

### Comportement thermo-visco-élastique des composites CMO – De la statique à la dynamique grande vitesse Julien Berthe

#### ▶ To cite this version:

Julien Berthe. Comportement thermo-visco-élastique des composites CMO – De la statique à la dynamique grande vitesse. Autre. Ecole Centrale de Lille, 2013. Français. NNT: 2013ECLI0016. tel-00934876

### HAL Id: tel-00934876 https://theses.hal.science/tel-00934876

Submitted on 22 Jan 2014

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.

 $N^{\circ}$  d'ordre : 229

Ecole Centrale de Lille

#### THESE

présentée en vue d'obtenir le grade de

### DOCTEUR

en

Spécialité : Mécanique

par

#### Julien Berthe

#### DOCTORAT DELIVRE PAR L'ECOLE CENTRALE DE LILLE

#### Titre de la thèse :

### Comportement thermo-visco-élastique des composites CMO - De la statique à la dynamique grande vitesse

#### Soutenue le 10 octobre 2013 devant le jury d'examen :

Rapporteur	Nadia Bahlouli	Professeur, IMFS Strasbourg
Rapporteur	Fabrice Pierron	Professeur, University of Southampton
Président	Pierre Ladevèze	Professeur, LMT Cachan
Examinateur	Michel Fouinneteau	Docteur, Airbus France
Examinateur	Lionel Marcin	Docteur, Snecma
Examinateur	Bernard Vivien	Ingénieur, DGA
Directeur de thèse	Mathias Brieu	Professeur, LML, Ecole Centrale de Lille
Co-encadrant	Eric Deletombe	Maître de Recherche, ONERA
Invité	Jean-François Maire	Maître de Recherche, ONERA
Invité	Franck Lauro	Professeur, Université de Valenciennes

Thèse préparée dans le Laboratoire de Mécanique de Lille (UMR CNRS 8107) Ecole Doctorale SPI 072 (Lille I, Lille III, Artois, ULCO, UVHC, EC Lille) PRES Université Lille Nord-de-France

## Remerciements

Confortablement assis derrière mon clavier, mais avec toujours autant de sincérité, je vais cette fois pouvoir effectuer mes remerciements de façon plus exhaustive.

Tout d'abord, je tiens à remercier tout particulièrement les deux rapporteurs de ces travaux, Monsieur Pierron et Madame Bahlouli, pour le temps qu'ils ont consacré à la lecture et à la critique de ces travaux. Je tiens également à remercier l'ensemble des membres du jury d'avoir accepté de participer à ma soutenance et de m'avoir offert ce riche échange scientifique.

Un grand merci à mes encadrants Mathias Brieu et Eric Deletombe qui ont été de vrais guides scientifiques. Vos conseils avisés, votre complémentarité et votre disponibilité m'ont toujours permis d'aller dans la bonne direction.

Ensuite, je tiens à remercier la DGA pour le financement de ces travaux de thèse, ainsi que l'ONERA et l'Ecole Centrale de Lille qui m'ont accueilli dans leurs locaux pour effectuer mes recherches. Je remercie également M. Jean-Pierre Grisval, directeur du Département d'Aéroé-lasticité et Dynamique des Structures, et M. Laurent Lefebvre, chef de l'unité de Conception et Résistance Dynamique, d'avoir permis la réalisation de cette thèse.

Que ce soit à Centrale ou à l'ONERA, il y a beaucoup de monde que je souhaite remercier. Tout d'abord, les membres de l'ER3 du Laboratoire de Mécanique de Lille, et tout particulièrement Pauline et Jean-François qui ont consacré du temps à la réalisation d'essais pour cette thèse. Je remercie également tous mes camarades d'enseignement : Catherine, Frédéric, Franck, Alain, Philippe, Yannick, Xavier, Denis, Laurent, Ahmed, Christophe et Jean. Enfin une pensée particulière pour tous mes compagnons doctorants et notamment Emmanuel, Roby et Romain. Du coté de l'ONERA, beaucoup de gens ont participé de près ou de loin à la réussite de ces travaux. Je remercie tout d'abord ceux qui ont participé de loin à cause de la distance : Pascal, Philippe, David, Johann, Fréderic et Jean-François. Un grand merci à toutes les équipes du centre de Lille, et plus particulièrement à : Patrice, Alain, Jean-Michel, Jacky, Loic, Thomas, Didier, Bernard, Hughes, Roland, Jean-Luc, Jean-François, David, Bertrand, Steve, Jacques, Florence, Mathieu et Gérald. Une pensée amicale pour Claire et Delphine avec qui j'ai partagé quelques m² de bureau pendant 3 ans, c'était un plaisir de vous retrouver tous les matins. Enfin, merci à tous mes compagnons sportifs : Vincent, Jacques, Olivier, Jean-François, Thomas, Benjamin, Patrick, Stéphane, Christophe et Eric.

D'un point de vue plus personnel, je tiens à dire un grand merci au futur docteur Antoine qui a fréquemment amélioré mon mental en me laissant gagner tous les matchs de badminton, ainsi qu'à tous ceux qui m'ont permis d'oublier quelques heures le composite. Je pense notamment à tous les compagnons des soirées du lundi, à la team jambon et à mon frère pour nos belles soirées de carnaval. Je remercie aussi tout le reste de ma famille pour son soutien de tous les instants, ainsi que mes parents qui m'ont laissé librement choisir ma voie.

Pour finir, une tendre pensée pour toi Juliette, sans qui ces trois années n'auraient jamais été aussi belles.



# Table des matières

R	Remerciements			iii
P	rincij	pales n	notations	ix
In	trod	uction		1
1	Car	actéris	sation et modélisation des composites à matrices organiques	5
	1.1	Comp	ortement des CMO	7
		1.1.1	Le comportement à l'échelle du stratifié	8
		1.1.2	Le comportement des constituants	10
		1.1.3	Le comportement du pli	11
		1.1.4	Dépendance à la vitesse de sollicitation	15
		1.1.5	Dépendance à la température	21
		1.1.6	Conclusions	24
	1.2	Modél	lisation du comportement des CMO	25
		1.2.1	Les trois grandes familles de modèles	25
		1.2.2	Les mésomodèles pour les CMO	26
		1.2.3	Conclusions	33
<b>2</b>	Etu	de exp	périmentale de la dépendance à la vitesse	35
	2.1		cation des plaques composite T700GC/M21	37
	2.2	Carac	térisations quasi-statiques du pli T700GC/M21	37
		2.2.1	Essais sens fibre	38
		2.2.2	Essais sens transverse	39
		2.2.3	Essais de traction sur un stratifié à $[\pm 45^{\circ}]$	40
	2.3	Géom	étrie des éprouvettes dynamiques	42
		2.3.1	Les éprouvettes à $\pm 45^{\circ}$	42
		2.3.2	Les éprouvettes à $90^{\circ}$	48
	2.4	Essais	dynamiques sur T700GC/M21	50
		2.4.1	Analyse des courbes	51
		2.4.2	Résultats sur stratifiés $[\pm 45^{\circ}]_s$	53
		2.4.3	Discussion sur l'évaluation du module de cisaillement en dynamique	55
		2.4.4	Résultats sur stratifiés $[90^{\circ}]_4$	55
	2.5	Essais	de fluage	57
		2.5.1	Résultats sur stratifiés $[\pm 45^{\circ}]_s$	57
		2.5.2	Résultats sur stratifiés $[90^{\circ}]_4$	59
	26	Conal	usions	61

3	$\mathbf{Etu}$	de expérimentale de la dépendance à la température	<b>63</b>
	3.1	Evolution de la température du stratifié lors d'un essai	65
		3.1.1 Calibration de la caméra	66
		3.1.2 Résultats expérimentaux	72
		3.1.3 Conclusions	75
	3.2	Essais à basse température	75
		3.2.1 Protocole expérimental	75
		3.2.2 Validation des éprouvettes	77
		3.2.3 Essais à -40 °C	79
		3.2.4 Essais à -100 °C	80
		3.2.5 Analyse de l'influence de la température	81
		3.2.6 Conclusions	83
	3.3	Essais DMA	83
	0.0	3.3.1 Principe des essais DMA	84
		3.3.2 Les grandeurs calculées à l'aide de la DMA	85
		8	85
		,	87
		3.3.4 Essais sur la résine M21	
		3.3.5 Conclusions	89
4	$\mathbf{Mo}$	délisation de la dépendance à la vitesse du ${ m T700GC/M21}$	91
	4.1	Choix du modèle	93
	4.2	Implémentation du modèle dans le cadre de cette thèse	93
		4.2.1 Théorie des stratifiés	94
		4.2.2 Comportement du pli	95
		4.2.3 Implémentation du modèle	96
	4.3	Etude de sensibilité du modèle	98
		4.3.1 Les paramètres spectraux	99
		4.3.2 Les paramètres visqueux	100
		4.3.3 Les paramètres non-linéaires	100
			102
	4.4	Identification du modèle visco-élastique spectral sur des essais dynamiques	
		4.4.1 Démarche	
		4.4.2 Résultats	
		4.4.3 Le spectre large	
	4.5	• 0	107
	1.0	•	108
			108
		•	111
	4.6	•	$\frac{111}{117}$
	1.0	Conclusions	
<b>5</b>		<u>.</u>	119
	5.1	1	121
			121
			124
			124
	5.2	Dépendance à la température des mécanismes visqueux de la transition $\beta$ de la	10-
	۲.		125
	5.3	1 '	126
	5.4	1 /	127
	5.5		130
		5.5.1 Analyse de la dépendance à la vitesse	130

#### Table des matières

5.5.2 Analyse de la dépendance à la température	
Conclusions et perspectives	135
Annexe A	139
Annexe B	141
Bibliographie	145



# Principales notations

#### Thermographie infrarouge

: émittance du corps i

 $\sigma_{SB}$  : constante de Stefan-Boltzmann,  $\sigma_{SB} = 5,67032.10^8 \mathrm{W.m^{-2}.K^{-4}}$ 

émissivité

 $\Phi_{cam}$  : flux thermique reçu par la caméra infrarouge

température du corps i

#### DMA

: module réel : module de perte  $tan(\delta)$  : angle de perte

### Mécanique et matériaux

tenseur des contraintes de Cauchy tenseur des déformations totales tenseur des déformations visqueuses

tenseur de souplesse tenseur d'élasticité

tenseur des souplesses visqueuses mécanisme visqueux élémentaire i

poids du mécanisme visqueux élémentaire i

temps de relaxation du mécanisme visqueux élémentaire i

moyenne de la gaussienne i

 $n_0^i = \sqrt{2}s_d^i$ avec  $s_d^i$  l'écart type de la gaussienne i

paramètre des effets visqueux dans la direction transverse

paramètre des effets visqueux en cisaillement : paramètres de la fonction non-linéaire  $g(\underline{\sigma})$ 

déformation macroscopique du plan moyen du stratifié courbure macroscopique du plan moyen du stratifié efforts normaux et tranchants appliqués au stratifié moments de flexion et de torsion appliqués au stratifié



## Introduction

Les matériaux composites à matrice organique sont de plus en plus utilisés dans l'industrie des transports car ils constituent une solution d'allègement des véhicules, nécessaire pour relever les défis environnementaux de notre époque. L'industrie aéronautique fut une pionnière dans ce domaine, avec aujourd'hui plus de 50% de la masse structurale d'un A350 XWB constituée de matériaux composites. L'industrie automobile suit aujourd'hui ce mouvement, en s'intéressant au défi de la voiture électrique et en démocratisant l'utilisation des composites dans les véhicules de grandes séries et non plus seulement sur les supercars ou les voitures de compétition. L'enjeu pour toutes ces industries est de tendre vers un design optimal des structures composites, afin de profiter pleinement du gain de masse potentiel qu'ils représentent. Pour ce faire, il est nécessaire de fournir aux concepteurs des outils de dimensionnement permettant la prise en compte des diverses sollicitations que pourront subir ces structures au cours de leur existence.

Un des moyens de tendre vers cette conception optimale consiste en l'utilisation de modèles permettant une description fine du comportement des composites à matrice organique, et plus particulièrement des composites stratifiés pour ce qui nous concerne ici. Ces matériaux sont constitués d'un empilement de plis, eux-mêmes constitués de fibres longues noyées dans une matrice organique. Compte tenu de la morphologie d'un tel matériau, il existe trois grandes échelles de description du comportement des stratifiés à matrice organique : les échelles macroscopique, mésoscopique et microscopique. Ces différentes échelles donnent lieu à l'existence d'un grand nombre de modèles dont la représentativité et la prédictivité croissent lors de la diminution de l'échelle de description, avec en contrepartie une augmentation importante des coûts de calcul rendant inenvisageable l'utilisation d'un modèle microscopique pour le calcul d'une structure aéronautique complexe. De plus, au sein de ces différentes échelles, il existe également une grande diversité de modèles relativement à la gamme de sollicitations visée. Par exemple, à l'échelle mésoscopique, on trouve des modèles quasi-statiques avec une description très fine de l'endommagement et de la rupture (Ladevèze et Lubineau, 2001; Carrère et al., 2012), grâce notamment à la prise en compte de l'influence de l'endommagement microscopique sur la dégradation des propriétés mécaniques du pli à l'échelle mésoscopique. Ces modèles intègrent bien souvent une description visco-élastique du comportement afin de rendre compte de la réponse du matériau pour des essais de fluage (Trovalet, 2010; Maire, 1992). En revanche, l'extension de ces modèles à des sollicitations dynamiques de type transitoire n'est pas immédiate, il existe donc d'autres modèles décrivant l'influence des hautes vitesses de sollicitation sur le comportement des composites, notamment les modèles viscoplastiques (Wang et al., 1996; Thiruppukuzhi et Sun, 2001) ou phénoménologiques (Deletombe et al., 1997). Enfin, le comportement des composites à matrice organique est également fortement influencé par la température de l'environnement, qui peut varier de manière importante pour toutes les industries du domaine des transports. Certains des modèles précédemment cités intègrent dans leur formulation des termes dont l'objectif est de prendre en compte l'effet de la température sur le comportement, avec notamment une description des contraintes résiduelles de cuisson (Carrère et al., 2012), ou encore avec l'utilisation de fonctions d'interpolation pour la description de l'évolution des paramètres du modèle avec la température (Allix et al., 1996; Schieffer, 2003).

Cette grande diversité de modèles explique que l'un des objectifs actuels de la recherche soit de proposer des modèles "unifiés" qui soient représentatifs du comportement physique complexe des composites à matrice organique pour des sollicitations allant du fluage, que l'on observe lors des phases de stationnement, à des sollicitations dynamiques, lors d'un impact ou d'un accident, et ce pour diverses températures d'environnement. Pour ce faire, une compréhension et une caractérisation fine des phénomènes physiques aux différentes vitesses et pour différentes températures est nécessaire afin d'identifier les mécanismes et les principes fondamentaux nécessaires à la justification de tels modèles sur l'ensemble de la gamme de sollicitations visée. Il sera alors éventuellement possible, non pas de formuler un nouveau modèle, mais peut-être simplement d'étendre un modèle existant à des vitesses et des températures pour lesquels il n'a pas été développé, tout en conservant sa prédictivité initiale. Pour ce faire, un grand nombre de résultats expérimentaux sont disponibles dans la littérature, mais comme nous le verrons dans ces travaux, les conclusions de ces résultats sont parfois contradictoires. De plus, il est très difficile de construire une base de données cohérente pour différentes vitesses et différentes températures à l'aide de la littérature principalement à cause de problèmes liés à la géométrie des éprouvettes. Il n'existe actuellement pas de normes pour la caractérisation du comportement dynamique des composites à matrice organique, chaque laboratoire utilise donc une géométrie d'éprouvette adaptée à ses montages expérimentaux. Delsart (1999) a montré qu'une différence de 20% sur la mesure du module de cisaillement pouvait être observée lors de la modification de la géométrie dans le plan des éprouvettes stratifiées  $[\pm 45^{\circ}]_s$ . Cette différence est préjudiciable à l'identification d'un modèle unifié, car elle n'est pas liée à l'évolution des propriétés du matériau mais uniquement à des effets géométriques. L'obtention d'un modèle unifié passe nécessairement par une caractérisation précise et cohérente d'un composite stratifié sur une large gamme de vitesses et de températures, en s'affranchissant des effets parasites liés à l'adaptation de la géométrie des éprouvettes aux différents moyens d'essais utilisés.

Les travaux présentés dans ce manuscrit sont dédiés à la caractérisation et à la modélisation de la dépendance à la vitesse et la température du comportement des matériaux composites stratifiés à matrice organique, et plus particulièrement du T700GC/M21. Ce matériau stratifié est composé de fibres longues de carbone T700 et d'une matrice thermodurcissable M21 dans laquelle sont noyés des nodules thermoplastiques permettant d'améliorer les propriétés du stratifié vis à vis des sollicitations d'impact. Ce matériau est actuellement utilisé pour la réalisation de structures aéronautiques primaires, et il a été choisi à l'ONERA comme matériau modèle notamment pour le Projet de Recherche Fédérateur sur la Transition Statique-Dynamique dans les structures composite, projet dans lequel s'est inscrit cette thèse financée par la DGA. Afin de présenter les résultats de ces travaux de thèse, le manuscrit est découpé en cinq chapitres.

Le premier chapitre, qui porte sur la caractérisation et la modélisation du comportement des composites stratifiés à matrice organique, présente des résultats expérimentaux de la littérature permettant de décrire la dépendance à la vitesse et à la température du comportement mécanique des composites CMO, tout en pointant des contradictions entre les différents résultats présentés. Cette analyse nous amène à la conclusion qu'il n'est pas possible d'extraire de cette littérature une base de données cohérente qui permette l'identification d'un modèle unifié. Il sera donc nécessaire de caractériser ces dépendances à la vitesse et à la température, dans notre cas du T700GC/M21, pour construire et identifier un tel modèle. Parallèlement à ce bilan expérimental, une analyse des différents modèles existants, ainsi que de l'intégration de la dépendance à la vitesse et à la température, est réalisée afin de permettre le choix du modèle qui sera finalement étudié dans ces travaux.

La première partie de la caractérisation du T700GC/M21 est présentée dans le second chapitre de ce mémoire. Elle porte sur la dépendance à la vitesse de sollicitation du comportement de ce matériau. Afin de répondre à l'objectif d'obtenir une base de données qui ne soit pas parasitée par les changements de géométries des éprouvettes entre les différents moyens d'essais, un exercice de validation de la géométrie des éprouvettes qui serviront pour nos essais est effectué. Le but de cette validation étant que le comportement visco-élastique obtenu avec ces éprouvettes soit similaire à celui obtenu avec des éprouvettes normalisées. Pour cela, des mesures des champs de déplacement à la surface des différentes éprouvettes à l'aide d'une technique de stéréo-corrélation d'images numériques sont réalisées, ainsi que des essais à vitesse de déformation contrôlée. Les éprouvettes validées lors de cet exercice sont ensuite utilisées pour la réalisation d'essais hautes vitesses de déformation à l'aide d'un vérin hydraulique, et d'essais à faibles vitesses de déformation à l'aide d'une machine de fluage. L'analyse des essais dynamiques permet également de faire un bilan sur l'extension aux essais dynamiques des formules permettant de calculer les grandeurs élastiques issues des normes pour les essais quasi-statiques.

Dans le troisième chapitre, la caractérisation de l'influence de la température sur le comportement T700GC/M21 est réalisée. Elle se décompose en trois parties. La première partie de cette étude porte sur l'analyse de la variation de la température du matériau pour des sollicitations à différentes vitesses. L'objectif est de vérifier que cette variation de la température au cours de l'essai peut-être négligée, ce qui servira notamment pour la construction des hypothèses ultérieures de modélisation du comportement. La seconde partie porte sur l'étude de l'influence de la température d'environnement, et particulièrement sur une diminution de celle-ci par rapport à l'ambiante, sur la réponse du stratifié lors d'un essai de traction à différentes vitesses. La troisième partie de cette étude porte enfin sur la caractérisation plus fine de la dépendance à la température du comportement visco-élastique du T700GC/M21 et de la résine M21 pure, à l'aide d'essais DMA, à des fins cette fois de justification physique des précédentes observations. Ces essais permettent notamment la caractérisation des différentes transitions se développant dans la matrice, en fonction de la température.

Ces deux chapitres expérimentaux sont suivis de deux chapitres consacrés à la modélisation des effets de la vitesse et de la température observés expérimentalement. Le quatrième chapitre porte donc sur la modélisation de l'influence de la vitesse sur le comportement du stratifié T700GC/M21. Il se focalise sur la modélisation visco-élastique du comportement sur une large gamme de vitesses de sollicitation. Dans un premier temps, il est nécessaire de choisir le modèle qui sera étudié et étendu par la suite, en l'occurrence un modèle visco-élastique spectral. Une fois ce choix effectué, le modèle est implémenté sous Matlab et une étude de sensibilité est réalisée afin de mieux comprendre le rôle de chacun des paramètres, et de les associer aux observations effectuées expérimentalement. L'extension de ce modèle aux sollicitations dynamiques est ensuite réalisée à l'aide d'une reformulation reposant sur l'introduction d'un bi-spectre gaussien, le modèle mono-spectre n'étant pas jugé satisfaisant.

Le cinquième et dernier chapitre est consacré à la modélisation de l'influence de la température sur le comportement du stratifié T700GC/M21. Cette modélisation se décompose en deux étapes. Dans un premier temps, les contraintes résiduelles de cuisson sont introduites dans le modèle, ce qui ne permet pas de décrire l'influence de la température telle qu'elle a pu être observée expérimentalement au chapitre 3. Dans un second temps, le décalage temporel des mécanismes visqueux avec la diminution de la température est donc étudié : la description de ce phénomène à l'aide d'une loi d'Arrhénius est proposée sur la base des résultats des essais DMA réalisés dans nos travaux. Une équivalence temps-température est ainsi introduite dans le modèle visco-élastique bi-spectral, identifiée et validée.

Le manuscrit s'achève sur les principales conclusions de ces travaux ainsi que restant à explorer.	que les perspective

# Chapitre 1

# Caractérisation et modélisation des composites à matrice organique

Ce chapitre réalisant un état de l'art sur la caractérisation et la modélisation des composites à matrices organiques est découpé en deux parties. Dans une première partie, une étude du comportement du composite, des plis et de leurs constituants est réalisée. Elle est suivie d'une deuxième partie traitant de la modélisation à l'échelle mésoscopique du comportement des composites stratifiés. Dans ces deux parties une attention particulière est portée sur la dépendance à la vitesse de sollicitation et à la température.

#### Sommaire

1.1 Con	nportement des CMO	7
1.1.1	Le comportement à l'échelle du stratifié	8
1.1.2	Le comportement des constituants	10
1.1.3	Le comportement du pli	11
1.1.4	Dépendance à la vitesse de sollicitation	15
1.1.5	Dépendance à la température	21
1.1.6	Conclusions	24
1.2 Mod	délisation du comportement des CMO	<b>25</b>
1.2.1	Les trois grandes familles de modèles	25
1.2.2	Les mésomodèles pour les CMO	26
1.2.3	Conclusions	33

#### 1.1 Comportement des CMO

Un matériau composite est, par définition, un matériau formé de plusieurs composants élémentaires, non miscibles, dont l'association confère à l'ensemble des propriétés qu'aucun des composants pris séparément ne possède. Dans un contexte plus mécanique, un matériau composite est défini par Berthelot (Berthelot, 1999) comme étant le mélange d'une (ou plusieurs) phase(s) discontinue(s) dans une phase continue. La phase continue est classiquement appelée matrice et la phase discontinue est appelée renfort. La classification des composites est donc principalement basée sur le type de renforts, le type de matrice et leur arrangement. En fonction des renforts et de la matrice, pour un arrangement donné, il est possible d'obtenir un matériau avec des propriétés spécifiquement recherchées par le concepteur, pouvant être anisotrope, ce qui explique l'attrait croissant pour ces matériaux.

Cette thèse se focalise sur les composites stratifiés à matrice organique, avec comme renforts des fibres de carbone. Ces matériaux sont principalement utilisés dans l'industrie aéronautique et de plus en plus pour des structures qui possèdent un haut niveau de criticité, comme par exemple le caisson central de l'Airbus A380.

Les composites stratifiés se présentent sous la forme d'un pli de résine organique, dans notre cas une résine époxy, dans lequel sont noyées des fibres longues de carbone, dans une seule direction pour les stratifiés unidirectionnels, ou sous la forme d'un tissu plan pour les plis tissés 2D. Ces plis sont empilés dans différentes directions afin d'obtenir un stratifié. Un stratifié sera donc défini par sa séquence d'empilement, de la forme  $[(-\theta/\theta)_n]_s$ , avec n un entier et s désignant une séquence symétrique. Dans le cas n=2, le stratifié est constitué de 8 plis avec une séquence d'empilement  $-\theta/\theta/-\theta/\theta/-\theta/\theta/-\theta$ . Ces matériaux sont par définition hétérogènes, mais cette hétérogéneité peut être considérée à plusieurs échelles. Tout d'abord, au niveau microscopique, il y a des fibres noyées dans une matrice et réparties de façon aléatoire (Voir Figure 1.1). On trouve également des hétérogéneités à l'échelle des différents plis, que l'on appelle échelle mésoscopique, avec par exemple des zones pauvres en renfort et d'autres plus riches (Voir Figure 1.2). Enfin, à l'échelle macroscopique, c'est à dire à l'échelle de l'éprouvette de laboratoire, le stratifié est composé de plis avec des orientations diverses, ce qui constitue une troisième échelle d'hétérogéneité.

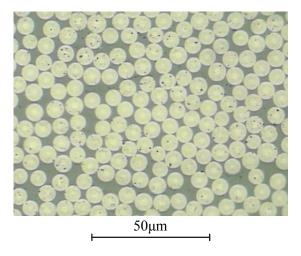


Figure 1.1: Micrographie d'un pli de T700GC/M21 pour une surface perpendiculaire à la direction des fibres au grossissement x100

Ces trois échelles peuvent constituer trois échelles d'étude pour la compréhension et la description du comportement du matériau. A l'échelle micro, l'étude portera principalement sur le

comportement des constituants et de l'interface entre ceux-ci, afin d'en déduire le comportement du composite. A l'échelle mésoscopique, l'étude se focalisera sur le comportement du pli UD ou tissé 2D suivant des directions privilégiées. Enfin à l'échelle macroscopique, l'étude portera principalement sur l'étude globale du stratifié.

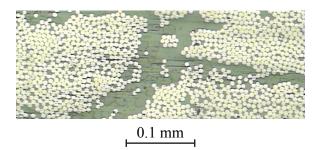


FIGURE 1.2: Micrographie d'une plaque de stratifié T700GC/M21 pour une surface perpendiculaire à la direction des fibres au grossissement x20

Dans la suite du paragraphe, une pré-analyse du comportement à chacune des échelles est réalisée. Elle se focalise plus particulièrement sur l'échelle mésoscopique qui, comme nous le préciserons, semble la plus pertinente pour notre étude.

#### 1.1.1 Le comportement à l'échelle du stratifié

Dans un premier temps, il est possible d'analyser le comportement d'un composite stratifié constitué de plis unidirectionnels, à l'échelle macroscopique, lors d'un essai de traction dans le plan, comme cela est fait dans la thèse de Huchette (2005). Par exemple pour un stratifié  $[0/90]_s$ , le comportement, qui peut être décrit comme globalement élastique fragile, peut être décomposé en trois grandes étapes (voir Figure 1.3).

Dans une première phase, entre l'origine de la courbe et le point n° 2, on observe un comportement macroscopique linéaire, malgré l'apparition de micro-dommages (point n° 1). Ces micro-dommages, caractérisés par de la décohésion fibre-matrice ou du délaminage diffus (Trovalet, 2010), apparaissent pour des niveaux de chargement faible mais n'entraînent pas nécessairement de non-linéarités visibles dans le comportement macroscopique du stratifié sur cette gamme de déformation (Lecomte-Grosbras, 2009). Ensuite leur densité augmente, et la coalescence de cet endommagement diffus à l'échelle du pli entraîne l'apparition de la première fissure dans le stratifié (point n° 2). Cette fissure apparait ici dans le pli à 90°, elle est parallèle aux fibres et traverse le pli dans toute la largeur et sur toute l'épaisseur.

La deuxième phase dans le comportement, entre le point n° 2 et le point n° 4, se caractérise par l'augmentation de l'endommagement dans le pli à 90°, ce qui affecte le comportement macroscopique du stratifié et se traduit par une diminution du module tangent. Cet endommagement se caractérise par de la fissuration transverse ainsi que des délaminages locaux (point n° 3) en pointe de fissures, liés aux concentrations de contraintes. Le taux de fissuration transverse augmente jusqu'à l'apparition d'un phénomène de saturation. La fissuration transverse cesse alors et le délaminage devient la principale cause d'endommagement (Abisset, 2012)

La dernière phase du comportement est la ruine finale du stratifié (point n°4), se caractérisant ici par la rupture brutale des fibres dans la direction du chargement.

Si l'on s'intéresse maintenant à un essai de traction dans le plan d'un stratifié à base de plis tissés 2D avec un empilement  $[(\pm 45)_4]_s$ , un comportement bien différent du précédent est obtenu (voir Figure 1.4). Ce comportement, après une première phase élastique, est non-linéaire et atteint des niveaux de déformation beaucoup plus élevés que pour le stratifié  $[0/90]_s$ .

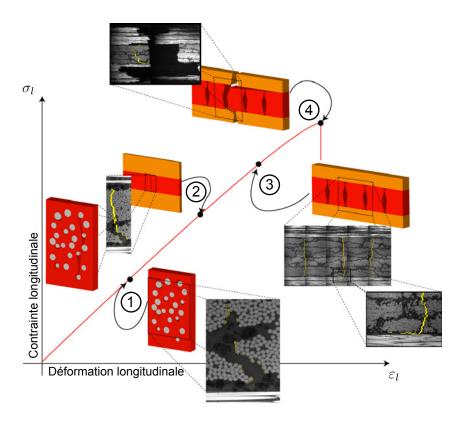


FIGURE 1.3: Courbe modèle pour la description du scénario d'endommagement d'un composite stratifié  $[0/90]_s$  lors d'un essai de traction (Huchette, 2005)

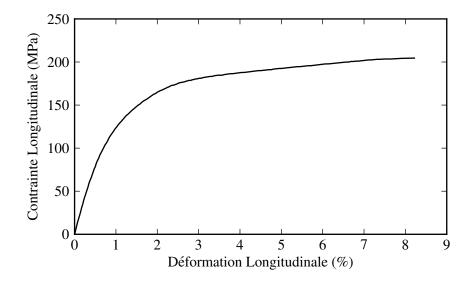


FIGURE 1.4: Essai de traction dans le plan d'un stratifié  $[(\pm 45)_4]_s$  à base de plis carbone/époxy tissé 2D G939/M18 (Delsart, 1999)

Quoiqu'il en soit, il est clair que la description et la compréhension du comportement des composites doivent être réalisées à une échelle plus fine que l'échelle macroscopique, d'une part pour s'affranchir de la variation de comportement liée à l'empilement, et d'autre part, car les phénomènes physiques qui caractérisent le comportement se produisent à une échelle plus fine, comme le montre l'étude du comportement du stratifié  $[0/90]_s$ .

#### 1.1.2 Le comportement des constituants

L'échelle la plus fine pour l'analyse du comportement des composites stratifiés est l'échelle microscopique. Nous nous intéressons plus particulièrement au comportement des constituants, qui peuvent théoriquement être étudiés de façon indépendante à cette échelle.

#### Les fibres de carbone

Les fibres de carbone sont classées en différentes catégories en fonction de leurs propriétés mécaniques en traction : les fibres HR (Haute Résistance), HM (Haut Module) et THM (Très Haut Module). Les différences entre ces fibres sont liées aux imperfections dans la structure cristalline qui apparaissent lors de la fabrication.

Il existe deux essais classiques pour la détermination des propriétés en traction des fibres de carbone (Peebles, 1994) : l'essai sur le filament seul ou l'essai sur une mèche preimprégnée de résine. L'essai sur le filament seul est le plus laborieux, car il faut réaliser un grand nombre d'essais pour obtenir les propriétés à rupture des filaments dans la mesure où celles-ci sont très dispersives. En outre, cet essai en lui même est complexe à mettre en œuvre. L'essai sur la mèche préimprégnée est donc l'essai le plus couramment utilisé.

Les fibres de carbone sont des matériaux isotropes transverses avec un comportement de type élastique fragile. La limite à rupture de la fibre est environ deux fois plus grande en traction qu'en compression (Peebles, 1994).

Le comportement en traction de la fibre de carbone est indépendant de la vitesse de sollicitation (Zhou et al., 2003 ; Wang et al., 2007). Par contre, le comportement est dépendant de la température, particulièrement pour les températures supérieures à  $1000\,^{\circ}$ C. Mais cette dépendance est souvent négligée pour les températures d'utilisation classiques des polymères renforcés par des fibres de carbone ( $T \in [-65\,^{\circ}\text{C}; 180\,^{\circ}\text{C}]$ ). En effet, Sauder et al. ont montré une faible évolution du module d'Young et de la limite à rupture en traction, avec respectivement une diminution et une augmentation inférieure à 5%, pour des températures comprises entre 20 °C et  $1000\,^{\circ}$ C (Sauder et al., 2004).

#### La matrice époxy

Il existe deux grandes familles de matrices organiques : les matrices thermodurcissables et les matrices thermoplastiques. Les résines thermoplastiques présentent l'avantage de pouvoir être mises en forme plusieurs fois, elles peuvent donc être recyclées contrairement aux résines thermodurcissables. En revanche, les propriétés mécaniques et thermomécaniques des résines thermodurcissables sont meilleures que celles des thermoplastiques, bien que cet écart se réduise progressivement : les résines thermodurcissables sont aujourd'hui les résines les plus utilisées. Il existe différents types de résines thermodurcissables : les résines polyesters, les résines époxy, les résines vinylester... Dans la suite, notre étude se focalise sur les résines époxy couramment utilisées dans l'industrie aéronautique.

Les résines époxy sont des matériaux isotropes qui présentent un comportement plutôt fragile en traction, alors qu'elles présentent un comportement plutôt ductile en compression et en cisaillement (Fiedler et al., 2001). Le comportement des résines époxy dépend de la vitesse de sollicitation et de la température. On constate classiquement un accroissement du module apparent et de la limite à rupture, accompagné d'une diminution de la déformation maximale

(Korber, 2010), avec l'augmentation de la vitesse de déformation (voir Figure 1.5) ou avec une diminution de la température (voir Figure 1.6).

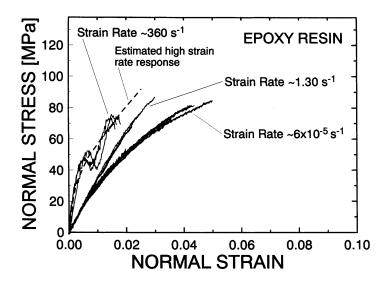


Figure 1.5: Essai de traction à différentes vitesses de sollicitation pour la résine epoxy 977-2 (Gilat et al., 2002)

L'inconvénient d'étudier la résine seule est que celle-ci est bien souvent dans un état physicochimique différent dans le stratifié. En effet, Schieffer a montré qu'après le cycle de cuisson préconisé par le constructeur, la résine dans le stratifié est à un niveau plus faible de réticulation que la résine seule (Schieffer, 2003). Si l'on ajoute à cela la présence d'un état de contraintes résiduelles triaxiales dans le stratifié, la comparaison entre la matrice seule et la matrice dans le stratifié doit être réalisée avec de nombreuses précautions.

#### 1.1.3 Le comportement du pli

L'étude du comportement doit être réalisée à une échelle plus fine que l'échelle macroscopique, notamment afin de mieux appréhender les mécanismes d'endommagement. Cette étude doit également être réalisée sur le matériau composite et non sur les constituants seuls afin de tenir compte des différences de propriétés physico-chimiques des éléments seuls ou assemblés, mais aussi car l'interface entre les fibres et la matrice joue un rôle primordial et que sa caractérisation est complexe. L'échelle qui a été retenue pour la suite de l'étude est pour ces raisons celle du pli stratifié, également appelée échelle mésoscopique.

A cette échelle, le matériau présente des orientations privilégiées qui vont nécessairement transparaître dans le comportement du pli. En effet, le comportement dans le sens des fibres, direction 1 sur la Figure 1.7, sera principalement piloté par le comportement des fibres. Alors que le comportement dans la direction transverse des fibres, direction 2 sur la Figure 1.7, se rapprochera plus de celui de la matrice, tout en étant également lié à celui de l'interface.

De plus, comme nous l'avons vu dans le paragraphe 1.1.1, l'endommagement va se développer suivant ces directions privilégiées, avec notamment l'apparition de fissures transverses lors d'un essai de traction sur un stratifié  $[0/90]_s$ . Ces directions privilégiées constituent donc a priori le repère le plus approprié pour la description du comportement du pli. Ce manuscrit se focalise sur le comportement dans le plan des stratifiés, l'analyse portant sur l'étude du comportement en traction/compression dans le sens fibre, dans le sens transverse et en cisaillement. D'autres travaux sont actuellement en cours à l'ONERA sur le comportement hors plan des stratifiés, avec notamment l'étude des interfaces délaminantes.

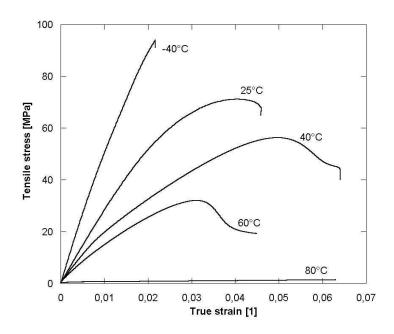


FIGURE 1.6: Essai de traction à différentes températures pour la résine époxy L135i (Fiedler  $et\ al.,\ 2005)$ 

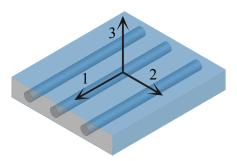


FIGURE 1.7: Repère associé aux directions privilégiées du pli

#### Sens fibre

Le comportement en traction dans le sens fibre du pli composite est classiquement décrit comme linéaire élastique fragile (voir Figure 1.8). On peut noter une rigidification de certains matériaux accompagnant l'augmentation de la contrainte longitudinale. Certains auteurs considèrent que cette rigidification, dans les matériaux composites carbone/époxy de 3<sup>ième</sup> génération, est due à la présence de nodules thermoplastiques dans la matrice thermodurcissable, qui entraîne une légère ondulation des fibres. Avec la charge qui augmente, ces fibres se réalignent, ce qui explique la rigidification lors de l'essai de traction dans le sens fibre.

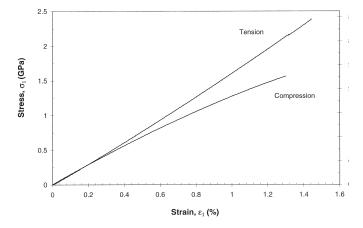


FIGURE 1.8: Courbes contrainte-déformation pour un essai de traction et un essai de compression dans le sens fibre sur un pli unidirectionel carbone/époxy AS4/3501-6 (Daniel et Abot, 2000)

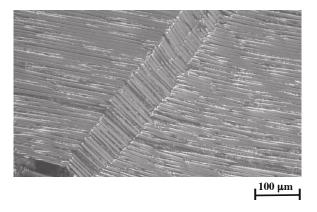


FIGURE 1.9: Visualisation au microscope (grossissement x200) d'une bande de plissement (kinkband) dans un composite stratifié HTS40/977-2 (Jumahat et al., 2010)

Sur la Figure 1.8, le comportement en compression dans le sens fibre est également tracé. Le module apparent au début de la courbe contrainte-déformation est le même pour l'essai de compression que pour l'essai de traction. Par contre, les deux comportements divergent l'un de l'autre rapidement avec un comportement non linéaire en compression et une contrainte à rupture beaucoup plus faible qu'en traction (dans cet exemple environ 32% plus faible). La perte de linéarité est liée à l'apparition de zones de micro-flambage des fibres dans le pli (phénomène de plissement ou kinking en anglais, voir Figure 1.9), qui vont entraîner la rupture de celles-ci, à un niveau plus faible qu'en traction (Feld, 2011).

#### Sens transverse

Il est nécessaire de distinguer, pour le comportement transverse, les composites à base de plis unidirectionnels de ceux à base de plis tissés 2D. Pour les plis tissés 2D, le comportement dans le sens transverse (sens trame) est similaire au comportement sens fibre (sens chaîne). On observe donc un comportement élastique fragile en traction et un comportement non-linéaire en compression.

Pour les composites à base de plis unidirectionnels, le comportement en traction dans le sens transverse est non-linéaire élastique fragile. Il est classique de considérer que le comportement dans le sens transverse est proche de celui de la matrice. Gilat et al. (Gilat et al., 2002) ont montré que la rupture en traction dans le sens transverse d'un stratifié de IM7/977-2 intervient pour une déformation d'environ 1% pour une sollicitation quasi-statique, alors qu'elle intervient pour une déformation d'environ 4% pour la résine pure en traction. Les auteurs proposent deux justifications : l'état de sollicitation triaxial de la résine dans le composite lors de l'essai de traction et la faible résistance de l'interface fibre-matrice. Ce constat plaide une fois de plus pour une étude du pli stratifié et non des composants seuls afin de progresser dans la compréhension et la description du comportement des composites.

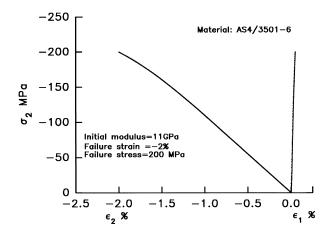


FIGURE 1.10: Essai de compression transverse sur un composite stratifié AS4/3501-6 (Soden  $et\ al.,\ 1998$ )

En ce qui concerne le comportement en compression dans le sens transverse, il peut être considéré comme élasto-plastique avec le même module d'élasticité qu'en traction. En revanche, la limite à rupture est plus importante en compression qu'en traction (dans le cas du matériau AS4/3501-6 environ 4 fois plus grande (Soden et al., 1998)) car les mécanismes d'endommagement et de rupture ne sont pas les mêmes. En compression, la rupture est pilotée par deux phénomènes (Gonzales et LLorca, 2007). Le premier est la localisation de la déformation plastique de la matrice dans un plan parallèle aux fibres et formant un angle compris entre 50° et 56° par rapport à la perpendiculaire à la direction de sollicitation. Le second est le développement de micro-dommages avec l'apparition de décohésions fibre-matrice. La rupture du stratifié est causée par la rupture en cisaillement de la matrice, d'après les observations microscopiques post-mortem (Gonzales et LLorca, 2007).

#### Cisaillement

Il existe un grand nombre d'essais pour déterminer le comportement en cisaillement des plis composites, les plus utilisées étant : l'essai sur un stratifié  $[\pm 45]_i$  (principalement en traction) et l'essai sur une éprouvette dont les fibres forment un angle  $\theta > 0^{\circ}$  avec l'axe de sollicitation

(principalement en compression). Pour le comportement en cisaillement, nous ne distinguerons pas les plis tissés 2D et les plis unidirectionnels car ils présentent des comportements proches.

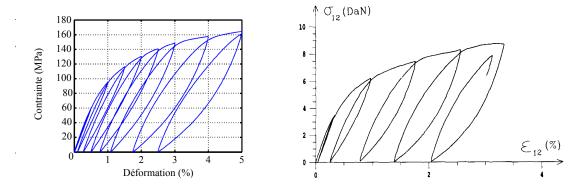


FIGURE 1.11: Essai de traction en cisaillement sur un composite tissé 2D (Marcin, 2010) à gauche et pour un pli unidirectionnel de T300/914 à droite (Ladevèze et Le Dantec, 1992)

Le comportement d'un pli carbone/époxy pour une sollicitation de cisaillement est non linéaire, élastique endommageable comme le montre la Figure 1.11. Le comportement peut-être considéré comme symétrique. En effet, des essais sur un stratifié UD à l'ONERA ont montré qu'une différence inférieure à 10% était obtenue entre les propriétés en traction et en compression lors d'un essai sur un stratifié  $[\pm 45]_i$  (Deletombe  $et\ al.$ , 1997), ce qui est du même ordre de grandeur que la dispersion expérimentale.

#### 1.1.4 Dépendance à la vitesse de sollicitation

Jusqu'à présent, le comportement du pli a été étudié pour des sollicitations quasi-statiques. Or, lors de la vie d'une structure composite aéronautique, la vitesse de la sollicitation est un paramètre à considérer car celle-ci varie beaucoup. En effet, la structure va subir des sollicitations rapides, avec par exemple des impacts de glace ou d'oiseaux, et des sollicitations très lentes, avec par exemple des phases de fluage lors du stationnement. Nous avons vu précédemment que le comportement des fibres de carbone est insensible à la vitesse, ce qui n'est pas le cas de celui de la matrice époxy. Il est donc nécessaire d'étudier la sensibilité à la vitesse de sollicitation du pli composite. Dans la suite, nous détaillerons de façon séparée les résultats bibliographiques pour deux gammes de vitesses de sollicitations (lentes et rapides). Nous établirons dans un premier temps les différents types d'essais qui peuvent être réalisés pour caractériser la dépendance à la vitesse du comportement du matériau, et nous les déclinerons ensuite selon les directions privilégiées du pli.

#### Les différents types d'essais

Dans un premier temps, nous pouvons nous intéresser aux essais qui permettent de caractériser le comportement à faible vitesse des matériaux composites. Les deux essais les plus courants sont les essais de fluage et de relaxation. L'essai de fluage consiste à imposer un état de contrainte à l'éprouvette pendant un certain temps et à observer l'évolution de la déformation pendant ce laps de temps. Pour les plastiques renforcés, il existe une norme qui définit l'essai et les éprouvettes : NF EN ISO 899-1. L'essai de fluage est souvent complété d'un essai de recouvrance, qui consiste à ramener l'éprouvette à un état de contrainte nulle et à observer l'évolution de la déformation. La courbe contrainte-déformation d'un essai de fluage-recouvrance est tracée sur la Figure 1.12. L'essai de relaxation consiste à imposer un état de déformation à l'éprouvette pendant un certain temps et à observer l'évolution de la contrainte pendant ce laps de temps.

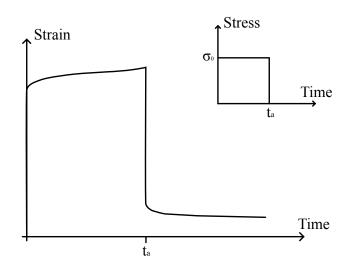


FIGURE 1.12: Courbe contrainte-déformation typique pour un essai de fluage-recouvrance (Papanicolaou et al., 1999)

Il existe ensuite un grand nombre d'essais permettant de caractériser le comportement des composites à matrice organique pour des vitesses de sollicitation importantes. Parmi les principaux moyens, on peut citer : les vérins hydrauliques, les barres d'Hopkinson, les essais balistiques, les puits de chute. Tous ces moyens sont classés dans le Tableau 1.1 en fonction du type de sollicitation et des vitesses de déformation obtenues (Hamouda et Hashmi, 1998).

Tous les moyens d'essais permettant d'obtenir des vitesses de déformation supérieures à celles obtenues avec les essais aux barres d'Hopkinson n'ont été que très peu utilisés pour la caractérisation des composites à matrice organique. En effet, ces moyens, qui ont été développés pour la caractérisation des matériaux métalliques, doivent être adaptés pour traiter certaines spécificités des composites à matrice organique, comme par exemple leur anisotropie et les effets d'échelle sur la rupture. Dans la suite, l'étude bibliographique porte donc principalement sur les moyens conventionnels, les vérins hydrauliques et les barres d'Hopkinson. Il est également important de noter que pour tous ces essais dynamiques, il n'existe aucune norme pour les matériaux composites.

#### Sens fibre

D'après les études des propriétés des constituants et du comportement quasi-statique du pli, il est possible de supposer que le comportement du pli en traction dans le sens fibre sera insensible à la vitesse de déformation comme le sont les fibres. En revanche, en ce qui concerne le comportement en compression, il est difficile de présumer un résultat, en particulier pour la rupture dans la mesure où celle-ci est structurale.

