning that the relative stiffness drop observed was consistent with DMTA tests performed on the material tested. The damage evaluation from continuous fatigue tests should therefore be performed very cautiously in order to avoid any artefacts. Focusing now on the evolution of the secant modulus for the cycle number 2 of each loading block, it can be observed that the scalar damage is kept very close to zero until the stress amplitude reaches a value of 40 MPa, and then switch to a positive constant value. This value of 40 MPa is close to the one obtained from the heat build-up curve (37 MPa).

Fig. 6 shows the evolution of the residual strain measured by the extensometer. The difference observed between cycle 2 and cycle 2000 for one given loading block could be seen at first sight as a significant ratcheting plastic effect, but the difference between the value observed for cycle 2000 and cycle 2 of the following loading block clearly illustrates that the residual strain is due to the strong visco-elastic nature of the tested material at ambient temperature. Here again, the most interesting values are the one observed at the beginning of each block. These values illustrate a "permanent" strain (for the pauses timescale) observable only for stress amplitudes higher than around 35 MPa, even if the change is less clear than for the damage evolution.

The evolution of damage and permanent strain therefore seems to support the idea of a change of the cyclic behavior, for a value close to the one evaluated from the temperature measurements. A way to support these observations would be to investigate the evolution of the microstructure along the heat build-up test, which is currently undertaken.

3.3. Comparison to fatigue results

Fig. 7 presents the curve obtained from the classical fatigue campaign. It can be observed that the stress amplitude evaluated from heat build-up measurements is actually very close to the one leading to a lifetime of 10^6 cycles, which is relevant for most of the industrial applications. This empirical correlation to a given lifetime was also mentioned in some recent publications [3,34], and is clearly a first interesting indication. Nevertheless, evaluating only one point of the Wöhler curve is clearly not sufficient as the slopes of these curves may be quite different depending on conditioning or fibers orientation, as highlighted by [6,13,14]. This limitation can be overcame quite easily as the heat build-up test also provides a number of cycles to failure, obtained for the last stress amplitude (stress amplitude of 40 MPa leading to a lifetime of 4000 cycles, see Fig. 7). Taking advantage of the flat shape of the curve, the following protocol could therefore be suggested: identify the lifetime for 10^6 cycles from the graphical analysis and draw a

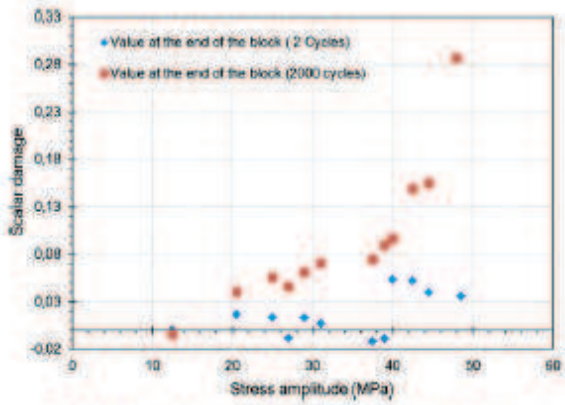


Fig. 5. Evolution of the scalar damage during the heat build-up test.

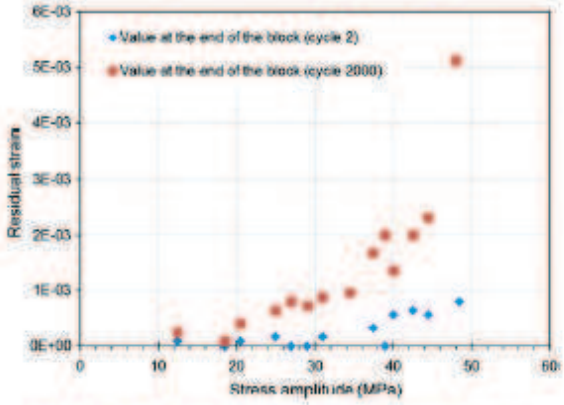


Fig. 6. Evolution of the residual strain during the heat build-up test.