Les premiers travaux sur l'influence de la vitesse de déformation lors d'un essai de traction sur un composite carbone/époxy sont ceux de Harding et Welsh (Harding et Welsh, 1983). Dans ces travaux, les auteurs proposent une modification du montage classique des barres d'Hopkinson en tension afin de l'adapter aux composites à fibres unidirectionnelles. Ils réalisent des essais à différentes vitesses de sollicitations pour un composite constitué de fibres de carbone HYFIL-Torayca-130-S et d'une matrice époxy R7H. Les courbes contrainte-déformation sont tracées pour différentes vitesses sur la Figure 1.13. Les auteurs concluent donc bien de ces essais que les matériaux composites CFRP sont insensibles dans le sens fibre à la vitesse de déformation. Ces résultats ont été confirmés plus tard, avec par exemple les travaux de Gomez-del Rio et al. (Gomez-del Rio et al., 2005).

Tableau 1.1: Moyens expériementaux pour des essais dynamiques sur les composites (Hamouda et Hashmi, 1998)

Sollicitation	Vitesse de déformation $(s^{-1})$	Moyen d'essai
	,	Ü
Compression	< 0.1	Machine conventionnelle
	0.1 - 100	Vérin hydraulique
	0.1 - 500	Puit de chute
	$200 - 10^4$	Barres d'Hopkinson
	$10^4 - 10^5$	Canon à air comprimé
Traction	< 0.1	Machine conventionnelle
	0.1 - 100	Vérin hydraulique
	$100 - 10^4$	Barres d'Hopkinson en traction
	$10^{4}$	Test d'expansion d'anneau
	$> 10^5$	Plaque volante
Cisaillement	< 0.1	Machine conventionnelle
	0.1 - 100	Vérin hydraulique
	$10 - 10^3$	Impact en torsion
	$100 - 10^4$	Barres d'Hopkinson en torsion
	$10^3 - 10^4$	Essai de Iosipescu aux barres d'Hopkinson
		Essai de poinçonnage
	$10^4 - 10^7$	Plaque volante en cisaillement

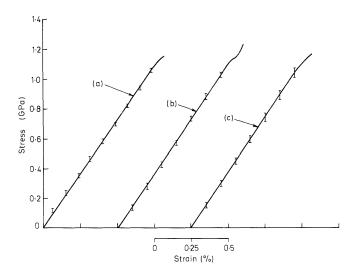


FIGURE 1.13: Courbes contrainte-déformation pour un essai de traction sur un composite CFRP à différentes vitesses ( $\dot{\varepsilon} = 5.10^{-4} \text{ s}^{-1}$  (a),  $\dot{\varepsilon} = 7 \text{ s}^{-1}$  (b),  $\dot{\varepsilon} = 450 \text{ s}^{-1}$  (c)) (Harding et Welsh, 1983)

La réponse en traction dans le sens fibre d'un composite carbone/époxy est donc indépendante de la vitesse de sollicitation lorsque celle-ci est importante. Les essais de fluage, sur un composite à base de fibres de carbone haute résistance dans une résine epoxy ERLA 4617, réalisés par Sturgeon et al. (1976) confirment ce constat pour des vitesses plus faibles. En effet, après 1000 heures de fluage dans la direction fibre, la variation de la déformation par fluage est de  $6.10^{-3}\%$  alors que la valeur de la déformation totale après la mise en place de la contrainte est de  $3.10^{-1}\%$ . Le comportement dans le sens fibre d'un composite carbone/époxy est donc indépendant du temps de sollicitation.

De nombreux auteurs rapportent que le comportement en compression dans le sens fibre est dépendant de la vitesse de sollicitation (Korber, 2010; Bing et Sun, 2005; Hsiao et Daniel, 1998). Comme on peut le voir sur la Figure 1.14, les auteurs concluent que le module d'élasticité est indépendant de la vitesse alors que la contrainte à rupture augmente avec la vitesse. Ce résultat semble logique dans la mesure où la valeur du module dépend principalement du comportement des fibres elles mêmes insensibles à la vitesse. En revanche, la rupture en compression provient du phénomène de kinking dont l'apparition dépend des propriétés de la matrice; il semble donc normal que la contrainte à rupture varie avec la vitesse.

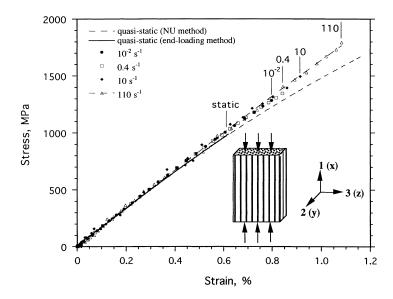


FIGURE 1.14: Comparaison des courbes contrainte-déformation pour des sollicitations de compression dans la direction longitudinale pour diverses vitesses de chargement sur un composite IM6G/3501-6 (Hsiao et Daniel, 1998)

#### Sens transverse

Comme pour le comportement quasi-statique, il faut distinguer, pour les sollicitations dans le sens transverse, les composites tissés 2D des composites unidirectionnels. Dans la suite, nous détaillerons uniquement le comportement des plis unidirectionnels dans la mesure où le comportement des plis tissés 2D est similaire à celui observé dans le sens fibre.

Le comportement en traction dans le sens transverse dépend de la vitesse de sollicitation. Plusieurs auteurs (Daniel et al., 1981; Gilat et al., 2002; Taniguchi et al., 2007) ont montré une augmentation du module apparent et de la contrainte à rupture avec une augmentation de la vitesse. Par contre, la valeur de la déformation à rupture ne semble pas être affectée par la vitesse dans ces travaux. Cependant, il existe des résultats contradictoires dans la littérature, pour un autre type de stratifié unidirectionnel que les auteurs précédents, comme par exemple ceux de Melin and Asp (Melin et Asp, 1999), qui observent une diminution du module avec

l'augmentation de la vitesse ainsi qu'une augmentation de la déformation et de la contrainte à rupture dans la même gamme de vitesse. Cette différence peut provenir du matériau ou de la géométrie des éprouvettes qui n'est pas la même. Comme cela a été mentionné précédemment, les essais dynamiques ne sont pas normalisés, il n'existe donc pas une géométrie normative utilisée par tous. Chaque laboratoire possède son savoir faire pour les essais dynamiques et la géométrie des éprouvettes en fait partie. Les différences dans les géométries des éprouvettes pour les essais dynamiques expliquent bien souvent les différences obtenues dans les résultats.

Le comportement dans le sens transverse pour des sollicitations de compression est également dépendant de la vitesse de sollicitation. En effet, Daniel et al. (Daniel et al., 2011a) sur un composite AS4/3501-6 ou Koerber et al. (Koerber et al., 2010) sur un composite IM7-8552 ont montré une augmentation du module apparent et de la contrainte à rupture avec l'augmentation de la vitesse de déformation lors d'essais aux barres d'Hopkinson (Voir Figure 1.15). En revanche, la déformation à rupture n'évolue pas ou peu avec la vitesse.

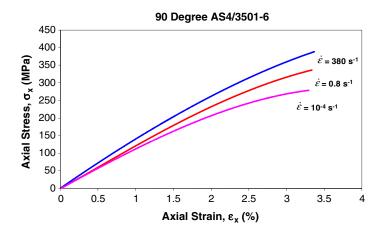


FIGURE 1.15: Courbe contrainte-déformation pour des sollicitations de compression dans la direction transverse pour diverses vitesses de chargement sur un composite AS4/3501-6 (Daniel *et al.*, 2011a)

En ce qui concerne les vitesses de déformation très faibles, de nombreux auteurs (Remy-Petipas, 2000 ; Schieffer, 2003 ; Huchette, 2005) ont mis en évidence un comportement visco-élastique non linéaire pour des sollicitations de fluage.

#### Cisaillement

Comme pour le comportement transverse en traction, toutes les études montrent une dépendance à la vitesse de sollicitation du comportement en cisaillement, en revanche les conclusions sur l'influence de la vitesse sur les propriétés mécaniques divergent. Par exemple, Gilat et al. observent une augmentation de la limite à rupture, une faible variation du module apparent et pas de variation de la déformation à rupture sur un stratifié IM7/977-2 pour des vitesses de déformation entre  $9 \cdot 10^{-5}$  s<sup>-1</sup> et 600 s<sup>-1</sup> (Gilat et al., 2002). Taniguchi et al. quant à eux, observent une augmentation du module apparent et de la contrainte à rupture ainsi qu'une diminution de la déformation à rupture entre les essais quasi-statiques et des essais à 100 s<sup>-1</sup> sur un stratifié T700S/2500 carbone époxy (Taniguchi et al., 2007). De nouveau, les résultats semblent dépendre du matériau et de la géométrie des éprouvettes ainsi que des moyens d'essais (vérin hydraulique, barres d'Hopkinson). Des essais sur un composite tissé 2D, G939/M18, réalisés à l'ONERA par Delsart (Delsart, 1999) aboutissent aux mêmes conclusions que Taniguchi et al. (Voir Figure 1.16). Une autre étude sur des stratifiés carbone/époxy en dynamique réalisée à l'ONERA par Deletombe et al. (Deletombe et al., 1997) permet de comparer l'influence de la

vitesse sur le comportement entre un pli tissé et un pli unidirectionnel avec la même résine époxy. Les auteurs parviennent à la conclusion que les plis tissés 2D sont plus sensibles à la vitesse de sollicitation que les plis unidirectionnels, avec par exemple une augmentation de 150% du module apparent contre seulement 30% pour les plis UD. Une explication de cette sensibilité plus importante peut-être d'éventuels frottements entre les fibres sens chaînes et les fibres sens trame.

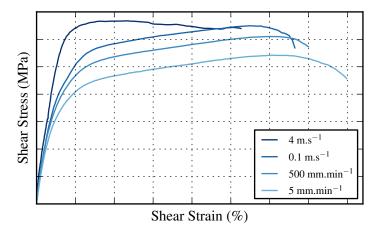


FIGURE 1.16: Courbe contrainte-déformation pour des essais dynamiques sur un composite stratifié tissé 2D G939/M18 à différentes vitesses de sollicitation (Delsart, 1999)

Enfin, le comportement pour des vitesses de sollicitations plus faibles est viscoélastique non linéaire (Voir Figure 1.17) comme pour les sollicitations transverses (Remy-Petipas, 2000 ; Schieffer, 2003 ; Huchette, 2005).

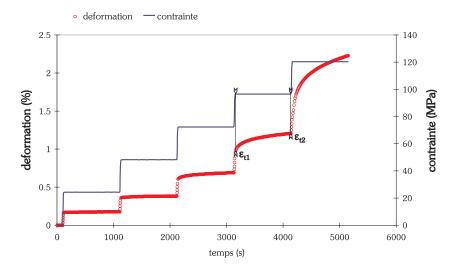


FIGURE 1.17: Courbe de la contrainte et de la déformation longitudinale en fonction du temps pour un essai de fluage à paliers multiples sur un stratifié T800/F655-2 pour un empilement  $[\pm 45]_{4s}$  (Remy-Petipas, 2000)

#### Comparaison des résultats statiques et dynamiques

Dans l'analyse des résultats expérimentaux, nous avons vu que la géométrie des éprouvettes pour les essais dynamiques pouvait être une des explications des divergences entre les auteurs.

Elle pose également problème lorsque l'on veut comparer les résultats dynamiques avec des résultats pour des vitesses plus faibles (quasi-statique, fluage...).

En effet, il n'existe actuellement pas de procédures normatives pour les essais dynamiques contrairement aux essais statiques. Il n'existe donc pas de géométries normalisées, et chaque laboratoire est libre d'utiliser sa propre géométrie. La plupart du temps, pour les essais dynamiques, des éprouvettes plus courtes, plus fines et moins larges sont utilisées afin d'atteindre des vitesses de déformation élévées tout en s'adaptant aux capacités des moyens d'essai (charge maximale et encombrement). Dans une étude sur le comportement dynamique d'un composite tissé 2D carbone/époxy, Delsart a relevé une différence de 14% entre le module de cisaillement identifié à l'aide d'un essai sur une éprouvette courte pour la dynamique et celui identifié sur une éprouvette normée (Delsart, 1999). Dans cette étude, l'épaisseur de l'éprouvette était la même, seul le rapport entre largeur et longueur de la zone utile avait été modifié. Cela ne pose a priori pas de problème pour l'étude dynamique du comportement du pli, où l'on s'intéresse à la variation relative des propriétés mécaniques avec la vitesse, à géométrie donnée. En revanche, si l'on souhaite utiliser ces résultats avec ceux d'essais à des vitesses plus lentes, la variation de la géométrie va introduire une variation des propriétés qui n'est pas liée à la physique du matériau mais a un problème de structure.

Il est donc difficile de construire une base de données cohérente sur un même matériau pour différents types de sollicitations (dynamique, quasi-statique et fluage) à partir des seules données de la littérature.

#### Conclusions

Les matériaux composites à fibres de carbone et matrice époxy ont donc un comportement qui dépend de la vitesse de sollicitation, effet principalement dû à la matrice époxy. En revanche, les conclusions des auteurs, principalement en dynamique, sur l'influence de la vitesse de sollicitation sur les propriétés mécaniques du matériau sont pour certaines divergentes. Une des explications sur ces divergences provient de la grande variété des géométries d'éprouvettes utilisées en dynamique. L'absence d'une géométrie normative pose problème pour la construction d'une base de données couvrant différentes vitesses de sollicitations, sur un même matériau.

#### 1.1.5 Dépendance à la température

Les structures aéronautiques évoluent à différentes températures. Par exemple, les hélicoptères doivent être certifiés au crash pour des températures allant jusqu'à -56,5 °C. Or, nous avons vu lors de l'étude des propriétés des constituants que le comportement mécanique de la matrice époxy dépendait également de la température. Il est donc nécessaire d'analyser le comportement des composites pour des températures autres que la température ambiante. Néanmoins, les composites à matrice organique sont faits pour être utilisés en dessous de la température de transition vitreuse de leur matrice. En effet, pour des températures supérieures à 180 °C, température de transition vitreuse  $(T_g)$  classique des matrices époxy, la matrice passe d'un état vitreux à un état caoutchoutique dans lequel elle n'assure quasiment plus son rôle de transmission des contraintes entre les fibres. Dans la suite, nous nous focaliserons sur l'étude du comportement pour des températures inférieures à la  $T_g$ , allant de -180 °C à 150 °C.

#### Les différents types d'essais

Pour caractériser expérimentalement la dépendance à la température du comportement des différents matériaux, les expérimentateurs ont le plus souvent recours à une enceinte régulée thermiquement. L'éprouvette et les mors de la machine sont placés dans cette enceinte. Cette méthode présente l'avantage de permettre l'utilisation de tous les moyens précédemment cités, notamment les moyens dynamiques, pour peu que l'on puisse adapter l'enceinte à ces moyens.

Il est également possible d'envisager l'utilisation de machines classiquement utilisées pour caractériser le comportement visco-élastique des polymères en fonction de la température comme par exemple les machines de DMA (Dynamic Mechanical Analysis). La caractérisation avec ces dernières machines n'est que partielle, elle ne permet pas d'obtenir par exemple l'évolution des propriétés à rupture du pli. En revanche, elle permet une étude fine de l'évolution du module avec la température ainsi que la caractérisation des différentes températures de transition de la matrice, comme par exemple la transition vitreuse (voir chapitre 3 pour plus de détails).

Afin d'analyser l'évolution des différentes propriétés mécaniques des matériaux composites CMO en fonction de la température, la suite de cette étude porte sur les essais au sein d'enceintes régulées.

#### Sens fibre

Pour le comportement en traction des stratifiés dans le sens fibre, qui est directement piloté par celui des fibres, une invariance à la température d'essai est attendue compte tenu de la faible sensibilité du comportement des fibres de carbone à ce paramètre. C'est ce qu'ont démontré Gomez-del Rio et al. (2005), à l'aide d'essais aux barres d'Hopkinson réalisés en traction dans une enceinte climatique, sur un stratifié AS4/3501-6 (voir Figure 1.18).

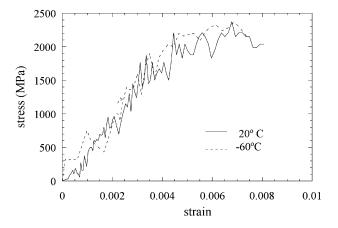


FIGURE 1.18: Courbe contrainte-déformation pour un composite stratifié AS4/3501-6 [0]<sub>10</sub> pour un essai dynamique en traction ( $\dot{\varepsilon} = 750 \text{ s}^{-1}$ ) à différentes températures environnementales (Gomez-del Rio et al., 2005)

Le comportement en compresssion dans le sens fibre est quant à lui dépendant de la température, bien que cette dépendance soit plus visible pour une augmentation de la température par rapport à l'ambiante que pour une diminution. En effet, pour une variation de la température entre l'ambiante et 200 °C, Karayaka and Sehitoglu constatent une diminution de la contrainte à rupture du pli de l'ordre de 60% sans évolution notable du module également sur un strati-fié AS4/3501-6 (Karayaka et Sehitoglu, 1996). En revanche, Reed and Golda ne constatent pas d'évolution des propriétés mécaniques en compression entre des essais à des températures cryogéniques et à température ambiante pour différents stratifiés à fibres de carbone (Reed et Golda, 1994). Les auteurs précisent néanmoins qu'avec une dispersion sur les propriétés mécaniques de l'ordre de 25%, une faible évolution des propriétés mécaniques peut-être cachée par la dispersion.

#### Sens transverse

Le comportement en traction dans le sens transverse est dépendant de la température. Sur la Figure 1.19, on observe une augmentation importante de la limite à rupture pour un composite

AS4/3501-6 lors d'une sollicitation dynamique, quand la température diminue. Dans une étude complémentaire, Gomez del Rio note aussi une augmentation du module transverse avec la diminution de la température (Gomez-del Rio et al., 2003). Ces résultats confirment ceux obtenus par Lowe sur un stratifié T300/914 en traction, bien que Lowe observe en plus une diminution de la déformation à rupture (Lowe, 1996a).

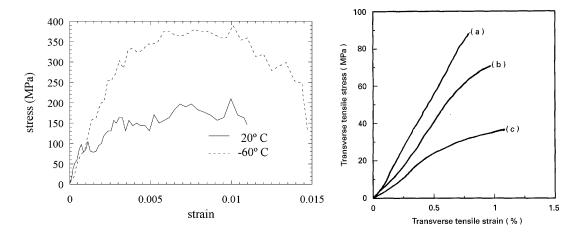


FIGURE 1.19: Courbe contrainte-déformation, à gauche, pour un composite stratifié [90]<sub>10</sub> pour un essai dynamique en traction ( $\dot{\varepsilon}=890~\mathrm{s}^{-1}$ ) à différentes températures environnementales (Gomez-del Rio et al., 2005) et à droite, pour un composite stratifié [90]<sub>24</sub> de T300/914 sous sollicitation quasi-statique à différentes températures ((a) -40 °C, (b) 23 °C, (c) 140 °C) (Lowe, 1996a)

Le comportement en compression sens transverse est également dépendant de la température comme le démontrent des travaux de Lowe (Lowe, 1996b) sur le T300/914. Le module élastique et la contrainte à rupture augmentent avec une diminution de la température. On observe également une diminution de la déformation à rupture (voir Figure 1.20). Comme pour le comportement quasi-statique, à la même température, la contrainte à rupture est plus forte en compression qu'en traction.

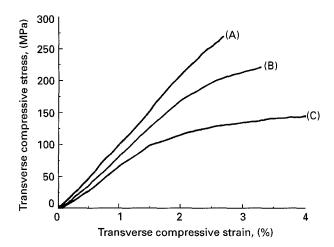


FIGURE 1.20: Courbe contrainte-déformation pour un composite stratifié  $[90]_{16}$  de T300/914 sous sollicitation de compression quasi-statique à différentes températures ((a) -40 °C, (b) 23 °C, (c) 140 °C) (Lowe, 1996b)

#### Cisaillement

Le comportement en cisaillement étant principalement piloté par le comportement de la matrice, il semble logique qu'il s'avère être sensible à une modification de la température, comme le montrent les essais de Delsart réalisés sur un stratifié tissé 2D G939/M18 (Delsart, 1999). On observe sur la Figure 1.21, qu'une diminution de la température entraı̂ne une diminution de la déformation à rupture et une augmentation du module apparent ainsi que de la contrainte à rupture. On note de plus que les effets de la température et de la vitesse de sollicitation semblent se combiner. Pour un essai à 4 m.s<sup>-1</sup> à basse température, le comportement devient plus fragile, alors qu'il était plus ductile pour des vitesses plus faibles ou des températures plus élevées.

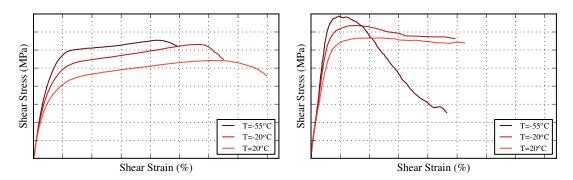


FIGURE 1.21: Courbe contrainte-déformation pour un composite stratifié G939/M18  $[\pm 45]_s$  pour un essai à 5 mm.min<sup>-1</sup>, à gauche, et un essai à 4 m.s<sup>-1</sup>, à droite, à différentes températures (Delsart, 1999)

#### 1.1.6 Conclusions

Le comportement des composites stratifiés est complexe, principalement parce qu'il existe diverses échelles d'hétérogénéités dans ces matériaux. Il est nécessaire d'analyser le comportement de ces matériaux à une échelle assez fine afin de mieux appréhender par exemple les mécanismes d'endommagement. En revanche, l'extrapolation des propriétés mécaniques du pli à partir des propriétés des éléments n'est pas immédiate, principalement car les propriétés de la matrice seule et dans le stratifié ne sont pas identiques et que la caractérisation des propriétés de l'interface fibre-matrice est complexe alors qu'elle joue un rôle essentiel pour certaines sollicitations. La revue de la littérature a permis de mettre en évidence un comportement très différent suivant les orientations du pli par rapport à la sollicitation, et un comportement qui n'est pas forcément symétrique par rapport à la charge. Le comportement de la matrice organique étant dépendant de la vitesse de la sollicitation ainsi que de la température, contrairement à la fibre de carbone, toutes les propriétés mécaniques du pli qui sont influencées par les propriétés de la matrice vont dépendre de la vitesse de sollicitation et de la température. L'analyse des résultats expérimentaux précédemment exposés montre une influence analogue d'une diminution de la température ou d'une augmentation de la vitesse de sollicitation sur l'évolution du comportement du pli stratifié. Cependant, certains auteurs arrivent à des conclusions différentes en tendances pour certaines sollicitations du pli, notamment à cause de changements de matériaux et de géométrie des éprouvettes. De plus, les variations de géométrie entre les différents essais peuvent être à l'origine d'incompatibilités entre les résultats dynamiques et les résultats à plus basse vitesse. Tout cela explique pourquoi il est difficile aujourd'hui d'utiliser la littérature pour établir une base de données cohérentes sur ces matériaux qui permette l'étude précise et la modélisation de leur comportement sur une large gamme de vitesses et de températures.

#### 1.2 Modélisation du comportement des CMO

Dans la suite, on s'intéresse à la modélisation du comportement des composites stratifiés CMO pour des cas de chargement dans le plan du stratifié, pour différentes vitesses de sollicitation et températures environnementales.

#### 1.2.1 Les trois grandes familles de modèles

Il existe trois grandes familles de modèles pour la modélisation du comportement des CMO (voir Figure 1.22). Ces trois grandes familles correspondent aux trois grandes échelles d'étude des composites stratifiés.

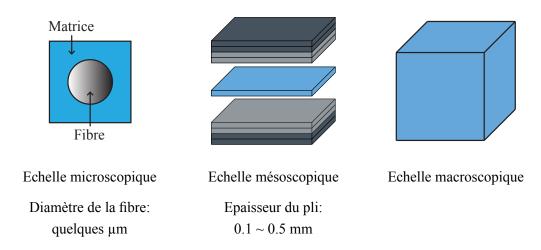


FIGURE 1.22: Les différentes échelles d'hétérogénéité des composites stratifiés

#### Les macromodèles

Les macromodèles sont fondés sur une considération d'homogénéisation des propriétés du composite stratifié à l'échelle macroscopique, c'est à dire à l'échelle de l'éprouvette de laboratoire. Pour construire le modèle, des essais de caractérisation mécanique sont réalisés sur le stratifié. Ensuite, on identifie un modèle phénoménologique qui représente au mieux ces essais. La mise en œuvre de ces modèles dans les codes de calculs est simple et peu coûteuse. En revanche, ces modèles ne sont pas prédictifs. En effet, ils ne sont représentatifs que de la stratification qui a été utilisée pour les essais; s'il y a le moindre changement dans la définition du stratifié (empilement, fraction volumique...) une nouvelle campagne de caractérisation expérimentale doit être réalisée. Ces modèles sont donc difficilement utilisables dans une phase de conception d'une structure composite.

#### Les mésomodèles

Les mésomodèles reposent également sur l'hypothèse d'une certaine homogénéité des propriétés du composite stratifié, mais cette fois, à l'échelle mésoscopique, c'est à dire à l'échelle du pli du stratifié. L'identification de ces modèles repose sur différents types d'essais (traction, compression, cyclique, fluage...), en fonction de la modélisation qui a été choisie, sur des stratifications simples  $[0^{\circ}]_p$ ,  $[90^{\circ}]_m$  et  $[(\pm\theta^{\circ})_n]_s$ . De part leur définition, ces modèles sont prédictifs pour un changement dans la séquence d'empilement du stratifié, mais ne sont plus représentatifs lors d'un changement des propriétés du pli comme par exemple pour un changement de la fraction

volumique de fibres. La mise en œuvre de ces modèles dans les codes de calculs de structures est plus coûteuse et complexe que pour les modèles macroscopiques, notamment pour les modèles non-linéaires, sans pour autant être rédhibitoire aujourd'hui.

#### Micromodèles

Les micromodèles reposent sur la détermination des propriétés du stratifié à partir des propriétés de la fibre et de la matrice. Ils sont écrits à l'échelle la plus fine et sont donc potentiellement déclinables pour toute conception utilisant ces constituants, car tous les changements dans la composition du stratifié peuvent être pris en compte. En revanche la construction et l'identification de ces modèles est complexe pour plusieurs raisons. Tout d'abord, la modélisation de l'interface entre la fibre et la matrice est toujours sujette à questionnement dans la communauté scientifique. Doit-elle être considérée comme une interface ou comme une interphase? Pour chacune des phases, donc, comment identifie-t-on les propriétés mécaniques? Enfin, l'identification des propriétés mécaniques de la fibre et de la matrice est complexe et, comme nous l'avons vu précédemment, le niveau de réticulation après cuisson de la matrice seule ou de la matrice dans le stratifié n'est pas le même malgré un cycle de cuisson adapté. Ceci peut entraîner des propriétés mécaniques différentes entre la matrice seule et la matrice dans le stratifié. Enfin, ces modèles restent d'utilisation lourde d'un point de vue coût de calcul, malgré les progrès actuels de l'informatique.

#### Bilan

L'objectif des travaux menés à l'ONERA, au DADS/CRD, étant notamment de développer un modèle permettant d'améliorer la conception de structures composites relativement à une certification au crash (Delsart et al., 2000), l'utilisation d'un modèle microscopique ne semble pas envisageable. L'impossibilité d'utiliser les modèles macroscopiques lors d'une phase de conception d'une structure du fait de leur faible prédictivité, semble être un élément rédhibitoire conduisant également à leur élimination du cadre de cette thèse. Les modèles mésoscopiques semblent finalement être le meilleur compromis entre coût de calcul et prédictivité. De plus, la fraction volumique de fibres, dans les stratifiés destinés à l'aéronautique, variant très peu autour d'une valeur moyenne de 60%, la pertinence des mésomodèles qui seront étudiés par la suite gagnera en capacité d'utilisation.

#### 1.2.2 Les mésomodèles pour les CMO

Les modèles mésoscopiques permettent de déterminer le comportement du stratifié à partir de celui du pli, considéré comme homogène. La construction de la plupart de ces modèles repose sur différentes briques élémentaires permettant de décrire l'évolution du comportement en fonction du niveau de chargement.

La première brique permet de décrire le comportement élastique du pli. De nombreux auteurs, qui ne s'intéressent qu'au comportement quasi-statique du pli, se contentent bien souvent d'un modèle linéaire élastique et ne soucient pas de la dépendance à la vitesse de sollicitation ou à la température du pli. Par contre, dès que les auteurs considèrent des sollicitations de fluage ou des sollicitations dynamiques, ils introduisent une modélisation visco-élastique du comportement du pli afin de pouvoir décrire la dépendance au temps de sollicitation.

La seconde brique permet de décrire l'apparition de l'endommagement ainsi que ses conséquences sur le comportement du pli. Il existe de nombreuses écoles pour la description de ce comportement et de nombreux points à traiter : critère d'apparition, effet sur le comportement élastique, déformation résiduelle dûe à l'endommagement, phénomène d'ouverture et de fermeture des fissures sous chargement cyclique, le tout avec prise en compte ou non de l'influence de la vitesse et de la température.

La dernière brique permet quant à elle de décrire la ruine finale du stratifié.

Ces différentes briques peuvent bien souvent être mises en œuvre de façon indépendante dans les différents modèles, et nous les étudierons comme tel dans ce qui suit.

## La modélisation du comportement (visco)élastique du pli

Pour la description du comportement élastique des matériaux composites stratifiés chargés dans le plan, il est usuel de considérer le pli dans un état de contrainte plane. De plus, l'analyse des résultats expérimentaux et l'analyse de la géométrie des stratifiés UD exhibe un comportement isotrope transverse symétrique. Ceci conduit à l'écriture de la matrice de souplesse du pli unidirectionnel, dans le repère local du pli, en notation ingénieur :

$$\underline{\underline{S}} = \begin{bmatrix} \frac{1}{E_1} & \frac{-\nu_{12}}{E_1} & 0\\ \frac{-\nu_{12}}{E_1} & \frac{1}{E_2} & 0\\ 0 & 0 & \frac{1}{G_{12}} \end{bmatrix} \quad \text{avec} \quad \underline{\underline{S}} \begin{pmatrix} \sigma_{11}\\ \sigma_{22}\\ \sigma_{12} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \varepsilon_{11}\\ \varepsilon_{22}\\ 2\varepsilon_{12} \end{pmatrix}$$
(1.1)

Il existe différentes méthodes pour identifier les propriétés élastiques, la plus classique consistant à réaliser un essai de traction sur un stratifié  $[0]_n$  afin de déterminer  $E_1$  et  $\nu_{12}$ , un essai de traction sur un stratifié  $[90]_n$  afin de déterminer  $E_2$  et un essai de traction sur un stratifié  $[\pm 45]_n$  afin de déterminer  $G_{12}$  (voir Figure 1.23).



FIGURE 1.23: Les différentes stratifications classiquement utilisées pour caractériser la matrice de souplesse de l'équation 1.1

Il est possible de passer des propriétés du pli dans le repère local à celles dans le repère global de la structure, par un changement de base à l'aide de la matrice de rotation suivante :

$$\underline{\underline{R}} = \begin{bmatrix}
\cos^2 \theta & \sin^2 \theta & -\sin \theta \cos \theta \\
\sin^2 \theta & \cos^2 \theta & \sin \theta \cos \theta \\
2\sin \theta \cos \theta & -2\sin \theta \cos \theta & \cos^2 \theta - \sin^2 \theta
\end{bmatrix}$$
(1.2)

On obtient alors  $\underline{\underline{S'}}$  la matrice de souplesse dans le repère global à partir de la matrice de souplesse  $\underline{S}$  par la relation :

$$\underline{S'} = \underline{R} \, \underline{S} \, \underline{R}^t \tag{1.3}$$

Ces modèles élastiques sont suffisants pour décrire le comportement d'un composite stratifié pour une vitesse de sollicitation donnée correspondant à celle à laquelle ont été réalisés les essais permettant l'identification des grandeurs élastiques. Cependant, l'étude des résultats expérimentaux de la littérature a montré que le comportement du pli était de type visco-élastique dans les directions où le comportement du stratifié est influencé par celui de la matrice : les seuls modèles élastiques ne sont alors plus suffisants dans bien des cas de sollicitation.

Il existe plusieurs familles de modèles visco-élastiques, la plus connue étant la famille des modèles rhéologiques. Cette famille est constituée de deux modèles élémentaires : le modèle de Maxwell et le modèle de Kelvin-Voigt (voir Figure 1.24). La grandeur  $\frac{\eta}{E}$  est généralement appelée temps de relaxation pour ces deux modèles. Ces modèles assez simples, qui ne prennent en compte qu'un seul temps de relaxation, s'appliquent à un nombre limité de matériaux. Pour décrire un comportement visqueux plus complexe, notamment avec un plus grand nombre de temps de relaxation, il est possible d'utiliser ces modèles élémentaires en série ou en parallèle comme

dans le modèle de Maxwell généralisé (voir Figure 1.25). Ces modèles généralisés permettent l'introduction d'un grand nombre de temps de relaxation associés à une famille de couples  $(E_i,\eta_i)$ . Ils sont constitués d'un grand nombre de paramètres ce qui rend leur identification complexe.

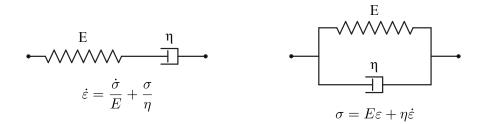


FIGURE 1.24: Elements rhéologiques de base avec à gauche le modèle de Maxwell et à droite le modèle de Kelvin-Voigt

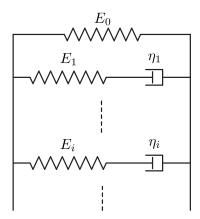


FIGURE 1.25: Modèle de Maxwell généralisé

Il existe une famille de modèles qui profite des avantages des modèles généralisés tout en essayant de réduire leurs inconvénients : ce sont les modèles spectraux. Dans les modèles rhéologiques généralisés, l'ensemble des temps de relaxation définit un spectre discret des temps de relaxation. La force des modèles spectraux est de proposer une vision continue de ce spectre, ce qui permet de réduire considérablement le nombre de paramètres à identifier pour les décrire, tout en conservant un grand nombre de phénomènes visqueux. Ces modèles ont d'abord été introduits en cristallographie par Nowick et Berry (Nowick et Berry, 1972) et ont été utilisés avec succès, dans leur version non linéaire, pour décrire le comportement en fluage des CMO par plusieurs auteurs (Maire, 1992 ; Remy-Petipas, 2000 ; Schieffer, 2003 ; Huchette, 2005). Dans ses travaux (Maire, 1992), Maire introduit une description du spectre sous la forme d'une gaussienne normée ce qui permet de réduire le nombre de paramètres spectraux à 2 : la moyenne et l'écart-type de la gaussienne.

Il existe une autre grande famille de modèles visco-élastiques non linéaire qui a été utilisée avec succès pour décrire le comportement en fluage des CMO, c'est la famille des modèles à formulation fonctionnelle. Ces modèles reposent sur le principe de superposition de Boltzmann, qui considère que la déformation à un instant t dépend de l'histoire de la contrainte jusqu'à cet instant :

$$\underline{\underline{\varepsilon}}(t) = \int_{-\infty}^{t} \underline{\underline{J}}(t - \tau) \frac{\partial \underline{\underline{\sigma}}(\tau)}{\partial \tau} d\tau \tag{1.4}$$

avec  $\underline{\underline{J}}(t)$  la complaisance en fluage qu'il est nécessaire de déterminer expérimentalement. Les modèles écrits sous cette forme présentent une réponse qui est linéaire, ce qui ne permet pas de représenter correctement le comportement non-linéaire en fluage des CMO. Schapery a proposé une formulation non-linéaire de ces modèles (voir équation 1.5), qui a été utilisée à de nombreuses reprises pour décrire le comportement visco-élastique non linéaire des CMO (Lou et Schapery, 1969).

$$\underline{\varepsilon}(t) = g_0(\underline{\sigma})\underline{\underline{S}}_0\underline{\sigma} + g_1(\underline{\sigma}) \int_0^t \Delta\underline{\underline{S}}(\Psi(t) - \Psi(\tau)) \frac{\partial g_2(\underline{\sigma})\underline{\sigma}}{\partial \tau} d\tau \tag{1.5}$$

avec  $g_0(\underline{\sigma}), g_1(\underline{\sigma})$  et  $g_2(\underline{\sigma})$  les fonctions introduisant la non linéarité,  $\underline{\underline{S}}_0$  la souplesse élastique,  $\Delta \underline{S}$  la souplesse différée et  $\Psi(t)$ :

$$\Psi(t) = \int_0^t \frac{d\tau}{a_\sigma} \tag{1.6}$$

avec  $a_{\sigma}$  le facteur de translation en contrainte qui permet l'introduction d'équivalences, comme par exemple l'équivalence temps-température, à partir de courbes maîtresses. Toutes les fonctions de ce modèle sont identifiées à partir d'essais de fluage et de recouvrance. En prenant  $g_0(\underline{\sigma})$ ,  $g_1(\underline{\sigma})$ ,  $g_2(\underline{\sigma})$  et  $a_{\sigma}$  égaux à 1, on retrouve le principe de superposition de Boltzmann avec comme instant initial t=0. Ce modèle a été utilisé avec succès pour des composites stratifiés à matrice époxy et fibres de carbone comme par exemple sur le T300/934 (Hiel et al., 1984) et le T300/5208 (Tuttle et Brinson, 1986). Il est toujours le modèle viscoélastique non linéaire le plus utilisé actuellement, car il permet la simulation d'essais de fluage pour des temps très long grâce au facteur de translation et à une identification sur des essais de fluage pour des temps courts.

Pour autant, tous ces modèles visco-élastiques ont été introduits principalement pour décrire le comportement pour des sollicitations de fluage et de relaxation. Concernant les sollicitations dynamiques, les modèles les plus utilisés sont soit des fonctions empiriques décrivant l'évolution des modules avec la vitesse de sollicitation (Raimondo et al., 2012), soit des modèles de Maxwell ou Kelvin-Voigt généralisés (Anghileri et al., 2005). Pour l'utilisation de ces derniers, l'écriture des fonctions de relaxation ou de compliance est réalisée à l'aide d'une série de Prony (série de la forme  $\sum_{i=0}^{N} \alpha_i e^{-\frac{t}{\tau_i}}$ ). Cette approche est utilisée, par exemple, dans le code de calcul dynamique LS-DYNA pour une loi matériau décrivant le comportement dépendant de la vitesse des composites stratifiés (Liv, 2004). L'inconvénient de ces modèles est la nécessité d'avoir un ordre de la série de Prony, N, assez élevé pour représenter des comportements visqueux complexes, rendant l'identification des différents paramètres difficile. En outre, ces modèles conduisent à un comportement visco-élastique linéaire alors que le comportement des CMO, à l'échelle mésoscopique en particulier, est non linéaire.

En ce qui concerne la dépendance à la température du comportement (visco-)élastique des composites stratifiés, l'approche la plus simple consiste à identifier des fonctions  $f_i$  permettant de décrire la dépendance des modules élastiques à la température :  $E_i(T) = f_i(T)$  (Allix et al., 1996). Cette approche ne permet pas la compréhension de l'origine physique des phénomènes et devient complexe à mettre en œuvre lorsque l'on considère en plus la dépendance à la vitesse. Par contre, les modèles qui incluent déjà une représentation visco-élastique du comportement permettent bien souvent une prise en compte simple de la dépendance à la température grâce au principe de l'équivalence temps-température couramment utilisée pour les polymères. Ce principe part du constat qu'une augmentation de la fréquence de sollicitation équivaut à une diminution de la température. L'utilisation de ce principe se fait le plus souvent à l'aide d'un facteur de translation. Pour le modèle de Schapery, dans lequel le facteur de translation est noté  $a_{\sigma}$ , ce principe a été utilisé avec succès pour des essais de fluage sur un stratifié unidirectionnel T300/914 (Yeow et al., 1978). Mais l'utilisation de ce principe est bien souvent resté cantonné aux applications de fluage à haute température, avec l'utilisation de la loi Williams Landel and Ferry (WLF) pour décrire le facteur de translation (Williams et al., 1955) pour des températures

proches de la transition vitreuse  $T_g$ , permettant ainsi de modéliser des essais de fluage à plus long terme.

## La modélisation de l'endommagement du pli

Il existe un grand nombre de modèles ayant pour but de décrire l'évolution du comportement endommageable des composites stratifiés lorsque le niveau de chargement dans le pli augmente. Les modèles les plus fins sont tous construits à l'aide de variables d'endommagement permettant de représenter la dégradation progressive des propriétés mécaniques du pli. Les variables d'endommagement sont des grandeurs tensorielles dont l'ordre (0, 2 ou 4) va dépendre de la physique de la dégradation du matériau. En effet, si l'endommagement est orienté de façon privilégiée par la microstructure du matériau, dans ce cas une variable d'endommagement scalaire (tenseur d'ordre 0) est suffisante car la direction de la dégradation est connue. Par contre, si la dégradation est orientée par le chargement, il est nécessaire d'utiliser des tenseurs d'ordre 2 ou 4 afin de pouvoir représenter l'orientation variable, liée au chargement, de l'endommagement dans le matériau. Dans le cas des composites stratifiés à matrice organique, l'endommagement dans le pli est classiquement divisé en deux catégories, l'endommagement des fibres ou des interfibres. Les orientations sont connues pour ces deux types d'endommagement, avec un plan perpendiculaire à la direction de la fibre pour l'endommagement fibre, et un endommagement sous forme de fissuration matricielle parallèle aux fibres pour l'endommagement interfibre. Il est donc classique d'utiliser des variables d'endommagement scalaire dans le cas des stratifiés car les directions d'endommagement sont fixées par la microstructure. Le nombre de variables d'endommagement au niveau mésoscopique doit être au minimum de 2 afin de décrire l'endommagement fibre et interfibre (Laurin et al., 2007), mais il peut être plus élevé, par exemple, s'il l'on sépare les effets sur le comportement transverse et les effets sur le cisaillement (Maimí et al., 2007), ou encore si l'on introduit des variables pour décrire l'endommagement diffus du pli lié à la microfissuration de la matrice et à la décohésion fibre-matrice (Abisset et al., 2011).

L'introduction des variables d'endommagement dans les équations du modèle peut être réalisée au travers de la modification de la souplesse du pli (voir équation 1.7), comme proposé par Maire et Chaboche (Maire et Chaboche, 1997) :

$$\underline{\tilde{S}} = \underline{S}^0 + d_1 \underline{H}_1 + d_2 \underline{H}_2 \tag{1.7}$$

avec  $\underline{\underline{\tilde{S}}}$  la souplesse du pli dégradé,  $\underline{\underline{S}}^0$  la souplesse initiale du pli,  $d_1$  et  $d_2$  les variables d'endommagement du pli et  $\underline{\underline{H}}_1$  et  $\underline{\underline{H}}_2$  les tenseurs des effets de l'endommagement. Une autre possibilité couramment utilisée est une diminution des propriétés élastiques initiales, comme on peut le trouver dans l'équation explicitant l'énergie de déformation (équation 1.8) du pli endommagé issue du mésomodèle du LMT Cachan (Abisset et al., 2011)).

$$2e_{d} = \begin{bmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \sigma_{33} \end{bmatrix}^{T} \begin{bmatrix} \frac{1}{E_{1}^{0}(1-d_{f})} & -\frac{\nu_{12}^{0}}{E_{1}^{0}} & -\frac{\nu_{13}^{0}}{E_{1}^{0}} \\ -\frac{\nu_{12}^{0}}{E_{1}^{0}} & \frac{1}{E_{2}^{0}(1-[\sigma_{22}]^{+}d_{22})(1-[\sigma_{22}]^{+}d')} & -\frac{\nu_{23}^{0}}{E_{2}^{0}(1-[\sigma_{22}]^{+}d_{22})} \\ -\frac{\nu_{13}^{0}}{E_{1}^{0}} & -\frac{\nu_{23}^{0}}{E_{2}^{0}(1-[\sigma_{22}]^{+}d_{22})} & \frac{1}{E_{3}^{0}(1-[\sigma_{23}]^{+}d')} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \sigma_{33} \end{bmatrix} \\ +\frac{\sigma_{12}^{2}}{G_{12}^{0}(1-d_{12})(1-d)} + \frac{\sigma_{13}^{2}}{G_{13}^{0}(1-d)} + \frac{\sigma_{23}^{2}}{G_{23}^{0}(1-\overline{d}_{23})(1-d_{23})}$$

$$(1.8)$$

Avec d, d' et  $\overline{d}_{23} = f(d')$  les variables d'endommagement associées à l'endommagement diffus dans le pli (microfissuration de la matrice et décohésion fibre-matrice),  $d_f$  la variable d'endommagement associée à l'endommagement sens fibre et  $d_{12}$ ,  $d_{22}$  et  $d_{23}$  les variables associées à la fissuration transverse.

Il est ensuite nécessaire d'introduire des lois permettant de traduire l'apparition et l'évolution de l'endommagement dans le pli. Une approche classique consiste à utiliser les critères de rupture

du pli, qui coexistent en nombre dans la littérature (Tsai et Wu, 1971; Hashin et Rotem, 1973; Puck et Schürmann, 1998), pour piloter l'endommagement comme par exemple dans le modèle de Laurin (Laurin et al., 2007):

Pour la rupture fibre : 
$$d_1 = \alpha \cdot Sup\left(\left\langle \sqrt{f_1} - 1\right\rangle^+\right)$$
 (1.9)

Pour la rupture interfibre : 
$$d_2 = \beta \cdot Sup\left(\left\langle \sqrt{f_2} - 1\right\rangle^+\right)$$
 (1.10)

avec  $\langle \cdot \rangle$  les crochets de Macauley (si  $x \leq 0$ ,  $\langle x \rangle = 0$ ; sinon  $\langle x \rangle = x$ ),  $\alpha$  et  $\beta$  les paramètres fixant l'évolution de l'endommagement et avec les fonctions  $f_1$  et  $f_2$  qui correspondent respectivement aux critères de rupture fibre et interfibre. Il n'est pas utile d'identifier  $\alpha$  dans ce modèle car la rupture fibre est considérée comme catastrophique pour les stratifiés. Une autre approche consiste à définir l'évolution de la variable d'endommagement à l'aide d'un critère basé sur la force thermodynamique associée à cette variable, comme dans certaines versions du mésomodèle du LMT Cachan (Ladevèze et Le Dantec, 1992) :

$$d = \frac{\langle \underline{Y} - Y_0 \rangle^+}{Y_c} \quad \text{avec} \quad \underline{Y}(t) = \sup_{\tau \le t} \left( \sqrt{Y_d(\tau) + bY_{d'}(\tau)} \right)$$
 (1.11)

$$Y_d = \frac{\partial E_d}{\partial d} \Big|_{\tilde{\sigma}, d'} \quad \text{et} \quad Y_{d'} = \frac{\partial E_d}{\partial d'} \Big|_{\tilde{\sigma}, d}$$
 (1.12)

$$E_D = \frac{1}{2} \left[ \frac{\sigma_{11}^2}{E_1^0} - \frac{2\nu_{12}^0}{E_1^0} \sigma_{11}\sigma_{22} + \frac{\langle \sigma_{22} \rangle_+^2}{E_2^0 (1 - d')} + \frac{\langle \sigma_{22} \rangle_-^2}{E_2^0} + \frac{\sigma_{12}^2}{2G_{12}^0 (1 - d)} \right]$$
(1.13)

avec  $\tilde{\sigma}$  la contrainte effective, d et d' les variables associées à l'endommagement diffus dans le pli (microfissuration de la matrice et décohésion fibre-matrice). Ces lois d'évolution doivent être identifiées expérimentalement avec des essais de charge-décharge. Enfin, les approches les plus récentes tentent de décrire l'évolution de ces variables d'endommagement à l'aide de calcul à l'échelle micro afin d'introduire plus de physique dans les lois d'évolution (Ladevèze et Lubineau, 2001; Ladevèze et al., 2006). Par exemple, les variables d'endommagement  $d_{12}$ ,  $d_{22}$  et  $d_{23}$  du mésomodèle du LMT (voir équation 1.8) sont calculées à partir du taux de fissuration transverse du pli  $\rho$  à l'aide d'une équivalence énergétique entre l'échelle micro et l'échelle méso. La loi d'évolution du taux de fissuration transverse est basée sur un double critère en contrainte et en énergie qui permet de tenir compte de l'effet de l'épaisseur du pli sur la fissuration transverse.