Please cite this article in press as: Jegou L et al. Fast prediction of the Wöhler curve from heat build-up measurements on Short Fiber Reinforced Plastic. Int J Fatigue (2012), http://dx.doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2012.09.007

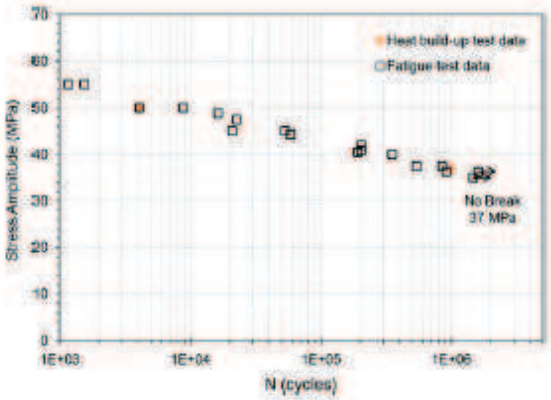


Fig. 7. Fatigue curve obtained for ISO527 samples, $R = 0$, $f = 1$ Hz.

straight line using the lifetime identified on the last loading block. One can see in Fig. 7 that this rough, yet pragmatic protocol actually provides a very reasonable evaluation of the Wöhler curve. It is worth noting that the agreement could be even better if the last step is been performed for a lower stress amplitude (generating probably less damage accumulation and less coupling to the temperature rise). Consequently, a fairly good evaluation of the fatigue curve could be identified using only one sample with a test lasting less than 2 days (including the failure duration on the last heat build-up block).

This efficient protocol therefore seems very promising but clearly needs to be discussed and challenged. A first point of concern is the reliability of the graphical evaluation of the intercept on the heat build-up curve. This comes from the fact that a clear occurrence of the fatigue mechanisms is far less easy to identify for SFRP materials than for metallic materials, which is correlated to the shape of the fatigue curve, exhibiting no clear fatigue limit. Nevertheless, it can be observed that even a scatter on this evaluation would still give a very reasonable prediction. The second limitation is more fundamental: temperature is not an intrinsic material data and is dependent on the sample geometry and on the thermal boundaries conditions. In order to provide a fatigue criterion intrinsic to the material, it is therefore important to evaluate the dissipated energy. The use of the full heat build-up curve throughout a thermo-mechanical criterion would also open the way to crucial development such as the prediction of the fatigue scattering, investigation of the damage accumulation, or even cartography of lifetimes from thermal fields measured on complex shaped specimens.

This is the topic of the next section. First, the method to evaluate the cyclic dissipated energy from the temperature measurements is detailed. Then the data afforded by the heat build-up test from one single sample are used to identify an energetic criterion, on the ISO527 samples. The full heat build-up curve is then used to predict the Wöhler curve from this criterion. The predicted curve is compared to the experimental results. Finally, a validation of the approach is performed on H2 samples, in order to challenge both the criterion and the evaluation of the dissipated energy from the temperature measurements, on a different sample geometry.

4. Coupling heat build-up tests to an energetic fatigue criterion to predict fatigue curves

4.1. Identification of an energetic criterion on ISO527 samples

Numerous approaches to predict the fatigue of SFRP can be found in the literature [10,12–14,34,40,41]. Here a criterion based on the dissipated energy is chosen for several reasons. First, this criterion is computed from a stabilized cycle that is reached during the loading blocks of the heat build-up protocol. Then, the dissipated energy is of course easy to link to the temperature evolution under cyclic loading. Finally, the main reason is that this kind of model was found very efficient on numerous tests and material conditioning in a recent publication [42].

The idea here is therefore to evaluate the dissipated energy from the temperature measured during the heat build-up tests, and then to correlate these values to the number of cycles leading to failure. This raises two problems. The first one is how to identify the dissipated energy from the thermal measurements, which will be explained in the next paragraph. The second one deals with the reliability of evaluating the average dissipated energy during the fatigue test from a cyclic test limited to 2000 cycles. Fig. 8 presents the evolution of the hysteresis along the fatigue cycles and it appears that for the lifetimes addressed for industrial applications (between 10^4 and 10^7, see Fig. 7), the hysteresis is stabilized within 2000 cycles. Evaluating the average value of the cyclic dissipation from blocks lasting 2000 cycles therefore seems reasonable.

4.1.1. Estimation of the cyclic dissipated energy from temperature measurements

Estimating the dissipation sources from thermal measurements requires solving a coupled thermo-mechanical problem, defined both by mechanical and thermal equations. In this paragraph, the hypothesis and the method used to identify the thermal sources from the temperature measurements are detailed. The heat equation can be classically written as follows [25,43]:

$$\rho c\dot{T} + \mathrm{div}(\vec{q}) = \rho c S_t = \Delta + r + \rho T \frac{\partial^2 \psi}{\partial V_k \partial T} \dot{V}_k + \rho T \frac{\partial^2 \psi}{\partial \varepsilon^e \partial T} : \dot{\varepsilon}^e \qquad (3)$$

with ρ the mass density, c the specific heat capacity considering the internal variables V_k as constants, S_t the thermal sources, Δ the intrinsic dissipation, r the external heat supply, ψ the Helmholtz free energy and ε^e the elastic strain tensor.