Afin de bien représenter le comportement du pli endommagé, il est nécessaire de prendre en compte l'effet de la fermeture des fissures transverses pour un chargement de compression transverse. Tous ces modèles intègrent ce point notamment grâce aux crochets de Macaulet en différenciant par exemple, dans les équations,  $\sigma_{22}$  positif et  $\sigma_{22}$  négatif (voir équation 1.13 par exemple).

Enfin, comme le montre la figure 1.11, l'endommagement des plis s'accompagne de déformations permanentes. Ces déformations permanentes peuvent s'expliquer par la relaxation de contraintes résiduelles à l'intérieur du pli lors de la fissuration, ce qui entraîne une fermeture incomplète de ces fissures lors du retour à une contrainte macroscopique nulle (Schieffer, 2003). Les auteurs du mésomodèle du LMT Cachan justifient ces déformations permanentes par des frottements entre les fibres et la matrice dans les zones où il y a décohésion ainsi que par la présence de déformations permanentes liées au comportement plastique de la matrice. Ce phénomène est pris en compte dans les modèles par l'introduction d'un terme supplémentaire dans la déformation totale, sous la forme d'une déformation résiduelle (Schieffer, 2003) ou d'une déformation plastique (Ladevèze et Le Dantec, 1992; Abisset et al., 2011; Maimí et al., 2011).

# Modélisation de l'influence de la vitesse et de la température sur l'endommagement du pli

Les modèles d'endommagement du pli composite qui s'appuient sur une description fine des mécanismes d'endommagement dans le pli ont principalement été développés sur des analyses quasi-statiques. Leur extension à des sollicitations dynamiques n'est pas triviale, car l'obtention des essais nécessaires à leur identification serait complexe, particulièrement les essais de charge-décharge incrémentale qui permettent d'identifier l'évolution de l'endommagement en fonction du niveau de chargement. Ainsi, la réalisation d'essais de charge-décharge incrémentale sur un vérin dynamique nécessite la mise un place d'un fusible, dont la rupture permettrait de stopper le chargement à un niveau de contrainte donné. Des essais de ce genre ont déjà été réalisés à l'aide d'une éprouvette entaillée de PMMA qui servait de fusible (Hug, 2005), mais il existe actuellement trop peu de résultats dans la littérature permettant d'étendre ces modèles d'endommagement à des sollicitations dynamiques. On peut tout de même noter la présence dans certains mésomodèles d'une loi d'évolution de l'endommagement à effet retard :

$$\dot{d} = \frac{1}{\tau_c} \left( 1 - e^{-a \cdot \left\langle \frac{\sqrt{Y} - \sqrt{Y_0}}{\sqrt{Y_c} - \sqrt{Y_0}} - d \right\rangle_+} \right) \tag{1.14}$$

avec Y la force thermodynamique associée à la variable d'endommagement d, a un paramètre matériau qui pilote l'effet retard et  $\tau_c$  le paramètre qui contrôle le taux d'endommagement maximal. En effet les deux idées de l'effet retard sont que l'évolution de l'endommagement n'est pas instantanée avec la variation du chargement et qu'il existe un taux d'endommagement maximal. Cet effet retard, qui en statique permet essentiellement de limiter la dépendance au maillage des calculs, permet d'introduire une dépendance à la vitesse de sollicitation de l'endommagement en dynamique (Ladevèze et al., 2000 ; Allix et al., 2003).

Par contre, il y a un intérêt croissant pour la modélisation du comportement des composites en dynamique, et certaines briques des modèles décrits précédemment, commencent à être étendues aux vitesses de déformation élevées, notamment les critères de rupture (Daniel et al., 2011b; Raimondo et al., 2012). Il existe également de nombreux travaux sur les modèles viscoplastiques (Wang et al., 1996; Weeks et Sun, 1998; Thiruppukuzhi et Sun, 2001; Ryou et al., 2007) ou des modèles empiriques (Deletombe et al., 1999) qui sont utilisés depuis de nombreuses années pour la modélisaton du comportement dynamique des composites.

L'influence de la température sur l'endommagement du pli mésoscopique a déjà été intégrée dans certains des modèles précédemment présentés, notamment dans le mésomodèle du LMT Cachan (Allix et al., 1996). En effet, des essais à différentes températures d'environnement peuvent être réalisés sur les machines conventionnelles à condition de munir celles-ci d'une enceinte climatique. Ces essais sont donc plus facilement réalisables que des essais pour des vitesses de déformation élevées, ce qui explique l'intégration de la température dans les modèles avant la vitesse de déformation. Dans le cas d'un modèle dépendant de la température, les paramètres  $Y_0, Y_c, E_2^0$  et  $G_{12}^0$  des équations 1.11,1.12 et 1.13, ainsi que les paramètres du modèle de plasticité sont rendus dépendant de la température. Le mésomodèle a ainsi été identifié pour un composite carbone/epoxy M55J/M18 entre -120 °C et 120 °C (Allix et al., 1996). Mais actuellement, une grande partie des modèles se limite à la prise en compte des contraintes résiduelles de cuisson avec l'introduction de la température d'environnement (Carrère et al., 2012) alors que, comme nous l'avons vu précédemment, la température d'environnement influence de façon importante le comportement dans les directions où celui-ci est piloté par la matrice organique.

#### La ruine finale du stratifié

Pour décrire la ruine finale des stratifiés, il existe différentes approches. Pour les stratifiés qui contiennent au moins un pli pour lequel les fibres sont alignées avec la direction du chargement,

tous les modèles considèrent la rupture dans le sens fibre comme catastrophique. Par contre, les approches divergent pour les stratifiés  $[\pm \theta]$ , avec par exemple dans le mésomodèle du LMT Cachan des valeurs limites à rupture pour les variables d'endommagement (Ladevèze et Le Dantec, 1992). Dans sa thèse (Laurin, 2005), Laurin propose un critère sur la perte de rigidité macroscopique du stratifié :

$$\Delta E_s = \frac{{}^{t}\underline{\Sigma} : \underline{\underline{S}}^{strat} : \underline{\Sigma}}{{}^{t}\underline{\Sigma} : \underline{\tilde{S}}^{strat} : \underline{\Sigma}}$$

$$(1.15)$$

avec  $\underline{\underline{\tilde{S}}}^{strat}$  le tenseur de souplesse (dégradé ou non) du stratifié,  $\underline{\underline{S}}_0^{strat}$  le tenseur de souplesse initiale du stratifié et  $\underline{\Sigma}$  la contrainte macroscopique appliquée. Il considère que pour une perte de rigidité de 50%, le stratifié peut-être considéré comme rompu. A notre connaissance, ces critères ne sont actuellement dépendants ni de la vitesse ni de la température.

# 1.2.3 Conclusions

Il existe actuellement un grand nombre de modèles mésoscopiques dans la littérature, chacun de ces modèles étant dédié à une application particulière. En revanche, il n'existe actuellement aucun élément dans ces modèles qui soit capable de décrire l'influence simultanée de la vitesse et de la température, si ce n'est le modèle visco-élastique non linéaire de Schapery mais uniquement pour des sollicitations de fluage. L'un des défis majeurs du travail réalisé dans cette thèse sera donc de proposer un modèle valable sur une large gamme de vitesses de déformation et de températures, afin de fournir aux industriels un modèle unique qui puisse être utilisé dans la phase de conception des structures aéronautiques quelque soit la phase de vie considérée pour le dimensionnement.

# Chapitre 2

# Etude expérimentale de la dépendance à la vitesse du comportement du T700GC/M21

Dans ce chapitre, la caractérisation de la dépendance à la vitesse du comportement visco-élastique du pli UD T700GC/M21 est réalisée. Afin de s'assurer de la cohérence de ces résultats avec ceux de la littérature et assurer la compatibilité des essais aux différentes vitesses, une validation de la géométrie des éprouvettes pour les essais dynamiques est effectuée. Cette campagne de caractérisation permet également de dégager un certain nombre de critères pouvant être perçus comme précurseurs d'une pré-normalisation des essais dynamiques sur les composites stratifiés à matrice organique.

# Sommaire

2.1	Fabr	rication des plaques composite T700GC/M21	<b>37</b>
2.2	Cara	actérisations quasi-statiques du pli T700GC/M21	<b>37</b>
	2.2.1	Essais sens fibre	38
	2.2.2	Essais sens transverse	39
	2.2.3	Essais de traction sur un stratifié à $[\pm 45^{\circ}]$	40
2.3	Géo	métrie des éprouvettes dynamiques	<b>42</b>
	2.3.1	Les éprouvettes à $\pm 45^{\circ}$	42
	2.3.2	Les éprouvettes à $90^{\circ}$	48
2.4	Essa	is dynamiques sur T700GC/M21	<b>50</b>
	2.4.1	Analyse des courbes	51
	2.4.2	Résultats sur stratifiés $[\pm 45^{\circ}]_s$	53
	2.4.3	Discussion sur l'évaluation du module de cisaillement en dynamique	55
	2.4.4	Résultats sur stratifiés $[90^{\circ}]_4$	55
2.5	Essa	is de fluage	<b>57</b>
	2.5.1	Résultats sur stratifiés $[\pm 45^{\circ}]_s$	57
	2.5.2	Résultats sur stratifiés $[90^{\circ}]_4$	59
2.6	Con	clusions	<b>61</b>

Dans le chapitre précédent, nous avons vu que les résultats des essais dynamiques étaient parfois contradictoires. De plus, il peut exister des incohérences entre les résultats statiques et dynamiques, dont l'une des causes principale est la variation de la géométrie des éprouvettes. Dans une démarche d'identification ou de validation d'un modèle de comportement visco-élastique dépendant de la vitesse, cette incompatibilité est rédhibitoire.

Au cours de ce chapitre, nous allons confirmer et étudier la dépendance à la vitesse de déformation du comportement du T700GC/M21 à l'aide d'essais dynamiques et de fluage. Les résultats porteront uniquement sur le comportement en traction du pli stratifié, et dans des directions autres que celle de la fibre dont le comportement, comme le montre la bibliographie, est indépendant de la vitesse de sollicitation.

Nous allons, dans un premier temps, proposer des géométries d'éprouvettes pour les essais dynamiques, permettant de garantir la cohérence des résultats avec ceux obtenus à de plus faibles vitesses. Dans un second temps, nous analyserons l'influence que peut avoir la formule normative de calcul du module sur la valeur obtenue, et la dispersion qui en résulte.

Enfin nous proposerons quelques recommandations, pouvant être vues comme une première étape vers la normalisation des essais de caractérisation des composites sur une large gamme de vitesses de déformation.

# 2.1 Fabrication des plaques composite T700GC/M21

La fabrication des plaques de composite T700GC/M21 a été réalisée au centre ONERA de Châtillon par le Département Matériaux et Structures Composites (DMSC). Les empilements ont été réalisés à la main à partir de rouleaux de préimprégné avec une épaisseur théorique de pli de 256  $\mu$ m. La cuisson des plaques a été réalisée sous presse, dans un moule, en respectant le cycle de cuisson préconisé par le fournisseur. Le cycle commence par une montée en température et en pression pour atteindre une température de 180 °C et une pression de 7 bar. Une pente de 1 °C à 3 °C par minute pour la montée en température est préconisée, elle a été de 2,7 °C par minute en moyenne sur les différentes cuissons. Ensuite la plaque est maintenue 2h à 180 °C à une pression de 7 bar. Enfin, une diminution progressive de la température et de la pression intervient pour terminer la cuisson.

Les plaques ont ensuite été découpées à la scie diamantée pour obtenir les éprouvettes d'essais. Des talons, en composite fibres de verre/époxy avec un empilement à  $\pm 45^{\circ}$ , ont été ajoutés après préparation des surfaces des éprouvettes afin de minimiser les effets de surcontrainte dans les mors.

# 2.2 Caractérisations quasi-statiques du pli T700GC/M21

Des essais normalisés sur le stratifié T700GC/M21 ont été menés afin de caractériser son comportement pour des sollicitations quasi-statiques. Trois stratifications,  $[0]_8$ ,  $[90]_8$  et  $[(\pm 45)_2]_s$ , ont été utilisées afin d'identifier les différents coefficients de la matrice de souplesse dans le plan [S] de l'équation 1.1. Pour chacun des essais, plusieurs normes coexistent. Nous avons choisi d'utiliser les normes recommandées par Airbus pour la caractérisation des matériaux composites. Ces normes sont notamment utiles car elles définissent les procédures de calcul des grandeurs élastiques. Ces procédures diffèrent selon les normes : nous comparerons donc nos résultats avec ceux obtenus en respectant les formules des normes ISO afin d'évaluer l'influence de ces méthodes sur les résultats obtenus.

#### 2.2.1 Essais sens fibre

Les essais ont été réalisés en suivant la norme NF EN 2561 :1996. Le tableau 2.1 décrit la géométrie des éprouvettes utilisées. Les essais ont été menés avec une vitesse de traverse constante de 0,5 mm.min<sup>-1</sup> sur une machine conventionnelle Instron 5887 munie d'un capteur d'effort piezo-électrique avec une capacité maximale de 300kN. Les déformations longitudinales et transverses sont mesurées à l'aide de jauges de déformation (TML YFLA-2) collées à la surface des éprouvettes. Les courbes d'évolution de la contrainte nominale en fonction de la déformation pour les différents essais sont tracées sur la Figure 2.1.

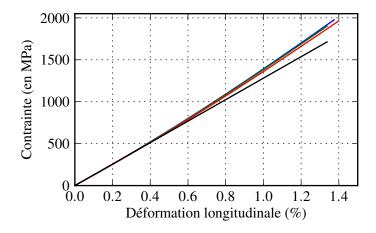


FIGURE 2.1: Courbes contrainte-déformation pour des essais de traction longitudinale dans la direction des fibres sur un stratifié T700GC/M21

Pour ce matériau, le comportement dans le sens fibre est élastique, quasi-linéaire jusqu'à la rupture qui est fragile. La droite tracée en noir sur la Figure 2.1, correspond à la régression linéaire ( $R^2=0,961$ ) de la courbe contrainte-déformation (tracée en vert) pour un niveau de déformation compris en 0% et 0.4%. Elle révèle la rigidification du matériau lors de l'augmentation de la contrainte. Si on calcule le coefficient de détermination  $R^2$  pour l'ensemble de la courbe avec la régression linéaire précédemment obtenue, on obtient  $R^2=0,787$ . La réponse contrainte-déformation expérimentale s'éloigne donc de l'interpolation linéaire du comportement réalisée pour les faibles niveaux de déformation. Cette rigidification du comportement est souvent associé à un mécanisme de réalignement des fibres, celles-ci pouvant être désorientées à cause de la présence des nodules thermoplastiques, ou à cause du procédé de fabrication manuelle des plaques.

Ces essais permettent de déterminer le module longitudinal  $E_{11}$  du pli, ainsi que le coefficient de Poisson  $\nu_{12}$ . Dans la norme BS EN 2561 :1995, le module identifié est un module sécant entre les points correspondant à  $\frac{\sigma_r}{10}$  et  $\frac{\sigma_r}{2}$ . La norme ISO 527-5 :1997 préconise d'identifier le module sécant entre les points correspondant à  $\varepsilon_l = 0,05\%$  et  $\varepsilon_l = 0,25\%$ . Pour les matériaux qui comme le T700GC/M21 présentent une rigidification, des résultats légèrement différents peuvent être obtenus pour le module suivant la procédure qui est choisie. Par exemple, pour ces essais, un module longitudinal de 136 GPa  $\pm 1,3\%$  est obtenu suivant la norme BS EN 2561 :1995 alors qu'un module longitudinal de 127 GPa  $\pm 0,4\%$  est obtenu suivant la norme ISO 527-5 :1997. On constate une différence de 7% sur la valeur du module obtenu, et une dispersion plus faible des résultats avec la norme ISO 527-5 :1997.

Ces essais permettent également de déterminer la valeur du coefficient de Poisson  $\nu_{12}$ . Dans la norme BS EN 2561 :1995, le coefficient de Poisson est déterminé avec les mêmes bornes que pour le module. On obtient ainsi  $\nu_{12}=0.31\pm3.2\%$ . La norme ISO 527-5 :1997 laisse plus de liberté dans la détermination de  $\nu_{12}$ : il est déterminé à l'aide d'une régression linéaire des moindres

carrés entre deux limites de la courbe de la déformation transverse en fonction de la déformation longitudinale. La première limite se situe après la zone d'évaluation du module et la deuxième limite est choisie afin que la courbe soit linéaire entre les deux bornes.

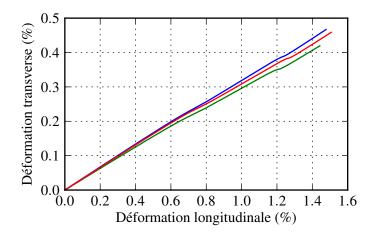


FIGURE 2.2: Courbe d'évolution de la déformation transverse en fonction de la déformation longitudinale pour des essais de traction longitudinale dans la direction des fibres sur un stratifié T700GC/M21

A l'aide de la Figure 2.2, nous avons choisi d'évaluer le coefficient de Poisson entre  $\varepsilon_l = 0, 3\%$  et  $\varepsilon_l = 0, 6\%$  pour respecter les préconisations de la norme. On obtient alors  $\nu_{12} = 0, 31 \pm 5, 4\%$  avec un coefficient de détermination moyen de  $R^2 = 0,9993$  pour les régressions linéaires. On constate cette fois peu de variations de la valeur du coefficient de Poisson obtenue en fonction de la norme, mais la dispersion est plus grande avec la norme ISO 527-5 :1997.

Enfin, une contrainte moyenne à rupture de 1947 MPa est obtenue pour ces 3 essais avec une dispersion de  $\pm$  2,5%. Tous ces résultats sont en accord avec les résultats disponibles dans la littérature (Huchette, 2005).

Dimension	Longueur	Largeur	Epaisseur	Longueur talons	Epaisseur talons
Valeur	250  mm	10 mm	2,16  mm	50  mm	1 mm

Tableau 2.1: Géométrie des éprouvettes T700GC/M21 pour les essais sens fibre

#### 2.2.2 Essais sens transverse

Les essais ont été réalisés en suivant la norme NF EN 2597 :1998. Le tableau 2.2 décrit la géométrie des éprouvettes utilisées. Les essais ont été menés avec une vitesse de traverse constante de 0,5 mm.min<sup>-1</sup> sur la même machine, et avec la même technique de mesure de la déformation longitudinale que précédemment. Les courbes contrainte-déformation de ces essais sont tracées en rouge sur la Figure 2.3. Deux essais seulement ont été réalisés dans cette configuration, car une rupture prématurée au niveau des talons est constatée. Des contraintes à rupture de 53 MPa et 51 MPa sont obtenues lors de ces essais, alors que dans sa thèse Huchette (2005) constatait une contrainte à rupture dans le sens transverse d'environ 80 MPa. Nous avons donc réalisé une deuxième série d'essais, avec des éprouvettes sans talons. Pour réaliser ces essais, il a été nécessaire de changer de machine car le contact entre les mors de la machine Instron 5887 et l'éprouvette se réalise principalement suivant des lignes perpendiculaires à la direction de traction. Avec une éprouvette sans talon, cela introduit une rupture de l'éprouvette dans les mors. Nous avons donc choisi de réaliser les essais sur une machine conventionnelle Instron 4302

équipée d'une cellule d'effort de 10kN. La surface des mors de cette machine permet d'obtenir des zones de contact "ponctuelles" entre l'éprouvette et les mors. Afin de comparer ces essais avec les essais pour la validation des éprouvettes dynamiques qui seront détaillés dans la suite, les essais ont été réalisés avec une vitesse de traverse constante de 9,61 mm.min $^{-1}$ . Les courbes contrainte-déformation des différents essais sont tracées en vert sur la Figure 2.3. On constate que les résultats de ces essais se superposent aux courbes des essais précédent, ce qui montre que le faible changement de vitesse n'influence pas de manière visible les résultats. En revanche, la dispersion est un peu plus élevée avec notamment une courbe verte légèrement plus raide que les autres. Pour ces essais, les ruptures ont lieu dans la zone utile de l'éprouvette et une contrainte à rupture moyenne de 75,4 MPa  $\pm 6\%$  est obtenue, ce qui est plus conforme aux données de la littérature.

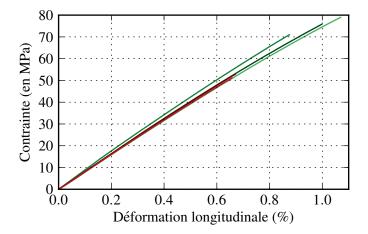


FIGURE 2.3: Courbe contrainte-déformation pour des essais de traction longitudinale dans la direction transverse aux fibres pour un stratifié T700GC/M21

Sur ces courbes, on observe un comportement quasi-linéaire jusqu'à la rupture. Dans la norme NF EN 2597 :1998, le module d'élasticité est déterminé à l'aide du module sécant entre les points correspondant à  $\frac{\sigma_r}{10}$  et  $\frac{\sigma_r}{2}$ . Le calcul du module avec ces bornes conduit à une valeur moyenne de 8086 MPa avec une dispersion de 4.4%. La norme ISO 527-5 :1997 s'applique également aux essais transverses, et la formule de calcul du module transverse est la même que pour le module longitudinal (module sécant entre les points correspondant à  $\varepsilon_l = 0,05\%$  et  $\varepsilon_l = 0,25\%$ ). Le calcul du module avec le critère de la norme ISO conduit à une valeur moyenne de 8318 MPa avec une dispersion de 5.4%. Cette différence de 3% entre les deux valeurs de module s'explique par le fait que la norme ISO 527-5 :1998 évalue le module pour un niveau contrainte-déformation plus élevé que la norme ISO 527-5 :1997. Or, le comportement transverse n'est pas tout à fait linéaire et se caractérise par une diminution du module tangent avec l'augmentation du chargement.

Dimension	Longueur	Largeur	Epaisseur	Longueur talons	Epaisseur talons
Valeur	$250~\mathrm{mm}$	$25~\mathrm{mm}$	$2{,}16~\mathrm{mm}$	50  mm	1 mm

Tableau 2.2: Géométrie des éprouvettes T700GC/M21 pour les essais sens transverse

# 2.2.3 Essais de traction sur un stratifié à $[\pm 45^{\circ}]$

Les essais de traction sur un stratifié à  $[\pm 45^{\circ}]$  sont classiquement utilisés pour caractériser le comportement en cisaillement du pli. En effet, dans le référentiel de l'essai, pour un essai parfait,

on a:

$$\sigma = \begin{bmatrix} \frac{F}{S} \\ 0 \\ 0 \end{bmatrix} \quad \text{et} \quad \varepsilon = \begin{bmatrix} \varepsilon_l \\ \varepsilon_t \\ 0 \end{bmatrix}$$
 (2.1)

avec F la force de traction et S la section de l'éprouvette. A l'aide des matrices de changement de base (voir équation 1.2), il est possible d'exprimer les contraintes et les déformations dans le repère du pli. On a alors, pour un pli à -45°:

$$\sigma' = \begin{bmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \sigma_{12} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \frac{F}{2S} \\ \frac{F}{2S} \\ \frac{F}{2S} \end{bmatrix} \text{ et } \varepsilon' = \begin{bmatrix} \varepsilon_{11} \\ \varepsilon_{22} \\ 2\varepsilon_{12} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \frac{1}{2}(\varepsilon_l + \varepsilon_t) \\ \frac{1}{2}(\varepsilon_l + \varepsilon_t) \\ (\varepsilon_l - \varepsilon_t) \end{bmatrix}$$
 (2.2)

On constate donc que le comportement en cisaillement dans le pli est lié de façon simple à la contrainte dans la direction de sollicitation et aux déformations longitudinales et transversales dans le référentiel de l'essai, ce qui explique l'utilisation de ces essais pour la caractérisation du comportement en cisaillement.

Les essais ont été réalisés en suivant la norme AITM 1-0002 :1998. Le tableau 2.3 décrit la géométrie des éprouvettes utilisées. Ces essais ont été réalisés sur la machine conventionnelle Instron 5887 avec une vitesse de traverse constante de 0,5 mm.min<sup>-1</sup>. Les efforts et les déformations longitudinales et transverses sont mesurés comme précédemment. Les courbes contrainte-déformation des différents essais sont tracées sur la Figure 2.4.

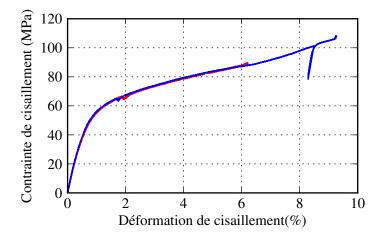


FIGURE 2.4: Courbe contrainte-déformation pour des essais de traction longitudinale sur une éprouvette  $[(\pm 45^{\circ})_2]_s$  de T700GC/M21

Seulement deux essais ont été réalisés en raison du nombre limité d'éprouvettes. Les accidents visibles sur les courbes contrainte-déformation de la Figure 2.4 correspondent à des décollements locaux des talons de l'éprouvette. Sur la Figure 2.4, la courbe rouge n'est pas tracée jusqu'à la fin de l'essai à cause de la rupture d'une des jauges qui a été traversée par une fissure. Dans la norme AITM 1-0002 :1998 comme dans la norme ISO équivalente NF EN ISO 14129 :1998, le module d'élasticité est déterminé à l'aide du module sécant entre les points correspondant à  $\varepsilon_l = 0,05\%$  et  $\varepsilon_l = 0,25\%$ . On obtient ainsi un module de cisaillement  $G_{12}$  de 4226 MPa pour le premier essai (courbe rouge) et de 4475 MPa pour le second essai (courbe bleu). La contrainte de cisaillement maximale est de 105 MPa pour le premier essai et de 106 MPa pour le second.

Dimension	Longueur	Largeur	Epaisseur	Longueur talons	Epaisseur talons
Valeur	230  mm	$25~\mathrm{mm}$	2,16  mm	50  mm	1 mm

Tableau 2.3: Géométrie des éprouvettes T700GC/M21 pour les essais de cisaillement

# 2.3 Géométrie des éprouvettes dynamiques

Dans le premier chapitre, nous avons vu que la géométrie des éprouvettes de caractérisation pouvait avoir une influence sur les résultats et conduire à un manque de cohérence des données issues de la caractérisation dynamique avec celles de la caractérisation quasi-statique (voir 1.1.4). Afin de comprendre l'origine de ces différences et de résoudre ce problème, une étude visant à l'amélioration de la géométrie des éprouvettes dynamiques a été réalisée. Deux types d'essais comparatifs entre la géométrie normalisée et la géométrie dynamique, sur machine conventionnelle, ont été envisagés : un essai à vitesse de déplacement de la traverse imposée, comme cela sera le cas lors des essais dynamiques qui sont pilotés à vitesse de déplacement du vérin constante, avec une mesure des champs cinématiques à la surface des éprouvettes, et un essai à vitesse de déformation imposée avec une comparaison des paramètres matériaux obtenus. Ces essais ont été réalisés sur les stratifications connues pour exhiber une dépendance à la vitesse : ±45° et 90°. Les géométries initialement sélectionnées pour réaliser cette étude sont détaillées dans le tableau 2.4. Afin de limiter l'excitation de la cellule d'effort piézoélectrique lors des essais dynamiques, les éprouvettes destinées à cette partie de la campagne sont plus fines que les éprouvettes normées (4 plis au lieu de 8). On suppose ici que l'influence de l'épaisseur de l'éprouvette sur le comportement visco-élastique du stratifié est négligeable (hypothèse qui sera validée ultérieurement).

	Longueur	Largeur	Epaisseur	Longueur talons	Epaisseur talons
Normée $[(\pm 45^{\circ})_2]_s$	230 mm	25 mm	2,16 mm	50 mm	1 mm
Dynamique $[\pm 45]_s$	$130~\mathrm{mm}$	$20~\mathrm{mm}$	$1{,}08~\mathrm{mm}$	50  mm	$1 \mathrm{\ mm}$
Normée $[90]_8$	$250~\mathrm{mm}$	$25~\mathrm{mm}$	$2{,}16~\mathrm{mm}$	50  mm	$1 \mathrm{\ mm}$
Dynamique $[90]_4$	$130~\mathrm{mm}$	$25~\mathrm{mm}$	$1{,}08~\mathrm{mm}$	50  mm	1  mm

Tableau 2.4: Géométrie des éprouvettes T700GC/M21 pour les essais de validation des géométries dynamiques

# 2.3.1 Les éprouvettes à $\pm 45^{\circ}$

Il est possible dans un premier temps, de s'intéresser aux essais équipés de mesure de champs cinématiques à la surface des éprouvettes à  $\pm 45^\circ$ . Ces essais ont été réalisés à l'ONERA, sur une machine de traction électromécanique Instron 5887 avec une cellule d'effort de 300 kN. Pour mesurer les champs de déplacement, des mouchetis aléatoires ont été déposés sur la face observée des éprouvettes à l'aide de bombes de peinture mate. Le montage expérimental est décrit sur la Figure 2.5. Les caméras haute résolution (1620x1024), avec des objectifs Schneider-Kreuznach 50-mm f/2.8, étaient fixées sur un trépied et synchronisées afin de capturer simultanément deux images de la face de l'éprouvette (une image par caméra). L'acquisition des images a été réalisée à une fréquence de 2 Hz. L'utilisation de deux caméras permet la mise en œuvre de la technique de corrélation d'image en stéréovision, qui donne accès aux déplacements hors plan (et corrections associées), en plus des autres déplacements dans le plan obtenus classiquement avec la corrélation d'image en monovision. Dans cette thèse, l'exploitation des images est réalisée à l'aide du logiciel Aramis~6.1~ de GOM. Pour tous les essais de validation des géométries dynamiques, la zone de mesure capturée sur les images est un rectangle de 35mm x 28mm (voir Figure 2.6), ce qui permet de capturer la quasi intégralité de la zone utile de l'éprouvette.

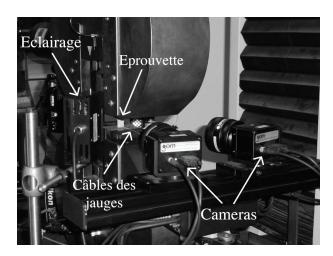


FIGURE 2.5: Montage expérimental pour les essais à vitesse de traverse imposée avec mesure de champs cinématiques

Pour les éprouvettes normées, cette zone de mesure est centrée au milieu de la zone utile, là où sont classiquement collées les jauges de déformation (voir Figure 2.7). Dans cette configuration, 1 pixel correspond à une surface de  $21\mu m \times 21\mu m$ .

Pour pouvoir calculer les champs de déplacement, l'image est ensuite découpée en facette de largeur L contenant quelques pixels. La distance entre les centres des différentes facettes, notée D, est inférieure ou égale à L. Le savoir-faire du laboratoire avec le logiciel Aramis, nous a conduit à choisir une largeur L de facette de 24 pixels et une distance entre facette D de 12 pixels.

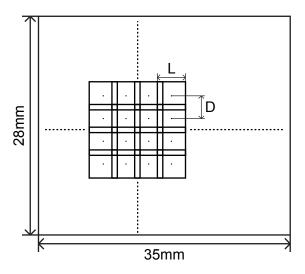


FIGURE 2.6: Schéma de l'image capturée par les caméras, et de son découpage en facettes

Afin d'avoir des vitesses de déformation du même ordre de grandeur pour les différentes géométries, les éprouvettes normalisées ont été testées pour une vitesse de traverse de 10 mm.min<sup>-1</sup> et les éprouvettes dynamiques pour une vitesse de 5 mm.min<sup>-1</sup>. Dans ce cas, la vitesse de déformation moyenne dans la partie linéaire du comportement est de  $\dot{\varepsilon} \simeq 4.10^{-4} \text{ s}^{-1}$  pour les géométries normées et de  $\dot{\varepsilon} \simeq 8.10^{-4} \text{ s}^{-1}$  pour les géométries dynamiques.

Les cartographies des déformations longitudinales pour les éprouvettes normées et les éprouvettes dynamiques sont tracées sur la Figure 2.7. Le niveau de déformation moyen pour chacune

des cartographies,  $\bar{\varepsilon}=0,31\%$  pour l'éprouvette normée et  $\bar{\varepsilon}=0,36\%$  pour l'éprouvette dynamique, est proche de la borne supérieure en déformation utilisée pour le calcul du module de cisaillement sécant que préconise la norme AITM 1-0002 :1998. On constate, sur ces cartographies, que la déformation est plus homogène dans l'éprouvette normée que dans l'éprouvette dynamique. Cela peut-être quantifié, par exemple, avec la valeur de l'écart-type des niveaux de déformation. Pour l'éprouvette normée, l'écart-type est de 0,043% alors que pour l'éprouvette dynamique, il est de 0,152%. Cette plus grande variation des niveaux de déformation dans l'éprouvette provient en partie de la perturbation introduite par la proximité entre la zone de mesure et les talons des éprouvettes dynamiques. On constate également dans la zone de mesure de la jauge, une déformation qui n'est pas homogène dans toute la section de l'éprouvette. Afin d'exacerber ce phénomène, une cartographie des déformations sur l'éprouvette dynamique est présentée sur la Figure 2.8, pour un niveau de déformation moyen supérieur  $\bar{\varepsilon}=2,4\%$ .

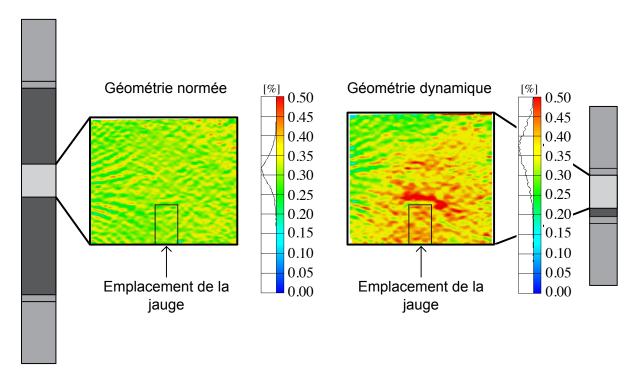


FIGURE 2.7: Comparaison de la cartographie spatiale de la déformation longitudinale entre une éprouvette normée et une éprouvette dynamique de T700GC/M21, pour un niveau de déformation moyen proche de la borne supérieure ( $\varepsilon=0,25\%$ ) utilisée pour le calcul du module de cisaillement pour un stratifié  $[\pm 45^{\circ}]_s$ 

On distingue clairement trois zones de déformation sur cette cartographie. Une première zone (numérotée 1 sur la Figure 2.8), proche des talons, avec un niveau de déformation longitudinale faible ( $\bar{\varepsilon} = 1, 25\%$ ). Une deuxième zone avec un niveau de déformation intermédiaire ( $\bar{\varepsilon} = 2, 24\%$ ). Enfin, une troisième zone, qui correspond à la zone dans laquelle les déformations sont mesurées à l'aide de la jauge, avec un niveau de déformation quasiment homogène de l'ordre de  $\bar{\varepsilon} = 3,09\%$ . On constate que cette troisième zone ne s'étend pas jusqu'aux bords de l'éprouvette, la déformation n'est donc pas homogène dans la section médiane de l'éprouvette, ce qui permet d'expliquer les différences de résultats observées entre les deux géométries : lors de la procédure de dépouillement de l'essai, la contrainte moyenne ( $\sigma_{moy}$ ) est calculée à partir de la mesure de l'effort appliqué à l'éprouvette. La déformation moyenne ( $\varepsilon_{moy}$ ) est considéré comme égale à la déformation mesurée par la jauge ( $\varepsilon_{mes}$ ). Or, les cartographies de la Figure 2.7 et de la Figure 2.8, montrent que la déformation moyenne ( $\varepsilon_{moy}$ ) dans la section de mesure est inférieure

à la déformation mesurée par la jauge ( $\varepsilon_{mes}$ ).

Ce qui confirme et explique donc la valeur de module de cisaillement inférieure obtenue par Delsart (1999) sur les géométries dynamiques, par rapport aux géométries normées.

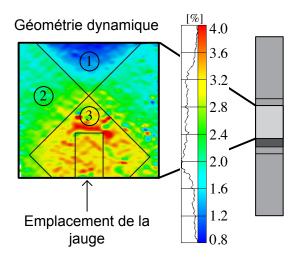


FIGURE 2.8: Cartographie spatiale de la déformation longitudinale sur une éprouvette dynamique de T700GC/M21 pour un niveau de déformation moyen de  $\overline{\varepsilon} = 2,4\%$ 

Il a été remarqué que ces cartographies de déformation en 3 zones étaient proches des résultats obtenus pour les "bias tests" sur les composites tissés (Potluri *et al.*, 2006) et les préimprégnés unidirectionnels avant cuisson (Potter, 2002). Ces essais sont classiquement utilisés afin de comprendre et modéliser la mise en forme des composites renforcés de fibres longues. Lors des bias tests, la déformation de l'échantillon peut-être idéalisée comme sur la Figure 2.9.



FIGURE 2.9: Schéma de la déformation idéalisée de l'éprouvette lors d'un bias test

Comme pour les cartographies de nos essais, la déformation idéalisée de l'éprouvette lors d'un bias test peut être décomposée en trois zones. Une première zone proche des mors avec très peu de cisaillement, une deuxième zone avec un niveau de cisaillement intermédiaire, et une troisième zone avec uniquement du cisaillement. Nous avons montré que les modèles classiquement utilisés pour la description des bias tests n'étaient pas exactement représentatifs dans notre cas (cf. Annexe A), mais l'analyse des cartographies de déformation des Figures 2.7 et 2.8, et la Figure 2.9 qui représente la déformation idéalisée lors d'un bias test, nous permet de proposer un critère sur la géométrie de l'éprouvette qui permettrait d'obtenir un champ de déformation homogène dans la section de mesure de la déformation. Pour cela, il est nécessaire que la zone 3 de la Figure 2.8 soit suffisamment grande pour atteindre les bords de l'éprouvette. La Figure 2.9 illustre que pour cela, il faut simplement que la longueur utile de l'éprouvette soit deux fois plus grande que sa largeur.

On définit ainsi une géométrie améliorée, pour laquelle on se place dans le cas limite, c'est à dire avec la longueur de la zone utile valant deux fois la largeur (voir Tableau 2.5).

	Longueur	Largeur	Epaisseur	Longueur talons	Epaisseur talons
Améliorée $[\pm 45^{\circ}]_s$	130  mm	$15~\mathrm{mm}$	$1,08~\mathrm{mm}$	50  mm	1 mm

Tableau 2.5: Géométrie de l'éprouvette améliorée [±45], pour les essais dynamiques

Cette nouvelle géométrie est alors utilisée pour réaliser un essai avec mesure par stéréocorrélation des champs cinématiques, avec le même dispositif expérimental et les mêmes paramètres pour la corrélation d'image que précédemment.

Les cartographies de la déformation longitudinale pour les éprouvettes normées et les éprouvettes améliorées sont tracées sur la Figure 2.10. Le niveau de déformation moyen est de  $\bar{\varepsilon}=0,31\%$  pour l'éprouvette normée et de  $\bar{\varepsilon}=0,24\%$  pour l'éprouvette améliorée. On constate cette fois avec la géométrie améliorée un champ de déformation qui varie moins, avec un écart type de 0,039%, et une déformation homogène dans la section de mesure de la jauge.

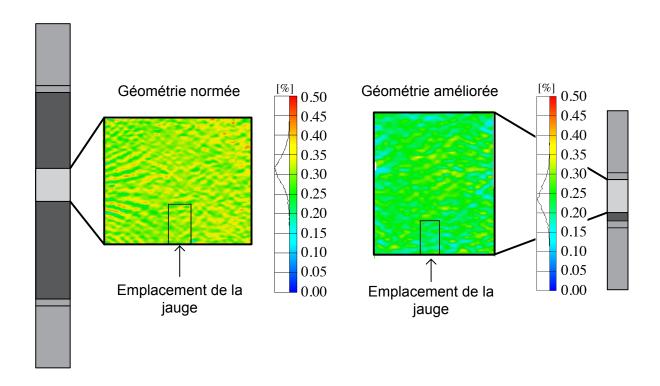


FIGURE 2.10: Comparaison de la cartographie spatiale de la déformation longitudinale entre une éprouvette normée et l'éprouvette améliorée de T700GC/M21, pour un niveau de déformation moyen proche de la borne supérieure ( $\varepsilon=0,25\%$ ) utilisée pour le calcul du module de cisaillement pour un stratifié  $[\pm 45^{\circ}]_s$ 

Afin de s'assurer totalement de la résolution du problème de cohérence entre les différentes géométries, des essais à vitesse de déformation imposée  $\dot{\varepsilon}_l = 5.10^{-4}~\rm s^{-1}$  ont été réalisés sur une machine electromécanique Instron 5800R pour les trois géométries précédemment testées (normée, dynamique et améliorée). Le montage expérimental est décrit sur la Figure 2.11.

La déformation longitudinale de l'éprouvette est mesurée par un extensomètre collé (colle cyanoacrylate) sur une des faces de l'éprouvette afin de contrôler la vitesse de déformation au cours de l'essai. Deux réglages distincts du PID de la machine sont nécessaires en raison des différentes longueurs utiles des éprouvettes. La mesure des déformations longitudinales et transversales est réalisée à l'aide de jauges collées sur les éprouvettes.

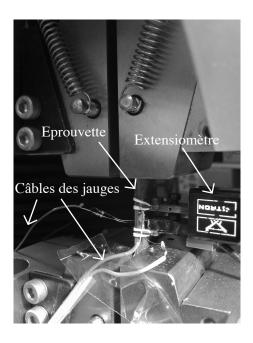


FIGURE 2.11: Montage expérimental pour les essais à vitesse de déformation imposée

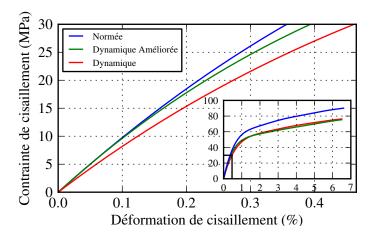


FIGURE 2.12: Courbes de la contrainte de cisaillement en fonction de la déformation de cisaillement pour les différentes géométrie d'éprouvettes de T700GC/M21 à iso vitesse de déformation

Les courbes contrainte-déformation des essais pour les différentes éprouvettes sont tracées sur la Figure 2.12. On constate pour la géométrie dynamique améliorée et la géométrie normée, un comportement très proche pour la partie visco-élastique du comportement du stratifié. Le comportement pour la première géométrie dynamique est bien différent des deux autres, avec notamment un module de cisaillement de 3440 MPa, contre 4330 MPa et 4110 MPa pour la géométrie normée et la géométrie dynamique améliorée. En conclusion, le manque de cohérence des essais provenait bien principalement d'un effet géométrique, qui n'apparait plus dès lors que la longueur utile est supérieure ou égale à deux fois la largeur de l'éprouvette.

En revanche, pour les deux géométries dynamiques, on constate que le comportement diverge de celui de l'éprouvette normée lors de l'apparition macroscopique de l'endommagement et lors de la ruine finale du stratifié. Avant toute analyse, il est utile de rappeler qu'à l'origine, les essais sur des éprouvettes à  $[\pm 45^{\circ}]_s$  ont été introduits par Rosen pour mesurer le module de cisaillement (Rosen, 1972). Les résultats de ces essais donnent accès au comportement nonlinéaire, mais Rosen considère dans son article qu'il peut exister des interactions fortes entre le comportement transverse et le comportement en cisaillement longitudinal entre les plis. Rosen considère donc qu'il est nécessaire de réaliser d'autres études pour s'assurer que le comportement non linéaire du stratifié à  $[\pm 45^{\circ}]_s$  permet bien d'obtenir le comportement non-linéaire du pli. Des auteurs ont signalé par la suite que cet essai n'était pas pertinent pour la mesure de la résistance au cisaillement du pli à cause d'intéractions entre les plis (Pierron, 1994). De plus, dans son article, Rosen prévient les utilisateurs de possibles effets de bord sur ces éprouvettes, qui peuvent altérer les analyses. Les travaux de la présente thèse proposent une solution au problème de la mesure du module de cisaillement sur des éprouvettes adaptées aux vérins hydrauliques pour les essais dynamique, mais pas à celui de l'évaluation du comportement endommageable du pli. Enfin, l'épaisseur des éprouvettes est différente entre la géométrie normée et les géométries dynamiques. L'influence de l'épaisseur sur l'endommagement des stratifiés est un paramètre connu, qui contribue sans doute également à la différence observée dans les courbes contraintedéformation entre les différentes géométries.

Pour conclure, cette étude a permis de définir une géométrie d'éprouvette pour la mesure dynamique du comportement visco-élastique, qui ne présente plus de problème de cohérence avec les résultats obtenus à l'aide d'éprouvettes statiques normées. Cette géométrie dynamique améliorée sera donc utilisée dans la suite de la thèse.

#### 2.3.2 Les éprouvettes à 90°

Comme pour les éprouvettes  $[\pm 45]_s$ , une première série d'essais avec mesure de champs cinématique a été réalisée sur les éprouvettes à 90° afin de comparer les champs de déformation obtenus avec la géométrie normée et la géométrie dynamique. Les essais ont été réalisés sur une machine Instron 4302 équipée d'une cellule d'effort de 10 kN. La vitesse de déplacement de la traverse était d'environ 10 mm.min<sup>-1</sup> pour les éprouvettes normées et de 5 mm.min<sup>-1</sup> pour les éprouvettes dynamiques. Cela conduit à des vitesses de déformation, dans la partie linéaire du comportement, du même ordre de grandeur :  $\dot{\varepsilon} \simeq 6.10^{-4} \text{ s}^{-1}$  pour les éprouvettes normées et  $\dot{\varepsilon} \simeq 12.10^{-4} \text{ s}^{-1}$  pour les éprouvettes dynamiques.

Les cartographies de déformation longitudinale pour les éprouvettes normées et les éprouvettes dynamiques sont tracées sur la Figure 2.13. Les paramètres pour l'obtention de ces cartographies par stéréocorrélation sont les mêmes que précédemment. De nouveau, les champs de déformation sont tracés pour un niveau de déformation moyen proche de la borne supérieure qui sert au calcul du module sécant dans la norme ( $\bar{\varepsilon} = 0,49\%$  pour la géométrie normée et  $\bar{\varepsilon} = 0,48\%$  pour la géométrie dynamique). Cette fois, les champs de déformation sont homogènes et similaires pour les deux géométries, avec un écart type de 0,049% pour les deux géométries. A priori, la géométrie dynamique pour les stratifiés  $[90^{\circ}]_4$  ne nécessite pas d'amélioration. Cela est confirmé avec les essais à iso-vitesse de déformation, réalisés avec le même montage expérimental

que précédemment (voir Figure 2.11) et la même vitesse de déformation  $\dot{\varepsilon}_l = 5.10^{-4}~\mathrm{s}^{-1}$ .

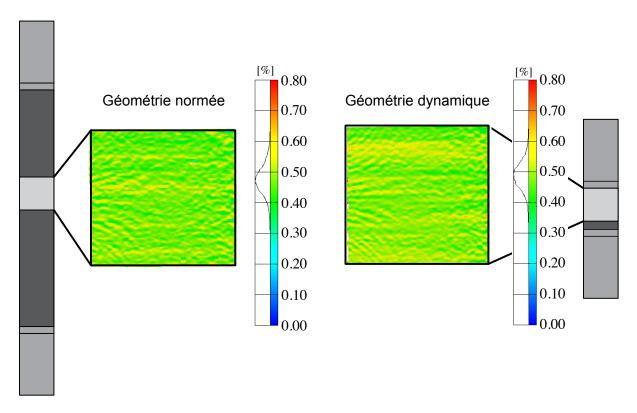


FIGURE 2.13: Comparaison de la cartographie spatiale de la déformation longitudinale entre une éprouvette normée et une éprouvette dynamique de T700GC/M21 pour un niveau déformation moyen proche de la borne supérieure  $(\frac{\sigma_r}{2})$  utilisée pour le calcul du module  $E_{22}$  pour un stratifié  $[90^\circ]_{8 \text{ ou } 4}$ 

Les courbes contrainte-déformation de ces essais sont tracées sur la Figure 2.14. Pour les deux courbes, les modules à l'origine sont très proches, alors que la valeur de la contrainte à rupture  $(\sigma_r)$  varie fortement entre les deux géométries. Pour ces essais des éprouvettes avec des talons ont été utilisées et la rupture a eu lieu au niveau des talons. La norme NF EN 2597 :1998 préconise de calculer le module à l'aide du module sécant pris entre  $\frac{\sigma_r}{10}$  et  $\frac{\sigma_r}{2}$ . La valeur de la contrainte à rupture présente souvent un niveau de dispersion important, ce qui introduit bien souvent une dispersion plus importante des résultats sur la mesure du module si l'on respecte la norme.

De plus, l'utilisation d'un tel critère dans notre cas ne semble pas judicieux, compte tenu de la différence entre les deux valeurs de contrainte à rupture. Par la suite, le calcul du module se fera avec le module sécant pris entre  $\varepsilon_l=0,05\%$  et  $\varepsilon_l=0,15\%$ . Dans ce cas, le module  $E_{22}$  vaut 8090 MPa pour l'éprouvette normée et 7870 MPa pour l'éprouvette dynamique. Ce qui confirme bien la validité de l'éprouvette courte pour la mesure du comportement visco-élastique transverse. Comme précédemment, la différence de comportement pour l'endommagement et la ruine de l'éprouvette peut-être liée à la variation d'épaisseur entre les éprouvettes normées et les éprouvettes dynamiques. Cette étude aura finalement permis de valider les géométries qui vont être utilisées pour les campagnes expérimentales dans cette thèse, notamment pour les essais dynamiques.

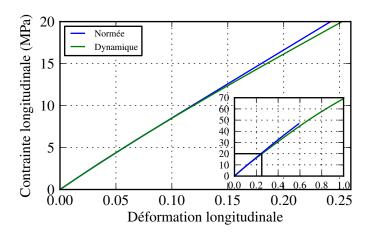


FIGURE 2.14: Courbe contrainte-déformation pour un essai de traction sur différentes géométrie d'éprouvettes à iso-vitesse de déformation pour un stratifié T700GC/M21

# 2.4 Essais dynamiques sur T700GC/M21

Les essais dynamiques ont été réalisés à l'aide d'un vérin hydraulique Schenck sur les éprouvettes précédemment validées. Sur la Figure 2.15, une description complète du montage expérimental utilisé pour ces essais est présentée. La vitesse de l'essai est fixée par la vitesse de commande de la tige du vérin.

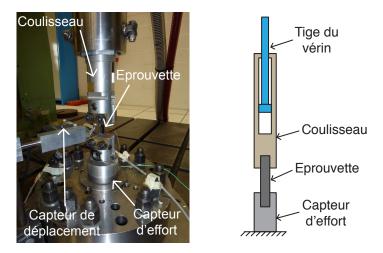


FIGURE 2.15: Montage expérimental utilisé pour réaliser les essais dynamiques (à gauche) et schéma de principe de la traction dynamique (à droite)

Lors de l'essai, la tige du vérin est mise en vitesse jusqu'à atteindre la vitesse de consigne. Ensuite, la tige du vérin atteint le haut du coulisseau et entraı̂ne celui-ci, en principe à la vitesse constante de la consigne, jusqu'à la rupture de l'éprouvette. Le mors inférieur est fixé sur le socle, en intercalant entre les deux pièces un capteur d'effort piézoélectrique de 400 kN (Kistler 9071A). Ce principe de montage permet d'imposer une précontrainte au capteur d'effort de l'ordre de 200 kN, qui permet d'avoir une plage de mesure d'effort de  $\pm 200 \text{ kN}$ . Le déplacement du mors supérieur est mesuré à l'aide d'un capteur de déplacement laser Keyence LC 2450, afin de pouvoir évaluer a posteriori la vitesse du mors au cours de l'essai. La déformation longitudinale, ainsi que la déformation transverse pour les éprouvettes  $[\pm 45^{\circ}]_s$ , est mesurée à l'aide de jauges de déformation (TML YFLA-2) pour toutes les éprouvettes. Enfin, une chaîne d'acquisition à 1

MHz est utilisée pour l'enregistrement des signaux des différents capteurs au cours de l'essai.

# 2.4.1 Analyse des courbes

Le traitement des signaux a été réalisé à l'aide du logiciel FAMOS IMC. En effet, il est nécessaire de traiter les signaux des essais dynamiques sur les vérins hydrauliques pour plusieurs raisons. Premièrement, la mesure de l'effort et les mesures de déformation ne sont pas réalisées au même endroit sur le montage, ce qui implique un décalage temporel des signaux. Ensuite, les essais à haute vitesse entraînent une excitation de la cellule piezo-électique du capteur d'effort, dont la fréquence de résonance est connue. Les signaux sont donc filtrés afin d'éliminer cette fréquence parasite. Ces deux points vont être détaillés dans la suite du mémoire.

## Résonance du capteur d'effort

On s'intéresse dans un premier temps à la résonance du capteur d'effort et à l'élimination de cette fréquence parasite dans le signal. Sur la Figure 2.16, la courbe de gauche représente l'évolution temporelle du signal d'effort pour un essai dynamique à une vitesse de 1 m.s<sup>-1</sup>. On constate sur cette courbe, notamment pendant la phase de montée de l'effort, la présence d'oscillations dans le signal (voir zone encerclée).

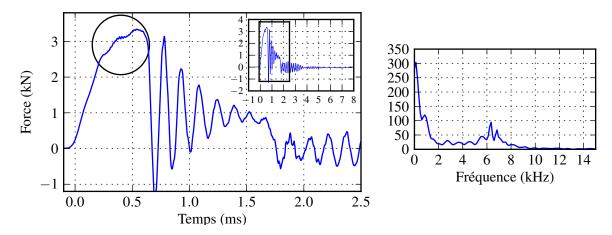


FIGURE 2.16: Courbes d'évolution temporel de l'effort au cours d'un essai dynamique avec une vitesse imposée de 1 m.s<sup>-1</sup> (à gauche) et courbe de la FFT du signal d'effort brut (à droite)

La FFT (Fast Fourier Transform) du signal d'effort brut est tracée sur la droite de la Figure 2.16. On voit apparaître dans cette FFT, une bosse entre 5 kHz et 8 kHz, qui est révélatrice du phénomène de résonance du capteur d'effort. Dans les essais qui vont suivre, cette résonance n'est notable que pour des vitesses de consigne supérieures à 500 mm.min<sup>-1</sup>. Il est possible d'éliminer cette oscillation parasite en filtrant le signal. Dans la suite, un filtre coupe bande entre 5 kHz et 8 kHz est utilisé afin de réduire l'amplitude du pic liée à la résonance du capteur dans la FFT. Pour cela, nous disposons de 3 types de filtres dans FAMOS : Butterworth, Bessel et Tchebychev. Les filtres de Butterworth présentent l'avantage d'avoir un gain le plus constant possible dans leur bande passante. Par contre, la bande de transition, qui correspond au passage de la bande passante à la bande atténuée, est assez étendue. Les filtres de Tchebychev, eux, possèdent une bande de transition très étroite mais présentent par contre des variations du gain dans la bande passante. L'avantage principal des filtres de Bessel est d'avoir un déphasage constant pour les fréquences de la bande passante. Par contre, ils ont une zone de transition étendue, ce qui entraîne une atténuation non négligeable du signal dans la bande passante. Dans

notre cas, nous avons choisi d'utiliser un filtre coupe bande de Butterworth, d'ordre 1, entre les fréquences 5 kHz et 8 kHz afin de ne pas atténuer le signal dans la bande passante.

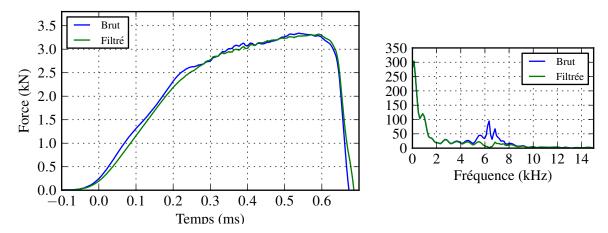


FIGURE 2.17: Comparaison des courbes d'évolution temporelle de l'effort brut ou filtré (à gauche) et courbes des FFT de chacun des signaux d'effort (à droite)

Une comparaison des signaux et des FFT bruts et filtrés est réalisée sur la Figure 2.17. On constate que dans la FFT, le pic correspondant à la résonance du capteur a bien été atténué sans affecter les autres zones de fréquence. Sur la courbe de l'évolution temporelle de l'effort, on constate que l'oscillation parasite lors du chargement de l'éprouvette a disparu sans que le signal ne soit modifié notoirement.

# Recalage temporel des signaux

Une fois l'opération de filtrage réalisée, il est nécessaire de recaler les signaux des jauges avec le signal d'effort afin de pouvoir tracer les courbes contrainte-déformation. Cette étape essentielle est une étape manuelle qui requiert un certain savoir faire dans le post-traitement des essais dynamiques. Sur la Figure 2.18, les courbes contrainte-déformation pour un essai dynamique à 2 m.s<sup>-1</sup> sont tracées avant et après recalage. On constate que les courbes expérimentales sont inexploitables sans ce recalage temporel des signaux.

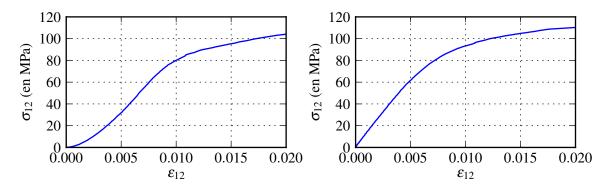


Figure 2.18: Courbes de la contrainte de cisaillement en fonction de la déformation de cisaillement, avant le recalage temporel à gauche et après le recalage temporel à droite

# 2.4.2 Résultats sur stratifiés $[\pm 45^{\circ}]_s$

Les éprouvettes dynamiques précédemment validées ont été utilisées pour réaliser des essais de traction à différentes vitesses de déplacement du vérin. Pour chaque vitesse, trois essais ont été réalisés afin d'évaluer la dispersion.

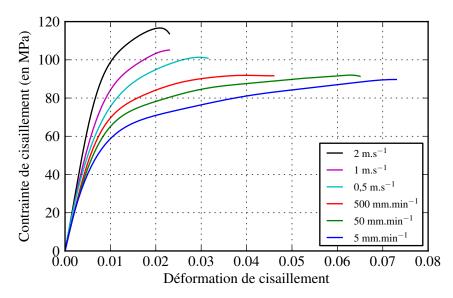


FIGURE 2.19: Courbes d'évolution de la contrainte de cisaillement en fonction de la déformation de cisaillement pour un essai de traction à différentes vitesses sur un stratifié T700GC/M21

Les courbes contrainte-déformation de ces essais sont tracées sur la Figure 2.19 (1 courbe parmi les 3 pour chaque vitesse). On constate une évolution importante du comportement avec l'augmentation de la vitesse de sollicitation. Les essais ont été réalisés pour six vitesses imposées :  $2 \text{ m.s}^{-1}$ ,  $1 \text{ m.s}^{-1}$ ,  $0.5 \text{ m.s}^{-1}$ ,  $500 \text{ mm.min}^{-1}$ ,  $50 \text{ mm.min}^{-1}$  et  $5 \text{ mm.min}^{-1}$ .

En termes de vitesses de déformation dans l'éprouvette, pour la partie linéaire du comportement, on obtient respectivement :  $50 \, \mathrm{s^{-1}}$ ,  $25 \, \mathrm{s^{-1}}$ ,  $16 \, \mathrm{s^{-1}}$ ,  $0.1 \, \mathrm{s^{-1}}$ ,  $7.10^{-3} \, \mathrm{s^{-1}}$  et  $1.10^{-3} \, \mathrm{s^{-1}}$ . L'objectif de ces essais est idéalement d'avoir un saut d'une décade en terme de vitesse de déformation entre les différents essais afin d'avoir une caractérisation fine du matériau sur un intervalle de vitesse allant de  $10^{-3} \, \mathrm{s^{-1}}$  à  $100 \, \mathrm{s^{-1}}$ . On constate que cet objectif est respecté sauf pour le passage entre  $0.1 \, \mathrm{s^{-1}}$  et  $16 \, \mathrm{s^{-1}}$ , où l'on saute deux décades.

Entre ces deux vitesses, un phénomène de rebonds entre la tige du vérin et le coulisseau apparaît avec le montage expérimental utilisé. Ce phénomène est visible sur la Figure 2.20, où le déplacement du coulisseau, mesuré à l'aide du capteur laser, est tracé en fonction du temps. On constate, sur cette courbe, des plateaux dans l'évolution du déplacement du coulisseau en fonction du temps (voir les zones dans les ellipses sur la Figure 2.20), donc des moments où la vitesse est nulle. La réponse mécanique du montage expérimental introduit donc une variation importante de la vitesse de déformation lors de l'essai ce qui n'est pas acceptable pour la caractérisation d'un matériau visco-élastique.

	$1.10^{-3} \text{ s}^{-1}$	$7.10^{-3} \text{ s}^{-1}$	$0.1 \text{ s}^{-1}$	$16 \; {\rm s}^{-1}$	$25 \text{ s}^{-1}$	$50 \ {\rm s}^{-1}$
$G_{12}$ (MPa)	4565	4786	5089	5634	6073	6621
Dispersion	2,1%	$1,\!2\%$	3,9%	$5{,}6\%$	3,8%	3,8%

Tableau 2.6: Valeur du module de cisaillement du T700GC/M21 en fonction de la vitesse de déformation

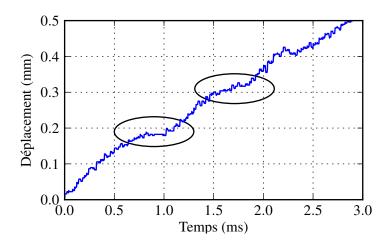


FIGURE 2.20: Courbe de déplacement du coulisseau en fonction du temps lors d'un essai à 0,2 m s $^{-1}$ 

Il est possible d'analyser plus finement les essais, en particulier pour la partie visco-élastique du comportement, en se focalisant sur l'évolution du module de cisaillement en fonction de la vitesse. Cette évolution est tracée sur la Figure 2.21 et les valeurs sont rassemblées dans le Tableau 2.6.

La valeur du module de cisaillement a été calculée à partir des préconisations de la norme AITM 1-0002 :1998, qui conseille de calculer le module sécant entre les points  $\varepsilon_l = 0,05\%$  et  $\varepsilon_l = 0,25\%$ . On observe sur la Figure 2.21, une augmentation importante, de l'ordre de 45%, du module de cisaillement, avec apparition d'un effet de seuil pour des vitesses de déformation de l'ordre de  $10 \text{ s}^{-1}$ . Dans une première phase, l'augmentation du module de cisaillement est modérée pour des vitesses de déformation comprises entre  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  et  $10 \text{ s}^{-1}$ . Puis l'augmentation devient plus nette pour les vitesses supérieures à  $10 \text{ s}^{-1}$ . Ces résultats montrent l'intérêt d'une campagne expérimentale avec une caractérisation par décade. Bien souvent dans la littérature, les essais sont réalisés pour 3 vitesses différentes, ce qui ne permet pas de faire apparaître de telles évolutions dans l'accroissement du module de cisaillement en fonction de la vitesse. Dans la suite, on verra l'intérêt de justifier cette rupture de pente, notamment afin aboutir à une modélisation fine du comportement visco-élastique du stratifié.

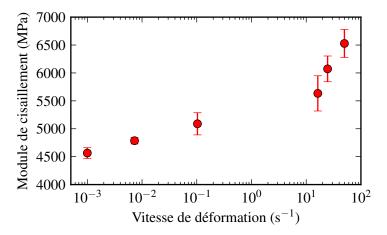


FIGURE 2.21: Evolution du module de cisaillement apparent du T700GC/M21 en fonction de la vitesse de déformation

## 2.4.3 Discussion sur l'évaluation du module de cisaillement en dynamique

Pour les essais précédents, la mesure du module de cisaillement en dynamique a été basée sur les préconisations de la norme AITM 1-0002 :1998 pour les essais quasi-statiques. La norme conseille de calculer le module sécant entre les points  $\varepsilon_l = 0.05\%$  et  $\varepsilon_l = 0.25\%$ . Lors des essais dynamiques, l'accroissement de la vitesse de sollicitation se traduit par l'accroissement du module de cisaillement. En conséquence, l'intervalle de contrainte,  $\sigma_l$ , pour lequel le module de cisaillement est évalué augmente. Il passe de  $\sigma_l \in [9, 2 \text{ MPa}; 46 \text{ MPa}]$  pour un essai à 5 mm.min<sup>-1</sup>, à  $\sigma_l \in [14 \text{ MPa}; 70 \text{ MPa}]$  pour un essai à 2 m.s<sup>-1</sup>, ce qui n'est pas négligeable. Avec une telle augmentation de la borne supérieure, l'évaluation du module de cisaillement peut-être éventuellement affectée par l'apparition d'endommagement. En effet, dans sa thèse, Huchette réalise des essais sur un stratifié  $[(\pm 45^{\circ})_2]_s$  avec une mesure d'émission acoustique pour étudier l'endommagement de l'éprouvette (Huchette, 2005). Lors ce ces essais, il constate l'occurrence des premiers évènements acoustiques pour un niveau de contrainte longitudinale de l'ordre de 60 MPa. Ces évènements acoustiques apparaissent à des niveaux de contraintes inférieurs à la borne supérieure utilisée ici pour l'évaluation du module de cisaillement pour un essai à 2 m.s<sup>-1</sup>. La dépendance à la vitesse de sollicitation de cette valeur d'apparition des premiers évènements acoustiques n'est pas connue, l'utilisation de mesures acoustiques en dynamique posant un certains nombres de difficultés, il n'est pas possible de conclure sur la présence d'endommagement lors des essais dynamiques. En revanche, l'utilisation de l'intervalle de contrainte,  $\sigma_l \in [9, 2 \text{ MPa}; 46 \text{ MPa}]$ , de l'essai à 5 mm.min<sup>-1</sup> pour l'évaluation du module de cisaillement de l'essai à 2 m.s<sup>-1</sup> conduit à l'obtention d'un module de cisaillement moyen 2% supérieur à celui calculé avec les préconisations de la norme, mais surtout, ce résultat s'accompagne d'une diminution de 20% de l'intervalle de dispersion. Les résultats pour les autres vitesses de sollicitation sont rassemblés dans le Tableau 2.7, qui est à comparer au Tableau 2.6. Ces résultats confirment bien une augmentation des modules estimés ainsi qu'une diminution de la dispersion. Pour conclure, ces résultats montrent qu'il est nécessaire d'être vigilant lors de l'extension des préconisations normatives des essais quasi-statiques aux essais dynamiques.

	$1.10^{-3} \text{ s}^{-1}$	$7.10^{-3} \text{ s}^{-1}$	$0.1 \text{ s}^{-1}$	$16 \; \mathrm{s}^{-1}$	$25 \text{ s}^{-1}$	$50 \text{ s}^{-1}$
$G_{12}$ (MPa)	4565	4822	5181	5706	6195	6660
Dispersion	$2,\!1\%$	$2,\!2\%$	2,9%	$3,\!6\%$	$3{,}0\%$	2,7%

Tableau 2.7: Valeur du module de cisaillement du T700GC/M21 en fonction de la vitesse de déformation calculée à l'aide du module sécant pour  $\sigma_l \in [9, 2 \text{ MPa}; 46 \text{ MPa}]$ 

# 2.4.4 Résultats sur stratifiés [90°]<sub>4</sub>

Les éprouvettes dynamiques précédemment validées ont été utilisées pour réaliser des essais de traction à différentes vitesses de déplacement du vérin. Pour chaque vitesse, trois essais ont été réalisés afin d'évaluer la dispersion.

Les courbes contrainte-déformation de ces essais sont tracées sur la Figure 2.22. On constate cette fois peu d'évolution du comportement lors de l'augmentation de la vitesse de sollicitation, ce qui explique que les essais aient été réalisés uniquement pour trois vitesses imposées : 1 m.s<sup>-1</sup>, 500 mm.min<sup>-1</sup> et 5 mm.min<sup>-1</sup>. Cela se traduit par des vitesses de déformation respectives dans l'éprouvette, pour la partie linéaire du comportement, de 21 s<sup>-1</sup>, 0,11 s<sup>-1</sup> et 1.10<sup>-3</sup> s<sup>-1</sup>. Une analyse plus fine de ces essais peut-être réalisée en traçant la courbe d'évolution du module transverse avec la vitesse de sollicitation (voir Figure 2.23). Sur cette courbe, on ne constate pas d'évolution notable du module avec la vitesse de sollicitation. Dans ce cas, si le comportement transverse est visco-élastique, cette visco-élasticité est de faible amplitude et éventuellement masquée par la dispersion expérimentale.

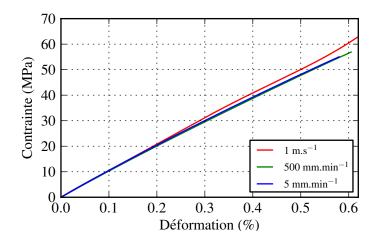


FIGURE 2.22: Courbes contrainte-déformation pour un essai de traction à différentes vitesses sur un stratifié  $[90^\circ]_4$  de T700GC/M21

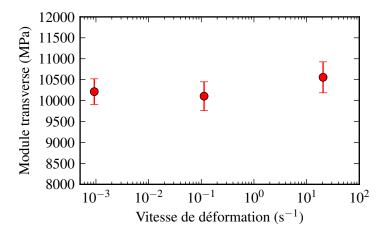


FIGURE 2.23: Evolution du module transverse du T700GC/M21 en fonction de la vitesse de déformation

# 2.5 Essais de fluage

Afin de caractériser également la dépendance du comportement du T700GC/M21 pour des vitesses de sollicitation faibles, des essais de fluage ont été réalisés au Département Matériaux et Structures Composites de l'ONERA (Châtillon). Le montage expérimental est présenté sur la Figure 2.24.

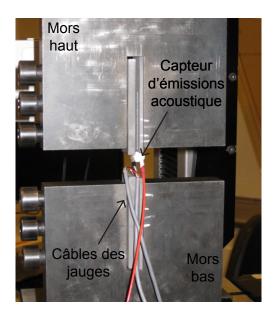


FIGURE 2.24: Description du montage expérimental utilisé pour réaliser les essais de fluage

Les essais ont été réalisés sur une machine de traction électromécanique ZWICK équipée d'une cellule d'effort de 150 kN. Les déformations longitudinales et transversales ont été mesurées à l'aide de rosettes (VISHAY CEA-06-125WT-350). Pour les deux stratifications testées,  $[\pm 45^{\circ}]_s$  et  $[90^{\circ}]_4$ , les essais ont été réalisés sur les mêmes géométries d'éprouvette que celles des essais dynamiques. Pour une même éprouvette, plusieurs paliers de fluage de 1000 secondes ont été réalisés afin de mettre en évidence la non-linéarité du comportement.

# 2.5.1 Résultats sur stratifiés $[\pm 45^{\circ}]_s$

Pour les éprouvettes  $[\pm 45^{\circ}]_s$ , 4 paliers de fluage de 1000 secondes ont été réalisés pour des niveaux de contrainte longitudinale de 31 MPa, 62 MPa, 95 MPa et 127 MPa. Les courbes d'évolution de la contrainte et de la déformation au cours de l'essai sont tracées sur la Figure 2.25. On observe bien un comportement visco-élastique non-linéaire du matériau. Cette non-linéarité est encore plus visible sur la Figure 2.26, sur laquelle est tracée l'évolution de la déformation de fluage en fonction du temps pour chacun des paliers. La déformation de fluage est calculée en soustrayant à la déformation totale courante, la valeur de la déformation totale au début du palier de fluage.

On constate sur la Figure 2.26, que pour une évolution linéaire de la contrainte pour les différents paliers de fluage, la déformation de fluage évolue quand à elle de façon non-linéaire. Ce phénomène se retrouve par exemple en analysant la valeur de la déformation de fluage en fin de palier. Dans notre cas, celle-ci vaut 0,030% pour le palier à  $\sigma=31$  MPa, 0,074% pour le palier à  $\sigma=62$  MPa, 0,234% pour le palier  $\sigma=95$  MPa et 1,51% pour le palier à  $\sigma=127$  MPa. Cette évolution est clairement non-linéaire. Il est également intéressant sur ces essais de relever l'ordre de grandeur des vitesses de déformation au cours des différents paliers. Pour cela, nous avons choisi de calculer la vitesse de déformation pour chacun des paliers par une valeur sécante

entre t=250 s et t=950 s. On obtient avec ce calcul une vitesse de déformation de  $1.10^{-5}$  s<sup>-1</sup> pour le palier à  $\sigma=31$  MPa,  $2.10^{-5}$  s<sup>-1</sup> pour le palier à  $\sigma=62$  MPa,  $1.10^{-4}$  s<sup>-1</sup> pour le palier à  $\sigma=95$  MPa et  $7.10^{-4}$  s<sup>-1</sup> pour le palier à  $\sigma=127$  MPa. On constate également une évolution non linéaire de la vitesse de déformation, comme Schieffer dans ses travaux de thèse (Schieffer, 2003). Enfin, il est possible de terminer l'analyse de ces essais avec les résultats d'émission acoustique. Sur la Figure 2.27, l'énergie acoustique cumulée est tracée en fonction de la contrainte appliquée à l'éprouvette. Les premiers évènements acoustiques apparaissent pour une contrainte de l'ordre de 60 MPa. Mais il y a très peu d'évènements avant 120 MPa, dans ce cas. Ces résultats sont en accord avec les résultats obtenus par Huchette avec une autre géométrie d'éprouvette (Huchette, 2005). L'émission acoustique est classiquement utilisée pour détecter l'apparition de l'endommagement dans le pli, notamment l'apparition de la fissuration matricielle. On peut donc dire que pour ces essais de fluage et une contrainte inférieure à 90 MPa, l'endommagement dans le pli est faible. Il peut néanmoins exister de l'endommagement à l'échelle microscopique, comme notamment des décohésions fibre-matrice, mais qui a peu d'influence sur le comportement macroscopique du stratifié Lecomte-Grosbras (2009).

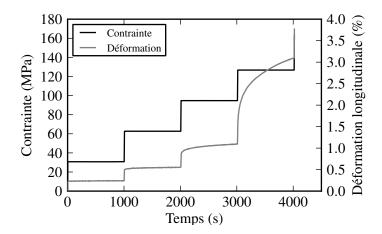


FIGURE 2.25: Courbes de la contrainte et de la déformation longitudinale en fonction du temps pour un essai de fluage sur un stratifié  $[\pm 45^{\circ}]_s$  de T700GC/M21

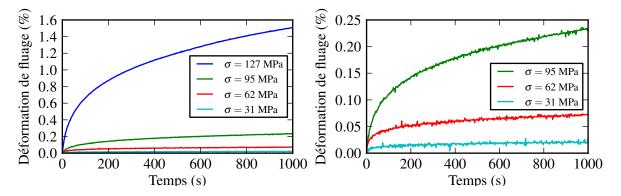


FIGURE 2.26: Courbes de l'évolution de la déformation de fluage en fonction du temps sur un stratifié  $[\pm 45^{\circ}]_s$  de T700GC/M21, pour tous les paliers de fluage à gauche, et avec un zoom sur les trois premiers paliers à droite.

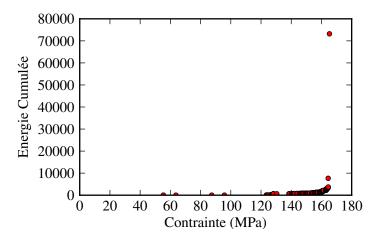


FIGURE 2.27: Courbes de l'évolution de l'énergie acoustique cumulée en fonction de la contrainte lors d'un essai de fluage sur un stratifié  $[\pm 45^{\circ}]_s$  de T700GC/M21

# 2.5.2 Résultats sur stratifiés $[90^{\circ}]_4$

Pour les éprouvettes [90°]<sub>4</sub>, 3 paliers de fluage de 1000 secondes ont été réalisés pour des niveaux de contrainte longitudinale de 15 MPa, 31 MPa et 47 MPa. Les courbes d'évolution de la contrainte et de la déformation au cours de l'essai sont tracées sur la Figure 2.28. On observe un comportement faiblement visco-élastique non-linéaire.

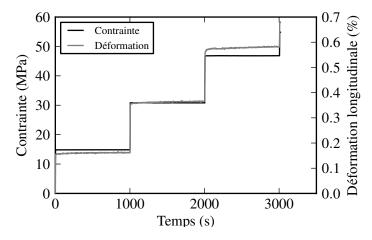


FIGURE 2.28: Courbes de la contrainte et de la déformation longitudinale en fonction du temps pour un essai de fluage sur un stratifié  $[90^{\circ}]_4$  de T700GC/M21

Comme pour les éprouvettes  $[\pm 45^{\circ}]_s$ , il est possible de tracer l'évolution de la déformation de fluage en fonction du temps pour chacun des paliers de fluage (voir Figure 2.29). Ces courbes confirment la non-linéarité du comportement du matériau étudié. Il est possible de comparer ces résultats à ceux de la Figure 2.26. Si l'on se focalise sur le troisième palier de fluage pour la sollicitation transverse (palier à  $\sigma = 47$  MPa), la déformation totale au début du palier de fluage est de l'ordre de 0,56% et la déformation de fluage à la fin du palier est de 0,021%. Pour le deuxième palier de fluage en cisaillement (palier à  $\sigma = 62$  MPa), la déformation totale au début du palier de fluage est de l'ordre de 0,48% et la déformation de fluage à la fin du palier est de 0,074%. Donc, pour un niveau de déformation totale équivalent, la déformation de fluage est environ 4 fois plus grande pour le comportement en cisaillement que pour le comportement transverse.

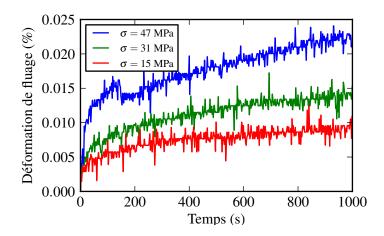


FIGURE 2.29: Courbes de l'évolution de la déformation de fluage en fonction du temps sur un stratifié  $[90^\circ]_4$  de T700GC/M21

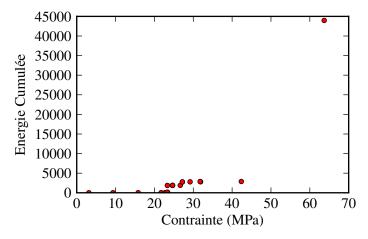


FIGURE 2.30: Courbes de l'évolution de l'énergie acoustique cumulée en fonction de la contrainte lors d'un essai de fluage sur un stratifié  $[90^\circ]_4$  de T700GC/M21

Comme précédemment, il est également possible avec ces courbes d'estimer la vitesse de déformation pour chacun des paliers. La même méthode de calcul a été appliquée pour estimer cette vitesse de déformation. On obtient une vitesse de déformation de  $2,74.10^{-6}~\rm s^{-1}$  pour le premier palier ( $\sigma=15~\rm MPa$ ),  $3,8.10^{-6}~\rm s^{-1}$  pour le second palier ( $\sigma=31~\rm MPa$ ) et  $1,23.10^{-5}~\rm s^{-1}$  pour le troisième palier ( $\sigma=47~\rm MPa$ ). Enfin, les résultats d'émission acoustique sont analysés sur la Figure 2.30. La courbe de l'énergie cumulée en fonction de la contrainte révèle quelques évènements acoustiques pour une contrainte inférieure à 20 MPa, mais ceux-ci sont énergétiquement faibles. Ensuite, à partir de 25 MPa, l'énergie cumulée augmente de façon importante. On conclura que pour les essais sur les stratifiés  $[90^{\circ}]_4$ , l'endommagement dans le pli est faible pour une contrainte inférieure à 20 MPa.

# 2.6 Conclusions

La campagne expérimentale a permis de tirer des conclusions intéressantes concernant la dépendance à la vitesse du comportement du T700GC/M21, et la possible pré-normalisation des essais dynamiques.

En ce qui concerne les éprouvettes  $[\pm 45^{\circ}]_s$  pour la caractérisation du comportement en cisaillement, une géométrie courte pour les essais dynamiques a été validée par rapport aux essais normalisés. Elle a été utilisée pour réaliser des essais pour des vitesses de déformation allant de  $10^{-3}$  s<sup>-1</sup> à 50 s<sup>-1</sup> ainsi que pour des essais de fluage conduisant à des vitesses de déformation comprises entre  $10^{-5}$  s<sup>-1</sup> et  $10^{-4}$  s<sup>-1</sup>. Quelque soit la vitesse de déformation, on constate une variation importante du comportement avec la vitesse de déformation. De plus, pour ces éprouvettes, un effet de seuil, pour  $\dot{\varepsilon} = 10$  s<sup>-1</sup>, apparaît dans la courbe du module de cisaillement en fonction de la vitesse de déformation.

Pour les éprouvettes  $[90^{\circ}]_4$ , une géométrie courte a également été validée par rapport aux essais normalisés. Cette géométrie a été utilisée pour réaliser des essais dynamiques et de fluage avec des vitesses de déformation semblables à celles des essais sur éprouvettes  $[\pm 45^{\circ}]_s$ . Sur les essais de fluage, on constate un comportement visco-élastique, mais celui-ci est beaucoup plus faible que pour les éprouvettes  $[\pm 45^{\circ}]_s$ . Cette viscosité faible n'est pas visible pour les essais dynamiques, celle-ci étant sans doute masquée par la dispersion expérimentale.

Ces essais ont également permis de dégager des conclusions pour la pré-normalisation des essais dynamiques sur les stratifiés composites CMO. Tout d'abord, pour les essais sur les éprouvettes  $[\pm 45^{\circ}]_s$ , il est nécessaire de s'assurer que le ratio longueur utile sur largeur d'éprouvette soit plus grand que 2 afin de s'assurer de la cohérence des essais dynamiques avec les essais normalisés, à des vitesses plus faibles. Nous avons constaté qu'une diminution du nombre de plis, de 8 à 4, n'avait pas d'influence sur les résultats pour le comportement visco-élastique. En revanche, l'utilisation de ces éprouvettes courtes et fines, pour la caractérisation de l'endommagement et de la rupture du pli, conduit à des résultats qui divergent de ceux obtenus avec des essais normalisés.

Pour le post-traitement des essais, et notamment le calcul des grandeurs élastiques, nous avons montré qu'une extension directe des méthodes normalisées quasi-statiques aux essais dynamiques n'était pas judicieuse. Pour les éprouvettes  $[\pm 45^{\circ}]_s$ , le calcul du module sécant entre les points  $\varepsilon_l = 0,05\%$  et  $\varepsilon_l = 0,25\%$ , qui est préconisé par la norme pour les essais quasi-statiques, entraı̂ne pour les sollicitations dynamiques une évaluation du module qui peut être affectée par l'endommagement. Pour les essais sur des éprouvettes  $[90^{\circ}]_4$ , l'utilisation de la contrainte à rupture pour la définition de l'intervalle de mesure peut également poser problème, car cette valeur qui est déjà dispersive pour des sollicitations quasi-statiques, l'est encore plus pour des sollicitations dynamiques, ce qui risque d'introduire une variabilité plus importante dans la détermination du module.

## Chapitre 3

# Etude expérimentale de la dépendance à la température

Ce chapitre est consacré à l'étude expérimentale de l'influence de la température sur le comportement d'un composite à matrice organique. Dans un premier temps, des essais permettant l'évaluation de l'auto-échauffement lors d'essais dynamiques vont être effectués. Ensuite, une caractérisation fine de la dépendance à la température du T700GC/M21 va être réalisée à l'aide d'essais de traction dans une enceinte climatique et d'essais DMA. Ces essais révèlent une influence forte de la température sur le comportement visco-élastique de la résine M21.

#### Sommaire

Somman						
3	.1 Evo	lution de la température du stratifié lors d'un essai	<b>65</b>			
	3.1.1	Calibration de la caméra	66			
	3.1.2	Résultats expérimentaux	72			
	3.1.3	Conclusions	<b>7</b> 5			
3	.2 Essa	uis à basse température	<b>75</b>			
	3.2.1	Protocole expérimental	75			
	3.2.2	Validation des éprouvettes	77			
	3.2.3	Essais à -40 °C	79			
	3.2.4	Essais à -100 °C	80			
	3.2.5	Analyse de l'influence de la température	81			
	3.2.6	Conclusions	83			
3	.3 Essa	is DMA	<b>83</b>			
	3.3.1	Principe des essais DMA	84			
	3.3.2	Les grandeurs calculées à l'aide de la DMA	85			
	3.3.3	Essais sur le stratifié T700GC/M21	85			
	3.3.4	Essais sur la résine M21	87			
	3.3.5	Conclusions	89			

Ce chapitre, consacré à l'étude de l'influence de la température sur le comportement d'un stratifié à matrice organique, est décomposé en trois étapes. La première étape a pour objectif de quantifier l'auto-échauffement du stratifié lors d'un essai de traction dynamique. Ces résultats sont nécessaires pour la modélisation, car la connaissance de la variation de température au cours de l'essai permettra de choisir les hypothèses de modélisation. Ensuite, une seconde étape s'intéresse à la caractérisation de la dépendance à la température du stratifié T700GC/M21 pour différentes vitesses de sollicitation. Ces essais sont réalisés dans une enceinte climatique avec le vérin hydraulique utilisé pour les essais dynamiques du chapitre 2. Enfin, la dernière étape complète ces travaux, grâce à une caractérisation fine du comportement visco-élastique du stratifié et de la résine pure, avec notamment la détermination des températures caractérisant les principales transitions grâce à des essais DMA.

### 3.1 Evolution de la température du stratifié lors d'un essai

L'objectif de cette section est d'évaluer l'évolution de la température du composite stratifié lors d'un essai de traction sur un stratifié  $[\pm 45^{\circ}]_s$  pour différentes vitesses de sollicitation. Pour ce faire, il est possible d'utiliser des thermocouples, mais ceux-ci fournissent une information ponctuelle et doivent être en contact avec le stratifié. L'utilisation de fibres de Bragg peut également être envisagée, mais elles sont très intrusives et nécessitent le placement de la fibre avant la cuisson. La solution qui a été retenue est l'utilisation d'une caméra infrarouge qui permet d'obtenir un champ de température à la surface de l'éprouvette, uniquement, à l'aide de la mesure du rayonnement qu'émet chaque corps qui se trouve à une température supérieure à 0 K. Cette technique de mesure a été appliquée aux composites stratifiés pour l'évaluation des champs de contrainte à l'aide de la thermo-élasticité (Dulieu-Barton et Stanley, 1999; Sambasivam, 2009; Pitarresi et Galietti, 2010) ou pour la détection des défauts en contrôle non destructif (Balageas et al., 1987). Dans nos travaux, l'objectif est de suivre l'évolution de la température lors d'un essai de traction monotone, comme cela a déjà été réalisé sur les matériaux métalliques par exemple dans la thèse de Bodelot (2008). Il existe trois types de caméra infrarouge, chacune étant dédiée à une bande spectrale, dans laquelle l'atmosphère peut-être considérée comme un corps semitransparent (Pajani, 2013): les caméras SWIR pour des longueurs d'onde de 0.8 à  $2\mu m$ , les caméras MWIR pour des longueurs d'onde de 3 à 5  $\mu$ m et les caméras LWIR pour des longueurs d'onde de 8 à 12  $\mu$ m. Le choix de la bande spectrale de la caméra est principalement basé sur l'émissivité spectrale de l'objet que l'on souhaite observer (Gaussorgues, 1989). Dans le cas d'un corps gris (objet pour lequel la distribution d'émissivité spectrale est constante, hypothèse que l'on fera pour nos éprouvettes), Gaussorgues montre qu'une caméra LWIR est préférable à une caméra MWIR pour des mesures de températures inférieures à 40 °C, tout en précisant qu'avec l'ensemble des critères qu'il définit, les deux types de caméras sont utilisables sur l'intervalle allant de -13 °C à 127 °C sans que cela ne soit problématique. Les caméras SWIR sont utilisées pour des applications à plus haute température. Dans la suite, une caméra JADE LWIR munie d'un capteur de 320x240 pixels va être utilisée pour réaliser les mesures. En mode pleine image, il est possible d'acquérir 200 images par seconde, mais la fréquence d'acquisition peut-être augmentée en diminuant la résolution des images. Théoriquement, il est possible d'atteindre une fréquence de 800 Hz en n'utilisant que la moitié du capteur, 3000 Hz en n'en utilisant qu'un quart, et 13 kHz en n'utilisant qu'une ligne. Dans le cas présent, le logiciel de pilotage de la caméra ne nous permet pas d'atteindre ces performances, et pour une utilisation en quart d'image la fréquence maximale d'acquisition est de 1315 Hz. La caméra est munie d'un capteur photosensible MCT (tellurure de mercure-cadnium) refroidi par un système stirling embarqué. Chaque pixel du capteur va quantifier le rayonnement reçu pendant une durée IT (Integration Time) et cette quantité sera codée numériquement en DL (Digital Level) sur 14 bits. Le choix du temps d'intégration est un paramètre important de la mesure, car il est nécessaire de trouver un bon compromis : un temps d'intégration élevé permet de réduire le bruit temporel mais risque d'entraîner la saturation des récepteurs et de diminuer la fréquence maximale qu'il est possible d'atteindre (Poncelet, 2007). Dans la suite, un temps d'intégration de 300  $\mu$ s est utilisé, ce choix permet l'utilisation du capteur sur 70% de sa dynamique pour une température variant de l'ambiante à 70 °C, en évitant l'utilisation des 15 premiers et derniers pour cent de la dynamique du capteur lors de nos essais.

Lorsqu'un rayonnement incident rencontre un objet une partie de ce rayonnement est réfléchie, une autre partie de ce rayonnement est transmise et enfin la dernière partie de ce rayonnement est absorbée par l'objet. Il existe un objet idéal qui absorbe l'intégralité des rayonnements incidents, le corps noir. Il restitue l'intégralité de ce qu'il a absorbé en émettant un rayonnement sur toutes les longueurs d'onde régi par la loi de Planck. L'émittance,  $M^{CN}$ , du corps noir (puissance émise par unité de surface) est régie par la loi de Stefan-Boltzmann :

$$M^{CN} = \sigma_{SB} T_{CN}^4 \tag{3.1}$$

avec  $\sigma_{SB}=5,67032.10^8~{\rm W.m^{-2}.K^{-4}}$  la constante de Stefan-Boltzmann et  $T_{CN}$  la température du corps noir.

C'est l'utilisation d'un corps noir qui va permettre la mesure de température à l'aide d'une caméra infrarouge. En effet, comme nous l'avons vu, le détecteur de la caméra va mesurer le rayonnement et le convertir en DL. En mesurant le rayonnement émis par le corps à différentes températures à l'aide de la caméra, il est possible de relier directement la mesure du capteur à la température du corps noir. Le flux émis par un objet réel sera toujours inférieur à celui du corps noir placé dans les mêmes conditions. L'émission d'un objet réel sera définie par rapport à celle du corps noir par l'émissivité e. L'émissivité est le rapport entre l'émission de l'objet réel et celle du corps noir. Afin de remonter à la température de l'objet réel lors de la mesure, ici une éprouvette de composite stratifié carbone/époxy, il est nécessaire de faire certaines hypothèses. On considère tout d'abord l'éprouvette comme un corps opaque, il n'y a donc pas de rayonnement transmis. L'éprouvette se comporte comme un corps gris dans la bande spectrale considérée, donc l'émissivité est constante. Avec toutes ces hypothèses, il est possible de décomposer le flux thermique,  $\Phi_{cam}$ , reçu par la caméra de la façon suivante, en considérant que le facteur de transmision de l'atmosphère est égal à 1 :

$$\Phi_{cam} = \mathbf{e}_{ep}\sigma_{SB}T_{ep}^4 + (1 - \mathbf{e}_{ep})\Phi_{env}$$
(3.2)

avec  $\Phi_{env}$  qui correspond au rayonnement de l'environnement,  $\mathbf{e}_{ep}$  l'émissivité de l'éprouvette et  $T_{ep}$  la température de l'éprouvette.

L'émissivité des éprouvettes utilisées dans le cadre de ces travaux étant élevée (l'évaluation de celle-ci est réalisée par la suite), le second terme de l'équation 3.2 peut-être négligé et l'on constate donc que le flux thermique mesuré par la caméra est directement lié à la température de l'éprouvette. Comme nous venons de le voir, pour pouvoir réaliser la mesure de l'évolution de la température au cours de l'essai, il est donc nécessaire dans un premier temps de calibrer la caméra à l'aide d'un corps noir.

#### 3.1.1 Calibration de la caméra

La mesure de température à l'aide d'une caméra infrarouge nécessite la calibration de la caméra à l'aide d'un corps noir. La caméra est fournie avec un certain nombre pré-calibrations réalisées en usine, qui ne sont valables que pour un temps d'intégration donné, une fréquence donnée et un objectif donné. La moindre modification d'une de ces trois données nécessite une nouvelle calibration. Le choix qui a été fait ici est d'utiliser un objectif LWIR de 50 mm avec une bague allonge de 12 mm, avec un temps d'intégration de 300  $\mu$ s et une fréquence d'acquisition de 1315 Hz, alors que ce choix ne correspond pas à une calibration de base de la caméra. Il

est donc nécessaire de calibrer la caméra pour nos essais. De nombreux auteurs ont montré que pour la précision de mesure, la méthode de calibration préconisée par le constructeur n'était pas la plus judicieuse, notamment à cause de l'hypothèse de linéarité de la réponse du capteur qui est faite (Poncelet, 2007 ; Berthel, 2007 ; Bodelot, 2008). Dans la suite, un étalonnage pixel par pixel (ou encore appelé Non Uniformity Correction (NUC) N-points), comme proposé dans les travaux précédemment cités, est réalisé avec les mêmes réglages que ceux qui seront utilisés lors des essais. La calibration, ainsi que les essais qui seront décrits, sont réalisés au moins trois heures après la mise en service de la caméra, c'est-à-dire lorsque que la température de celle-ci est stationnaire (Bodelot, 2008) et à une température ambiante de 23 °C. L'étalonnage se déroule de la façon suivante : la caméra est disposée en face du corps noir étendu comme le montre la Figure 3.1. Dans ces travaux, un corps noir étendu de haute uniformité SR800 de CI Système a été utilisé. Il peut être utilisé pour des températures allant de 0 à 120 °C avec une précision de 0,01 °C et une émissivité de  $0,97 \pm 0,01$ .

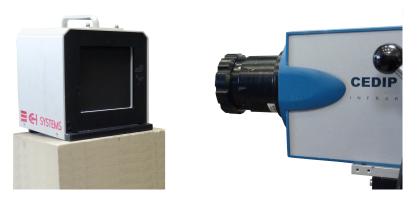


FIGURE 3.1: Dispositif expérimental pour la calibration de la caméra infrarouge

La calibration a été réalisée sur l'intervalle de température allant de 20 °C à 70 °C. Une série de 1000 images est capturée tous les degrés sur les intervalles [20 °C;22 °C] et [40 °C;70 °C], alors que sur l'intervalle [22 °C;40 °C] la série d'image est capturée tous les 0,5 °C afin d'accroître la précision de la calibration dans cet intervalle. La série de 1000 images est ensuite moyennée afin d'éliminer le bruit temporel. L'image moyenne brute de la série de 1000 images pour une des températures du corps noir est visible sur la Figure 3.2. Cette image a été tracée avec une échelle de niveaux de gris comprise entre le DL moyen plus ou moins 5 fois l'écart-type afin que les pixels ne masquent pas l'image.