Some classical hypothesis can be applied: the external heat supply is not time dependant, the temperature variation (under 10 °C here) are low enough to neglect the couplings between temperature and internal variables other than elastic variables and to neglect the variation of ρ and c. Defining $\boldsymbol{k}$ as the thermoelastic tensor and λ the conductivity tensor, considered isotropic ($\lambda = \lambda \mathbf{1}$) and using the Fourier's law, Eq. (3) writes:

$$\rho c\dot{T} - \lambda \Delta T = \Delta + r + \rho T \boldsymbol{k} : \dot{\varepsilon}^e \qquad (4)$$

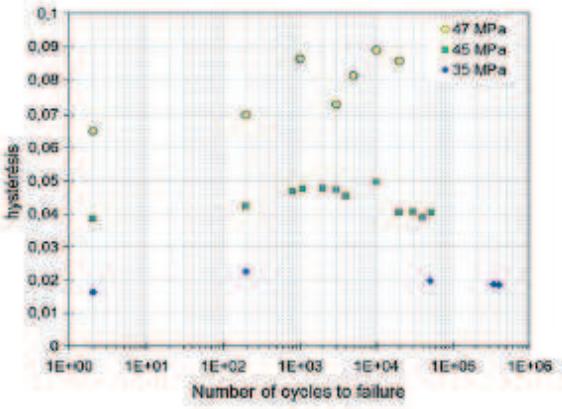


Fig. 8. Evolution of the hysteresis area during the fatigue tests.

Please cite this article in press as: Jegou L et al. Fast prediction of the Wöhler curve from heat build-up measurements on Short Fiber Reinforced Plastic. Int J Fatigue (2012), http://dx.doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2012.09.007

In this study, only cyclic tests are considered. As the external heat supply is considered constant and as the thermo-elastic coupling terms compensate over a mechanical cycle, solving the heat equation over a mechanical cycle reduces to solve:

$$\rho c\dot{T} - \lambda \Delta T = \Delta \quad (5)$$

This equation is written for time dependant variables, considering cyclic solicitations, it is of course convenient to use the intrinsic dissipation over a cycle Δ^* and the frequency f_r to write:

$$\rho c\dot{T} - \lambda \Delta T = f_r \Delta^* \quad (6)$$

The temperature field measured during the experiment is generated by thermal sources localized all over the sample section. As the microstructure of an injected sample is clearly exhibiting an orientation gradient [44], this dissipation field is likely to be heterogeneous. Nevertheless, the goal of the study was not to evaluate these local dissipation sources. Then, consistently with the fact that both strain and stress are averaged values it will be considered here that the mechanical variables and the temperature are homogeneous in a given section. Under this assumption, and with this geometry, it can be written that [43]:

$$\rho c\dot{\theta} + \frac{2h(e+l)}{el}\theta = f_r \Delta^* \quad (7)$$

with h the lateral heat exchange coefficient between the surrounding air and the sample, e and l the thickness and the width of the sample, respectively. θ is the mean temperature variation defined in paragraph Section 2.2.1. This equation can be conveniently written:

$$\dot{\theta} + \frac{\theta}{\tau_{eq}} = \frac{f_r \Delta^*}{\rho c} \quad (8)$$

with τ_{eq} the characteristic time (depending on the thermal boundary conditions and the sample geometry). In order to link the average surface temperature to the average cyclic dissipation, the first step is to evaluate τ_{eq}. This identification is achieved thanks to the cooling period between the cyclic steps because during the cooling, the sample is kept unstressed (no thermo-elastic coupling, no mechanical dissipation). The temperature variation can therefore be fitted with the following equation, coming from the resolution of Eq. (8):

$$\theta = \theta_0 \exp\left(-\frac{t}{\tau_{eq}}\right) \quad (9)$$

with θ_0 the temperature at the beginning of the cooling step. Fig. 9 presents the experimental and simulated curves obtained and illustrates that a common τ_{eq} (here, 175 s) can be identified, whatever the temperature reached at the end of the loading step, which will also be confirmed by the measurements performed on H2 samples (see Fig. 13). Knowing τ_{eq}, the next step is of course to solve Eq. (8) for the cyclic loading block which leads to the following expression:

$$\theta = \frac{f_r \tau_{eq} \Delta^*}{\rho c}\left[1 - \exp\left(-\frac{t}{\tau_{eq}}\right)\right] \quad (10)$$

The average cyclic dissipation therefore writes:

$$\Delta^* = \frac{\rho c\tilde{\theta}}{f_r \tau_{eq}} \quad (11)$$

With $\tilde{\theta}$ the stabilized temperature at the end of each loading step. This expression is obtained by setting the time t to ∞, but it can be checked that for a time of 2000 s (2000 cycles at 1 Hz) which is the duration of each loading block, the values of τ_{eq} evaluated leads to very low values of the exponential term. The values of the specific mass ρ and specific heat c are taken from the datasheet of the material supplier, i.e. $\rho = 1560$ kg/m^3 and $c = 1300$ J/(kg K). It

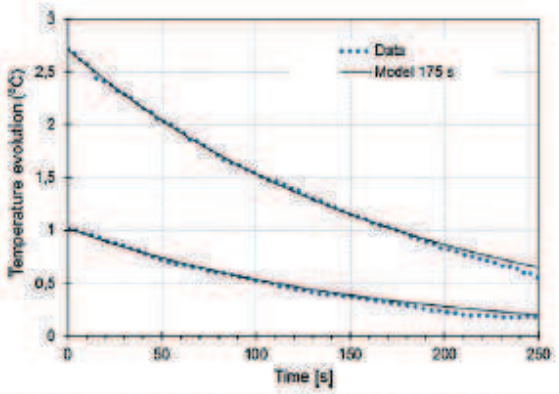


Fig. 9. Identification of the characteristic time from cooling tests on ISO527 samples.

is worth noting that these values are given for the DAM material but the very low water intake in mass (under 1%) at a humidity ratio of 35% is not inducing significant variations.

This expression therefore enables to plot a heat build-up curve linking the cyclic dissipation (averaged on the section) to the stress amplitude, as illustrated in Fig. 10. The comparison of Figs. 10 and 3 also illustrates that the evaluation of the cyclic dissipation from the thermal measurements is fully consistent with the one performed from the mechanical data, which validates the assumptions proposed to solve the thermo-mechanical problem.

4.1.2. Identification of the parameters of the energetic criterion

The energetic criterion chosen aims at relating the number of cycles leading to failure or initiation N to the dissipated energy during the stabilized cycle Δ^*. This relation is usually written:

$$\Delta^* N^b = C \quad (12)$$

With b and C the model parameters. Replacing the expression of the cyclic dissipation (Eq. (12)), it comes:

$$\frac{\rho c\tilde{\theta}}{f_r \tau_{eq}} N^b = C \quad (13)$$

In this expression ρ and c are material constants, frequency f_r is a test constant, τ_{eq} is a thermal constant (evaluated previously from

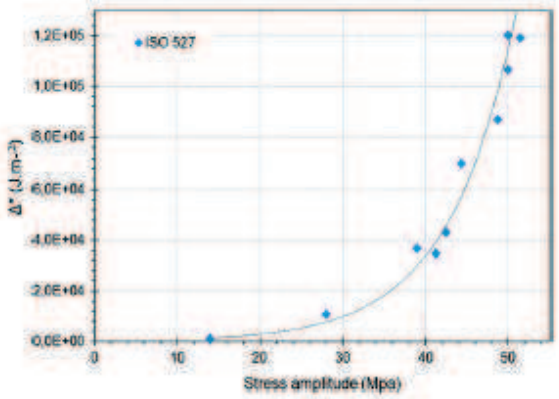


Fig. 10. Evolution of the cyclic dissipation during the heat build-up test.

Please cite this article in press as: Jegou L et al. Fast prediction of the Wöhler curve from heat build-up measurements on Short Fiber Reinforced Plastic. Int J Fatigue (2012), http://dx.doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2012.09.007

the cooling test), $\bar{\theta}$ is dependent on the stress amplitude, according to the heat build-up curve.

Not talking about the cyclic mechanical data, a heat build-up test basically gives two data: the dependency of the temperature (and thus of the dissipated energy) on the stress amplitude, and the number of cycles to failure on the last loading block. In Section 3.1, it was illustrated that the graphical evaluation of the stress amplitude leading to 10^6 cycles was supported both by the fatigue results and by the evolution of the other mechanical indicators, for ISO527 samples. Moreover, this identification was also found to be relevant in other publications [3,34]. It can therefore be assumed that this evaluation gives a reasonable value of the stress amplitude leading to 10^6 cycles. Two couples of data (Δ^*, N) can therefore be obtained for the heat build-up test. Knowing these two couples, the parameters b and C of the energetic criterion can be identified analytically. The values obtained for ISO 527 samples are with $b = 0.221$ and $C = 638026$ J/m^3.