Comme le montre cette image, le choix qui a été fait est d'utiliser une fenêtre de mesure de 79 par 80 pixels. Cette image exhibe une grande hétérogénéité dans la réponse des différents pixels pour la mesure d'une température homogène du corps noir. Cette hétérogénéité est également visible sur la Figure 3.3 où sont tracées les courbes d'évolution des DL en fonction de la température du corps noir pour chacun des pixels. Ces courbes correspondent aux courbes d'étalonnage de chacun des pixels de l'image. Sur cette figure, on constate que la réponse de certains pixels diverge fortement de la réponse moyenne, notamment pour ceux qui présentent des valeurs de DL supérieures à 12000 dès 20 °C. Dans la suite, ces pixels ne seront pas traités dans la phase d'analyse des résultats, grâce à la procédure d'élimination des mauvais pixels qui sera détaillée dans la suite.

L'étape suivante de la calibration consiste à déterminer une approximation polynomiale de la courbe d'étalonnage pour chaque pixel sous la forme :

$$T_{CN} = \sum_{k=1}^{m} a_k DL^k \tag{3.3}$$

avec m l'ordre du polynôme,  $T_{CN}$  la température du corps noir et  $a_k$  les coefficients du polynôme.

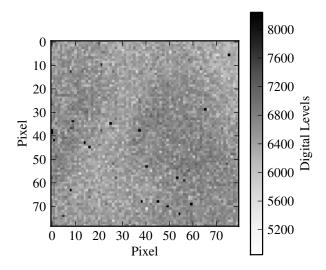


FIGURE 3.2: Image moyenne brute de la série de 1000 images pour une température du corps noir de 28,5 °C. L'échelle des niveaux de gris de l'image a été tracée pour des DL compris entre le DL moyen de l'image plus ou moins 5 fois l'écart-type

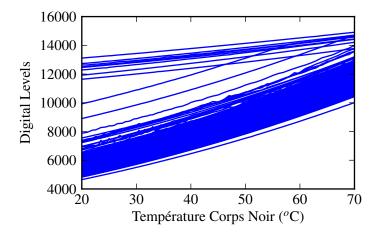


FIGURE 3.3: Courbes d'étalonnages des différents pixels

Bodelot (2008) a montré dans sa thèse que l'utilisation d'un polynôme de degré 5 était suffisant pour décrire correctement le comportement d'un détecteur et que le gain réalisé en augmentant encore l'ordre du polynôme devenait négligeable. Dans la suite un polynôme d'ordre 5 sera donc utilisé et les coefficients de ce polynôme seront identifiés à l'aide de la fonction polyfit de Matlab. Pour finir la calibration de la caméra, il ne reste plus qu'à éliminer les mauvais pixels. Dans les travaux précédemment cités (Poncelet, 2007; Bodelot, 2008; Berthel, 2007), où une calibration pixel par pixel est effectuée, chaque auteur utilise sa propre technique de détection des pixels défectueux. On notera tout de même que les techniques de Bodelot et de Berthel sont similaires. En effet, pour ces deux auteurs, la détection des pixels défectueux se décompose en deux étapes: une première qui permet d'éliminer les "très" mauvais pixels et une deuxième étape basée sur l'écart par rapport à la température moyenne de l'image. L'élimination préalable des très mauvais pixels permet d'éviter la perturbation du calcul de la moyenne pour la deuxième étape avec des points fortement déviants. La détermination des mauvais pixels qui a été utilisée est donc inspirée de ces méthode en deux étapes. Dans un premier temps, l'élimination des "très" mauvais pixels est réalisée à l'aide du critère suivant:

$$|T_{i,i} - T_{CN}| > 0, 3^{\circ}$$
C (3.4)

avec  $T_{i,j}$  la température du pixel de coordonnées (i,j) et  $T_{CN}$  la température du corps noir.

Une fois cette étape réalisée, pour chaque image, la température moyenne  $T_{moy}$  est calculée à l'aide des pixels restant, ainsi que l'écart type  $s_d$ . Ces grandeurs sont utilisées pour la définition du deuxième critère d'élimination des mauvais pixels :

$$|T_{i,j} - T_{moy}| > 5 * s_d$$
 (3.5)

L'utilisation de ces deux critères conduit à l'élimination de 40 pixels sur les 6320 pixels utilisés pour la mesure. A la fin de cette procédure d'étalonnage, il est possible de comparer la valeur moyenne de la température mesurée (calculée avec les pixels considérés comme bon) avec la caméra infrarouge et la température de consigne du corps noir. Les résultats de cette comparaison sont tracées sur la Figure 3.4. Dans cette étude, la valeur maximale de l'écart entre la consigne du corps noir et la température moyenne mesurée est inférieure à 0,012 °C, ce qui montre l'efficacité de cette calibration pixel par pixel.

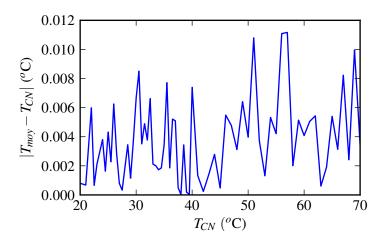


FIGURE 3.4: Ecart en valeur absolue entre la température moyenne mesurée par la caméra  $T_{moy}$  et la température de consigne du corps noir  $T_{CN}$ 

Cette calibration a été réalisée à l'aide de la moyenne d'une série de 1000 images d'une même scène, mais lors des essais, il ne sera pas possible de moyenner les images (la scène variant au cours de l'essai). Il est donc important d'étudier le bruit temporel de la caméra. Pour cela, il est

possible de relire les séries de 1000 images qui ont été capturées lors de cette calibration. Sur la Figure 3.5, la différence entre la température moyenne pour chacune des images de la série de 1000 images et la température de consigne du corps noir est tracée pour une température de consigne de  $37\,^{\circ}$ C.

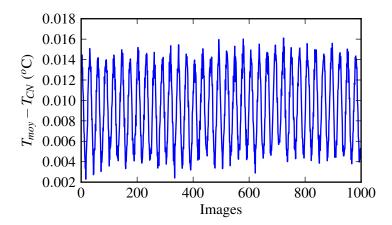


FIGURE 3.5: Evolution de la différence entre la valeur moyenne calculée pour chacune de 1000 images et la température de consigne du corps noir

Un écart maximal inférieur à 0,016 °C est obtenu avec la relecture de cette série d'images. En revanche, une fréquence d'oscillation semble apparaître sur cette figure. En réalisant une FFT de ce signal, comme cela est fait sur la Figure 3.6, un pic apparaît pour une fréquence de 46 Hz, fréquence qui correspond bien à celle des oscillations visibles sur la Figure 3.5.

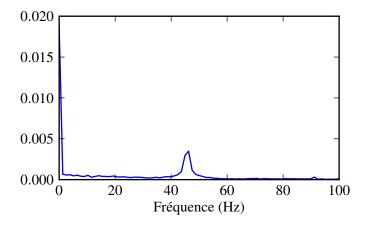


FIGURE 3.6: FFT de la courbe d'évolution de  $T_{moy} - T_{CN}$  de la Figure 3.6

La fréquence qui apparaît dans cette série de 1000 images n'est pas problématique pour la calibration puisque la moyenne de la série de 1000 images a été utilisée pour réaliser l'étalonnage des pixels. En revanche, celle-ci sera problématique lors des essais car elle provoquera une oscillation parasite du signal de température. Il est possible de filtrer cette fréquence : dans la suite, un filtre Butterworth coupe bande entre les fréquences de 36 et 56 Hz sera utilisé.

Une comparaison entre le signal filtré et le signal non filtré est proposée sur la Figure 3.7. On constate une réduction importante du bruit temporel de mesure après application du filtre. Les résultats expérimentaux qui seront présentés seront filtrés de la même manière, afin d'éliminer ces oscillations parasites.

Comme cela vient d'être fait pour la température de consigne de corps noir de 37 °C, il est

possible de relire toutes les séries de 1000 images afin d'évaluer l'écart maximal obtenu pour chacune des températures. L'évolution de l'écart maximal entre la température de consigne du corps et la température moyenne mesurée par le capteur en fonction des différentes températures d'étalonnage est tracée sur la Figure 3.8. L'écart maximal obtenu avec le signal filtré est de 23 mK pour la température de consigne de 51 °C. Cet écart maximal est du même ordre de grandeur que celui obtenu par Bodelot (2008) et Berthel (2007).

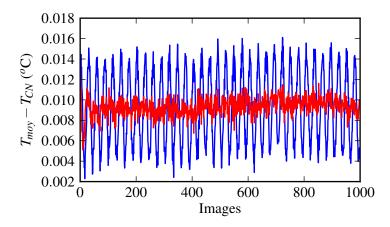


FIGURE 3.7: Comparaison de l'évolution de la différence entre la valeur moyenne calculée pour chacune de 1000 images et la température de consigne du corps noir pour la courbe brute, en bleu, et la courbe filtrée, en rouge

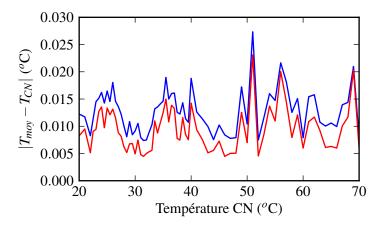


FIGURE 3.8: Evolution de l'écart maximal entre la température de consigne du corps et la température moyenne mesurée par le capteur en fonction des différentes températures d'étalonnage (résultats bruts, en bleu, et résultats filtrés, en rouge)

Avant de pouvoir réaliser les essais, il est enfin nécessaire d'évaluer l'émissivité de notre éprouvette. Le choix qui a été fait ici est d'utiliser l'émissivité élevée du composite stratifié sans application de peinture. La procédure de mesure de l'émissivité exposée dans la suite est la méthode de mesure indirecte à partir de la réflexion du corps, inspirée des travaux de Poncelet (2007). Une représentation schématique du montage expérimental pour réaliser cette mesure est présentée sur la Figure 3.9. Dans ce montage, la caméra IR et le corps noir sont situés de part et d'autre de la normale de l'éprouvette avec le même angle par rapport à la normale, afin de mesurer la réflexion du flux émis par le corps noir sur l'éprouvette.

Le flux thermique mesuré par la caméra  $\Phi_{cam}$  peut donc être décomposé de la façon suivante :

$$\Phi_{cam} = \mathbf{e}_{ep}\sigma_{SB}T_{ep}^4 + (1 - \mathbf{e}_{ep})\left(\Phi_{CN} + \Phi_{env}\right)$$
(3.6)

avec  $\Phi_{CN}$  le flux du corps noir et  $\Phi_{env}$  le flux de l'environnement.

Cette mesure va être effectuée pour deux températures  $T_1$  et  $T_2$  de consigne du corps noir, ici  $20\,^{\circ}$ C et  $70\,^{\circ}$ C. En supposant que lors des deux prises de mesures, la température de l'éprouvette  $T_{ep}$  et le flux thermique de l'environnement  $\Phi_{env}$  sont identiques, on obtient par soustraction des résultats :

$$\Phi_{cam}^{T_2} - \Phi_{cam}^{T_1} = (1 - \mathbf{e}_{ep}) \left( \Phi_{CN}^{T_2} - \Phi_{CN}^{T_1} \right)$$
(3.7)

En replaçant la caméra infrarouge face au corps noir, il est possible de mesurer  $\Phi_{CN}^{T_2}$  et  $\Phi_{CN}^{T_1}$ , ce qui permet d'obtenir l'émissivité de l'éprouvette avec la formule :

$$\mathbf{e}_{ep} = 1 - \frac{\Phi_{cam}^{T_2} - \Phi_{cam}^{T_1}}{\Phi_{CN}^{T_2} - \Phi_{CN}^{T_1}}$$
(3.8)

En appliquant cette méthode à nos éprouvettes, une émissivité moyenne de 0,96 est obtenue. Cette valeur d'émissivité élevée permet bien de négliger les réflexions de l'environnement pour la détermination de la température de l'éprouvette lors des essais à l'aide de l'équation 3.2.

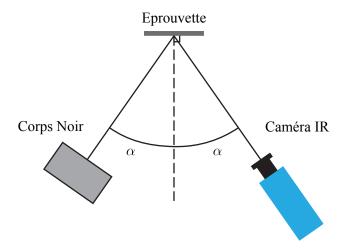


FIGURE 3.9: Dispositif expérimental de mesure de l'émissivité

#### 3.1.2 Résultats expérimentaux

En raison d'un nombre limité d'éprouvettes, deux configurations d'essais ont été réalisées. Différentes photos du dispositif expérimental sont présentées sur la Figure 3.10. Les essais ont été réalisés sur le vérin Schenck précédemment utilisé pour les essais dynamiques. Deux vitesses de déplacement du vérin ont été étudiées au cours de cette campagne expérimentale :  $50 \text{ mm.min}^{-1}$  et  $0.02 \text{ m.s}^{-1}$ . Pour ces configurations les vitesses de déformation obtenues dans les éprouvettes sont respectivement de  $3.10^{-3} \text{ s}^{-1}$  et  $1.10^{-1} \text{ s}^{-1}$  (voir paragraphe 3.2.4).

Comme le montre la Figure 3.10(a), le dispositif expérimental a été isolé dans une enceinte spécifique constituée de matériaux absorbant et réfléchissant (carton et papier d'aluminium) afin de réduire l'influence des radiations de l'environnement sur les résultats d'essais. Sur la vue du montage expérimental (Figure 3.10(b)), l'enceinte thermique utilisée pour les essais à basse température est présentée (paragraphe 3.2), mais la circulation d'air de cette enceinte est désactivée durant cette campagne d'essais réalisée à la température ambiante. La mesure de l'effort au cours de l'essai est réalisée à l'aide de la cellule piézoélectrique de  $\pm 200$  kN (Kistler 9071A) placée entre le mors qui serre l'éprouvette et la partie basse du montage. Comme le montre la Figure 3.10(c), les éprouvettes qui sont utilisées lors de ces essais sont des éprouvettes haltères dont les caractéristiques géométriques sont détaillées sur la Figure 3.16. De fines mires

de papier d'aluminium ont été collées à la surface de l'éprouvette, sur les bords de la zone de mesure de la caméra IR. Le contraste d'émissivité que provoque ces mires d'aluminium permet de s'assurer que la même zone de l'éprouvette est observée pendant les différents essais. De plus, cette différence d'émissivité entre l'aluminium et l'éprouvette pourrait permettre, si cela était nécessaire, de suivre le déplacement des mires au cours de l'essai afin de pouvoir évaluer la déformation moyenne à différents instants.

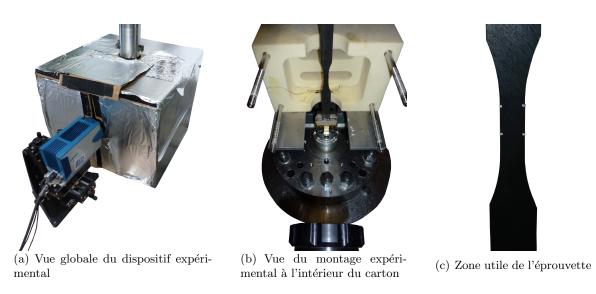


FIGURE 3.10: Montage expérimental et zone utile de l'éprouvette pour les essais de mesure de l'auto-échauffement

La première étape de l'analyse des résultats consiste à évaluer l'évolution de la température moyenne de l'éprouvette en fonction du temps. Pour cela l'ensemble des images brutes est converti à l'aide de l'étalonnage précédemment décrit en un ensemble de cartographies de température. En soustrayant à ces résultats la cartographie obtenue pour la première image, quelques instants avant le début de l'essai, une évolution relative de la température au cours de l'essai est obtenue (voir Figure 3.11).

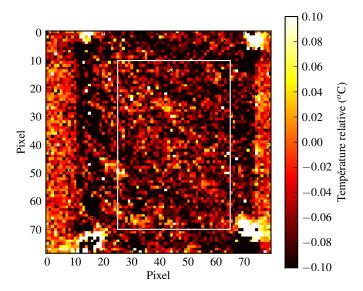


FIGURE 3.11: Cartographie de l'évolution relative de la température lors d'un essai de traction, avec en encadré blanc la zone servant au calcul de l'évolution de la température moyenne de l'éprouvette

Ensuite, la zone d'étude de l'éprouvette est définie, par des traits blancs sur la Figure 3.11, en évitant d'inclure dans celle-ci les zones de collage des lamelles d'aluminium. Pour chaque image, la température moyenne de l'éprouvette dans la zone d'étude est calculée en négligeant les points correspondant à de mauvais pixels. Ce signal est ensuite filtré afin d'éliminer l'oscillation à 46 Hz. Enfin, il est recalé temporellement avec le signal d'effort par rapport à l'instant où se produit la ruine finale du stratifié. Ce recalage n'est pas optimal car les fréquences d'acquisition du signal d'effort et du signal de température ne sont pas les mêmes et il existe une incertitude sur l'image correspondant à l'instant de la rupture. En considérant que l'incertitude du recalage n'excède pas deux images, elle est de l'ordre de 1,5 ms, ce qui est faible au regard de la durée de l'essai qui est d'environ 3 s pour l'essai à 50 mm.min<sup>-1</sup> et d'environ 130 ms pour l'essai à 0.02 m.s<sup>-1</sup>.

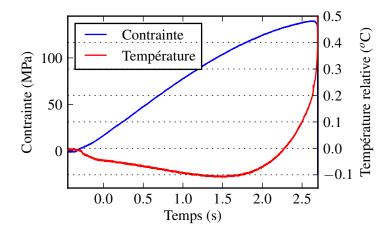


FIGURE 3.12: Evolution de la contrainte et de la température moyenne en surface de l'éprouvette en fonction du temps pour un essai à  $50~\mathrm{mm.min^{-1}}$ 

Les résultats de l'essai à 50 mm.min<sup>-1</sup> sont tracés sur la Figure 3.12. Cette figure montre une évolution temporelle de la température au cours de l'essai en deux phases : une première phase caractérisée par une décroissance de la température relative de l'éprouvette, passant par un minimum d'environ -0,11 °C. Cette décroissance de la température peut-être expliquée à l'aide des équations de la thermo-élasticité pour un essai de traction suivant la direction x sur un stratifié à  $\pm 45^{\circ}$  (Sambasivam, 2009) :

$$\Delta T = -\frac{T}{\rho C_p} \left( \frac{\varepsilon_x + \varepsilon_y}{2} \right) (\alpha_1 (Q_{11} + Q_{12}) + \alpha_2 (Q_{22} + Q_{21}))$$
 (3.9)

avec  $\alpha_i$  les coefficients de dilatation thermique dans les directions principales du pli,  $Q_{ij}$  les coefficients de matrice  $Q = S^{-1}$  (voir équation 1.1),  $\rho$  la masse volumique et  $C_p$  la capacité thermique. L'analyse de cette équation montre qu'une augmentation de la déformation se traduit par une diminution de la température. La deuxième phase dans l'évolution de la température se caractérise par une augmentation de la température jusqu'à la ruine du stratifié. Cette augmentation de la température est sans doute liée à la dissipation d'énergie due à l'endommagement.

Quoiqu'il en soit, la variation de température moyenne de l'éprouvette est comprise dans l'intervalle  $[-0.11\,^\circ\mathrm{C}\,;0.3\,^\circ\mathrm{C}]$  jusqu'aux instants précédant la ruine de l'éprouvette.

Pour l'essai à 0,02 m.s<sup>-1</sup>, les résultats sont tracés sur la Figure 3.13. Comme précédemment, la température relative de l'éprouvette décroît dans un premier temps avant de croître jusqu'à la rupture de l'éprouvette. Lors de cet essai, la température relative la plus basse observée est de -0,07 °C ce qui est légèrement supérieur à la température observée lors de l'essai à 50 mm.min<sup>-1</sup>. Dans cette configuration, la variation de température moyenne de l'éprouvette est comprise dans l'intervalle [-0,07 °C;0,26 °C] jusqu'aux instants précédant la rupture.

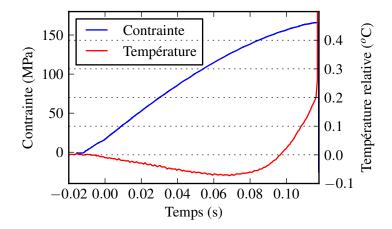


FIGURE 3.13: Evolution de la contrainte et de la température moyenne en surface de l'éprouvette en fonction du temps pour un essai à 0,02 m.s<sup>-1</sup>

#### 3.1.3 Conclusions

Ces essais ont montré une faible évolution de la température de l'éprouvette pour des essais à des vitesses de déformation d'environ  $10^{-3}$  s<sup>-1</sup> et  $10^{-1}$  s<sup>-1</sup>. Compte tenu des capacités en termes de fréquence d'acquisition de la caméra, des essais à une vitesse de déformation plus élevée, de l'ordre de 10 s<sup>-1</sup> n'étaient pas envisageables. A priori, il est possible de considérer que, pour les vitesses de déformation considérées au cours de ce travail ( $\dot{\varepsilon} < 100$  s<sup>-1</sup>), la variation de la température de l'éprouvette est négligeable, et que la température du stratifié est constante au cours de l'essai et égale à la température d'environnement.

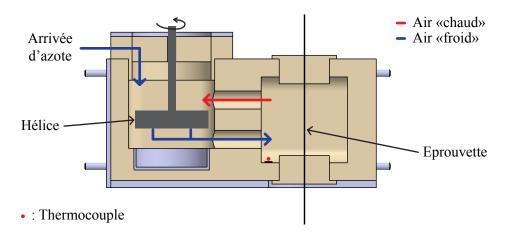
### 3.2 Essais à basse température

La température de l'éprouvette étant constante et égale à la température d'environnement au cours des essais de traction aux différentes vitesses, la suite de ce chapitre se focalise sur l'étude de l'influence de la température d'environnement sur le comportement d'un stratifié  $[\pm 45^{\circ}]_s$ , pour des températures inférieures à l'ambiante.

#### 3.2.1 Protocole expérimental

Une enceinte thermique spécialement adaptée au montage d'essais sur le vérin dynamique Schenck de l'ONERA Lille a été conçue pour réaliser ces essais. Le schéma de principe de l'enceinte est dessiné sur la Figure 3.14 et l'intégration de cette enceinte dans le montage expérimental est présentée sur la Figure 3.15.

Comme le montre la Figure 3.14, l'enceinte est constituée de deux chambres. Dans la première chambre, à gauche sur le schéma, l'azote qui arrive à l'état liquide passe à l'état gazeux. Le mélange gazeux de cette première chambre est ensuite brassé, grâce à l'hélice, vers la deuxième chambre où se trouve l'éprouvette. La régulation de la température dans cette deuxième chambre est réalisée à l'aide d'un thermocouple K collé sur une pièce en composite T700GC/M21, qui est reliée à un système de régulation "Microcor III" permettant d'activer l'ouverture et la fermeture de l'électrovanne d'arrivée d'azote liquide. Sur ce schéma, les pièces dessinées en jaune sont réalisées en mousse polyuréthane d'une densité de 60 kg/m³ et les pièces grises sont des pièces en acier APX ou en aluminium Au4g. Comme le montre la Figure 3.15, les mors du montage de traction sont à l'extérieur de l'enceinte, ce qui permet de limiter le refroidissement de ceux-ci et donc d'éviter une modification de la précharge de la cellule d'effort.



 ${\it Figure 3.14: Sch\'ema de l'enceinte thermique avec la représentation des flux d'air}$ 

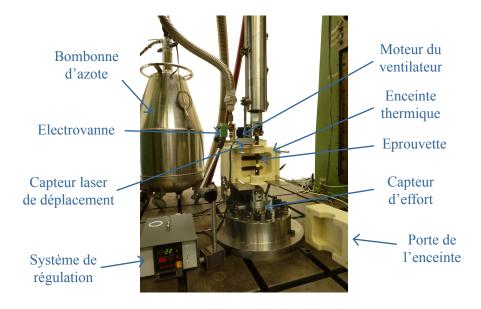


FIGURE 3.15: Montage expérimental pour les essais à basse température

A l'aide de cette enceinte, deux températures d'environnement ont été testées, -40°C et -100°C, pour 3 vitesses de sollicitations. Comme précédemment, le déplacement du vérin est mesuré à l'aide d'un capteur laser, ce qui permet d'évaluer la vitesse de déplacement au cours de l'essai. Les déformations longitudinales et transversales sont mesurées à l'aide de jauges cryogéniques CFLA-3-350-11 (jauges 350 Ohms), conditionnées par des amplificateurs Vishay 2310. La mesure de l'effort est réalisée comme précédemment à l'aide d'une cellule piézoélectrique de ±200 kN (Kistler 9071A). L'exclusion des mors de l'enceinte implique l'utilisation d'une géométrie longue, différente de celle validée au chapitre 2 pour les essais dynamiques. Dans la suite une nouvelle géométrie va donc être proposée et validée.

#### 3.2.2 Validation des éprouvettes

L'utilisation d'une enceinte thermique avec des mors à l'extérieur de celle-ci impose l'utilisation d'éprouvettes longues. La surface des plaques composites fabriquées au DMSC mesure 350 mm x 350 mm, il est donc possible d'avoir une longueur maximale de 350 mm pour nos éprouvettes. Le choix qui a été fait, et qui est schématisé sur la Figure 3.16, est d'utiliser une géométrie d'éprouvette haltère sans talons.

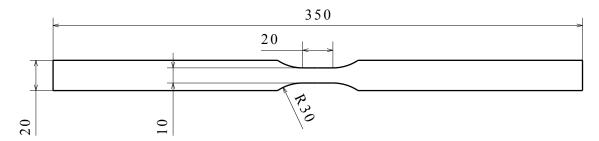


Figure 3.16: Schéma des éprouvettes utilisées pour les essais à basse température

Afin de se placer dans les mêmes conditions que pour les essais dynamiques, des plaques de 4 plis ont été utilisées. De plus, la longueur de la zone utile est égale à deux fois la largeur de la zone utile de l'éprouvette, afin d'obtenir le même rapport longueur sur largeur que pour les essais dynamiques à température ambiante.

La réalisation de ces éprouvettes étant assez coûteuse, uniquement 3 essais de validation de la géométrie ont été effectués. Le premier essai de validation a été réalisé sur une machine électromécanique Instron 4302 équipée d'une cellule d'effort de 10kN. Les déformations longitudinales et transversales sont mesurées à l'aide de jauges TML YFLA-2. L'essai a été réalisé pour une vitesse de déplacement de la traverse imposée de 5 mm.min<sup>-1</sup>. La courbe contrainte-déformation de cisaillement de cet essai est tracée sur la Figure 3.17. Le module de cisaillement a été évalué à l'aide de la norme AITM 1-0002 :1998. Un module de 4150 MPa est obtenu pour cet essai avec une vitesse de déformation moyenne dans la zone de mesure du module de 4,6.10<sup>-4</sup> s<sup>-1</sup>. Cette valeur de module peut donc être comparée à celle obtenue pour les essais à vitesse de déformation contrôlée, à une vitesse de 5.10<sup>-4</sup> s<sup>-1</sup>, réalisés au chapitre 2 et pour lesquels un module de cisaillement de 4110 MPa était obtenu pour les éprouvettes ayant servi à la réalisation de la campagne dynamique à température ambiante. De plus, comme le montre la Figure 3.18, la rupture de l'éprouvette a bien lieu dans la zone utile.

Deux essais dynamiques à différentes vitesses sur le vérin hydraulique Schenck ont ensuite été réalisés avec le montage de la Figure 3.15 à température ambiante, afin de comparer ces résultats avec ceux du chapitre 2. Le premier essai a été réalisé avec une vitesse de déplacement du vérin imposée de 50 mm.min<sup>-1</sup> et de 1,5 m.s<sup>-1</sup> pour le second. Cette fois, les déformations longitudinales et transversales sont mesurées à l'aide des jauges cryogéniques CFLA-3-350-11 qui seront utilisées pour les essais à basse température.

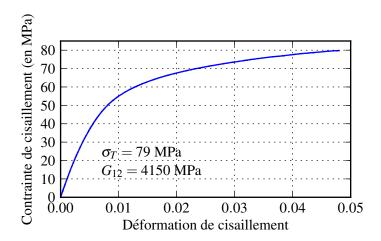


FIGURE 3.17: Courbe contrainte-déformation pour un essai de traction à 5 mm.min  $^{-1}$  sur une éprouvette haltère longue de T700GC/M21



FIGURE 3.18: Eprouvette post mortem (T700GC/M21)

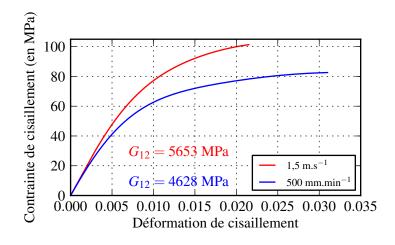


FIGURE 3.19: Courbes contrainte-déformation de cisaillement pour des essais dynamiques, à  $50~\rm mm.min^{-1}$  en bleu et 1,5  $\rm m.s^{-1}$  en rouge, sur les éprouvettes haltères longues de T700GC/M21

Les courbes contrainte-déformation de ces essais sont tracées sur la Figure 3.19. Comme précédemment, on retrouve bien une forte dépendance à la vitesse de sollicitation du comportement avec par exemple le module de cisaillement qui passe de 4628 MPa pour l'essai à 50 mm.min<sup>-1</sup> à 5653 MPa pour l'essai à 1,5 m.s<sup>-1</sup>. Dans la zone d'évaluation du module du cisaillement, on obtient une vitesse de déformation moyenne de  $3,5.10^{-3}$  s<sup>-1</sup> pour l'essai à 50 mm.min<sup>-1</sup> et de 11,6 s<sup>-1</sup> pour l'essai à 1,5 m.s<sup>-1</sup>. Il est possible de comparer ces résultats avec ceux obtenus au chapitre précédent, notamment à l'aide de la Figure 3.20.

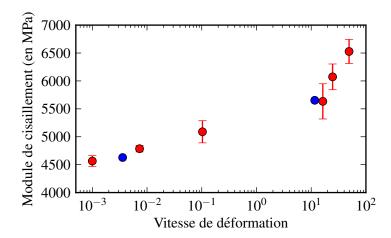


FIGURE 3.20: Evolution du module de cisaillement du T700GC/M21 avec la vitesse de déformation pour les essais sur les éprouvettes courtes en rouge et sur les éprouvettes haltères en bleu.

Les deux points bleus obtenus avec ces essais de validation des éprouvettes haltères sont en accord avec les résultats obtenus précédemment sur l'évolution du module de cisaillement en fonction de la vitesse de déformation à température ambiante.

En conclusion, ces trois essais montrent que les résultats obtenus avec ces éprouvettes haltères, dessinées spécifiquement pour les essais aux basses températures, sont comparables à ceux obtenus avec les éprouvettes courtes au chapitre précédent. La compatibilité des résultats à basse température avec ceux à l'ambiante est donc assurée.

#### 3.2.3 Essais à -40 °C

Une première série d'essais a été réalisée à une température d'environnement de -40 °C pour trois vitesses de sollicitation : 50 mm.min<sup>-1</sup>, 0,04 m.s<sup>-1</sup> et 0,5 m.s<sup>-1</sup>. Ces consignes de déplacement du vérin entraînent des vitesses de déformation moyennes dans l'intervalle de déformation servant à la mesure du module de cisaillement, de l'ordre de 3,5.10<sup>-3</sup> s<sup>-1</sup>, 2,3.10<sup>-1</sup> s<sup>-1</sup> et 4,2 s<sup>-1</sup>. Trois essais ont été réalisés à 50 mm.min<sup>-1</sup> et 0,04 m.s<sup>-1</sup> et 4 essais à 0,5 m.s<sup>-1</sup> afin d'évaluer la dispersion. Les courbes contrainte-déformation de ces essais sont tracées sur la Figure 3.21. Pour chaque vitesse, la courbe expérimentale la plus proche du comportement moyen est tracée. Dans la suite, les courbes expérimentales sont tracées jusqu'à la rupture d'une des deux jauges, qui ne coïncide pas forcement avec la rupture de l'éprouvette.

Comme pour les essais à température ambiante, le comportement évolue avec l'augmentation de la vitesse de sollicitation. Cela se traduit notamment par une évolution du module de cisaillement avec l'augmentation de la vitesse de déformation, comme le montre le Tableau 3.1. La dispersion expérimentale sur l'évaluation du module de cisaillement est faible sauf pour l'essai à 0,5 m.s<sup>-1</sup>, ce qui explique pourquoi plus d'essais ont été réalisés à cette vitesse. Pour ces essais, un accroissement de la vitesse de 3 décades entraîne une augmentation de 17% de la valeur du module de cisaillement.

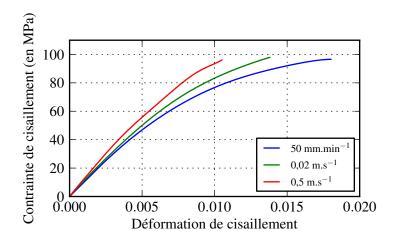


FIGURE 3.21: Courbes contrainte-déformation de cisaillement pour des essais de traction dynamique à une température d'environnement de -40°C sur un stratifié T700GC/M21

Vitesse de déformation	$3.5.10^{-3} \text{ s}^{-1}$	$2,3.10^{-1}$	$4.2 \text{ s}^{-1}$
Module de cisaillement $(G_{12})$	$5018~\mathrm{MPa}\pm1.3\%$	$5369 \text{ MPa} \pm 0.6\%$	$5881 \text{ MPa} \pm 5.8\%$

Tableau 3.1: Evolution du module de cisaillement avec la vitesse de déformation pour des essais dynamiques à -40  $^{\circ}$ C sur un stratifié T700GC/M21

#### 3.2.4 Essais à -100 °C

Une deuxième série d'essais a été réalisée à une température de -100 °C pour des vitesses de sollicitation de 50 mm.min<sup>-1</sup>, 0,02 m.s<sup>-1</sup> et 0,5 m.s<sup>-1</sup>. Des vitesses de déformation respectives de l'ordre de 3,2.10<sup>-3</sup> s<sup>-1</sup>, 0,9.10<sup>-1</sup> s<sup>-1</sup> et 3,8 s<sup>-1</sup> sont obtenues pour ces vitesses de déplacement du coulisseau. Trois essais ont été réalisés à 50 mm.min<sup>-1</sup> et 0,02 m.s<sup>-1</sup> et 2 essais à 0,5 m.s<sup>-1</sup> en raison du nombre limité d'éprouvettes. Les résultats de ces essais sont tracés sur la Figure 3.22. Pour chaque vitesse, la courbe expérimentale la plus proche du comportement moyen est tracée.

De nouveau, le comportement en cisaillement évolue avec l'accroissement de la vitesse de déformation, à une température de -100 °C. Le module de cisaillement augmente de 18% pour un accroissement de la vitesse de déformation de 3 décades pour ces essais à -100 °C. Cette évolution est similaire à celle obtenue pour les essais à -40 °C.

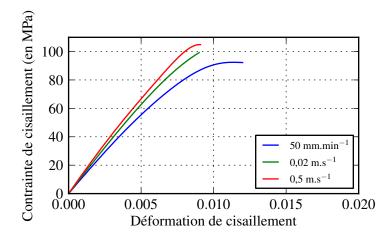


FIGURE 3.22: Courbes contrainte-déformation de cisaillement pour des essais de traction dynamique à une température d'environnement de -100°C sur un stratifié  $\rm T700GC/M21$ 

Vitesse de déformation	$3,2.10^{-3} \text{ s}^{-1}$	$0,9.10^{-1}$	$3.8 \text{ s}^{-1}$
Module de cisaillement $(G_{12})$	5860 MPa $\pm$ 3%	$6473~\mathrm{MPa}\pm2,\!4\%$	$6895 \text{ MPa} \pm 1,1\%$

Tableau 3.2: Evolution du module de cisaillement avec la vitesse de déformation pour des essais dynamiques -100  $^{\circ}$ C sur un stratifié T700GC/M21

#### 3.2.5 Analyse de l'influence de la température

Les résultats expérimentaux, tels qu'ils sont présentés dans les paragraphes précédents, ne mettent pas en évidence l'effet de la température sur le comportement mais plutôt l'effet de la vitesse de sollicitation à différentes températures. Dans ce paragraphe, l'analyse se fera à isovitesse de sollicitation, quand cela est possible, ou pour des vitesses du même ordre de grandeur mais pour différentes températures, comme par exemple sur la Figure 3.23. De nouveau, les courbes sont tracées jusqu'à la rupture d'une des deux jauges, qui ne coïncide pas forcement avec la rupture de l'éprouvette.

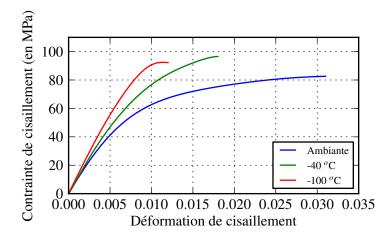


FIGURE 3.23: Courbes contrainte-déformation de cisaillement pour des essais de traction à  $50~\rm mm.min^{-1}$  à différentes températures d'environnement sur un stratifié  $\rm T700GC/M21$ 

Pour cette figure la vitesse de sollicitation est de 50 mm.min<sup>-1</sup> pour les 3 températures. Pour l'essai à température ambiante, l'essai de validation de la géométrie est utilisé. Ces courbes montrent qu'une diminution de la température à laquelle est réalisé l'essai entraîne une augmentation du module de cisaillement. La température ambiante étant de 20 °C, la variation de température entre les différents essais est de 60 °C. Entre l'essai à l'ambiante et l'essai à -40 °C, le module de cisaillement augmente de 8,4% alors qu'entre l'essai à -40 °C et celui à -100 °C, il augmente de 16,8% (voir Tableau 3.1 et 3.2 et la Figure 3.19).

La même analyse peut-être réalisée avec les essais pour lesquels une vitesse de déformation moyenne d'environ  $10^{-1}~\rm s^{-1}$  est obtenue. Pour les essais à température ambiante, les essais à 500 mm.min<sup>-1</sup> du chapitre 2 sont utilisés. Les courbes contrainte-déformation de ces essais à différentes températures sont tracées sur la Figure 3.24. Comme précédemment, le comportement évolue avec la diminution de la température. On constate notamment un comportement de plus en plus fragile du matériau avec la diminution de la température. En ce qui concerne l'évolution du module de cisaillement avec la diminution de la température, on observe une augmentation de 5,5% lors du passage de l'ambiante à -40 °C et une augmentation de 20,5% lors du passage de -40 °C à -100 °C.

Enfin, il est possible de conclure cette analyse avec les essais pour lesquels la vitesse de déformation moyenne est de  $10 \, \mathrm{s}^{-1}$ . Pour les essais à température ambiante, les essais à  $0.5 \, \mathrm{m.s}^{-1}$  du chapitre 2 sont utilisés. Les courbes pour cette comparaison sont tracées sur la Figure 3.25.

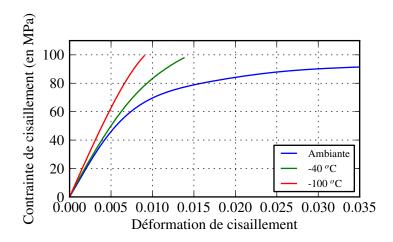


FIGURE 3.24: Courbes contrainte-déformation de cisaillement pour des essais de traction conduisant à des vitesses de déformation d'environ  $10^{-1} \ {\rm s^{-1}}$  à différentes températures d'environnement sur un stratifié T700GC/M21

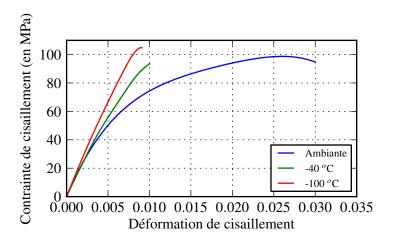


FIGURE 3.25: Courbes contrainte-déformation de cisaillement pour des essais de traction conduisant à des vitesses de déformation d'environ  $10^1~\rm s^{-1}$  à différentes températures d'environnement

L'évolution du comportement avec la diminution de la température est similaire à celle obtenue pour des vitesses plus faibles. L'augmentation du module pour le passage de la température ambiante à -40 °C est de 4,4% alors qu'elle est de 17% pour le passage de -40 °C à -100 °C.

Vitesse	Température	Ambiante	-40 °C	-100 °C
$10^{-3} \text{ s}^{-1}$		$4565~\mathrm{MPa}\pm3\%$	$5018~\mathrm{MPa} \pm 1{,}3\%$	$5860~\mathrm{MPa}\pm3\%$
$10^{-1} \text{ s}^{-1}$		5089 MPa $\pm$ 3%	5369 MPa $\pm$ 0,6%	6473 MPa $\pm$ 2,4%
$4 \text{ s}^{-1}$		5634 MPa $\pm$ 3%	5881 MPa $\pm$ 5,8%	6895 MPa $\pm$ 1,1%

Tableau 3.3: Tableau récapitulatif de l'évolution du module de cisaillement du T700GC/M21 avec la vitesse de déformation et la température

#### 3.2.6 Conclusions

Ces essais dynamiques pour des températures inférieures à la température ambiante montrent qu'une diminution de la température a les mêmes effets sur le comportement en cisaillement du stratifié T700GC/M21 qu'une augmentation de la vitesse. En effet, avec une diminution de la température, le comportement du stratifié devient de plus en plus fragile, ce phénomène étant accompagné d'une augmentation du module de cisaillement. Ces résultats nous évoquent l'équivalence temps-température classiquement observée dans les matériaux polymères.

Les résultats de ces essais montrent également que l'évolution du module de cisaillement avec la température est non linéaire, car plus prononcée lors du passage de -40 °C à -100 °C que lors du passage de la température ambiante à -40 °C.

#### 3.3 Essais DMA

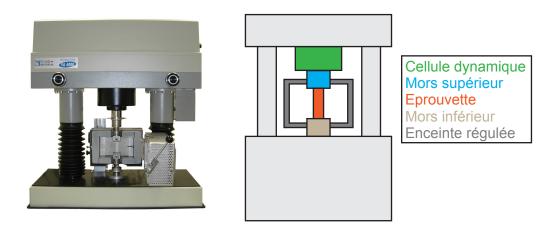


FIGURE 3.26: Photo, à gauche, et schéma de principe, à droite, d'une machine DMA

Afin de caractériser plus finement la dépendance à la température du comportement du stratifié, et notamment du comportement visco-élastique de celui-ci, il est possible de réaliser des essais DMA (Dynamic Mechanical Analysis). Le schéma de principe d'une machine DMA est présenté sur la Figure 3.26. Une cellule dynamique permet d'appliquer une sollicitation sinusoïdale à l'éprouvette qui est placée dans une enceinte régulée afin de pouvoir maintenir ou faire varier la température au cours de l'essai. Plusieurs types d'essais peuvent être réalisés à

l'aide de cette machine : à température fixe avec variation de la fréquence de sollicitation ou à fréquence fixe avec variation de la température.

Il existe différents types de montages pour les essais DMA: traction-compression, flexion 3 points, torsion... Le choix du montage dépend principalement du matériau que l'on souhaite caractériser ainsi que de son conditionnement. Par la suite, des essais de traction-compression sur barreaux seront réalisés car ils présentent l'avantage d'être ensuite directement exploitables pour l'étude du module transverse et du module de cisaillement du pli en fonction de la température.

Avant d'analyser les résultats obtenus lors de nos essais, une description du principe des essais DMA et des principales grandeurs obtenues est réalisée en s'inspirant de l'ouvrage de Menard (2008).

#### 3.3.1 Principe des essais DMA

L'essai DMA consiste à appliquer une sollicitation sinusoïdale à l'éprouvette et à mesurer la réponse de celle-ci à l'excitation sinusoïdale. Il est possible d'écrire la contrainte appliquée de la façon suivante :

$$\sigma(t) = \sigma_0 \sin(\omega t) \tag{3.10}$$

avec  $\sigma(t)$  la contrainte à l'instant t,  $\sigma_0$  la contrainte maximale et  $\omega=2\pi f$  avec f la fréquence de sollicitation de l'échantillon. Si l'on considère un échantillon purement élastique alors la déformation de l'échantillon peut s'écrire :

$$\varepsilon(t) = E\sigma_0 \sin(\omega t) \tag{3.11}$$

avec  $\varepsilon(t)$  la déformation de l'échantillon à l'instant t, E le module d'élasticité,  $\sigma_0$  la contrainte maximale et  $\omega = 2\pi f$ , f étant la fréquence de sollicitation de l'échantillon.

Maintenant, si l'on considère un matériau purement visqueux alors la déformation de l'échantillon peut s'écrire :

$$\varepsilon(t) = \eta \frac{d\sigma(t)}{dt} = \eta \omega \sigma_0 \cos(\omega t) = \eta \omega \sigma_0 \sin(\omega t + \frac{\pi}{2})$$
(3.12)

avec  $\eta$  la viscosité.

Cette fois, la déformation est déphasée de  $\frac{\pi}{2}$  par rapport à la contrainte. Enfin, si l'on considère un matériau visco-élastique, la déformation peut s'écrire :

$$\varepsilon(t) = \varepsilon_0 \sin(\omega t + \delta) \tag{3.13}$$

avec  $\delta$  l'angle de déphasage entre la contrainte et la déformation.

Cette équation peut être ré-écrite de la façon suivante :

$$\varepsilon(t) = \varepsilon_0 \left[ \sin(\omega t) \cos(\delta) + \cos(\omega t) \sin(\delta) \right] \tag{3.14}$$

Elle peut être décomposée en une partie correspondant à la déformation en phase  $(\varepsilon')$  et une autre partie correspondant à la déformation déphasée  $(\varepsilon'')$  avec :

$$\varepsilon' = \varepsilon_0 \cos(\delta)$$
 and  $\varepsilon'' = \varepsilon_0 \sin(\delta)$  (3.15)

La somme de ces deux composantes est appelée déformation totale ou complexe :

$$\varepsilon^* = \varepsilon' + i\varepsilon'' \tag{3.16}$$

Cette approche permet de séparer le module mesuré en deux composantes : une partie relative à l'énergie élastique stockée, et une autre partie relative à l'énergie dissipée.

#### 3.3.2 Les grandeurs calculées à l'aide de la DMA

La première grandeur que l'on peut calculer est le module de conservation E', encore appelé module réel, qui est une mesure de l'élasticité du matériau et idéalement équivalent au module d'Young. Classiquement, la valeur du module de conservation diffère de celle du module d'Young pour diverses raisons : d'une part la mesure des déformations est réalisée à l'aide du déplacement machine qui introduit classiquement des erreurs, mais également car la mesure du module d'Young est habituellement réalisée sur un intervalle de déformation alors qu'elle est ici réalisée en un point. Le calcul du module réel, pour un essai de traction-compression, est réalisé de la façon suivante :

$$E' = \frac{\sigma_0}{\varepsilon_0} \cos(\delta) = \frac{F_0}{bk} \cos(\delta) \tag{3.17}$$

avec b un terme relatif à la géométrie de l'échantillon (ce terme varie suivant le type d'essai),  $F_0$  l'effort appliqué à l'échantillon et k le déplacement de l'échantillon au pic. De la même manière, il est possible de calculer le module de perte E'', qui est proportionnel à l'énergie dissipée :

$$E'' = \frac{\sigma_0}{\varepsilon_0} \sin(\delta) = \frac{F_0}{bk} \sin(\delta)$$
 (3.18)

Enfin, il est possible de calculer l'angle de perte, qui correspond au rapport entre le module de perte et le module réel :

$$\tan(\delta) = \frac{E''}{E'} = \frac{\varepsilon''}{\varepsilon'} \tag{3.19}$$

Cette grandeur est directement liée au déphasage entre le signal correspondant à l'excitation sinusoïdale et le signal correspondant à la réponse de l'éprouvette. Toutes ces grandeurs sont calculées par le logiciel d'exploitation de la machine d'essai. Pour cela, l'utilisateur doit renseigner avant le début de chaque essai les caractéristiques géométriques de l'éprouvette et le type d'essai réalisé.