Using the heat build-up curve to link the stress amplitude to the dissipated energy and the identified energetic criterion to predict the number of cycles to failure, it is possible to predict the fatigue curve. As illustrated in Fig. 11, a very good agreement is observed between the experimental data and the predicted curve.

This result validates that the heat build-up curve can be used in a very efficient manner to provide a good prediction of the deterministic Wöhler curve, throughout an energetic fatigue criterion. This is a very interesting result in order to speed up the characterization of the influence of the numerous factors on the fatigue properties of SFRP because this evaluation can be performed using only one sample, with a test lasting less than 2 days.

4.2. Prediction of the Wöhler curve from thermal measurements: application to H2 samples

In this section, the criterion identified on ISO257 samples will be challenged on H2 samples. These samples, obtained by injection moulding exhibit the same kind of layered microstructure but with a lower ratio between the core and skin layers and with a nominal section reduced by a ratio of 4. These changes of volume and structure are likely to change the fatigue properties and this will be tested here. The environmental conditioning and the test conditions are kept the same, for heat build-up tests as well as fatigue tests.

The aim is here to validate the applicability of the energetic criterion and to validate the evaluation of the dissipated energy from the temperature measurements. The approach is therefore to use the heat build-up curve obtained for H2 samples to identify the dependency of the dissipated energy to the stress amplitude, and to apply the energetic criterion with the parameters identified previously on ISO527 samples to predict the fatigue curve.

4.2.1. Heat build-up test and identification of the characteristic time

To identify the evolution of the cyclic dissipation with the stress amplitude a heat build-up test is performed, allowing plotting the evolution of the stabilized temperature versus the applied stress amplitude. Fig. 12 shows this curve and illustrates that the shape is similar to the one obtained for ISO527 samples, but with lower temperatures, which is consistent with the fact the volume of H2 samples is smaller. Then, as the geometry of the sample is different, the characteristic time τ_{eq} (depending on the thermal boundary conditions) is different and has to be evaluated from the cooling steps. A good correlation is obtained for value of 95 s as illustrated in Fig. 13. Here again, a very good correlation can be obtained for several blocks with a single characteristic time τ_{eq}. It is worth noting that identifying a lower τ_{eq} value for H2 samples than for ISO527 samples is consistent with the faster stabilization of the temperature rise (around 800 cycles for these samples instead of 2000 previously).

4.2.2. Prediction of the Wöhler curves and validation of the energetic criterion

Considering now Eq. (13), frequency f_1 is a test constant, τ_{eq} is a thermal constant and has been evaluated from the cooling test, the dependency of $\bar{\theta}$ on the stress amplitude has been characterized by the heat build-up curve, ρ and c are material constants and are kept the same than for ISO527 samples. The number of cycles to failure can therefore be calculated with the parameters b and C identified previously on ISO527 samples. The experimental and predicted Wöhler curves are plotted on Fig. 14. The correlation is actually very good, which validates both the criterion based on the dissipated energy and the identification of the evolution of the dissipated energy with the stress amplitude, from the heat build-up tests. It should be underlined that no identification of a given lifetime from the heat build-up curve has been done for the validation of the criterion.

Beyond the validation of the energetic criterion, this validation case on H2 samples can also be used to challenge the quick evaluations of the fatigue curve suggested in Section 3.1. The data needed are the graphical evaluation of the stress amplitude leading to a failure within 10^6 cycles (here an evaluation of 37 MPa with a scattering of ±3 MPa can be found, see Fig. 12), and the number of cycles to failure measured for the last loading step (700 cycles for a stress amplitude of 58 MPa). The first quick evaluation is not using

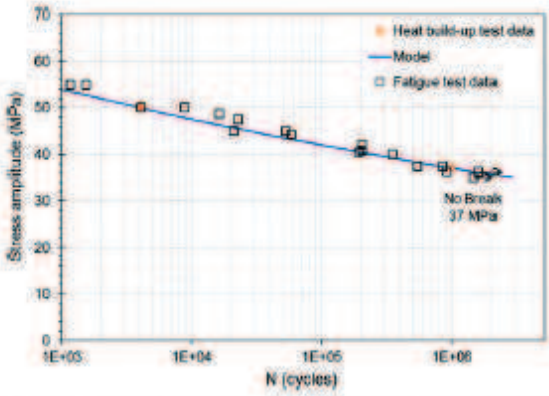


Fig. 11. Comparison of the curve identified on the heat build-up data (filled diamond markers) to the experimental Wöhler curve for ISO527 samples.