Les essais DMA qui sont présentés dans la suite ont été réalisés sur une machine Metavib VA 4000. Celle-ci permet la réalisation d'essais basses et hautes fréquences pour des températures comprises entre -150 °C et 450 °C. Le refroidissement est réalisé à l'aide d'azote liquide et le chauffage se fait à l'air.

#### 3.3.3 Essais sur le stratifié T700GC/M21

Dans un premier temps, des essais DMA de traction-compression ont été réalisés sur des éprouvettes de stratifié [90]<sub>8</sub> de T700GC/M21. Les dimensions des éprouvettes utilisées pour ces essais sont les suivantes : 49,6 mm  $\pm$  0,1 x 10 mm  $\pm$  0,1 x 2,115 mm  $\pm$  0,15. Une fréquence de sollicitation de 1 Hz et un déplacement maximal de 5  $\mu$ m ont été utilisés pour la réalisation de ces essais. Au cours de l'essai, une variation de la température avec une vitesse de 2 °C/min est imposée entre -125 °C et 250 °C. Avant le début de l'essai, la descente à -125 °C est réalisée avec une pente de 5 °C/min. Cette descente est suivie d'un palier de 15 minutes à -125 °C afin de s'assurer du bon refroidissement de toute l'enceinte avant le démarrage de l'essai. Trois essais ont été réalisés dans cette configuration et les résultats de ces essais sont tracés sur la Figure 3.27.

Les courbes d'évolution du module réel sont tracées en dégradé de bleu et les courbes pour l'angle de perte sont tracées en dégradé de rouge pour les différents essais. La dispersion des mesures pour les températures inférieures à 100 °C est importante. Celle-ci est probablement due à la rigidité élevée des éprouvettes par rapport aux polymères classiquement testés, qui pour ces températures s'approche des capacités limites de la machine. On constate de plus de petites perturbations locales sur les courbes, comme notamment sur la courbe du module réel en bleu foncé aux environs de 40 °C. Cette perturbation se retrouve également sur la courbe de l'angle de perte en rouge foncé qui correspond au même essai. Quoiqu'il en soit, la courbe de

l'angle de perte fait apparaître clairement une transition de comportement, les transitions étant caractérisées par des pics sur la courbe de l'angle de perte, ou encore par une décroissance plus marquée sur la courbe du module réel. Le pic le plus prononcé, sur la Figure 3.27, correspond à la transition principale, la transition  $\alpha$ , classiquement associée à la transition vitreuse. Il existe plusieurs moyens de caractériser la température pour laquelle apparaît cette transition. Dans la suite, la caractérisation de la température d'apparition des transitions sera associée à la température correspondant à un maximum local sur la courbe de l'angle de perte. Avec cette méthode, une température de transition alpha ( $T_{\alpha}$ ) de 165,9  $\pm$  1,4 °C est obtenue ici. Cette température est inférieure aux données constructeurs, ou aux résultats obtenus par Paris (2011) dans sa thèse avec un montage de flexion d'une poutre bi-encastrée, qui trouve une transition principale à 201,5 °C. Ces résultats traduisent donc une réticulation incomplète de la matrice dans les stratifiés utilisés pour cette étude.

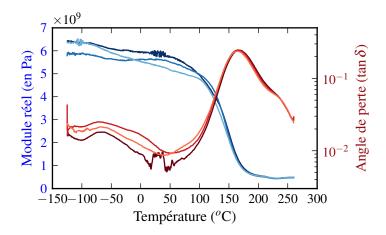


FIGURE 3.27: Courbes d'évolution du module réel et de l'angle de perte en fonction de la température pour les trois essais DMA réalisés à 1 Hz sur un stratifié [90]<sub>8</sub>

Cependant d'autres maxima locaux peuvent être observés lors de ces essais : une deuxième transition apparait pour des températures plus basses. Cette deuxième transition, appelée transition  $\beta$  par les spécialistes, est observée pour une température de -68,6 ± 1,6 °C. La température d'apparition de cette transition secondaire est réputée être peu influencée par le niveau de réticulation de la matrice, le niveau de réticulation modifiant seulement la largeur et l'amplitude du pic (Barrere et Dal Maso, 1997). Lors d'une descente en température, le passage d'une transition correspond au blocage de degrés de liberté des chaînes moléculaires : pour la transition vitreuse, la modification de comportement est associée au blocage des mouvements de longs segments de chaîne. Pour la transition secondaire  $\beta$ , à plus basse température, la modification de comportement est associée au blocage de mouvements plus locaux. Dans le cas des résines époxy, cette transition semble correspondre au mouvement de vilebrequin de petits segments de chaînes (Barrere et Dal Maso, 1997 ; Vignoud, 2001) comme présenté sur la Figure 3.28.

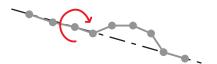


FIGURE 3.28: Description du mouvement de vilebrequin correspondant à la transition  $\beta$ 

Cette transition  $\beta$  est nettement moins marquée sur un stratifié [90]<sub>8</sub> que la transition  $\alpha$ , mais nous la soupçonnons d'avoir une influence non négligeable sur le comportement visco-élastique du stratifié. Dans la suite, des essais DMA vont être réalisés sur la résine M21 pure afin de les

comparer aux résultats obtenus sur le stratifié et d'approfondir l'analyse de ce phénomène.

#### 3.3.4 Essais sur la résine M21

Des essais de caractérisation du comportement visco-élastique de la résine M21 pure ont été réalisés. Les éprouvettes de résine pure ont été fabriquées à l'ONERA-Lille à partir de films de résine M21 d'une épaisseur de 21  $\mu$ m vendus par Hexcel. Ces films ont été empilés afin d'obtenir une plaque dont la cuisson a été réalisée en autoclave d'après le cycle prescrit par le fabricant. Ces plaques ont ensuite été découpées en éprouvette à l'aide d'une scie diamantée. Les dimensions des éprouvettes ainsi obtenues sont : 50,1 mm  $\pm$  0,1 x 10,03 mm  $\pm$  0,05 x 1,47 mm  $\pm$  0,07. Deux essais DMA à 1 Hz avec les mêmes réglages que précédemment ont été réalisés sur ces éprouvettes de résine pure. Les résultats de ces essais sont tracés sur la Figure 3.29.

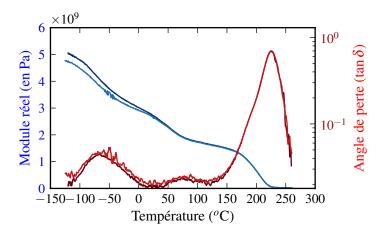


FIGURE 3.29: Courbes d'évolution du module réel et de l'angle de perte en fonction de la température pour deux essais DMA réalisés à 1 Hz sur des éprouvettes de résine pure M21

Pour les courbes les plus claires qui correspondent au même essai, une perturbation locale de l'essai est visible aux environs de -50 °C. Malgré cela, ces essais présentent une dispersion plus faible que les essais sur stratifié. Comme précédemment, plusieurs transitions sont visibles sur la courbe de l'angle de perte. Pour la résine pure, la transition  $\alpha$ , associée à la transition vitreuse, apparaît pour une température de 225,75  $\pm$  0,75 °C. La résine pure semble donc présenter un état de réticulation plus avancé que pour le stratifié. Des résultats similaires ont été observés par Schieffer (2003) dans ses travaux de thèse.

En ce qui concerne la transition  $\beta$ , le pic sur la courbe de l'angle de perte apparaît pour une température d'environ -67 °C. Ce résultat est très proche des -68,6 °C obtenus sur le stratifié, ce qui semble bien confirmer que malgré la différence de réticulation constatée avec la variation de transition  $\alpha$ , la température caractérisant la transition  $\beta$  varie peu entre la résine pure et le stratifié. En revanche, un troisième pic apparaît sur cette courbe, aux environs de 75 °C. Il existe deux explications possibles à l'absence de ce pic sur les courbes de la Figure 3.27 : soit cette transition n'existe pas dans le stratifié et n'est visible que pour la résine seule, soit cette transition est masquée par le décalage du pic de la transition  $\alpha$  vers des températures plus faibles. D'après le fournisseur, la résine pure utilisée est identique à celle utilisée dans le stratifié : la seconde hypothèse semble donc être la plus probable. Cette transition, dont le nom varie suivant les auteurs, semblent être due à des mouvements de chaîne dans des zones présentant un niveau de réticulation faible (Vignoud, 2001).

L'influence de la fréquence de sollicitation sur la réponse visco-élastique des éprouvettes DMA est présentée sur les Figures 3.30 et 3.31. Pour cela, les mêmes essais ont été réalisés, sur des

éprouvettes vierges (n'ayant pas encore subi de cycle thermique), avec des fréquences de 10 Hz et de 100 Hz.

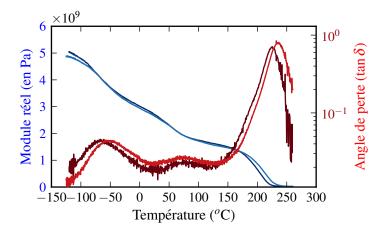


FIGURE 3.30: Comparaison des courbes d'évolution du module réel et de l'angle de perte en fonction de la température pour deux essais DMA à 1 et  $10~{\rm Hz}$  sur des éprouvettes de résine pure M21

Sur la Figure 3.30, une comparaison des courbes d'évolution du module réel et de l'angle de perte en fonction de la température pour des essais à 1 Hz et à 10 Hz est réalisée. Sur cette figure, l'essai à 1 Hz est tracé en couleurs plus foncées. Cette comparaison montre, sur la courbe de l'angle de perte, un décalage des pics caractérisant les transitions vers des températures plus élevées pour l'essai réalisé à 10 Hz : le pic caractérisant la transition  $\alpha$  apparaît pour une température de 235 °C au lieu de 225,75 °C et le pic pour la transition  $\beta$  pour une température de -52,5 °C au lieu de -67 °C. En revanche, le pic de la troisième transition ne semble pas être influencé par la variation de la fréquence, puisqu'il apparaît ici pour une température de 74 °C. Des résultats similaires sont obtenus avec l'essai à 100 Hz (voir Figure 3.31) : la température caractérisant la transition  $\alpha$  est de 248 °C et celle caractérisant la transition  $\beta$  est de -37 °C. Comme précédemment, la température de la troisième transition n'évolue pas, elle reste de 74 °C.

Fréquence	1 Hz	10 Hz	100 Hz
$T_{\beta}$	-67 $^{\circ}\mathrm{C}$	-52,5 $^{\circ}{\rm C}$	-37 °C
$T_{lpha}$	$225{,}75^{\circ}\mathrm{C}$	$235^{\circ}\mathrm{C}$	$248^{\circ}\mathrm{C}$

Tableau 3.4: Tableau de l'évolution des températures des différentes transitions en fonction de la fréquence pour la résine M21 pure

#### Conclusions

Les essais DMA sur la résine M21 seule et sur le stratifié T700GC/M21 présentent deux transitions communes, la transition  $\alpha$ , classiquement associée à la transition vitreuse, et la transition  $\beta$ . Une troisième transition est observée sur la résine M21, qui n'est pas visible sur le stratifié. Compte tenu de sa température, elle peut être masquée par la transition  $\alpha$  qui est plus précoce dans le stratifié. Cette valeur de transition  $\alpha$  plus faible est réputée traduire un état de réticulation plus faible de la résine M21 dans le stratifié que dans nos éprouvettes de résine pure. En revanche, la température de la transition  $\beta$  ne semble pas être affectée par cette différence de réticulation puisque sa valeur est similaire entre le stratifié et la résine pure.

Les essais sur la résine pure ont permis de mettre en évidence une dépendance à la fréquence des températures des transitions  $\alpha$  et  $\beta$ , une augmentation de la fréquence de sollicitation se tra-

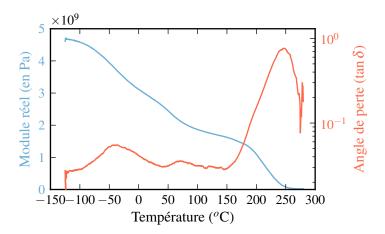


FIGURE 3.31: Courbes d'évolution du module réel et de l'angle de perte en fonction de la température pour un essai DMA à 100 Hz sur une éprouvette de résine pure M21

duisant par un décalage vers des températures plus élevées de ces deux transitions. En revanche, aucune évolution notable de la troisième transition avec la fréquence n'a été observée.

#### 3.3.5 Conclusions

Dans ce chapitre, des essais de caractérisation de l'évolution de la température à la surface de l'éprouvette ont été réalisés. Ceux-ci ont permis de montrer que l'auto-échauffement de l'éprouvette, pour la gamme de vitesse de déformation considérée dans cette thèse, était faible. Des essais de caractérisation de la dépendance du comportement à la température d'environnement ont ensuite été menés. Lors de ces essais, un accroissement important du module de cisaillement avec la diminution de la température a été constaté. Ceux-ci ont été complétés par des essais DMA de caractérisation du comportement visco-élastique du matériau stratifié. Ils ont révélé la présence d'une transition à basse température, la transition  $\beta$ , qui permet d'expliquer l'évolution non linéaire du comportement observée sur les essais de traction au vérin dynamique pour différentes températures : lors de ces essais, un accroissement plus important du module a été constaté lors du passage de -40 °C à -100 °C que lors du passage de l'ambiante à -40 °C. Cette augmentation est probablement à associer au passage de la transition  $\beta$  qui se caractérise par un blocage de degrés de liberté locaux et donc une augmentation notable de la rigidité du matériau. Cette transition pourrait également être impliquée dans la rupture de pente observée dans la courbe d'évolution du module de cisaillement en fonction de la vitesse de déformation pour les essais dynamiques sur le stratifié  $[\pm 45^{\circ}]_s$  (cf Figure 2.21) : lors d'essais DMA à des fréquences plus élevées sur la résine pure, un décalage de la température caractéristique de cette transition vers des températures plus élevées a été observé. La rupture de pente pourrait donc correspondre au blocage des degrés de liberté associés à la transition  $\beta$ , qui évoluerait quant-à-elle vers la température ambiante pour des vitesses de sollicitation élevées.

Ces considérations seront prises en compte dans l'exercice de modélisation réalisé et présenté dans les chapitres qui suivent afin de confirmer leur pertinence.

# Chapitre 4

# Modélisation de la dépendance à la vitesse du T700GC/M21

Dans ce chapitre, un modèle visco-élastique initialement introduit pour des sollicitations à faible vitesses est identifié sur les essais dynamiques réalisés sur le T700GC/M21. Ainsi identifié, le modèle s'avère ne pas être représentatif à la fois de sollicitations rapides et lentes. Une nouvelle formulation de ce modèle est proposée et identifiée. Le modèle ainsi obtenu est cette fois représentatif de sollicitations de traction allant du fluage à la dynamique.

#### Sommaire

Sommane					
	4.1	Cho	ix du modèle		
	4.2	Imp	lémentation du modèle dans le cadre de cette thèse 93		
		4.2.1	Théorie des stratifiés		
		4.2.2	Comportement du pli		
		4.2.3	Implémentation du modèle		
	4.3	Etuc	de de sensibilité du modèle		
		4.3.1	Les paramètres spectraux		
		4.3.2	Les paramètres visqueux		
		4.3.3	Les paramètres non-linéaires		
		4.3.4	Conclusions		
	4.4	Iden	tification du modèle visco-élastique spectral sur des essais dyna-		
		$\mathbf{miq}$	ues		
		4.4.1	Démarche		
		4.4.2	Résultats		
		4.4.3	Le spectre large		
	4.5	Le n	nodèle bi-spectral		
		4.5.1	Formulation		
		4.5.2	Identification du comportement en cisaillement		
		4.5.3	Identification du comportement transverse		
	4.6	Con	clusions		

La revue de la littérature portant sur la modélisation du comportement visco-élastique des stratifiés à matrice organique réalisée au cours du premier chapitre montre qu'il n'existe actuellement aucun modèle rendant compte simultanément de la dépendance à la vitesse et à la température pour une large gamme de vitesse de déformation et de température d'environnement. Par exemple, les modèles dépendant de la vitesse ont bien souvent été développés soit pour des sollicitations dynamiques, soit pour des sollicitations de fluage, mais jamais pour les deux et ne dépendent bien souvent pas de la température. L'ambition de ce travail n'est pas de proposer un nouveau modèle, mais plutôt d'étendre un modèle existant aux gammes de vitesses et de températures qui nous intéresse tout en conservant sa représentativité initiale. Le choix qui a été fait consiste à étendre aux hautes vitesses un modèle validé pour les basses vitesses. En effet, les modèles pour les basses vitesses sont aujourd'hui les plus avancés et les plus complets, avec notamment une description fine des mécanismes d'endommagement.

#### 4.1 Choix du modèle

Deux grandes familles de modèles visco-élastiques sont couramment utilisées pour la modélisation du comportement des composites à matrice organique et peuvent être adaptées dans notre cas: les modèles à formulation fonctionnelle et les modèles spectraux. Concernant les modèles à formulation fonctionnelle, le modèle qui semble le plus pertinent pour notre étude est le modèle de Schapery (Lou et Schapery, 1969) (dont les équations ont été données dans le premier chapitre). En effet, ce modèle permet de prédire le comportement en fluage pour de longs paliers de fluage à partir des résultats expérimentaux obtenus pour des paliers de fluage plus courts à une température plus élevée. En ce qui concerne les modèles spectraux, le modèle de Maire (1992), accompagné de ses évolutions successives (Remy-Petipas, 2000; Schieffer, 2003), semble être le plus pertinent pour notre étude. Il a été validé sur un grand nombre de stratifiés à matrice organique pour des sollicitations de fluage à différentes températures. L'identification de ces deux modèles repose sur des essais quasi-statique et de fluage. Dans le cadre de cette thèse, ces modèles devront être également identifiés et validés sur des essais dynamiques. Compte-tenu de son écriture, l'utilisation d'un modèle spectral nous paraît plus intéressante, notamment parce que sa formulation permet une interprétation physique plus simple du modèle. En effet, le lien entre des phénomènes visqueux pour des sollicitations dynamiques et les temps de relaxation décris par le spectre est plus immédiat que le lien avec la fonction souplesse différée du modèle de Schapery (voir équation 1.5). Dans la suite, le modèle de référence qui sera utilisé est le modèle visco-élastique spectral de Maire tel qu'il est décrit dans les travaux de thèse de Laurin (2005).

## 4.2 Implémentation du modèle dans le cadre de cette thèse

La thèse de Laurin (2005) est à l'origine du modèle actuel de comportement quasi-statique des composites stratifiés à matrice organique de l'ONERA. Ce modèle, appelé Onera Progressive Failure Model (OPFM), a participé au World Wide Failure Exercise II (Carrère et al., 2012, 2013) et a démontré dans le cadre de cette exercice sa prédictivité pour des sollicitations quasi-statiques (Kaddour et Hinton, 2013). Ce modèle est composé de tous les éléments introduits dans l'état de l'art qui permettent de décrire le comportement d'un stratifié jusqu'à sa ruine. Dans le cadre de cette thèse, nous nous focaliserons sur l'extension du comportement visco-élastique de ce modèle à des sollicitations dynamiques tout en préservant sa prédictivité pour les faibles vitesses.

Dans un modèle mésoscopique, le comportement macroscopique du stratifié repose sur la connaissance du comportement du pli. L'utilisation d'un tel modèle nécessite donc, d'une part une méthode de changement d'échelle permettant de relier le chargement macroscopique à l'état de contrainte dans chacun des plis, et d'autre part une loi de comportement du pli.

#### 4.2.1 Théorie des stratifiés

La théorie des stratifiés va être utilisée afin de relier le chargement macroscopique aux contraintes dans le pli. Elle repose sur la théorie des plaques de Kirchoff-Love, qui suppose qu'une droite normale au plan moyen reste droite et normale au plan moyen après déformation. Cela permet d'exprimer la déformation mésoscopique globale  $\underline{\varepsilon}^{ep}$  (avec .  $e^p$  l'exposant qui indique que la grandeur est exprimée dans le repère global du stratifié) comme une fonction linéaire de la déformation macroscopique  $\underline{\varepsilon}^0$  et de la courbure macroscopique  $\underline{\kappa}^0$  du plan moyen (toutes ces grandeurs sont écrites en notation ingénieur sous la forme de vecteurs):

$$\underline{\varepsilon}^{ep} = \underline{\varepsilon}^0 + z \cdot \underline{\kappa}^0 \tag{4.1}$$

où z est la distance au plan moyen.

De plus, l'épaisseur d'un stratifié est faible devant les autres dimensions et l'on ne considère que des cas de chargement dans le plan du stratifié. Il est donc possible d'utiliser l'hypothèse de contrainte plane. Le chargement appliqué au stratifié peut-être réduit à deux composantes :  $\underline{N}$  les efforts normaux et tranchants et  $\underline{M}$  les moments de flexion et de torsion. Ces deux termes peuvent être calculés à l'aide de la contrainte macroscopique  $\underline{\sigma}^{ep}$ :

$$\underline{N} = \sum_{k=1}^{n} \int_{h_{k-1}}^{h_k} \underline{\sigma}^{ep} dz \quad \text{et} \quad \underline{M} = \sum_{k=1}^{n} \int_{h_{k-1}}^{h_k} \underline{\sigma}^{ep} z dz$$
 (4.2)

On note que dans ce cadre, N et M sont des efforts et des moments par unité de largeur.

Dans la suite, le comportement du pli sera considéré comme non linéaire, il est donc nécessaire d'introduire une déformation non linéaire  $\underline{\varepsilon}_k^a$  pour chacun des plis (indice k) : la déformation non linéaire sera, dans le cas étudié, liée au comportement visco-élastique non linéaire mais ce qui suit est valable quelque soit la nature de la non linéarité. La relation de comportement mésoscopique pour le pli k s'écrit :

$$\underline{\underline{\sigma}}_{k}^{ep} = \underline{\underline{Q}}_{k}^{ep} : (\underline{\underline{\varepsilon}}^{ep} - (\underline{\underline{\varepsilon}}_{k}^{a})^{ep}) \quad \text{avec} \quad (\underline{\underline{\varepsilon}}_{k}^{a})^{ep} = (\underline{\underline{T}}_{k})^{-1} : \underline{\underline{\varepsilon}}_{k}^{a}$$

$$(4.3)$$

avec  $(\underline{\underline{T}}_k)^{-1}$  un opérateur de passage du système de coordonnées global au système de coordonnées local. En combinant les équations précédentes, il est possible d'exprimer les efforts appliqués au stratifié en fonction de la déformation de celui-ci :

$$\underline{N} = \sum_{k=1}^{n} \int_{h_{k-1}}^{h_k} \underline{\underline{Q}}_{k}^{ep} : \underline{\varepsilon}^0 dz + \sum_{k=1}^{n} \int_{h_{k-1}}^{h_k} \underline{\underline{Q}}_{k}^{ep} : \underline{\kappa}^0 z dz - \sum_{k=1}^{n} \int_{h_{k-1}}^{h_k} \underline{\underline{Q}}_{k}^{ep} : (\underline{\varepsilon}_k^a)^{ep} dz$$
 (4.4)

$$\underline{\underline{M}} = \sum_{k=1}^{n} \int_{h_{k-1}}^{h_k} \underline{\underline{Q}}_{k}^{ep} : \underline{\varepsilon}^0 z dz + \sum_{k=1}^{n} \int_{h_{k-1}}^{h_k} \underline{\underline{Q}}_{k}^{ep} : \underline{\kappa}^0 z^2 dz - \sum_{k=1}^{n} \int_{h_{k-1}}^{h_k} \underline{\underline{Q}}_{k}^{ep} : (\underline{\varepsilon}_k^a)^{ep} z dz$$
(4.5)

Ou plus simplement, sous forme matricielle:

$$\left[\begin{array}{c} \underline{N}\\\underline{M} \end{array}\right] = \left[\begin{array}{c} \underline{\underline{A}}\\\underline{\underline{B}} \end{array}\right] \left[\begin{array}{c} \underline{\varepsilon}^0\\\underline{\kappa}^0 \end{array}\right] - \left[\begin{array}{c} \underline{N}^a\\\underline{M}^a \end{array}\right]$$
(4.6)

avec  $\underline{\underline{A}}$  la matrice de rigidité en membrane,  $\underline{\underline{D}}$  la matrice de rigidité en flexion,  $\underline{\underline{B}}$  la matrice de rigidité du couplage membrane-flexion-torsion et  $\underline{N}^a$  et  $\underline{\underline{M}}^a$  les termes correspondant au comportement non-linéaire. La première partie de l'équation (4.6) correspond à la théorie classique des stratifiés et la deuxième partie de celle-ci correspond à l'extension de cette théorie aux comportements non linéaires. Les matrices  $\underline{\underline{A}},\underline{\underline{B}}$  et  $\underline{\underline{D}}$  peuvent être facilement calculées grâce à l'hypothèse

de linéarité de la déformation dans le pli dans le cadre de la théorie classique des stratifiés :

$$\underline{\underline{A}} = \sum_{k=1}^{n} (h_k - h_{k-1}) \underline{\underline{Q}}_{k}^{ep} \tag{4.7}$$

$$\underline{\underline{B}} = \frac{1}{2} \sum_{k=1}^{n} \left( h_k^2 - h_{k-1}^2 \right) \underline{\underline{Q}}_k^{ep} \tag{4.8}$$

$$\underline{\underline{D}} = \frac{1}{3} \sum_{k=1}^{n} \left( h_k^3 - h_{k-1}^3 \right) \underline{\underline{\underline{Q}}}_{k}^{ep} \tag{4.9}$$

On constate que dans le cas d'un stratifié symétrique, la matrice  $\underline{\underline{B}}$  de rigidité du couplage membrane-flexion-torsion est nulle.

En revanche, le calcul de  $\underline{\underline{N}}^a$  et  $\underline{\underline{M}}^a$  est plus complexe, car l'hypothèse de linéarité n'est plus valable pour ce terme :

$$\underline{N}^{a} = \sum_{k=1}^{n} \int_{h_{k-1}}^{h} \underline{\underline{Q}}_{k}^{ep} : (\underline{\varepsilon}_{k}^{a})^{ep} dz \quad \text{et} \quad \underline{M}^{a} = \sum_{k=1}^{n} \int_{h_{k-1}}^{h} \underline{\underline{Q}}_{k}^{ep} : (\underline{\varepsilon}_{k}^{a})^{ep} z dz$$
 (4.10)

Dans le cadre d'une implémentation numérique du modèle, ces intégrales pourront être calculées à l'aide par exemple d'une quadrature de Gauss à p-points.

#### 4.2.2 Comportement du pli

Le comportement visco-élastique non linéaire du pli peut-être décrit, dans le repère local du pli, de la façon suivante :

$$\underline{\sigma} = \underline{C}^0 : (\underline{\varepsilon} - \underline{\varepsilon}^{ve}) \tag{4.11}$$

avec  $\underline{\sigma}$  le tenseur des contraintes de Cauchy,  $\underline{\underline{C}}^0$  le tenseur d'élasticité,  $\underline{\varepsilon}$  la déformation totale et  $\underline{\varepsilon}^{ve}$  la déformation visqueuse. Cette approche suppose que la déformation visqueuse peut-être vue comme la superposition de mécanismes visqueux élémentaires, chacun de ces mécanismes étant associé à un temps de relaxation  $\tau_i$  et un poids  $\mu_i$ :

$$\underline{\dot{\varepsilon}}^{ve} = g(\underline{\sigma}) \sum_{i} \underline{\dot{\xi}}_{i} \quad \text{et} \quad \underline{\dot{\xi}}_{i} = \frac{1}{\tau_{i}} \left( \mu_{i} g(\underline{\sigma}) \underline{\underline{S}}^{R} : \underline{\sigma} - \underline{\xi}_{i} \right)$$

$$(4.12)$$

avec  $g(\underline{\sigma})$  une fonction non-linéaire et  $\underline{\underline{S}}^R$  le tenseur des souplesses visqueuses qui seront définies dans la suite. Pour être représentatif du comportement visco-élastique non linéaire d'un stratifié à matrice organique, il est nécessaire de considérer un grand nombre de mécanismes visqueux. Dans la suite de cette thèse, un minimum de 200 mécanismes visqueux sera utilisé. Les poids  $\mu_i$  et les temps de relaxation  $\tau_i$  des mécanismes visqueux considérés caractérisent le spectre temporel du modèle. Afin de simplifier l'identification du spectre temporel, une fonction gaussienne normée est utilisée pour décrire celui-ci :

$$\tau_i = e^i \quad \text{et} \quad \mu_i = \frac{\overline{\mu_i}}{\sum_i \overline{\mu_i}} \quad \text{avec} \quad \overline{\mu_i} = \frac{1}{n_0 \sqrt{\pi}} \exp\left(-\left(\frac{i - n_c}{n_0}\right)^2\right)$$
(4.13)

La description du spectre repose donc sur la connaissance de seulement deux paramètres : la valeur moyenne de la gaussienne  $n_c$  ainsi que son écart type  $s_d$  avec  $n_0 = \sqrt{2}s_d$  (voir Figure 4.1).

De nouveau, afin de simplifier l'identification de ce modèle, l'écriture du tenseur des souplesses visqueuses  $\underline{\underline{S}}^R$  se fait à partir du tenseur de souplesse élastique  $\underline{\underline{S}}^0$ . En accord avec les résultats expérimentaux du chapitre 2, ainsi qu'avec ceux de la littérature du chapitre 1, le comportement

de l'UD T700GC/M21 est considéré comme visqueux uniquement dans la direction transverse et pour le cisaillement ( $\beta_{11} = 0$ ) :

$$\underline{\underline{S}}^{R} = \begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & \beta_{22} S_{22}^{0} & 0 \\ 0 & 0 & \beta_{66} S_{66}^{0} \end{pmatrix}$$

$$(4.14)$$

Enfin pour décrire la non linéarité du comportement visco-élastique, une fonction non-linéaire est introduite :

$$g(\underline{\sigma}) = 1 + \gamma \left( \sqrt{t\underline{\sigma} : \underline{\underline{S}}^R : \underline{\sigma}} \right)^n \tag{4.15}$$

Ce modèle mésoscopique visco-élastique non linéaire nécessite donc l'identification de 10 paramètres : les quatres paramètres élastiques  $E_{11}$ ,  $E_{22}$ ,  $G_{12}$  et  $\nu_{12}$  ainsi que les six paramètres visqueux  $n_c$ ,  $n_0$ ,  $\beta_{22}$ ,  $\beta_{66}$ ,  $\gamma$  et n. Les grandeurs élastiques sont habituellement identifiées à l'aide des essais de tractions normalisés décrits précédemment. Les paramètres visqueux sont quant à eux identifiés à l'aide de deux essais de fluage : un essai de fluage à plusieurs paliers sur un stratifié à  $\pm 45^{\circ}$  et un essai de fluage simple sur un stratifié à  $90^{\circ}$  (Laurin, 2005).

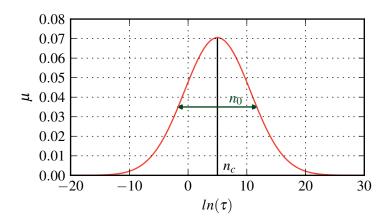


FIGURE 4.1: Illustration du spectre temporel des mécanismes visqueux

#### 4.2.3 Implémentation du modèle

La détermination du comportement global du stratifié équation (4.6) requiert la connaissance du comportement local de chacun des plis pour le calcul des vecteurs  $\underline{N}^a$  et  $\underline{M}^a$ . Il y a donc deux étapes de résolutions imbriquées, l'une permettant la résolution par un processus itératif de l'équilibre global du stratifié nécessitant à chaque itération la détermination du comportement local dans chacun des plis afin de connaître la partie non linéaire de la déformation nécessaire à la résolution globale et correspondant à l'autre boucle de résolution. La résolution du problème global et des problèmes locaux se fait à l'aide d'une méthode de Newton-Raphson, comme le montre la Figure 4.2. Sur cette figure qui décrit l'algorithme de résolution pour un cas de chargement en effort sur un stratifié symétrique, les étapes d'initialisation sont représentées en rouge, les étapes pour la résolution du problème global en vert et les étapes pour la résolution des problèmes locaux en bleu. Dans l'algorithme de résolution, la résolution locale est représentée uniquement pour le pli k, mais celle-ci est réalisée dans chacun des plis.

L'obtention de la déformation visqueuse dans chacun des plis nécessite la résolution d'une équation différentielle (équation (4.12)). Une  $\theta$ -méthode est utilisée pour résoudre numériquement cette équation différentielle. Pour une équation différentielle y'(t) = f(t, y(t)), la résolution à l'aide d'une  $\theta$  méthode s'écrit :

$$y_{n+1} = y_n + \Delta t(\theta f(t_{n+1}, y_{n+1}) + (1 - \theta) f(t_n, y_n)$$
(4.16)

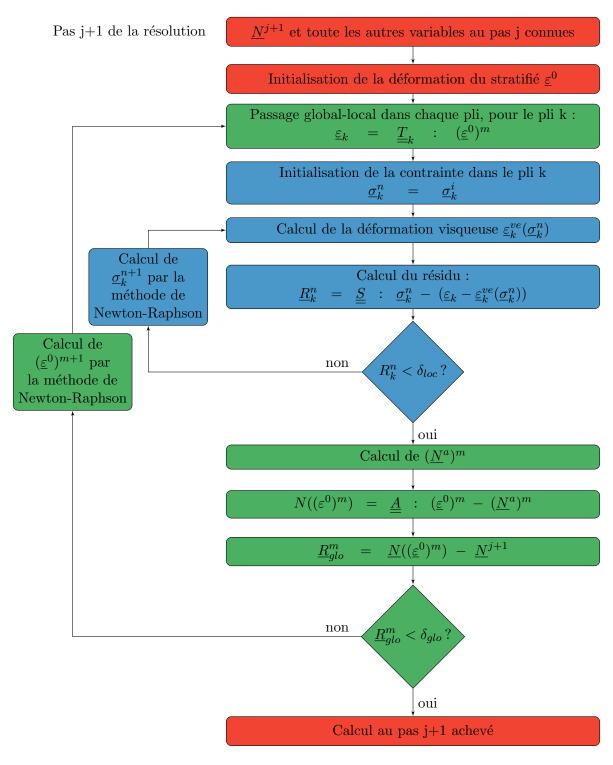


FIGURE 4.2: Algorithme de résolution, pour un chargement en effort sur un stratifié symétrique

En choisissant  $\theta=0$  on obtient donc un schéma explicite et en choisissant  $\theta=1$  on obtient un schéma implicite. Il a été montré que l'utilisation d'un schéma explicite ( $\theta=0$ ) pour la résolution de l'équation (4.12) conduit à une condition de stabilité liant  $\Delta t$  au temps de relaxation le plus faible considéré dans le spectre. L'utilisation de ce modèle pour des sollicitations dynamiques entraı̂ne l'utilisation de temps de relaxation faible dans le spectre, ce qui conduit à une condition de stabilité rédhibitoire pour des calculs en dynamique. Un schéma implicite sera donc utilisé dans la suite, ce qui conduit aux équations suivantes, pour l'itération j :

$$\Delta \underline{\varepsilon}^{ve} = g(\underline{\sigma}) \sum_{i} \Delta \underline{\xi}_{i} \quad \text{avec} \quad \Delta \underline{\varepsilon}^{ve} = (\underline{\varepsilon}^{ve})^{j} - (\underline{\varepsilon}^{ve})^{j-1}$$
(4.17)

$$\Delta \underline{\xi}_{i} = \frac{\Delta t}{\tau_{i} + \Delta t} \left( \mu_{i} g(\underline{\sigma}) \underline{\underline{S}}^{R} : \underline{\sigma} - \underline{\xi}_{i}^{j-1} \right) \quad \text{avec} \quad \Delta \underline{\xi} = \underline{\xi}_{i}^{j} - \underline{\xi}_{i}^{j-1}$$

$$(4.18)$$

Enfin, pour les deux algorithmes de Newton-Raphson, il est nécessaire de connaître les matrices tangentes pour pouvoir calculer l'incrément à chaque itération. En ce qui concerne la boucle locale, l'expression de la matrice tangente locale  $\underline{\underline{J}}_{k}^{loc}$ , pour le pli k; est :

$$\underline{\underline{J}}_{k}^{loc} = \underline{\underline{S}} + \frac{\partial \underline{\varepsilon}_{k}^{ve}(\underline{\sigma}_{k}^{n})}{\partial \underline{\sigma}_{k}^{n}}$$

$$(4.19)$$

Le calcul du second terme de la somme peut-être réalisé en utilisant les équations du modèle visco-élastique spectral :

$$\frac{\partial \underline{\varepsilon}_{k}^{ve}(\underline{\sigma}_{k}^{n})}{\partial \underline{\sigma}_{k}^{n}} = \frac{\partial \Delta \underline{\varepsilon}_{k}^{ve}(\underline{\sigma}_{k}^{n})}{\partial \underline{\sigma}_{k}^{n}} = \frac{\partial g(\underline{\sigma}_{k}^{n})}{\partial \underline{\sigma}_{k}^{n}} \otimes \sum_{i} \Delta \underline{\xi}_{i} + g(\underline{\sigma}_{k}^{n}) \sum_{i} \frac{\partial \Delta \underline{\xi}_{i}}{\partial \underline{\sigma}_{k}^{n}} 
\frac{\partial \Delta \underline{\xi}_{i}}{\partial \underline{\sigma}_{k}^{n}} = \frac{\mu_{i} \Delta t}{\tau_{i} + \Delta t} \left[ \frac{\partial g(\underline{\sigma}_{k}^{n})}{\partial \underline{\sigma}_{k}^{n}} \otimes \left(\underline{\underline{S}}^{R} : \underline{\sigma}_{k}^{n}\right) + g(\underline{\sigma}_{k}^{n}) \underline{\underline{S}}^{R} \right] 
\frac{\partial g(\underline{\sigma}_{k}^{n})}{\partial \underline{\sigma}_{k}^{n}} = \gamma \frac{n}{2} \left( {}^{t}\underline{\sigma}_{k}^{n} : \underline{\underline{S}}^{R} : \underline{\sigma}_{k}^{n} \right)^{\frac{n}{2} - 1} \left( {}^{t}\underline{\sigma}_{k}^{n} : \underline{\underline{S}}^{R} + \underline{\underline{S}}^{R} : \underline{\sigma}_{k}^{n} \right) \tag{4.20}$$

Concernant la boucle globale, la matrice tangente est obtenue en réalisant la somme sur tous les plis et pour tous les points d'intégration des matrices de rigidité locale tangentes. Dans la suite de cette thèse, les résultats numériques seront obtenus à l'aide de l'implémentation de l'algorithme de la Figure 4.2 dans  $Matlab^{\circledR}$ .

#### 4.3 Etude de sensibilité du modèle

Afin de mieux appréhender le modèle, une étude de sensibilité de celui-ci à ses différents paramètres a été réalisée. L'étude est décomposée en trois parties. Dans un premier temps, nous étudierons l'influence des paramètres spectraux  $n_c$  et  $n_0$ , dans un second temps l'influence des paramètres visqueux  $\beta_{22}$  et  $\beta_{66}$  et enfin l'influence des paramètres non-linéaires  $\gamma$  et  $n_0$ . Les essais numériques pour cette analyse de sensibilité sont réalisés pour un stratifié  $[(\pm 45)_3]_s$  avec des valeurs pour les paramètres initiaux choisies arbitrairement (voir Tableau 4.1).

Tableau 4.1: Jeu initial de paramètres du modèle visco-élastique spectral non linéaire utilisé pour l'étude de sensibilité

#### 4.3.1 Les paramètres spectraux

Les paramètres spectraux sont les paramètres qui définissent la distribution gaussienne des mécanismes visqueux avec  $n_c$  la moyenne de la gaussienne et  $n_0 = \sqrt{2}s_d$  avec  $s_d$  l'écart-type de la gaussienne.

Dans un premier temps, il est possible d'étudier l'influence de  $n_c$  sur la réponse du modèle pour une sollicitation de traction à différentes vitesses, pour une valeur de  $n_0$  fixée. Il est possible de caractériser cette réponse en analysant l'évolution du module de cisaillement apparent en fonction de la vitesse de sollicitation pour différentes valeurs de  $n_c$  (voir Figure 4.3). La procédure de calcul du module apparent qui a été choisie est la même que celle définie par la norme AITM 1-0002 :1998 et qui consiste à calculer le module sécant entre  $\varepsilon_l = 0,05\%$  et  $\varepsilon_l = 0,25\%$ .

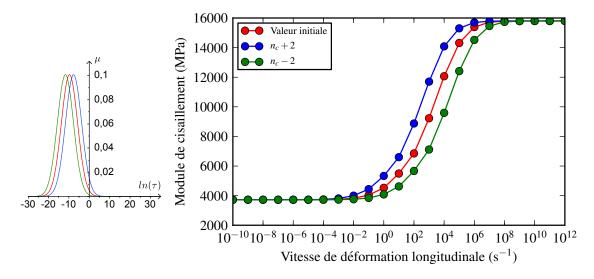


FIGURE 4.3: Evolution du module de cisaillement apparent en fonction de la vitesse de déformation pour différentes valeurs de  $n_c$ 

Comme le montre la Figure 4.3, le modèle présente deux asymptotes entre lesquelles le comportement sera dépendant de la vitesse de sollicitation. Avec les paramètres choisis pour cette étude, il est possible d'affirmer que la première asymptote, qui apparait pour des vitesses de déformation supérieures à  $10^6~\rm s^{-1}$ , est une asymptote purement élastique, pour laquelle les temps de relaxation des mécanismes visqueux définis par le spectre sont grand par rapport à la durée de la sollicitation. Ces mécanismes n'ont donc pas le temps d'être activés et le module de cisaillement apparent correspond à la valeur du  $G_{12}$  initialement choisi (voir Tableau 4.1). La deuxième asymptote est une asymptote que l'on pourrait qualifier de purement visqueuse. La vitesse de l'essai est suffisamment faible pour que tous les mécanismes visqueux du spectre soient activés. On constate également qu'un décalage de la valeur moyenne de la gaussienne vers des temps de relaxation plus faibles  $(n_c - \Delta n)$  entraîne un décalage de l'intervalle de vitesses pour lequel le comportement du modèle exhibe une dépendance à la vitesse vers des valeurs plus importantes.

Dans un deuxième temps, il est possible d'étudier l'influence de  $n_0$  pour une sollicitation de traction à différentes vitesses pour une valeur de  $n_c$  fixée. Comme précédemment, l'évolution du module de cisaillement apparent en fonction de la vitesse de déformation pour différentes valeurs de  $n_0$  est tracée sur la Figure 4.4. On constate qu'une augmentation de  $n_0$  se traduit par une augmentation de la largeur de l'intervalle de vitesses pour lequel la réponse du modèle sera dépendante de la vitesse de déformation.

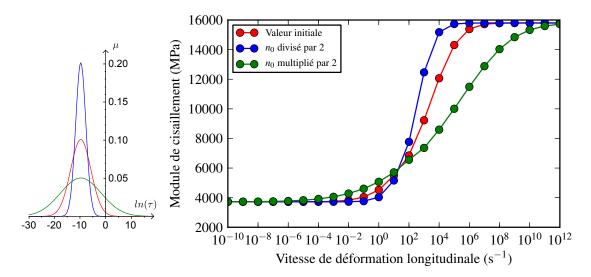


FIGURE 4.4: Evolution du module de cisaillement apparent en fonction de la vitesse de déformation pour différentes valeurs de  $n_0$ 

#### 4.3.2 Les paramètres visqueux

Après l'étude des paramètres spectraux, il est possible d'étudier numériquement l'influence des paramètres visqueux  $\beta_{66}$  et  $\beta_{22}$  qui apparaissent dans l'équation (4.14). Dans ce qui suit, on se focalise uniquement sur le paramètre visqueux en cisaillement  $\beta_{66}$ , en sachant que les résultats sont identiques pour le paramètre  $\beta_{22}$  régissant le comportement visqueux transverse. Comme précédemment, l'étude porte sur l'évolution du module de cisaillement apparent en fonction de la vitesse de déformation pour différentes valeurs de  $\beta_{66}$ . Les résultats sont tracés sur la Figure 4.5. On constate que le paramètre  $\beta_{66}$  influence la deuxième asymptote du modèle, sans modifier l'intervalle dans lequel le comportement est dépendant de la vitesse, qui lui est le fait des paramètres spectraux. Une augmentation de  $\beta_{66}$  se traduit par une diminution du module apparent de l'asymptote purement visqueuse du modèle. En d'autres termes, une augmentation de la valeur de  $\beta_{66}$  va se traduire par une augmentation de la variation du module apparent pour un delta de vitesses, dans l'intervalle de dépendance à la vitesse du modèle.

#### 4.3.3 Les paramètres non-linéaires

Enfin, il est possible de conclure cette étude de sensibilité par l'étude de l'influence des paramètres non linéaires  $\gamma$  et n qui apparaissent dans l'équation (4.15). Ces deux paramètres n'ont quasiment pas d'influence sur l'évolution du module de cisaillement apparent en fonction de la vitesse de déformation. L'étude de ces deux paramètres repose sur l'analyse des courbes contrainte-déformation de réponse du modèle pour une vitesse de sollicitation de  $10 \text{ s}^{-1}$  avec comme paramètres spectraux  $n_c = -20$  et  $n_0 = 1$  choisis afin d'exhiber l'asymptote purement visqueuse à cette vitesse de déformation et  $\beta_{66} = 0, 2$  choisi arbitrairement. Les courbes contrainte-déformation de réponse du modèle sont tracées sur la Figure 4.6, pour différentes valeurs de  $\gamma$ , à gauche, et de n, à droite.

Ces deux figures mettent en évidence la faible influence de ces deux paramètres sur la valeur du module apparent initial, qui est calculé pour  $\varepsilon \in [0, 5.10^{-3}; 2, 5.10^{-3}]$ . Sur la courbe contrainte-déformation de gauche, on constate une augmentation de la convexité de la courbe avec l'augmentation du paramètre  $\gamma$ . De même, une augmentation du paramètre n va provoquer une augmentation de la convexité et de la non linéarité de la réponse visco-élastique du modèle.

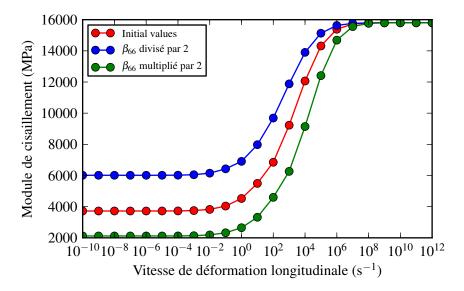


FIGURE 4.5: Evolution du module de cisaillement apparent en fonction de la vitesse de déformation pour différentes valeurs de  $\beta_{66}$ 

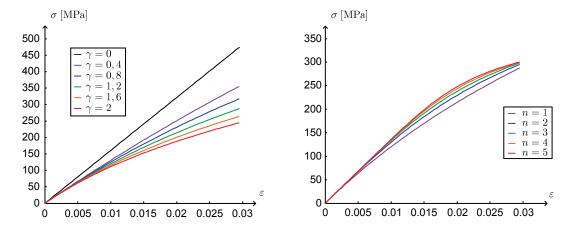


FIGURE 4.6: Courbes contrainte-déformation de réponse du modèle pour une vitesse de sollicitation  $\dot{\varepsilon}=10~{\rm s}^{-1}$  pour différentes valeurs de  $\gamma$ , à gauche, et de n, à droite

#### 4.3.4 Conclusions

Cette étude a permis de tester l'implémentation du modèle sous Matlab® et d'étudier sa sensibilité : avec le modèle visco-élastique spectral non linéaire, la réponse à une sollicitation de traction exhibe une dépendance à la vitesse de déformation dans un intervalle de vitesse qui est déterminé par le choix des paramètres spectraux. En dehors de cet intervalle, la réponse du modèle est :

- soit l'asymptote purement élastique pour des vitesses élevées avec un module apparent correspondant à la valeur du  $G_{12}$  en cisaillement et de  $E_{22}$  pour le comportement transverse.
- soit l'asymptote purement visqueuse pour des vitesses faibles avec un module apparent dont la valeur dépend du paramètre visqueux  $\beta_{66}$  pour le cisaillement et  $\beta_{22}$  pour le comportement transverse.

Avec la procédure d'identification classique du modèle, le module de cisaillement et le module transverse sont déterminés à l'aide d'essais quasi-statiques. Pourtant, les essais réalisés au cours de cette thèse, ainsi que les résultats de la littérature, montrent, par exemple, un accroissement du module de cisaillement avec l'augmentation de la vitesse de sollicitation. Cette étude de sensibilité nous permet donc d'affirmer que le modèle identifié uniquement sur des essais quasi-statiques et de fluage ne peut pas être représentatif du comportement pour des sollicitations dynamiques, car les modules apparents exhibés par le modèle ne pourront pas être supérieurs au module identifié sur des essais quasi-statiques. Il est donc nécessaire d'identifier ce modèle sur des essais dynamiques.

### 4.4 Identification du modèle visco-élastique spectral sur des essais dynamiques

L'objectif est dans un premier temps de vérifier la faisabilité d'une identification sur des essais dynamiques et de voir si le modèle ainsi identifié reste prédictif pour des sollicitations à plus faibles vitesses. Afin de ne pas compliquer inutilement ces premiers travaux d'identification, ceux-ci porteront uniquement sur le comportement en cisaillement qui présente une dépendance forte à la vitesse, contrairement au comportement transverse.

#### 4.4.1 Démarche

L'identification du modèle sur des essais dynamiques va être réalisée à l'aide des essais sur vérin hydraulique du chapitre 2. Le modèle utilisé est purement visco-élastique et ne prend pas en compte l'endommagement du pli. Il est donc nécessaire de limiter la procédure d'identification à un intervalle de contrainte pour lequel l'endommagement mésoscopique est faible ou inexistant. Les mesures d'émissions acoustiques effectuées lors des essais de fluage (voir Figure 2.27) montrent que pour un niveau de contrainte inférieur à 80 MPa, il y a très peu d'activité acoustique donc a priori très peu d'endommagement. Il existe bien évidemment de l'endommagement au niveau micro pour un niveau de contraintes inférieures à 80 MPa, comme par exemple des décohésions fibre-matrice, mais celles-ci n'ont pas une influence visible sur le comportement macroscopique du stratifié (Lecomte-Grosbras, 2009). Dans la suite, les résultats des essais dynamiques qui seront utilisés pour l'identification seront donc limités à des niveaux de contrainte inférieurs à 80 MPa.

Il est nécessaire ensuite d'estimer le nombre d'essais requis pour identifier ce modèle en dynamique. Ce paramètre est important car il détermine le nombre de vitesses que doit comporter une campagne expérimentale ayant pour but l'identification du modèle. Avec l'étude de sensibilité réalisée précédemment, il est possible de dire qu'il faut au minimum 2 courbes, une très rapide et une très lente, afin de pouvoir déterminer les paramètres relatifs aux deux asymptotes du modèle. Une telle identification reste tout de même pauvre, notamment pour l'identification de la

gaussienne des mécanismes visqueux, car les asymptotes caractérisent les bords de la gaussiennes. Dans la suite de ce travail, l'identification du modèle sur des essais dynamiques sera donc réalisée à l'aide de 4 courbes afin d'avoir également deux essais pour caractériser les phénomènes visqueux au milieu du spectre gaussien (voir Figure 4.7). Néanmoins, des identifications avec uniquement trois courbes ont été réalisées dans le cadre de cette thèse et ont donné également des résultats satisfaisants (Berthe et al., 2013).

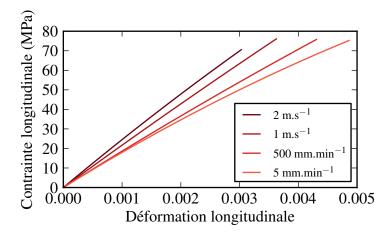


FIGURE 4.7: Courbes contrainte-déformation expérimentales pour le T700GC/M21 utilisées pour l'identification du modèle

Toutes les identifications qui suivent sont réalisées à l'aide des outils d'optimisation de Matlab<sup>®</sup>, et plus particulièrement avec une fonction permettant la résolution de problèmes d'optimisation non-linéaire au sens des moindres carrés (lsqcurvefit) :

$$\min_{x} \parallel F(x, xdata) - ydata \parallel_{2}^{2} = \min_{x} \sum_{i} (F(x, xdata_{i}) - ydata_{i})^{2}$$

$$(4.21)$$

Ce qui équivaut pour notre identification au problème d'optimisation suivant :

$$\min_{x} \| \sigma_{num}(x, \varepsilon_{exp}) - \sigma_{exp} \|_{2}^{2} = \min_{x} \sum_{i=1}^{4} (\sigma_{num}(x, \varepsilon_{exp}^{i}) - \sigma_{exp}^{i})^{2}$$

$$(4.22)$$

avec  $x = (G_{12}, n_c, n_0, \beta_{66}, \gamma, n)$  le vecteur des paramètres que l'on cherche à identifier. La fonction Matlab<sup>®</sup> choisit automatiquement l'algorithme de résolution le plus adapté au problème après analyse de celui-ci. Ne connaissant pas l'allure de notre fonctionnelle dans l'espace de recherche, il est possible que celle-ci présente des minima locaux. Afin d'éviter la convergence de l'algorithme d'optimisation vers des minima locaux non physiques, l'espace de recherche est borné d'après l'étude de sensibilité précédente et à l'aide de l'analyse des résultats d'identification du modèle sur les essais de fluage disponibles dans la littérature. Enfin, plusieurs identifications sont lancées en parallèle avec à chaque fois un point de départ différent dans l'espace de recherche afin de vérifier la convergence vers une solution unique.

#### 4.4.2 Résultats

La procédure d'identification précédemment décrite a été mise en œuvre afin d'identifier le comportement en cisaillement du modèle visco-élastique sur les essais dynamiques réalisés à l'ONERA. Les paramètres matériaux dans le sens fibre et le sens transverse ont été identifiés après analyse des résultats du chapitre 2, tels que  $E_{11} = 136$  GPa,  $\nu_{12} = 0, 31$ ,  $E_{22} = 11$  GPa

et  $\beta_{22} = 0,1$ . Les résultats de cette identification sont détaillés dans le Tableau 4.2 et une comparaison entre le modèle ainsi identifié et les résultats expérimentaux est réalisée sur la Figure 4.8.

Paramètre	$G_{12}$	$n_c$	$n_0$	$\beta_{66}$	$\gamma$	$\overline{n}$
Valeur	$10921~\mathrm{MPa}$	-9,36	8,95	1,40	7,65	5,04

Tableau 4.2: Résultats de l'identification réalisée sur les essais dynamiques pour un stratifié T700GC/M21

Les courbes contrainte-déformation des essais qui ont été utilisées pour l'identification du modèle sont tracées en dégradé de rouge. La courbe verte permet de vérifier que le modèle est prédictif pour une vitesse de déformation dans l'intervalle de vitesse pour lequel il a été identifié. On observe une bonne corrélation entre les résultats expérimentaux et les courbes obtenues avec le modèle.

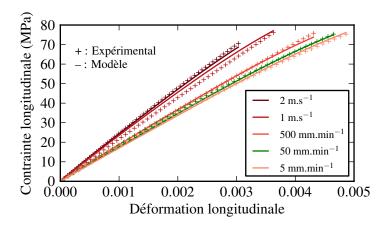


Figure 4.8: Comparaison entre les résultats expérimentaux et la réponse du modèle pour des sollicitations dynamiques sur T700GC/M21

Afin de quantifier l'écart entre le modèle et les essais, une mesure de l'erreur en chaque point i est calculée telle que :

$$erreur_{i} = \frac{\mid \sigma_{i}^{exp} - \sigma_{i}^{num} \mid}{\sigma_{i}^{num}}$$
(4.23)

avec  $\sigma_i^{exp}$  la valeur de la contrainte lors des essais au point i et  $\sigma_i^{num}$  la valeur de la contrainte obtenue avec le modèle à ce même point.

Courbes	$2 \mathrm{\ m.s}^{-1}$	$1 \mathrm{\ m.s}^{-1}$	$500 \text{ mm.min}^{-1}$	$50 \text{ mm.min}^{-1}$	$5 \text{ mm.min}^{-1}$
Erreur moyenne	1,71%	7,25%	0,97%	$2,\!56\%$	$2,\!62\%$
Erreur maximale	$7{,}75\%$	$18{,}71\%$	6,38%	5,71%	$6{,}06\%$

Tableau 4.3: Tableau récapitulatif des niveaux d'erreur obtenus lors de la comparaison entre le modèle et les résultats expérimentaux

Pour chacun des essais, les valeurs moyennes et les valeurs maximales de l'erreur sont données dans le Tableau 4.3. On constate que les niveaux d'erreur sont faibles pour quasiment tous les essais, avec uniquement l'essai à 1 m.s $^{-1}$  pour lequel le modèle semble un peu plus en difficulté. Entre l'essai à 2 m.s $^{-1}$  et l'essai à 1 m.s $^{-1}$ , la vitesse de déformation évolue peu, passant de 50 s $^{-1}$  à 25 s $^{-1}$ , par contre les courbes contrainte-déformation présentent une variation importante

(éventuellement discutable expérimentalement), ce qui peut expliquer le niveau d'erreur un peu plus élevé pour l'essai à  $1 \text{ m.s}^{-1}$ . Mais ce niveau d'erreur reste raisonnable. Enfin, on constate à l'aide de l'essai à  $50 \text{ mm.min}^{-1}$  que la prédictivité du modèle dans l'intervalle de vitesse ayant servi à l'identification est très bonne, avec une erreur moyenne de 2,56% et une erreur maximale de 6,06%. Ces résultats montrent qu'il est possible d'identifier ce modèle visco-élastique non linéaire sur des essais dynamiques et qu'ainsi identifié, le modèle est représentatif pour des essais de traction dynamique avec des vitesses de déformation allant de  $50 \text{ s}^{-1}$  à  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ .

Un de nos objectifs est de proposer un modèle dynamique qui conserve ses capacités de prédiction du comportement pour des vitesses de déformation faibles. Sur la Figure 4.9, une comparaison de l'évolution de la déformation longitudinale en fonction du temps entre le modèle identifié sur des essais dynamiques et les résultats expérimentaux de fluage présentés au cours du chapitre 2 est réalisée. Seuls les deux premiers paliers de fluage sont étudiés, car ceux-ci sont réalisés pour des niveaux de contrainte pour lesquels l'endommagement mésoscopique est faible. La Figure 4.9 montre clairement que le modèle identifié en dynamique ne permet pas de décrire l'essai de fluage. Les temps de relaxation des phénomènes visqueux identifiés sur des essais dynamiques sont trop courts pour que le modèle puisse exhiber le comportement visco-élastique observé lors de l'essai de fluage.

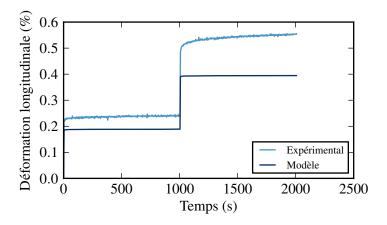


FIGURE 4.9: Comparaison entre les résultats expérimentaux et la réponse du modèle pour un essai de fluage sur T700GC/M21

L'étude de sensibilité a montré que le modèle identifié sur des essais à basse vitesse n'est pas représentatif pour des essais à haute vitesse. Inversement, nous venons de voir que le modèle identifié sur des essais à haute vitesse n'est pas représentatif pour des essais à basse vitesse. Il est donc nécessaire d'améliorer le modèle afin d'atteindre notre objectif, qui est d'obtenir un modèle représentatif pour les hautes et les basses vitesses.

#### 4.4.3 Le spectre large

Afin de proposer une voie d'amélioration du modèle, le spectre identifié sur les essais dynamiques au paragraphe précédent ainsi qu'un spectre issu de la littérature (Laurin, 2005), et identifié sur des essais de fluage sont tracés sur la Figure 4.10.

Paramètre	$G_{12}$	$n_c$	$n_0$	$\beta_{66}$	$\gamma$	$\overline{n}$
Valeur	10872 MPa	-2	15,62	2,49	2,84	4,18

Tableau 4.4: Résultats de l'identification réalisée sur les essais dynamiques pour un stratifié T700GC/M21 pour le spectre centré sur -2

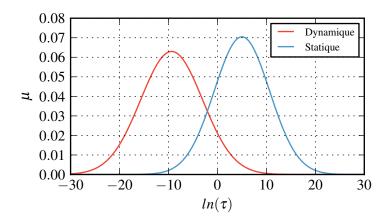


FIGURE 4.10: Comparaison entre le spectre dynamique précédemment identifié (en rouge) et un spectre statique issu de la littérature (Laurin, 2005) (en bleu)

Cette figure montre bien que le spectre identifié sur les essais dynamiques prend en compte des phénomènes visqueux avec des temps de relaxation plus courts que le spectre identifié sur des essais de fluage. Pour obtenir un modèle représentatif en dynamique ainsi qu'en fluage, il faut donc trouver un spectre qui prenne en compte les temps de relaxations du spectre dynamique ainsi que ceux du spectre statique. Une solution est d'identifier un spectre "large" qui serait centré d'après la Figure 4.10 sur -2. On identifie donc le modèle sur les quatre courbes dynamiques  $(2 \text{ m.s}^{-1}, 1 \text{ m.s}^{-1}, 500 \text{ mm.min}^{-1}$  et  $5 \text{ mm.min}^{-1}$ ) avec la valeur moyenne de la gaussienne  $n_c$  fixé à -2. Les différentes valeurs des paramètres du modèle obtenues lors de cette identification sont disponibles dans le Tableau 4.4. Les courbes contrainte-déformation obtenues avec le modèle ainsi identifié sont comparées aux résultats expérimentaux pour les essais dynamiques sur la Figure 4.11. En ce qui concerne l'essai de fluage, une comparaison de l'évolution temporelle de la déformation longitudinale entre le modèle et l'essai est réalisée sur la Figure 4.12.

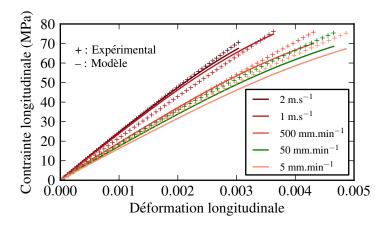


Figure 4.11: Comparaison entre les résultats expérimentaux sur T700GC/M21 et la réponse du modèle pour des sollicitations dynamiques pour un spectre large

L'analyse de ces courbes montre que le modèle avec un spectre large permet cette fois d'exhiber un comportement visco-élastique en fluage plus proche de celui observé lors des essais que le modèle avec un spectre dynamique. En revanche, la prédiction du comportement du stratifié pour les essais dynamiques est moins bonne que pour le spectre identifié au paragraphe précédent.

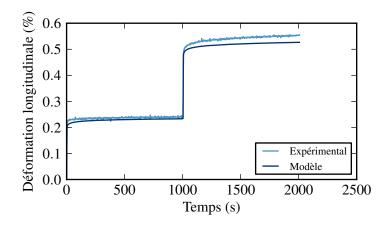


FIGURE 4.12: Comparaison entre les résultats expérimentaux sur T700GC/M21 et la réponse du modèle pour un essai de fluage pour un spectre large

Cette observation est confirmée avec le Tableau 4.5 qui compare les niveaux d'erreur pour les différents essais. Pour les essais de fluage le calcul de l'erreur est réalisé à l'aide de la formule suivante :

$$erreur_{i} = \frac{\mid \varepsilon_{i}^{exp} - \varepsilon_{i}^{num} \mid}{\varepsilon_{i}^{num}}$$
(4.24)

Si l'on compare ces résultats avec ceux du Tableau 4.3, on constate que pour les essais à 2 m.s<sup>-1</sup> et 1 m.s<sup>-1</sup>, les niveaux d'erreur sont très proches, par contre, il y a une dégradation importante de l'erreur pour les essais à 500 mm.min<sup>-1</sup>, 50 mm.min<sup>-1</sup> et 5 mm.min<sup>-1</sup> avec l'introduction du spectre large. Cette dégradation des résultats est un premier résultat qui montre que l'utilisation d'un spectre large n'est sans doute pas la solution la plus pertinente pour obtenir un modèle représentatif sur une large gamme de vitesse de déformation.

Courbes	$2 \mathrm{\ m.s}^{-1}$	$1 \mathrm{\ m.s}^{-1}$	$500 \text{ mm.min}^{-1}$	$50 \text{ mm.min}^{-1}$	$5 \text{ mm.min}^{-1}$	Fluage
Erreur moyenne	1,55%	7,97%	$3{,}19\%$	6,04%	$8,\!67\%$	3,98%
Erreur maximale	$6{,}27\%$	$18{,}18\%$	$10{,}10\%$	$9{,}97\%$	$10{,}58\%$	21.36%

Tableau 4.5: Tableau récapitulatif des niveaux d'erreur obtenus lors de la comparaison entre le modèle et les résultats expérimentaux pour un spectre large

La Figure 2.21 constitue un deuxième argument en défaveur du modèle monospectre. En effet, cette figure fait apparaître un seuil dans l'évolution du module de cisaillement pour une vitesse de déformation de l'ordre de  $10 \, \mathrm{s}^{-1}$ . Cette rupture de pente dans l'évolution du module de cisaillement peut être interprétée comme une variation du comportement visco-élastique, avec un groupe spécifique de phénomènes visco-élastiques n'ayant pas le temps d'être activé pour les essais à haute vitesse. La distinction de ce groupe de phénomènes visqueux dans le modèle passe par l'abandon de la description des phénomènes visqueux par un seul spectre. Une nouvelle formulation spectrale, basée sur l'introduction d'un spectre pour les phénomènes "dynamiques" et d'un spectre pour les phénomènes "statiques", est donc étudiée dans la suite de ce chapitre.

#### 4.5 Le modèle bi-spectral

Nous avons vu précédemment que l'utilisation du modèle avec un spectre unique n'est pas compatible avec notre objectif d'obtenir un modèle précis sur une large gamme de vitesses de sollicitation. Dans la suite, une nouvelle formulation de ce modèle, avec l'introduction d'un

bi-spectre gaussien, est proposée puis identifiée. Dans un premier temps, l'identification porte uniquement sur le comportement en cisaillement, afin de comparer les résultats avec ceux du paragraphe précédent. Enfin, une identification du comportement visco-élastique transverse est également réalisée.

#### 4.5.1 Formulation

Pour obtenir un modèle représentatif sur une large gamme de vitesses de déformation, il a été choisi d'introduire une représentation bi-spectrale des mécanismes visqueux du modèle précédemment décrit. L'idée est de superposer un spectre statique  $(n_c^{stat}$  et  $n_0^{stat})$  et un spectre dynamique  $(n_c^{dyna}$  et  $n_0^{dyna})$  afin d'inclure les temps de relaxation de chacun des spectres tout en permettant une description séparée des phénomènes visqueux pour une sollicitation lente et pour une sollicitation rapide.

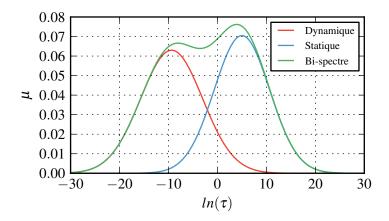


FIGURE 4.13: Représentation graphique d'un spectre dynamique, d'un spectre statique et d'un bi-spectre gaussien qui est la somme des deux premiers

Afin de prendre en compte cette modification dans l'écriture du modèle, l'équation (4.13) doit être modifiée :

$$\tau_{i} = e^{i} \quad \text{et} \quad \mu_{i} = \frac{\overline{\mu_{i}}^{dyna}}{\sum_{i} \overline{\mu_{i}}^{dyna}} + \frac{\overline{\mu_{i}}^{stat}}{\sum_{i} \overline{\mu_{i}}^{stat}}$$

$$\text{avec} \quad \overline{\mu_{i}}^{k} = \frac{1}{n_{0}^{k} \sqrt{\pi}} \exp\left(-\left(\frac{i - n_{c}^{k}}{n_{0}^{k}}\right)^{2}\right), k = dyna \text{ ou } stat$$

$$(4.25)$$

Les autres équations du modèle, équations (4.11), (4.12), (4.14) et (4.15), ne sont pas modifiées par l'introduction de cette formulation bi-spectrale.

#### 4.5.2 Identification du comportement en cisaillement

Pour identifier le modèle avec un bi-spectre gaussien, il est nécessaire de modifier la procédure d'identification. En effet, l'identification d'un tel modèle nécessite l'introduction d'essais à basse vitesse dans la procédure afin de pouvoir identifier les temps de relaxation longs présents dans le modèle bi-spectral. L'identification des paramètres permettant de décrire le comportement en cisaillement du stratifié est réalisée à l'aide de 5 courbes expérimentales : 4 essais dynamiques et un essai de fluage. Les valeurs des paramètres obtenues avec cette identification sont données dans le Tableau 4.6.

Paramètre	$G_{12}$	$n_c^{dyna}$	$n_0^{dyna}$	$n_c^{stat}$	$n_0^{stat}$	$\beta_{66}$	$\gamma$	$\overline{n}$
Valeur	11214 MPa	-11,00	5,22	3,32	2,49	1,15	1,00	2,15

Tableau 4.6: Résultats de l'identification réalisée sur les essais dynamiques et de fluage pour un stratifié T700GC/M21 pour le modèle avec un bi-spectre gaussien

Sur la Figure 4.14, une représentation du spectre des phénomènes visqueux identifié est tracée. On constate que l'identification aboutit à une zone de recouvrement faible entre le spectre statique et le spectre dynamique. On obtient donc bien deux groupes de phénomènes visqueux distincts, avec un groupe de phénomènes visqueux rapides et un groupe de phénomènes visqueux lents.

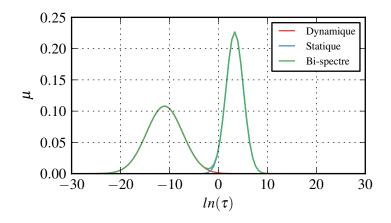


Figure 4.14: Représentation graphique des spectres statique et dynamique identifiés pour le T700GC/M21 et du bi-spectre gaussien issu de la somme des deux autres spectres

Une comparaison entre les courbes contrainte-déformation obtenues avec le modèle bi-spectral et les résultats expérimentaux pour des essais dynamiques est tracée sur la Figure 4.15. On observe une bonne corrélation entre les résultats expérimentaux et les courbes obtenues avec le modèle.

Courbes	$2 \mathrm{\ m.s}^{-1}$	$1 \mathrm{\ m.s^{-1}}$	$500 \text{ mm.min}^{-1}$	$50 \text{ mm.min}^{-1}$	$5 \text{ mm.min}^{-1}$	Fluage
Erreur moyenne	$3,\!16\%$	6,97%	$1,\!25\%$	$1,\!38\%$	$0,\!39\%$	2,73%
Erreur maximale	$15{,}18\%$	25%	$5{,}64\%$	$2{,}27\%$	$1{,}06\%$	$25{,}8\%$

Tableau 4.7: Tableau récapitulatif des niveaux d'erreur obtenus lors de la comparaison entre le modèle avec un bi-spectre gaussien et les résultats expérimentaux

L'erreur moyenne et l'erreur maximale pour chacune des courbes ont été calculées et les résultats sont rassemblés dans le Tableau 4.7. En comparaison avec les résultats obtenus pour le monospectre large, une très nette amélioration du niveau d'erreur est obtenue pour les essais allant de 5 mm.min<sup>-1</sup> à 500 mm.min<sup>-1</sup>. On constate également une amélioration de l'erreur moyenne pour le comportement en fluage, comme le montre la Figure 4.16.

Le modèle bi-spectral est donc plus précis pour des vitesses de déformation élevées comme pour des vitesses de déformation faibles pour le comportement en cisaillement. Les essais réalisés au chapitre 2 ont montré que le comportement transverse du stratifié est également visco-élastique, et nous allons maintenant nous intéresser à l'identification des paramètres servant à la description de la visco-élasticité transverse.

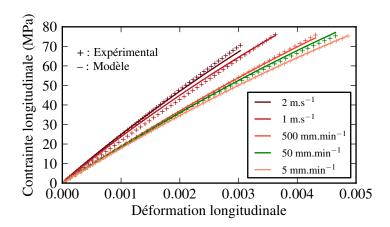


FIGURE 4.15: Comparaison entre les résultats expérimentaux sur T700GC/M21 et la réponse du modèle avec un bi-spectre gaussien pour des sollicitations dynamiques

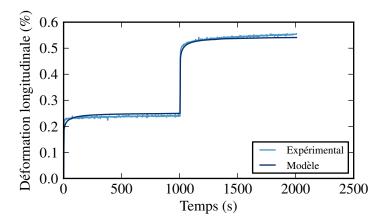


FIGURE 4.16: Comparaison entre les résultats expérimentaux sur T700GC/M21 et la réponse du modèle avec un bi-spectre gaussien pour un essai de fluage

#### 4.5.3 Identification du comportement transverse

Deux stratégies peuvent être envisagées pour l'identification du comportement transverse. La première consiste à identifier tous les paramètres du modèle en même temps, comme précédemment mais avec les paramètres transverses en plus. La seconde consiste à identifier a posteriori uniquement les paramètres transverses, après avoir identifié les autres paramètres sur les essais de cisaillement. Chacune de ces stratégies présente des avantages et des inconvénients. La méthode globale assure, en principe, une convergence vers la solution optimale du problème pour toutes les directions de sollicitation. En revanche, l'identification du comportement en cisaillement qui présente une visco-élasticité forte pourra être perturbée par les résultats sur la visco-élasticité transverse qui présentent une visco-élasticité faible, particulièrement pour les essais dynamiques. Enfin, cette stratégie implique l'identification de 10 paramètres sur plusieurs essais dynamiques et plusieurs essais de fluage. Elle entraîne donc des temps de calculs importants.

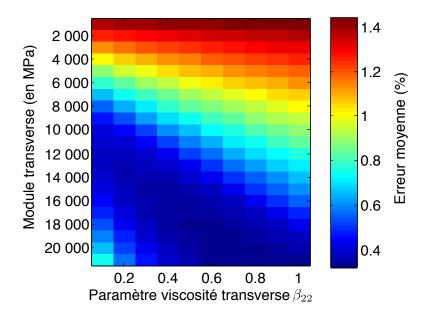


FIGURE 4.17: Evolution de l'erreur moyenne entre le modèle et les résultats expérimentaux pour l'essai à 5 mm.min<sup>-1</sup> en fonction de la valeur du module transverse et du paramètre visqueux transverse

La deuxième stratégie présente l'avantage d'être plus rapide (moins de 10 minutes), avec uniquement deux paramètres à identifier sur deux essais dynamiques et un essai de fluage. De plus, l'identification des paramètres spectraux est réalisée sur le comportement en cisaillement qui exhibe une forte dépendance à la vitesse de sollicitation. En revanche, cette méthode n'assure pas la convergence vers un optimum global mais vers un optimum pour chacune des directions. De surcroît, il faut que les paramètres transverses identifiés a posteriori ne modifient pas de manière importante la réponse du modèle en cisaillement. La Figure 4.17 permet d'illustrer ce problème. Sur cette figure, la variation de l'erreur moyenne entre la prédiction du modèle et les résultats expérimentaux pour le comportement en cisaillement pour un essai à 5 mm.min<sup>-1</sup> est tracée en fonction du module transverse  $E_{22}$  et du paramètre visqueux  $\beta_{22}$ . La valeur de référence de l'erreur moyenne est 0.39% (voir Tableau 4.7) pour  $E_{22} = 11000$  MPa et  $\beta_{22} = 0.1$ . A l'aide de la Figure 4.17, on constate qu'une modification mineure des paramètres transverses entraîne une dégradation faible de l'erreur moyenne. Cette figure montre également, qu'il est préférable de sous-estimer les paramètres transverses lors de l'identification du comportement en cisaillement, car l'erreur moyenne reste faible avec une augmentation a posteriori du module. Dans le cas d'une identification a posteriori, il est donc nécessaire de bien choisir les paramètres transverses initiaux avant l'identification du comportement en cisaillement.

Dans un premier temps, les résultats d'une identification par la méthode globale vont être analysées. Dans un deuxième temps, une identification par la méthode séquentielle va être réalisée afin de démontrer son efficacité comparativement à la méthode globale.

#### Identification globale

Pour les essais dynamiques, nous avons vu au chapitre 2 que l'effet de la vitesse sur le comportement transverse était faible. Afin d'obtenir un jeu de courbes cohérent pour l'identification du modèle, une courbe parmi les plus rigides pour l'essai à 1 m.s<sup>-1</sup> et une courbe parmi les moins rigides pour l'essai à 5 mm.min<sup>-1</sup> ont été choisies (voir Figure 4.22). Ainsi, les deux paramètres du comportement visco-élastique transverse ( $E_{22}$  et  $\beta_{22}$ ) en plus de tous les autres, sont identifiés à l'aide de deux essais de traction dynamique et un essai de fluage en traction sur un stratifié [90°]<sub>4</sub>, ajoutés aux 4 courbes dynamiques et celle de fluage sur un stratifié [±45°]<sub>s</sub> afin de réaliser une identification globale. Comme pour le comportement en cisaillement, l'identification est réalisée pour des niveaux de contrainte faibles afin de s'assurer d'un niveau d'endommagement négligeable dans le pli.

L'identification de tous les paramètres sur un noeud de calcul à 4 CPU d'une fréquence de 2,8 Ghz avec 8 GB de RAM prend 69967 secondes, soit 19 heures 26 minutes et 7 secondes. A titre de comparaison, l'identification de tous les paramètres pour le comportement en cisaillement (soit 2 paramètres de moins que cette identification globale) prenait 24760 secondes, soit 6 heures 52 minutes et 40 secondes. Le temps de calcul est donc multiplié par 3 lorsque l'on ajoute la recherche des paramètres pour le comportement transverse. La valeur des différents paramètres obtenus à l'aide de l'identification globale est présentée dans le Tableau 4.8.

Paramètre	$G_{12}$	$n_c^{dyna}$	$n_0^{dyna}$	$n_c^{stat}$	$n_0^{stat}$	$\beta_{66}$	$\gamma$	n	$E_{22}$	$\beta_{22}$
Valeur	9839  MPa	-10,61	3,23	2,26	0,33	0,13	2,31	0,12	$12322~\mathrm{MPa}$	0,03

Tableau 4.8: Résultats de l'identification globale du comportement visco-élastique en cisaillement et transverse pour un stratifié T700GC/M21 pour le modèle avec un bispectre gaussien

Les spectres obtenus avec cette identification sont notablement différents de ceux obtenus précédemment, avec en particulier des valeurs de  $n_0$  plus faibles. On note également une diminution de la valeur du coefficient visqueux en cisaillement  $\beta_{66}$ . Comme le montre les Figures 4.18 et 4.19, ainsi que le Tableau 4.9, les résultats de cette identification pour le comportement en cisaillement sont moins bon que ceux obtenus précédemment. Cette dégradation est particulièrement visible sur le deuxième palier de fluage sur le stratifié  $[\pm 45^{\circ}]_s$  ainsi que sur l'essai de traction à 50 mm.min<sup>-1</sup> sur ce même stratifié. Comme cela a été exposé au paragraphe précédent, cette identification globale cherche à identifier les paramètres spectraux également sur les essais transverses qui en dynamique exhibent une très faible dépendance à la vitesse, ce qui est sans doute la raison de la dégradation des résultats obtenus pour le comportement en cisaillement.

Par contre, comme le montrent la Figure 4.20 et le Tableau 4.10, la procédure d'identification permet bien d'identifier des coefficients pour le comportement transverse qui exhibent un comportement visco-élastique lors de l'essai de fluage. Malgré cela, les résultats de cette procédure d'identification ne nous semblent pas satisfaisants, car ceux-ci impliquent une dégradation de la représentativité du modèle pour le comportement en cisaillement.

Courbes	$2 \mathrm{\ m.s}^{-1}$	$1 \mathrm{\ m.s^{-1}}$	$500 \text{ mm.min}^{-1}$	$50 \text{ mm.min}^{-1}$	$5 \text{ mm.min}^{-1}$	Fluage
Erreur moyenne	4,31%	7,8%	2,41%	3,91%	$2,\!54\%$	3,96%
Erreur maximale	18,71%	31,16%	14,39%	$8,\!86\%$	11,38%	28,30%

Tableau 4.9: Tableau récapitulatif des niveaux d'erreur obtenus pour le comportement en cisaillement lors de la comparaison entre le modèle avec un bi-spectre gaussien et les résultats expérimentaux

Courbes	$1 \text{ m.s}^{-1}$	$5 \text{ mm.min}^{-1}$	Fluage
Erreur moyenne	4,81%	$2,\!83\%$	3,21%
Erreur maximale	$15{,}01\%$	$6{,}39\%$	$13{,}46\%$

Tableau 4.10: Tableau récapitulatif des niveaux d'erreur obtenus pour le comportement transverse lors de la comparaison entre le modèle avec un bi-spectre gaussien et les résultats expérimentaux

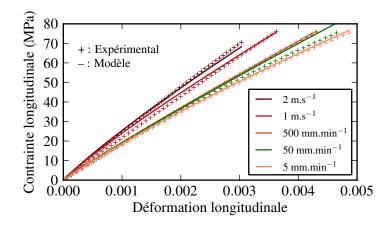


FIGURE 4.18: Comparaison entre les résultats expérimentaux et la réponse du modèle avec un bi-spectre gaussien pour des sollicitations dynamiques sur un stratifié  $\rm T700GC/M21~[\pm 45\degree]_{\it s}$ 

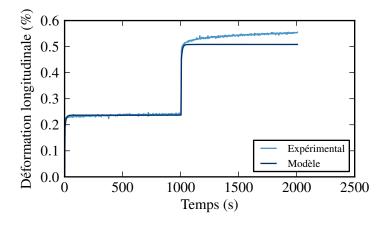


FIGURE 4.19: Comparaison entre les résultats expérimentaux et la réponse du modèle avec un bi-spectre gaussien pour un essai de fluage sur un stratifié  $T700GC/M21~[\pm 45^{\circ}]_s$ 

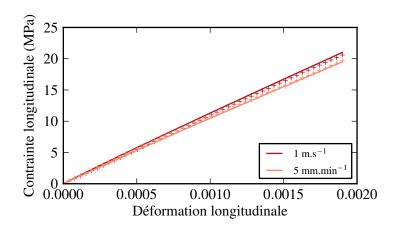


FIGURE 4.20: Comparaison entre les résultats expérimentaux et la réponse du modèle avec un bi-spectre gaussien pour des sollicitations de traction dynamiques dans la direction transverse sur un stratifié  $T700GC/M21~[90\degree]_4$ 

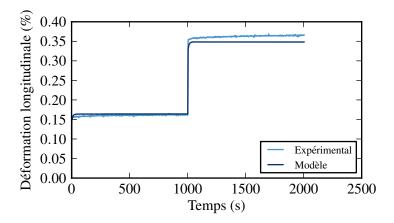


FIGURE 4.21: Comparaison entre les résultats expérimentaux et la réponse du modèle avec un bi-spectre gaussien pour un essai de fluage sur un stratifié  $T700GC/M21 [90^{\circ}]_4$ 

#### Identification séquentielle

Avec l'identification séquentielle, on cherche à identifier les paramètres du comportement transverse  $E_{22}$  et  $\beta_{22}$  en héritant des paramètres obtenus lors de l'identification du comportement en cisaillement. L'identification a été réalisée avec les paramètres obtenus au paragraphe 4.5.2 à l'aide des essais de traction à 5 mm.min<sup>-1</sup> et à 1 m.s<sup>-1</sup> et de l'essai de fluage. Les résultats de l'identification de paramètres transverses sont disponibles dans le Tableau 4.11 et des comparaisons entre le modèle et les différents essais sont présentées sur les Figures 4.22 et 4.23. Les différents niveaux d'erreur pour les différents essais sont regroupés dans le Tableau 4.13.

Paramètre	$E_{22}$	$\beta_{22}$
Valeur	$12340~\mathrm{MPa}$	0,21

Tableau 4.11: Résultats de l'identification a posteriori du comportement transverse pour un stratifié T700GC/M21 pour le modèle avec un bi-spectre gaussien

Dans un premier temps, il est possible d'analyser la perturbation que provoque ces nouvelles valeurs pour le comportement transverse sur le comportement en cisaillement à l'aide du Tableau 4.12. Les différentes valeurs sont à comparer à celles du Tableau 4.7. On constate de faibles variations entre les deux tableaux, avec par exemple pour l'erreur moyenne une augmentation au maximum de l'ordre de 0,1%, ce qui est encourageant pour la méthode séquentielle. D'autant plus qu'avec cette méthode, l'obtention des paramètres visqueux à l'aide de la méthode d'identification ne prend que 310 secondes. La Figure 4.23 et le Tableau 4.13 montrent que le modèle ainsi identifié exhibe un comportement visco-élastique transverse en fluage proche de celui obtenu lors des essais. Sur cette même figure, la réponse d'un modèle purement élastique, avec la valeur du module transverse obtenu pour l'essai à 1 m.s<sup>-1</sup> ( $E_{22} = 10557$  MPa), est tracée afin de montrer l'intérêt de l'introduction de la visco-élasticité transverse. En ce qui concerne la réponse du modèle pour une sollicitation dynamique transverse, on constate sur la Figure 4.22 que le modèle ainsi identifié présente une dépendance légèrement plus forte à la vitesse que les résultats expérimentaux, sans pour autant que les niveaux d'erreur lors de la comparaison avec les essais ne soient trop élevés (voir Tableau 4.13).

L'identification séquentielle permet donc bien d'identifier le comportement visco-élastique transverse du stratifié sur une large gamme de vitesses tout en impliquant un coût de calcul faible. Cette solution nous semble actuellement la plus pertinente pour l'identification du comportement visco-élastique transverse et en cisaillement d'un stratifié sur une large gamme de vitesses.

Courbes	$2 \mathrm{\ m.s}^{-1}$	$1 \mathrm{\ m.s}^{-1}$	$500 \text{ mm.min}^{-1}$	$50 \text{ mm.min}^{-1}$	$5 \text{ mm.min}^{-1}$	Fluage
Erreur moyenne	3,19%	7,09%	1,27%	1,38%	0,37%	2,72%
Erreur maximale	$15{,}48\%$	$25{,}32\%$	$5{,}72\%$	$2{,}26\%$	1,03%	$25{,}83\%$

Tableau 4.12: Tableau récapitulatif des niveaux d'erreur obtenus pour le comportement en cisaillement lors de la comparaison entre le modèle avec un bi-spectre gaussien et les résultats expérimentaux

Courbes	$1 \mathrm{\ m.s}^{-1}$	$5 \text{ mm.min}^{-1}$	Fluage
Erreur moyenne	3,80%	5,81%	3,86%
Erreur maximale	$11{,}35\%$	$12{,}27\%$	$11,\!88\%$

Tableau 4.13: Tableau récapitulatif des niveaux d'erreur obtenus pour le comportement transverse lors de la comparaison entre le modèle avec un bi-spectre gaussien et les résultats expérimentaux

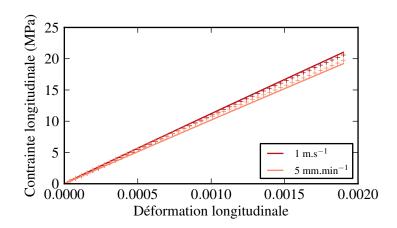


FIGURE 4.22: Comparaison entre les résultats expérimentaux et la réponse du modèle avec un bi-spectre gaussien pour des sollicitations dynamiques sur un stratifié T700GC/M21

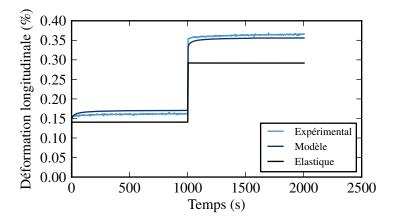


FIGURE 4.23: Comparaison entre les résultats expérimentaux et la réponse du modèle avec un bi-spectre gaussien pour un essai de fluage sur un stratifié T700GC/M21

#### 4.6 Conclusions

Dans ce chapitre, un modèle visco-élastique non linéaire initialement introduit pour la description de sollicitations à faible vitesse a été identifié sur des essais dynamiques. Ainsi identifié, le modèle est représentatif pour des essais avec des vitesses de déformation élevées mais n'est plus représentatif pour les faibles vitesses. Une réécriture du spectre des temps de relaxation des mécanismes visqueux de ce modèle a donc été proposée, en introduisant un bi-spectre gaussien afin d'obtenir un modèle précis pour le T700GC/M21 sur une plus large gamme de vitesses. Ce modèle bi-spectral a ensuite été identifié, dans un premier temps pour des sollicitations de cisaillement, et dans un second temps pour toutes les directions considérées visqueuses dans le modèle. Le modèle ainsi identifié s'avère finalement représentatif et plus précis pour la prédiction du comportement du stratifié T700GC/M21 à matrice organique, sur une large gamme de sollicitation allant de la dynamique au fluage.

### Chapitre 5

# Modélisation de la dépendance à la température

Nous abordons dans ce chapitre la prise en compte de la dépendance du comportement du T700GC/M21 à la température, dans le cadre du modèle visco-élastique bi-spectral non linéaire introduit précédemment. Cette modélisation s'inspire de modèles existants qui reposent sur un décalage temporel des phénomènes visqueux pour décrire cette dépendance à la température. La loi d'Arrhénius est retenue pour ce faire, la pertinence de ce choix étant vérifiée à l'aide des essais DMA précédemment réalisés sur la résine M21. Cette loi est ensuite introduite dans le modèle visco-élastique bi-spectral, l'unique paramètre supplémentaire étant identifié à l'aide d'essais dynamiques à basse température. Une description fine de la dépendance à la température est ainsi obtenue.

#### Sommaire

5.1	l Pris	e en compte de la température dans les modèles
	5.1.1	Contraintes résiduelles de cuisson
	5.1.2	Modèle visco-élastique spectral et dépendance à la température
	5.1.3	Autres modèles visco-élastiques et dépendance à la température
5.2	2 Dép	endance à la température des mécanismes visqueux de la transition
	$\beta$ de	e la résine M21
5.3	3 Mod	lélisation de la dépendance à la température $T700GC/M21$ 126
<b>5.</b> 4	1 Iden	tification de la dépendance à la température T700GC/M21 127
5.5	5 Nou	velle stratégie d'identification
	5.5.1	Analyse de la dépendance à la vitesse
	5.5.2	Analyse de la dépendance à la température
5.6	6 Con	clusions

Dans ce chapitre consacré à la modélisation de la dépendance à la température du comportement visco-élastique des stratifiés, une analyse des différents modèles existants est réalisée. Cette étude permet de dégager une piste privilégiée de modélisation, qui consiste en l'introduction d'un décalage temporel du spectre des mécanismes visqueux avec la variation de la température. Différentes lois ont été proposées dans la littérature pour décrire ce décalage temporel. L'une d'elle, prenant la forme d'une loi d'Arrhénius, est étudiée sur la base des essais DMA effectués sur la résine M21. Elle est ensuite introduite dans le modèle visco-élastique bi-spectral et identifiée à l'aide des essais dynamiques à basse température du chapitre 3. Le modèle ainsi identifié permet finalement d'obtenir une description fine de la dépendance à la température du comportement visco-élastique du T700GC/M21.

#### 5.1 Prise en compte de la température dans les modèles

#### 5.1.1 Contraintes résiduelles de cuisson

Une première étape dans l'étude de la variation du comportement vis à vis de la température consiste à prendre en compte l'incidence des contraintes résiduelles de cuisson. Il est en effet classique d'introduire dans les modèles de comportement pour les composites stratifiés un terme de déformation thermique permettant la prise en compte de ces contraintes résiduelles (Laurin, 2005):

$$\underline{\underline{\sigma}} = \underline{\underline{C}}^0 : (\underline{\varepsilon} - \underline{\varepsilon}^{ve} - \underline{\varepsilon}_{th}) \quad \text{avec} \quad \underline{\varepsilon}_{th} = (T - T_0) \begin{bmatrix} \alpha_1 \\ \alpha_2 \\ 0 \end{bmatrix}$$
 (5.1)

avec  $T_0$  la température pour laquelle le matériau présente un état de contraintes résiduelles nulles,  $\alpha_1$  la dilatation thermique dans la direction des fibres et  $\alpha_2$  la dilatation thermique dans la direction transverse.

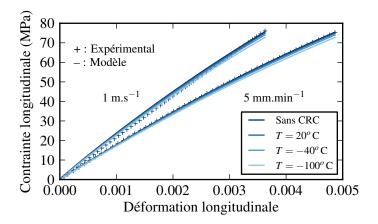


FIGURE 5.1: Courbes contrainte-déformation pour des essais de traction dynamique sur un stratifié  $T700GC/M21~[\pm 45^{\circ}]_s$  avec prise en compte des contraintes résiduelles pour différentes températures d'essai (CRC : Contraintes Résiduelles de Cuisson)

La détermination de  $T_0$  n'est pas triviale car cette valeur est influencée par la température de cuisson, mais également par le taux d'humidité absorbé par le composite. Il est classique de choisir  $T_0$  comme étant égale à la température de cuisson divisée par 2 (Laurin, 2005). Il est nécessaire de tenir compte de ces contraintes résiduelles lorsque l'objectif est de prédire l'apparition du dommage dans un pli d'un stratifié. Comme le montre la Figure 5.1, la prise en compte des contraintes résiduelles de cuisson influence également légèrement le comportement

visco-élastique du stratifié à  $[\pm 45^{\circ}]_s$ . Sur cette figure, les courbes contrainte-déformation d'un essai de traction sur stratifié à  $[\pm 45^{\circ}]_s$  sont tracées avec et sans prise en compte des contraintes résiduelles de cuisson pour des essais à 5 mm.min<sup>-1</sup> et à 1 m.s<sup>-1</sup> à différentes températures. Les valeurs des coefficients de dilatation du T700GC/M21 dans le sens fibre  $\alpha_1$  et dans le sens transverse  $\alpha_2$  sont issues de la littérature (Laurin, 2005). Ces courbes mettent en évidence une faible influence des contraintes résiduelles, qui ne permet donc pas de décrire l'importance de la dépendance à la température du comportement observée au chapitre 3, bien au contraire, puisque qu'une diminution de la température entraîne dans le cas présent un comportement apparent moins raide.

Bien que leur influence soit relativement faible pour rendre compte du comportement, ces contraintes résiduelles de cuisson deviennent extrêmement importantes pour l'étude de l'endommagement. Par la suite, bien que l'endommagement ne soit pas pris en compte dans ce travail, les contraintes résiduelles de cuisson seront toujours considérées, avec  $T_0$  égal à la température de cuisson divisée par 2, soit 90 °C, et les coefficients de dilatation issus des travaux de Laurin (2005), soit  $\alpha_1 = -1.10^{-6}$  1/°C et  $\alpha_2 = 26.10^{-6}$  1/°C.

L'introduction des contraintes résiduelles de cuisson dans le modèle ne suffit donc pas à décrire l'influence de la température observée précédemment. Il est alors nécessaire d'identifier à nouveau le modèle visco-élastique bi-spectral pour la suite de ce chapitre, puisque la prise en compte des contraintes résiduelles de cuisson modifie la réponse du modèle à température ambiante. Une identification séquentielle avec prise en compte des contraintes résiduelles de cuisson a été réalisée et les différentes valeurs des paramètres obtenus sont données dans le Tableau 5.1. En comparaison avec les Tableaux 4.6 et 4.11, une variation faible des différents paramètres est constatée avec prise en compte des contraintes résiduelles, pour le comportement à la température ambiante. La variation la plus importante qui est observée porte sur les paramètres de la fonction non-linéaire, qui dépend directement du niveau de contrainte dans le pli et qui est donc la plus sensible à l'introduction des contraintes résiduelles.