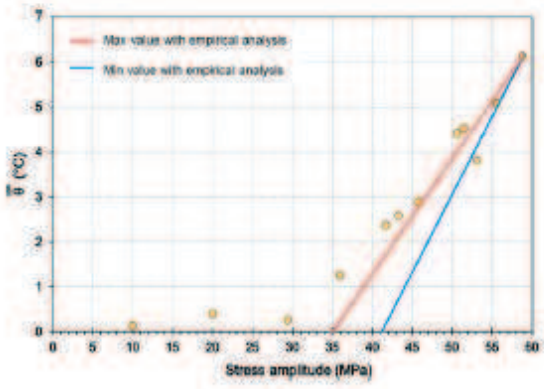


Fig. 12. Heat build-up curve measured for H2 samples.

Please cite this article in press as: Jegou L et al. Fast prediction of the Wöhler curve from heat build-up measurements on Short Fiber Reinforced Plastic. Int J Fatigue (2012), http://dx.doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2012.09.007

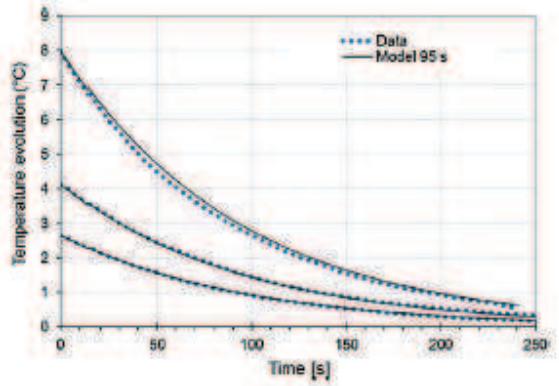


Fig. 13. Identification of the characteristic time from a cooling step on H2 samples.

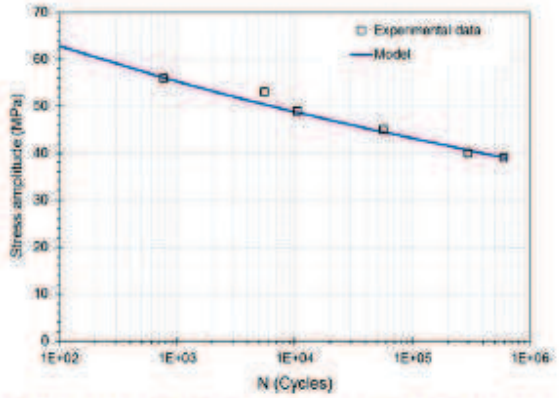


Fig. 14. Comparison of the prediction of the energetic criterion to the experimental Wöhler curve for H2 samples.

the dissipated energy and it can be observed in Fig. 14 that a straight line linking the two points evoked would afford a very reasonable correlation to the fatigue curve. Nevertheless, it should be underlined that the extrapolation to higher number of cycles may lead to predictions too safe as the fatigue curve is likely to flatten. The second approach is using the dissipated energy evaluated from the temperature measurements, and the identification of the energetic criterion parameters also provides a very good correlation to the experimental data.

5. Conclusion

In this paper, the ability to use thermal measurements to determine the fatigue properties of SFRP was evaluated. A first approach has been proposed, based only on the temperature measurements and providing a rough, yet very efficient prediction of the mean Wöhler curve, validated on two sample geometries. In order to use a more intrinsic variable (temperature is dependent on the geometry and on the thermal boundaries), the cyclic dissipated energy was evaluated from the temperature measurements. The heat build-up data issued from ISO527 samples were then used to identify an energetic criterion and to predict the Wöhler curve. A very good correlation to a Wöhler curve obtained from classical fatigue measurements can be observed. The criterion parameters identified on ISO527 samples were also successfully used to predict the deterministic Wöhler curve from the heat build-up data measured on H2 samples. This results validates both the energetic criterion and the evaluation of the dissipated energy from the temperature for a change of the sample geometry. It furthermore illustrates that the full deterministic Wöhler curve as well as a relevant energetic criterion can be evaluated from a heat build-up test using one single sample and lasting 2 days.

The approach using the temperature only, as well as the energy based one, are clearly promising but their ability to catch the influence of the other factors influencing the SFRP fatigue (fibers orientation, humidity ratio, fiber length distribution, load ratio, etc.) still need to be challenged. This study is currently undertaken and will be the topic of a forthcoming paper. The approach using the dissipated energy is of course richer and opens the way to predict fatigue scattering from heat build-up tests and to local fatigue characterization on complex shaped specimens or industrial components.

Acknowledgements

The authors thank TRELLEBORG for its financial support. The authors also acknowledge C. Doudard, P. Charrier, L. Chauvet and G. Robert for fruitful discussions.

References

[1] Bernasconi A, Davoli P, Armanni C. Fatigue strength of a dutch pedal made of reprocessed short glass fibre reinforced polyamide. Int J Fatigue 2010;32:100–7.
[2] Casado J, Carrascal I, Polanco J, Gutiérrez-Solana F. Fatigue failure of short glass fibre reinforced PA 6.6 structural pieces for railway track fasteners. Eng Failure Anal 2006;13:182–97.
[3] Jegou L, Marco Y, Calloch S, Doudard C. Evaluation of the influence of geometrical and injection parameters on the fatigue life of PA66GF50 based on heat build-up measurements. Proc Eng 2010;2:1741–50.
[4] Guster C, Pinter G, Mitsenbacher A, Eichlseder W. Evaluation of a simulation process for fatigue life calculation of short fibre reinforced plastic components. Proc Eng 2011;10:2104–9.
[5] Sonsino C, Moosbrugger E. Fatigue design of highly loaded short-glass-fibre reinforced polyamide parts in engine compartments. Int J Fatigue 2008;30:1279–88.
[6] Horst J, Spoormaker J. Mechanisms of fatigue in short glass fiber reinforced polyamide 6. Polym Eng Sci 1996;36:2718–26.
[7] Mallick P, Zhou Y. Effect of mean stress on the stress-controlled fatigue of a short glass fiber reinforced polyamide-6,6. Int J Fatigue 2004;26:941–6.
[8] Zago A, Springer G, Quaresimin M. Cumulative damage of short glass fiber reinforced thermoplastics. J Reinf Plast Compos 2001;20:596.
[9] Handa K, Kato A, Narisawa I. Fatigue characteristics of a glass-fiber-reinforced polyamide. J Appl Polym Sci 1999;72:1783–93.
[10] Nouri H, Meraghni F, Lory P. Fatigue damage model for injection-molded short glass fiber reinforced thermoplastics. Int J Fatigue 2009;31:934–42.
[11] De Monte M, Moosbrugger E, Jaschek K, Quaresimin M. Multiaxial fatigue of a short fiber reinforced polyamide 6.6 – fatigue and fracture behaviour. Int J Fatigue 2010;32:17–28.
[12] Klimkeit B, Nadot Y, Castagnet S, Nadot-Martin C, Dumas C, Bergamo S, et al. Multiaxial fatigue life assessment for reinforced polymers. Int J Fatigue 2011;33:766–80.
[13] Bernasconi A, Davoli P, Basile A, Filippi A. Effect of fiber orientation on the fatigue behaviour of a short glass fiber reinforced polyamide-6. Int J Fatigue 2007;29:199–208.
[14] Bernasconi A, Davoli P, Rossin D, Armanni C. Effect of reprocessing on the fatigue strength of a fiberglass reinforced polyamide. Composites: Part A 2007;38:710–8.
[15] Bernasconi A, Kulin R. Effect of frequency upon fatigue strength of a short glass fiber reinforced polyamide 6: a superposition method based on cyclic creep parameters. Polym Compos 2008;30:154–61.
[16] Andriyana A, Billon N, Silva L. Mechanical response of a short fiber reinforced thermoplastics: experimental investigations and continuum mechanical modeling. Eur J Mech – A/Solids 2010;29:1065–77.
[17] Launay A, Maitournam M, Marco Y, Raoult I, Szmytka F. Cyclic behaviour of short glass fiber reinforced polyamide: experimental study and constitutive equations. Int J Plast 2011;27:1267–93.
[18] Reimschluessel K. Relationships of the effect of water on glass transition temperature and Young's modulus of nylon 6. J Polym Sci: Polym Chem Ed 1978;16:1229–36.
[19] Miri V, Persyn O, Lefevre J, Seguela R. Effect of water absorption on the plastic deformation behaviour of nylon 6. Eur Polym J 2009;45:757–62.

Please cite this article in press as: Jegou L et al. Fast prediction of the Wöhler curve from heat build-up measurements on Short Fiber Reinforced Plastic. Int J Fatigue (2012), http://dx.doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2012.09.007

ARTICLE IN PRESS

[20] Kettle G. Variation of the glass transition temperature of nylon-6 with changing water content. Polymer 1977;18:742–3.
[21] Launay A, Marco Y, Maitournam M, Raoult I. Influence of temperature and relative humidity on the cyclic behaviour of a short glass fiber reinforced polyamide. Mech Mater, in press.
[22] Barbouchi S, Bellenger V, Tcharkhtchi A, Castang P, Jollivet T. Effect of water on the fatigue behaviour of PA66/glass fibers composite materials. J Mater Sci 2007;42:2181–8.
[23] Herman W, Hertzberg R, Manson J. The influence of loading history on fatigue in engineering plastics. J Mater Sci 1990;25:434–40.
[24] Zago A, Springer G. Constant amplitude fatigue of short glass and carbon fiber reinforced thermoplastics. J Reinf Plast Compos 2001;20:564.
[25] Doudard C, Calloch S, Cugy P, Galtier A, Hild F. A probabilistic two-scale model for high-cycle fatigue life prediction. Fatigue Fract Eng Mater Struct 2005;28:279–88.
[26] Munier R, Doudard C, Calloch S, Weber B. Towards a faster determination of high cycle fatigue properties taking into account a plastic pre-strain from self heating measurements. Proc Eng 2010;2:1741–50.
[27] Poncelet M, Doudard C, Calloch S, Weber B, Hild F. Probabilistic multiscale models and measurements of self-heating under multiaxial high-cycle fatigue. J Mech Phys Solids 2010;58:578–93.
[28] Le Saux V, Marco Y, Calloch S, Doudard C, Charrier P. Fast evaluation of the fatigue lifetime of rubber-like materials based on a heat build-up protocol and micro-tomography measurements. Int J Fatigue 2010;32:1582–90.
[29] Lohr D, Enke N, Sandor B. Analysis of fatigue damage evolution by differential infrared thermography. In: Proceedings of SEM conference on dynamic fracture; 1987. p. 169–74
[30] Horn G, Mackin T, Kurath P. Estimating the residual fatigue lifetimes of impact-damaged composites using thermoelastic stress analysis. Polym Compos 2001;22:420–31.
[31] Noda K, Takahara A, Kajiyama T. Fatigue failure mechanisms of short glass-fiber reinforced nylon 66 based on nonlinear dynamic viscoelastic measurements. Polymer 2001;42:5803–11.
[32] Bellenger V, Tcharkhtchi A, Castang P. Thermal and mechanical fatigue of PA66/glass fiber composite material. Int J Fatigue 2006;28:1348–52.
[33] Johnson S, Kim H, El-Hajjar R, Haj-Ali R. An IR technique for damage characterization in thick-section composites. In: Proceedings of SEM X international congress and exposition on experimental and applied mechanics; 2004.
[34] Berrehili A, Nadot Y, Castagnet S, Grandidier J, Dumas C. Multiaxial fatigue criterion for polypropylene for automotive applications. Int J Fatigue 2010;32:1389–92.
[35] Karama M. Determination of the fatigue limit of a carbon/epoxy composite using thermographic analysis. Struct Control Health Monit 2011;18:781–9.
[36] AFNOR. Plastiques – Détermination des propriétés en traction. Norme Européenne, norme française (ISO 527-2); 1996.
[37] Le Saux V. Fatigue et vieillissement des élastomères en environnements marin et thermique: de la caractérisation accélérée au calcul de structure. Ph.D. thesis, UBO/IUEB; 2010.
[38] Klimkeit B. Etude expérimentale et modélisation du comportement en fatigue multiaxiale d'un polymère renforcé pour applications automobiles. Ph.D. thesis, ENSMA; 2009.
[39] Lemaitre J, Chaboche JL. Mécanique des matériaux solides. Dunod; 1985.
[40] De Monte M, Moosbugger E, Quaresimin M. Influence of temperature and thickness on the off-axis behaviour of short glass fiber reinforced polyamide 6.6 – cyclic loading. Composites: Part A 2010;41:1368–79.
[41] Zago A, Springer G. Fatigue lives of short fiber reinforced thermoplastics parts. J Reinf Plast Compos 2001;20:606.
[42] Launay A, Maitournam M, Marco Y, Raoult I. Multiaxial fatigue models for short glass fibre reinforced polyamide. Part I: Nonlinear anisotropic constitutive behaviour for cyclic response. Int J Fatigue, in press.
[43] Chrysochoos A, Louche H. An infrared image processing to analyse the calorific effects accompanying strain localisation. Int J Eng Sci 2000;38:1759–88.
[44] Megally A. Etude et modélisation de l'orientation de fibres dans des thermoplastiques renforcés. Ph.D. thesis, ENSMP; 2005.

Please cite this article in press as: Jegou L et al. Fast prediction of the Wöhler curve from heat build-up measurements on Short Fiber Reinforced Plastic. Int J Fatigue (2012), http://dx.doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2012.09.007