Paramètre	$G_{12}$	$n_c^{dyna}$	$n_0^{dyna}$	$n_c^{stat}$	$n_0^{stat}$	$\beta_{66}$	$\gamma$	n	$E_{22}$	$\beta_{22}$
Avec CRC	10185  MPa	-10,38	5,81	3,38	$2,\!25$	0,93	0,79	1,51	$12396~\mathrm{MPa}$	0,21
Sans CRC	11214 MPa	-11,00	5,22	3,32	2,49	1,15	1,00	2,15	12340 MPa	0,21

Tableau 5.1: Résultats de l'identification du comportement visco-élastique en cisaillement et transverse pour un stratifié T700GC/M21 pour le modèle avec un bi-spectre gaussien par la méthode séquentielle avec prise en compte des contraintes résiduelles de cuisson

Les courbes de comparaison entre les résultats expérimentaux sur le stratifié T700GC/M21 à  $[\pm 45^{\circ}]_s$  et le modèle identifié avec la prise en compte des contraintes résiduelles de cuisson sont tracées sur la Figure 5.2 pour les essais de traction monotone à différentes vitesses et sur la Figure 5.3 pour l'essai de fluage à plusieurs paliers. De plus, les niveaux d'erreurs lors de la comparaison entre les essais et le modèle sont donnés dans le Tableau 5.2. Ces résultats montrent que le modèle bi-spectral identifié avec la prise en compte des contraintes résiduelles est toujours représentatif du comportement visco-élastique du T700GC/M21 à température ambiante.

Comme nous l'avons vu, l'introduction des contraintes résiduelles de cuisson ne suffit pas à décrire la dépendance à la température observée lors de la campagne expérimentale du chapitre 3. Il est donc nécessaire de modéliser explicitement cette influence de la température sur le comportement visco-élastique.

Courbes	$2 \mathrm{\ m.s^{-1}}$	$1 \mathrm{\ m.s^{-1}}$	$500 \text{ mm.min}^{-1}$	$50 \text{ mm.min}^{-1}$	$5 \text{ mm.min}^{-1}$	Fluage
Erreur moyenne	$2,\!48\%$	5,98%	1,58%	$0,\!83\%$	0,78%	2,63%
Erreur maximale	$5{,}38\%$	$16,\!12\%$	4,39%	1,90%	1,04%	$21,\!85\%$

Tableau 5.2: Tableau récapitulatif des niveaux d'erreur obtenus lors de la comparaison entre le modèle avec un bi-spectre gaussien et CRC et les résultats expérimentaux sur T700GC/M21

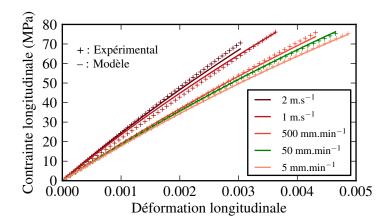


FIGURE 5.2: Comparaison entre les résultats expérimentaux sur T700GC/M21 et la réponse du modèle avec un bi-spectre gaussien pour des sollicitations dynamiques avec prise en compte des CRC pour un stratifié  $[\pm 45^{\circ}]_s$ 

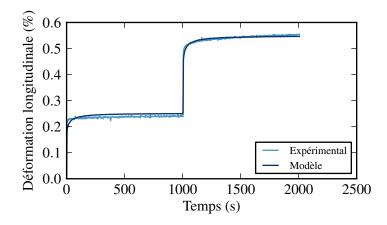


FIGURE 5.3: Comparaison entre les résultats expérimentaux sur T700GC/M21 et la réponse du modèle avec un bi-spectre gaussien pour un essai de fluage avec prise en compte des CRC pour un stratifié  $[\pm 45^{\circ}]_s$ 

#### 5.1.2 Modèle visco-élastique spectral et dépendance à la température

L'introduction de la dépendance à la température dans le modèle visco-élastique spectral a déjà été abordée dans les travaux de thèse de (Schieffer, 2003). L'objectif de ces travaux portait notamment sur la description du comportement du stratifié pour des essais de fluage et de recouvrement, pour des températures supérieures à l'ambiante. Ces travaux se focalisaient donc sur un accroissement de la température, alors que la problématique de notre thèse est plutôt orientée vers le comportement à basse température. Il est néanmoins possible d'analyser les résultats des travaux de Schieffer afin de savoir si une extension de ceux-ci vers les basses températures est envisageable. Les constats expérimentaux de Schieffer (2003), réalisés sur la résine 977-2 pure, étaient que la non-linéarité du comportement visco-élastique lors d'un essai de fluage croissait avec l'augmentation de la température et que la déformation résiduelle lors d'un essai de recouvrance croissait également avec la température. En ce qui concerne la modélisation du comportement du stratifié, l'approche proposée par Schieffer reposait sur une démarche multi-échelle complète, pour laquelle le comportement macroscopique était déterminé à partir du comportement à l'échelle micro des différents constituants. Le comportement visco-élastique était donc modélisé à l'échelle microscopique uniquement pour la résine, la viscosité étant appliquée dans toutes les directions pour la matrice considérée comme isotrope. Concernant l'introduction de la dépendance à la température, le choix qui était fait dans cette thèse était d'identifier un modèle visco-élastique spectral sur des essais de fluage de la résine pure à différentes températures, en fixant certains paramètres comme la moyenne du spectre  $n_c$  ou les coefficients de la fonction non-linéaire  $\gamma$  et n, en laissant d'autres paramètres libres comme par exemple l'écart-type de la gaussienne  $n_0$  et le coefficient d'effets visqueux  $\beta_r$  (un seul coefficient, la résine étant considérée comme isotrope). L'évolution de ces paramètres avec la température était ensuite identifiée sous la forme d'une fonction linéaire pour  $n_0$  et d'une fonction exponentielle pour  $\beta_r$ . Cette approche permettait de décrire la dépendance à la température pour des variations allant de l'ambiante à 180 °C. En revanche, cette démarche de modélisation n'était pas physiquement justifiée, elle reposait sur l'identification de fonctions simples permettant de décrire la variation de certains paramètres du modèle.

Certaines hypothèses de cette modélisation nous semblent aujourd'hui discutables. D'une part, une dépendance à la température pour le coefficient d'effets visqueux  $\beta_r$  était introduite, alors qu'il a été constaté dans nos travaux que la température et la vitesse avaient un rôle analogue, une diminution de la vitesse étant équivalente à une augmentation de la température. Il est légitime de se demander pourquoi une dépendance à la vitesse n'était pas également introduite pour ce paramètre. D'autre part, la dépendance linéaire de la largeur du spectre à la température conduit à obtenir un spectre très large à basse température et très étroit à haute température. En analysant cette proposition au regard du principe de l'analogie entre température et vitesse et en considérant qu'une diminution de la température est équivalente à une augmentation de la vitesse, l'élargissement du spectre pour les basses températures reviendrait à utiliser un spectre large pour décrire le comportement sur une large gamme de vitesses. Au chapitre précédent, nous avons démontré que cette solution n'était pas satisfaisante et qu'une solution à deux spectres était plus efficace car plus proche de la physique. Pour ces raisons, une autre modélisation basée sur l'analyse de la dépendance à la température des mécanismes visqueux observée lors de nos essais va être proposée dans la suite.

#### 5.1.3 Autres modèles visco-élastiques et dépendance à la température

Dans l'état de l'art réalisé au chapitre 1, nous avons vu qu'un moyen simple de prendre en compte la dépendance à la température dans un modèle visco-élastique était d'utiliser le principe de l'équivalence temps-température. C'est notamment ce qui est fait pour le modèle de Schapery, par l'intermédiaire d'un paramètre de décalage temporel  $a_{\sigma}$  ou  $a_T$ . Ce coefficient

permet d'obtenir le temps t qu'il est nécessaire d'attendre pour retrouver, à la température T, un système visco-élastique dans le même état qu'après  $t_0$  secondes à une température  $T_{ref}$ . La valeur de ce paramètre de décalage temporel décrit donc bien une dépendance à la température. Pour des températures proches de la transition vitreuse, Williams et al. (1955) ont observé et proposé une expression analytique de l'évolution de ce paramètre de décalage temporel, en fonction de la température :

$$\log(a_T) = \frac{-C_1 (T - T_{ref})}{C_2 + T - T_{ref}}$$
(5.2)

avec  $C_1$  et  $C_2$  des constantes à identifier et  $T_{ref}$  choisie comme étant égale à  $T_g$ , la température de la transition vitreuse.

L'utilisation de cette loi étant limitée à des températures proches de la transition vitreuse, cette expression du paramètre de décalage temporel n'est pas envisageable pour nos travaux. Pour les transitions à des températures inférieures à la transition vitreuse, d'autres auteurs ont observé une dépendance des temps de relaxation  $\tau$  des mécanismes visqueux de type Arrhénius (Cavaillé, 2008) :

$$\log(a_T) = \frac{\log(\tau(T))}{\log(\tau(T_{ref}))} = \frac{E}{2,303R} \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_{ref}}\right)$$
 (5.3)

avec E l'énergie d'activation de la transition et R la constante des gaz parfaits. Cette loi a été vérifiée pour des polymères comme le poly(allyl-alcohol) (PAA) (Cavaillé, 2008), mais à notre connaissance pas sur une résine du type M21, ou encore moins sur un stratifié du type T700GC/M21. Dans la suite de ce chapitre, les essais DMA réalisés au chapitre 3 vont être utilisés pour étudier la pertinence d'une telle loi pour représenter les effets de la dépendance à la température observés dans cette thèse.

### 5.2 Dépendance à la température des mécanismes visqueux de la transition $\beta$ de la résine M21

Au chapitre 3, des essais DMA à différentes fréquences ont été réalisés sur des éprouvettes de résine M21 pure. Ces essais vont être utilisés afin de vérifier si les mécanismes visqueux de la transition  $\beta$  de cette résine suivent bien une loi d'Arrhénius (voir équation 5.5). L'évolution de la température du pic sur la courbe du module de perte pour la transition  $\beta$  et la transition  $\alpha$ , en fonction de la fréquence, est résumée dans le Tableau 5.3.

Fréquence	$1~\mathrm{Hz}$	$10~\mathrm{Hz}$	$100~\mathrm{Hz}$
$T_{\beta}$	-69 °C	-57 °C	-43 °C
$T_{\alpha}$	$205^{\circ}\mathrm{C}$	$215^{\circ}\mathrm{C}$	$224^{\circ}\mathrm{C}$

Tableau 5.3: Tableau de l'évolution de la température du pic sur la courbe du module de perte pour la transition  $\beta$  et la transition  $\alpha$  en fonction de la fréquence pour la résine M21

Pour obtenir des informations sur les temps de relaxation mis en jeu lors des essais, il est nécessaire d'utiliser la relation qui lie la pulsation  $\omega$  au temps de relaxation  $\tau$  pour la température T à laquelle apparait le pic sur la courbe du module de perte (Cavaillé, 2008 ; De La Rosa *et al.*, 2000).

$$\omega \tau = 1 \tag{5.4}$$

Cette formule pour l'analyse d'un essai DMA peut-être retrouvée à l'aide de l'expression du module de perte pour un modèle rhéologique de type Maxwell, avec comme temps de relaxation, celui de la transition  $\beta$ .

Pour les différentes fréquences auxquelles les essais ont été réalisés, le temps de relaxation est calculé à l'aide de la formule précédente. Ensuite, les coefficients a et b d'une courbe de type  $y = ae^{b \cdot x}$  sont recherchés à l'aide d'un outil d'optimisation.

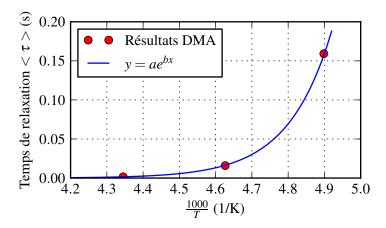


FIGURE 5.4: Evolution du temps de relaxation moyen pour la transition  $\beta$  dans la résine M21 pure en fonction de la température

Les résultats sont tracés sur la Figure 5.4 avec comme valeurs obtenues pour a et b :  $a=1,8.10^{-17}$  s et b=7,58 K. Ces courbes semblent montrer que pour les essais DMA réalisés sur la résine M21 pure, les temps de relaxation autour de la transition  $\beta$  présentent effectivement une évolution de type Arrhénius par rapport à la température.

## 5.3 Modélisation de la dépendance à la température du stratifié T700GC/M21

Dans la suite de ce paragraphe, l'introduction d'une dépendance à la température d'environnement dans le modèle visco-élastique spectral va être réalisée. On supposera les matériaux sollicités et modélisés dans un cadre adiabatique et pour une température constante. Ces hypothèses correspondent bien aux observations expérimentales du chapitre 3.

Afin de rendre compte de l'effet de la température sur le comportement visco-élastique du stratifié, un paramètre de décalage temporel des temps de relaxation est utilisé à l'instar des modèles précédemment exposés, afin de rendre compte du principe de l'équivalence temps-température. L'hypothèse qui est faite est que les temps de relaxation du stratifié T700GC/M21 présentent une dépendance à la température sous la forme d'une loi d'Arrhénius, comme ceux de la résine M21. Pour cela, il est nécessaire de modifier la description des temps de relaxation dans l'équation 4.26 :

$$\tau_i(T) = \tau_i(T_{ref}) e^{k\left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_{ref}}\right)}$$
(5.5)

avec  $\tau_i(T_{ref}) = e^i$  (voir equation 4.13), et k un paramètre supplémentaire à identifier pour prendre en compte la dépendance à la température.

Par la suite, la température de référence sera prise égale à la température ambiante qui a servi à l'identification du modèle sur les essais dynamiques. Avec cette description, les temps de relaxation augmentent avec la diminution de la température, ce qui se traduit par une translation du spectre vers la droite et donc par la désactivation de certains mécanismes visqueux avec la diminution de la température pour une vitesse de déformation donnée. Cette définition conduit finalement à une description 3D du spectre des mécanismes visqueux (voir Figure 5.5).

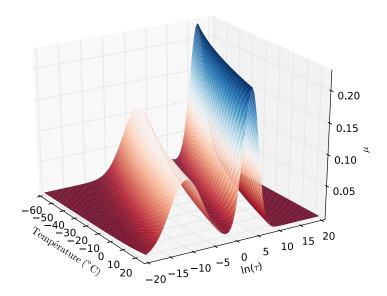


FIGURE 5.5: Représentation 3D du spectre des mécanismes visqueux pour une valeur arbitraire du paramètre  $k=10000~{\rm K}$ 

### 5.4 Identification de la dépendance à la température du stratifié T700GC/M21

L'identification de la dépendance à la température repose sur l'identification du paramètre k de l'équation (5.5), les coefficients de dilatation thermique pour la prise en compte des contraintes résiduelles étant considérés connus. Les autres paramètres du modèle visco-élastique bi-spectral sont issus de l'identification réalisée au début de ce chapitre donc avec prise en compte des CRC (voir Tableau 5.1). Afin d'identifier cet unique paramètre, la courbe de l'essai à -100 °C pour une vitesse de déformation  $\dot{\varepsilon} = 10^{-1} \ {\rm s}^{-1}$  est utilisée. Cette identification conduit à une valeur du paramètre k de 2928 K.

Une comparaison entre les résultats expérimentaux et le modèle pour les essais à -100 °C est proposée sur la Figure 5.6 et les niveaux d'erreur obtenus pour les différentes courbes sont regroupés dans le Tableau 5.4. Sur cette figure, la courbe qui a été utilisée pour l'identification du paramètre k est tracée en rouge. Pour cette courbe les résultats de la comparaison entre les essais et le modèle sont bon avec une erreur moyenne de l'ordre de 2,5%. En revanche, pour les courbes vertes, qui permettent d'analyser la prédictivité du modèle pour des vitesses d'essais différentes, les résultats sont moins concluants, avec notamment une erreur moyenne de 14,64% pour l'essai à la vitesse de déformation moyenne  $\dot{\varepsilon} = 4 \text{ s}^{-1}$ .

Courbes	$\dot{\varepsilon} = 4 \text{ s}^{-1}$	$\dot{\varepsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$	$\dot{\varepsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$
Erreur moyenne	14,64%	2,42%	4,02%
Erreur maximale	$16{,}69\%$	$6{,}13\%$	$7{,}09\%$

Tableau 5.4: Tableau récapitulatif des niveaux d'erreur obtenus lors de la comparaison entre le modèle et les résultats expérimentaux sur un stratifié T700GC/M21 pour une température d'environnement de -100  $^{\circ}$ C

Avant d'analyser plus finement cette faible prédictivité de la dépendance à la vitesse pour les basses températures, il est intéressant de comparer les résultats expérimentaux à la réponse du modèle pour les essais à la température de -40 °C qui n'ont pas été utilisés pour l'identification du modèle. Les courbes de la Figure 5.7 permettent ainsi de qualifier la prédictivité vis-à-vis de

la température et de la vitesse. De nouveau on constate que pour la courbe à la vitesse ayant servi à l'identification de la dépendance à la température, c'est à dire la courbe à  $\dot{\varepsilon}=10^{-1}~\rm s^{-1}$ , la réponse du modèle est proche des résultats expérimentaux avec une erreur moyenne de 1,33%. Ces résultats semblent montrer que la description de la dépendance à la température à l'aide d'une loi d'Arrhénius permet d'obtenir une dépendance proche de celle observée expérimentalement. Dans ce cas, la prédictivité vis à vis de la dépendance à la vitesse à basse température est meilleure que pour les essais à -100 °C. On constate néanmoins une erreur moyenne pour l'essai à  $\dot{\varepsilon}=4~\rm s^{-1}$  de 8%.

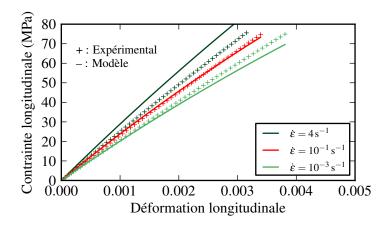


FIGURE 5.6: Comparaison entre les résultats expérimentaux et la réponse du modèle pour des sollicitations dynamiques à -100 °C sur un stratifié  $[\pm 45^{\circ}]_s$  de T700GC/M21

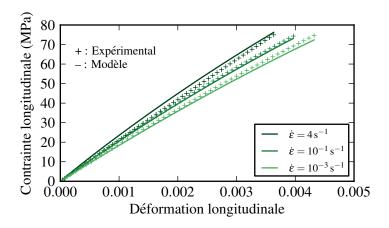


FIGURE 5.7: Comparaison entre les résultats expérimentaux et la réponse du modèle pour des sollicitations dynamiques à -40 °C sur un stratifié  $[\pm 45^{\circ}]_s$  de T700GC/M21

Courbes	$\dot{\varepsilon} = 4 \; \mathrm{s}^{-1}$	$\dot{\varepsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$	$\dot{\varepsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$
Erreur moyenne	8,06%	1,33%	2,94%
Erreur maximale	$16,\!17\%$	1,67%	$4{,}05\%$

Tableau 5.5: Tableau récapitulatif des niveaux d'erreur obtenus lors de la comparaison entre le modèle et les résultats expérimentaux pour une température d'environnement de -40  $^{\circ}\mathrm{C}$ 

Afin d'analyser ce problème de prédictivité du modèle vis à vis de la dépendance à la vitesse pour les essais à basse température, une étude de l'évolution du module de cisaillement prédit avec le modèle pour différentes vitesses et différentes températures est réalisée avec les paramètres identifiés précédemment (voir Figure 5.8).

Les différentes courbes obtenues montrent que la diminution de la température entraîne une translation de la courbe d'évolution du module vers la gauche du graphique. Il est possible d'analyser plus finement ces courbes, notamment grâce aux deux droites horizontales tracées en rouge et en noir. Pour la droite rouge, l'idée est de trouver la vitesse de déformation à la température ambiante, pour laquelle le matériau exhiberait la même valeur pour le module de cisaillement apparent que lors de l'essai à -40 °C pour une vitesse de  $\dot{\varepsilon}=4~{\rm s}^{-1}$ . Il en va de même pour la droite noire mais pour l'essai à -100 °C. On constate que pour les essais à -40 °C, la vitesse équivalente est d'environ  $40~{\rm s}^{-1}$ , alors que pour l'essai à  $100~{\rm c}$ , la vitesse équivalente est d'environ  $3000~{\rm s}^{-1}$ . Ceci explique que la prédiction de la dépendance à la vitesse pour l'essai à -40 °C soit meilleure que celle pour les essais à -100 °C, car l'utilisation de la loi d'Arrhénius dans ce cas reste à l'intérieur de la gamme de vitesse pour laquelle le modèle a été identifié.

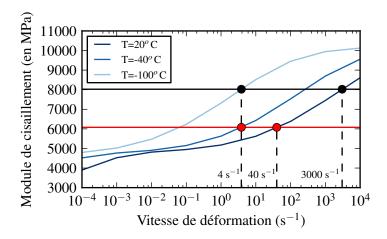


FIGURE 5.8: Courbes d'évolution du module de cisaillement apparent du T700GC/M21 obtenu à l'aide du modèle en fonction de la vitesse de déformation pour différentes températures

En ce qui concerne les résultats pour le comportement à -100 °C, le modèle surestime fortement le module de cisaillement pour l'essai à la vitesse de  $4 \, \mathrm{s}^{-1}$ : un module de  $8024 \, \mathrm{MPa}$  est obtenu avec le modèle alors que pour les essais une valeur de  $6895 \, \mathrm{MPa}$  est obtenue. Ce résultat vient remettre en cause la prédictivité de modèle pour des vitesses de sollicitation supérieures à celles pour lesquelles il a été identifié, car l'utilisation de l'équivalence temps-température amène à des vitesses proches de  $3000 \, \mathrm{s}^{-1}$ . Lors de l'identification de la dépendance à la vitesse, la valeur maximale du module de cisaillement n'est pas bornée et dans notre cas l'identification converge vers une valeur de  $G_{12}$  supérieure à  $10000 \, \mathrm{MPa}$ . Nous pensons que l'identification converge vers cette valeur élevée à cause de l'effet de vitesse important constaté entre les essais à  $1 \, \mathrm{m.s}^{-1}$  et  $2 \, \mathrm{m.s}^{-1}$ . Ces essais étant les plus dispersifs de la campagne dynamique du chapitre 2, vouloir approximer au plus juste ces deux courbes n'est sans doute pas la solution la plus judicieuse, et conduit l'identification du modèle vers une asymptote purement élastique qui n'est sans doute pas "physique", mais qui est celle qui permet la meilleure approximation des courbes. Compte tenu de ces résultats, une nouvelle stratégie d'identification va être proposée, reposant sur une identification commune de la dépendance à la vitesse et à la température.

#### 5.5 Nouvelle stratégie d'identification

Comme précédemment, une identification séquentielle du modèle est mise en œuvre. Dans un premier temps, une identification commune de la dépendance à la vitesse et à la température du comportement en cisaillement est réalisée, afin d'obtenir une valeur plus "physique" pour le module cisaillement asymptotique. Pour cela, il est nécessaire d'identifier simultanément 9 paramètres :  $G_{12}$ ,  $n_c^{dyna}$ ,  $n_0^{dyna}$ ,  $n_c^{stat}$ ,  $n_0^{stat}$ ,

- 4 courbes d'essais dynamiques : 2 m.s<sup>-1</sup>, 1 m.s<sup>-1</sup>, 500 mm.min<sup>-1</sup> et 5 mm.min<sup>-1</sup>
- 1 courbe de fluage
- 2 courbes d'essais dynamiques à  $-100\,^{\circ}\text{C}: 0.02~\text{m.s}^{-1}$  et  $0.5~\text{m.s}^{-1}$

Pour cette optimisation qui porte sur un grand nombre de paramètres, il est nécessaire de choisir prudemment les valeurs initiales de ceux-ci afin d'éviter la convergence vers des solutions "non physiques".

Dans un second temps, l'identification du comportement visco-élastique transverse est réalisée comme précédemment sur deux essais dynamiques, à 1 m.s<sup>-1</sup> et à 5 mm.min<sup>-1</sup>, et sur un essai de fluage. Cette seconde optimisation permet de déterminer les valeurs des paramètres  $E_{22}$  et  $\beta_{22}$ .

Les différentes valeurs des paramètres du modèle bi-spectral avec prise en compte des CRC, obtenues pour cette identification sont regroupées dans le Tableau 5.6. On constate une modification importante des paramètres du modèle visco-élastique. Tout d'abord, la valeur du module de cisaillement asymptotique diminue fortement pour atteindre 7725 MPa, valeur qui est plus proche du module le plus élevé constaté lors des essais (6895 MPa pour les essais à -100 °C et à  $0.5 \text{ m.s}^{-1}$ ). Cette diminution du module asymptotique s'accompagne d'une modification du spectre dynamique et du coefficient d'effets visqueux en cisaillement  $\beta_{66}$ . En ce qui concerne la modification du spectre, tous les mécanismes visqueux qui étaient responsable de la décroissance du module de cisaillement apparent entre 11214 MPa et 7725 MPa ne sont plus nécessaires et sont donc éliminés lors de cette nouvelle identification où le module asymptotique diminue. Cette diminution explique également la valeur plus faible du coefficient d'effets visqueux en cisaillement. Le même constat est réalisé pour le comportement transverse, avec une diminution du module asymptotique et du coefficient d'effets visqueux.

$G_{12}$	$n_c^{dyna}$	$n_0^{dyna}$	$n_c^{stat}$	$n_0^{stat}$	$\beta_{66}$	$\gamma$	n	$E_{22}$	$\beta_{22}$	k
7725 MPa	-7	6,92	3,94	1,55	0,54	1,59	1,54	$11670~\mathrm{MPa}$	0,16	2892 K

Tableau 5.6: Résultats obtenus avec la nouvelle stratégie d'identification du comportement visco-élastique en cisaillement et transverse pour un stratifié T700GC/M21 pour le modèle avec un bi-spectre gaussien dépendant de la température par la méthode séquentielle

Afin de clarifier l'analyse des résultats obtenus avec le modèle ainsi identifié, celle-ci est décomposée en deux parties, avec tout d'abord, l'analyse des résultats vis-à-vis de la dépendance à la vitesse, puis ceux vis-à-vis de la dépendance à la température.

#### 5.5.1 Analyse de la dépendance à la vitesse

En ce qui concerne la dépendance à la vitesse, comme le montre les Figures 5.9 et 5.10, ainsi que les Tableaux 5.7 et 5.8, les résultats de l'identification sont aussi satisfaisants que ceux obtenus au chapitre précédent. Pour les essais dynamiques, l'erreur moyenne maximale est de 5% et l'erreur maximale toujours inférieure à 9%. Il est possible de constater que l'erreur maximale pour les courbes à 2 m.s<sup>-1</sup> et 1 m.s<sup>-1</sup> est beaucoup plus faible pour cette identification que pour les précédentes.

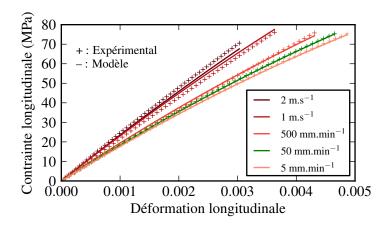


FIGURE 5.9: Comparaison entre les résultats expérimentaux et la réponse du modèle avec un bi-spectre gaussien, CRC et effet de la température, pour des sollicitations dynamiques sur un stratifié T700GC/M21  $[\pm 45^{\circ}]_s$ 

Courbes	$2 \mathrm{\ m.s}^{-1}$	$1 \mathrm{\ m.s}^{-1}$	$500 \text{ mm.min}^{-1}$	$50 \text{ mm.min}^{-1}$	$5 \text{ mm.min}^{-1}$	Fluage
Erreur moyenne	3,99%	$5{,}14\%$	2,58%	$0,\!84\%$	0,97%	1,90%
Erreur maximale	$4{,}18\%$	8,93%	$7{,}17\%$	1,41%	$1,\!55\%$	$22{,}19\%$

Tableau 5.7: Tableau récapitulatif des niveaux d'erreur obtenus pour le comportement en cisaillement du T700GC/M21 lors de la comparaison entre le modèle avec un bispectre gaussien, CRC et effet de la température, et les résultats expérimentaux

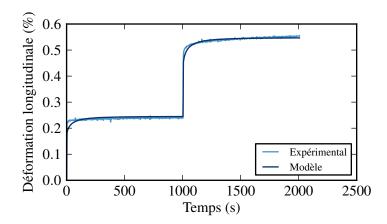


FIGURE 5.10: Comparaison entre les résultats expérimentaux et la réponse du modèle avec un bi-spectre gaussien, CRC et effet de la température, pour un essai de fluage sur un stratifié  $T700GC/M21~[\pm 45^{\circ}]_s$ 

Courbes	$1 \mathrm{\ m.s^{-1}}$	$5 \text{ mm.min}^{-1}$	Fluage
Erreur moyenne	$4,\!81\%$	$6{,}09\%$	3,46%
Erreur maximale	$5{,}53\%$	$11{,}91\%$	$10,\!46\%$

Tableau 5.8: Tableau récapitulatif des niveaux d'erreur obtenus pour le comportement transverse du T700GC/M21 lors de la comparaison entre le modèle avec un bi-spectre gaussien, CRC et effet de la température, et les résultats expérimentaux

Le fait d'introduire dans la procédure d'identification, par l'intermédiaire de l'équivalence temps-température, des essais avec une vitesse équivalente supérieure à 2 m.s<sup>-1</sup> empêche l'algorithme d'optimisation d'aller chercher des modules très élevés. Les résultats en fluage sont également proches de ceux obtenus pour l'identification du chapitre 4. Les courbes pour le comportement transverse ne sont pas tracées, en revanche les niveaux d'erreurs obtenus pour chacune des courbes sont regroupés dans le Tableau 5.8. De nouveau, les résultats de cette identification sont proches de ceux obtenus au chapitre précédent. Le modèle ainsi identifié, qui cette fois tient compte des contraintes résiduelles de cuisson, permet bien la description précise du comportement visco-élastique transverse et en cisaillement du stratifié T700GC/M21.

#### 5.5.2 Analyse de la dépendance à la température

L'identification du paramètre k de l'équation (5.5), réalisée cette fois dans une démarche globale, conduit à une valeur de k=2892 K, qui est finalement assez proche de celle obtenue précédemment. Une représentation 3D des spectres visqueux pour les différentes températures est tracée sur la Figure 5.11. Cette figure montre que le bi-spectre gaussien se décale vers la droite avec une diminution de la température, ce qui correspond bien à un allongement des temps de relaxation des mécanismes visqueux avec la décroissance de la température.

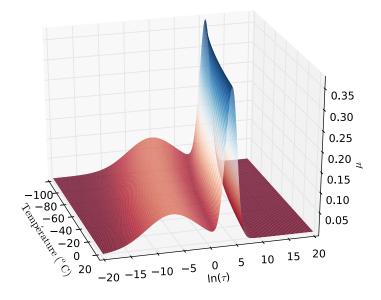


FIGURE 5.11: Représentation 3D du spectre des mécanismes visqueux pour  $k=2892~\mathrm{K}$ 

Une comparaison entre les résultats expérimentaux et le modèle pour les essais à -100 °C est présentée sur la Figure 5.12 et les niveaux d'erreur obtenus pour les différentes courbes sont regroupés dans le Tableau 5.9. Sur cette figure, les courbes qui ont été utilisées pour l'identification globale sont tracées en rouge. Ces courbes montrent que le modèle ainsi identifié permet bien la description de ces deux essais à -100 °C et à différentes vitesses. La courbe verte, qui n'a pas été utilisée pour l'identification du modèle, confirme que le modèle est également prédictif pour une vitesse de sollicitation différente de celles ayant servi à l'identification et pour une température d'environnement de -100 °C. En effet pour cette courbe, l'erreur moyenne est inférieure à 1,5% et l'erreur maximale inférieure à 4%.

Il est également possible de comparer les résultats expérimentaux à la réponse du modèle pour une température qui n'a pas été utilisée pour l'identification du modèle. Les courbes de la Figure 5.13 permettent donc de qualifier la prédictivité vis-à-vis de la température et de la vitesse.

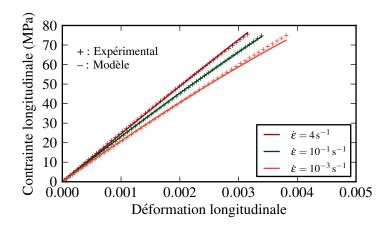


FIGURE 5.12: Comparaison entre les résultats expérimentaux et la réponse du modèle complet pour des sollicitations dynamiques à -100 °C sur un stratifié  $[\pm 45^{\circ}]_s$  de T700GC/M21

Courbes	$\dot{\varepsilon} = 4 \; \mathrm{s}^{-1}$	$\dot{\varepsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$	$\dot{\varepsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$
Erreur moyenne	0,76%	0,51%	1,39%
Erreur maximale	$1{,}89\%$	$1{,}21\%$	$3{,}24\%$

Tableau 5.9: Tableau récapitulatif des niveaux d'erreur obtenus lors de la comparaison entre le modèle complet et les résultats expérimentaux pour une température d'environnement de -100  $^{\circ}$ C sur un stratifié T700GC/M21

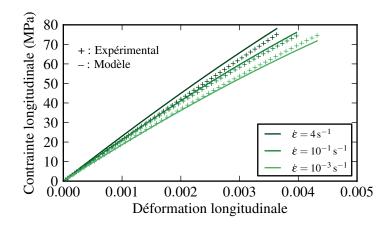


FIGURE 5.13: Comparaison entre les résultats expérimentaux et la réponse du modèle complet pour des sollicitations dynamiques à -40 °C sur un stratifié  $[\pm 45^{\circ}]_s$  de T700GC/M21

Courbes	$\dot{\varepsilon} = 4 \text{ s}^{-1}$	$\dot{\varepsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$	$\dot{\varepsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$
Erreur moyenne	7,12%	1,77%	2,07%
Erreur maximale	$10,\!45\%$	$2,\!23\%$	$3{,}15\%$

Tableau 5.10: Tableau récapitulatif des niveaux d'erreur obtenus lors de la comparaison entre le modèle complet et les résultats expérimentaux pour une température d'environnement de -40  $^{\circ}\mathrm{C}$  sur un stratifié T700GC/M21

La corrélation entre les essais et le modèle est moins bonne pour la vitesse de  $4~\rm s^{-1}$  que pour les autres vitesses, mais reste tout à fait acceptable. Plusieurs explications à cela peuvent être avancées. D'une part, les résultats expérimentaux pour cette vitesse et cette température étaient les plus dispersés. D'autre part, la convexité de la courbe expérimentale à  $4~\rm s^{-1}$  n'est pas la même que celle pour les vitesses plus faibles, celle-ci étant légèrement inversée. Cette inversion provient sans doute d'un filtrage incomplet de la perturbation des résultats expérimentaux par la résonance du capteur d'effort. Quoiqu'il en soit, pour les vitesses de déformation  $\dot{\varepsilon} = 10^{-1}~\rm s^{-1}$  et  $\dot{\varepsilon} = 10^{-3}~\rm s^{-1}$ , la corrélation entre l'expérience et le modèle est très bonne, avec notamment une erreur moyenne inférieure à 2,5% et une erreur maximale inférieure à 3,5%.

Il est finalement possible d'affirmer que le modèle visco-élastique bi-spectral non linéaire est représentatif et prédictif de l'effet combiné de la vitesse,  $\dot{\varepsilon} \in [10^{-3} \text{ s}^{-1}; 10^2 \text{ s}^{-1}]$ , et de la température,  $T \in [-100\,^{\circ}\text{C}; 20\,^{\circ}\text{C}]$ , grâce à l'introduction d'une dépendance des temps de relaxation à la température sous la forme d'une loi d'Arrhénius.

#### 5.6 Conclusions

Dans ce chapitre, une modélisation de la dépendance à la température du comportement en cisaillement du stratifié T700GC/M21 a été proposée. Dans un premier temps, différentes modélisations visco-élastiques de la dépendance à la température ont été analysées. Cette analyse a abouti au constat que la dépendance à la température dans la majeure partie de ces modèles reposait sur l'introduction d'un paramètre de décalage temporel, permettant d'augmenter le temps de relaxation d'un mécanisme visqueux avec la diminution de la température. Ces méthodes sont classiquement appliquées pour la transition vitreuse, pour laquelle un paramètre de décalage temporel issu de la loi W.L.F. (Williams et al., 1955) est généralement utilisé. Pour les basses températures, et notamment pour la transition  $\beta$ , il est plus classique d'utiliser une loi de type Arrhénius. Nous avons vérifié que pour la résine M21 une telle loi était appropriée pour exprimer la dépendance à la température de la transition  $\beta$ . Il a donc été proposé de modéliser la dépendance à la température du stratifié T700GC/M21 par une loi de type Arrhénius sur les mécanismes visqueux. Il n'est alors nécessaire d'introduire qu'un seul paramètre supplémentaire dans le modèle bi-spectral avec prise en compte des CRC pour décrire la dépendance à la température observée lors des essais. Une identification simultanée de la dépendance à la vitesse et à la température du comportement en cisaillement, suivi d'une identification du comportement transverse, a alors été réalisée et le modèle ainsi identifié s'avère finalement représentatif et prédictif de la dépendance à la température et la vitesse du stratifié T700GC/M21 sur toute la gamme de vitesses et de températures étudiée dans ce travail de thèse.

Les essais dynamiques à différentes températures sont coûteux et ne peuvent donc être réalisés que pour quelques températures particulières. En revanche, les essais DMA permettent de caractériser le comportement visco-élastique d'un stratifié sur une large gamme de températures avec une éprouvette unique. Une réduction drastique du nombre d'essais nécessaires à l'identification du modèle pourrait être obtenue si elle était réalisée sur des essais DMA à différentes fréquences. Une telle identification n'est pas envisageable pour le moment du fait de la faible performance de ces essais sur le stratifié. Une illustration des possibilités d'une telle démarche est disponible en Annexe B, où une méthode d'identification du paramètre k à l'aide des essais DMA sur les éprouvettes  $[90]_8$  de stratifié T700GC/M21 est brièvement étudiée.

## Conclusions et perspectives

La problématique de ces travaux porte sur la caractérisation et la modélisation de la dépendance à la vitesse et à la température du comportement des matériaux composites stratifiés à matrice organique et plus particulièrement du T700GC/M21. L'un des objectifs est de mieux comprendre, puis de proposer un modèle "unifié" de comportement représentatif sur une large gamme de vitesses et de températures, si possible ne reposant pas sur l'écriture d'un nouveau modèle mais sur l'extension d'un modèle existant à une gamme de vitesses et de températures plus large.

Tout d'abord, l'analyse des différents résultats expérimentaux de la littérature a permis de mettre en évidence des contradictions dans les résultats concernant notamment la dépendance à la vitesse du comportement de ce type de matériaux. Ces résultats ont également montré qu'il n'était pas possible de construire une base de données cohérente, principalement à cause de l'influence de la géométrie des éprouvettes sur les résultats expérimentaux obtenus. Il a donc été nécessaire de caractériser sur une large gamme de vitesses et de températures le comportement d'un composite à matrice organique, ici le T700GC/M21, afin de pouvoir constituer une base de donnée permettant l'identification et la validation d'un modèle "unifié". L'analyse des différents modèles de comportement existants dans la littérature nous a ensuite permis de mettre en évidence le fait qu'il existait actuellement un grand nombre de modèles permettant de décrire le comportement d'un composite stratifié à matrice organique. En revanche, tous ces modèles sont dédiés à une gamme de vitesses et de températures spécifique, et aucun d'entre eux n'est représentatif du comportement pour des sollicitations allant du fluage à la dynamique. Il en va de même pour les modèles avec prise en compte de la température, qui se limitent bien souvent à l'introduction des contraintes résiduelles de cuisson et à l'identification de fonctions empiriques permettant de décrire une dépendance des paramètres du modèle à la température, mais sans justification physique pour le choix de ces fonctions. Les travaux de cette thèse ont donc comporté un volet expérimental, de compréhension et de caractérisation de la dépendance à la vitesse et à la température, ainsi qu'un volet de modélisation de ces dépendances.

D'un point de vue expérimental, un travail de validation de la géométrie des éprouvettes de caractérisation utilisées dans ces travaux a été réalisé. Il a notamment permis de formuler un critère sur la géométrie dans le plan des éprouvettes pour la réalisation d'essais sur vérins dynamiques permettant d'obtenir un comportement visco-élastique cohérent avec celui obtenu sur les éprouvettes normalisées en quasi-statique. Lors de la campagne de caractérisation du comportement dynamique du T700GC/M21, une analyse de l'extension aux essais dynamiques des formules de détermination des grandeurs élastiques préconisées par les normes quasi-statiques a été effectuée, mettant en évidence qu'une application en l'état n'était pas judicieuse, compte tenu de certaines évolutions du comportement avec la vitesse. Une partie de ces travaux peut donc être perçue comme un premier pas vers une pré-normalisation des essais de caractérisation dynamique des composites stratifiés à matrice organique.

Les géométries validées lors de cette étude ont ensuite été utilisées pour la réalisation d'une

campagne de caractérisation dynamique du comportement visco-élastique du T700GC/M21 dans la direction transverse et en cisaillement, ainsi que pour la réalisation d'essais de fluage à paliers multiples. Pour la direction transverse, ces essais ont mis en évidence un comportement visco-élastique faible, sans doute masqué par la dispersion généralement plus importante des résultats d'essais en dynamique qu'en statique. En revanche, le comportement en cisaillement présente une dépendance forte à la vitesse de déformation, avec notamment un accroissement de 45% du module apparent de cisaillement pour une augmentation de la vitesse de déformation de  $10^{-3}$  s<sup>-1</sup> à 50 s<sup>-1</sup>. De plus, cette accroissement exhibe un effet de seuil aux environs de 10 s<sup>-1</sup> : pour les vitesses supérieures à ce seuil, l'accroissement du module avec la vitesse devient plus important.

Ces travaux ont ensuite été complétés par une campagne de caractérisation de l'influence de la température sur le comportement du T700GC/M21. Tout d'abord, la variation de la température d'une éprouvette de stratifié T700GC/M21 [ $\pm 45^{\circ}$ ]<sub>s</sub> lors d'essais dynamiques a été mesurée à l'aide d'une caméra infrarouge. Pour les deux vitesses testées, la variation relative de température s'est avérée comprise entre [-0,11 °C; 0,3 °C] jusqu'aux instants précédant la rupture. La variation de température du matériau induite par la sollicitation mécanique est donc négligeable au regard de la plage de température de  $[-100\,^{\circ}\mathrm{C}\,;\,20\,^{\circ}\mathrm{C}]$  et de la gamme de vitesses étudiée dans nos travaux. Des essais de traction à différentes vitesses ont alors été réalisés pour différentes températures d'environnement (-40 °C et -100 °C). Les conclusions de ces essais furent que pour une vitesse de déformation donnée, la diminution de la température entraînait une rigidification du matériau. On observe par exemple un accroissement du module de cisaillement de 22% pour un passage de la température ambiante à -100 °C pour une vitesse de déformation de  $10^{-3}$  s<sup>-1</sup>. On constate donc un effet analogue entre la diminution de la température et l'augmentation de la vitesse sur le comportement du stratifié. En revanche, l'évolution du module de cisaillement avec la température n'est pas linéaire, un accroissement plus important étant constaté lors du passage de -40 °C à -100 °C que lors du passage de l'ambiante à -40 °C. Des essais DMA, réalisés sur le stratifié T700GC/M21 et la résine M21 pure pour améliorer la compréhension de ces phénomènes, ont mis en évidence des transitions communes, la transition  $\alpha$ , classiquement associée à la transition vitreuse, et la transition  $\beta$ . La transition  $\alpha$  est apparue pour une température plus basse pour le stratifié que pour la résine pure, ce qui traduit sans doute des niveaux de réticulation différents entre les deux systèmes. En revanche, la température de transition  $\beta$  n'a pas semblé affectée par cette différence. Compte tenu de ces résultats, la non-linéarité de l'évolution du module avec la température a été justifiée par le passage de la transition  $\beta$  aux environs de -70 °C. Pour des températures inférieures à cette transition, des degrés de liberté de la macromolécule sont bloqués, dans le cas de cette transition ce sont les rotations de courts segments de la chaîne autour de son axe qui ne sont plus possibles, ce qui entraîne un accroissement notable de la rigidité du matériau.

D'un point de vue modélisation, au terme d'une analyse bibliographique, il a été choisi d'enrichir un modèle mésoscopique avec une description visco-élastique spectrale non linéaire du comportement du pli T700GC/M21. Il a été montré que lorsque ce modèle était identifié uniquement sur des essais à basse vitesse, il n'était pas représentatif pour des essais dynamiques et inversement, que l'identification de celui-ci sur des essais dynamiques entraînait une perte de représentativité pour les essais à basse vitesse. L'identification simultanée sur les deux types d'essais ne permettait pas d'obtenir un modèle précis sur toute la gamme de vitesse. Une réécriture de ce modèle a alors été proposée en se basant sur les résultats des essais dynamiques. Un effet de seuil ayant été constaté lors de ces essais, nous avons choisi d'introduire un bi-spectre gaussien pour la description des mécanismes visqueux, ce qui permet de rendre compte des deux groupes de mécanismes : un groupe pour les basses vitesses et un groupe pour les hautes vitesses. Cette formulation bi-spectrale a été identifiée avec succès et s'est avérée prédictive dans la gamme de

vitesse pour laquelle elle avait été identifiée.

Afin de rendre compte de l'influence de la température sur le comportement, un terme permettant de rendre compte des contraintes résiduelles de cuisson dans le pli a préalablement été introduit dans la loi de comportement mésoscopique du T700GC/M21 précédemment développée. Cette amélioration n'a pas permis de rendre compte des différences de comportement observées lors des essais à basse température. Après avoir vérifié que la variation de la température du matériau au cours des essais était négligeable, nous avons choisi d'introduire dans le modèle une dépendance explicite à la température, ne portant que sur la température d'environnement. Pour ce faire, en se basant sur les équivalences temps-température classiquement admises pour les matériaux polymères, un effet de décalage temporel des mécanismes visqueux avec la température d'environnement, sous la forme d'une loi de type Arrhénius, a été introduit dans le modèle après en avoir vérifié la pertinence sur les essais DMA réalisés sur la résine M21 pure. L'introduction d'une telle dépendance dans le modèle a nécessité l'identification d'un seul paramètre supplémentaire. Une démarche globale d'identification de la dépendance à la vitesse et à la température a été mis en œuvre et le modèle ainsi identifié s'est avéré représentatif du comportement du stratifié T700GC/M21 sur une large gamme de vitesses de déformation, allant d'environ 100 s<sup>-1</sup> pour les essais dynamiques à 10<sup>-6</sup> s<sup>-1</sup> pour les essais de fluage, et pour des températures allant de -100 °C à l'ambiante.

La poursuite de ces travaux peut-être envisagée suivant plusieurs axes. Tout d'abord, un enrichissement de la base de données expérimentale pourrait être envisagé avec la réalisation d'autres essais permettant la validation complète du modèle :

- des essais de traction aux barres d'Hopkinson, à température ambiante et à basse température, permettraient d'affiner la valeur asymptotique du module de cisaillement et de vérifier la prédictivité du modèle pour des vitesses supérieures à 100 s<sup>-1</sup>.
- des essais de fluage à basse température permettraient de vérifier la prédictivité du modèle aux très basses vitesses.

D'autre part, une campagne expérimentale de caractérisation du comportement à haute température pourrait permettre une extension du modèle aux températures supérieures à l'ambiante, avec un décalage temporel suivant par exemple une loi WLF qui d'après la littérature est plus adaptée pour cette gamme de température.

Parmi les perspectives à plus long terme, l'extension à cette large gamme de vitesses et de températures des autres éléments du modèle OPFM peut-être envisagée. Cela concerne la prise en compte de l'influence de la vitesse et de la température sur les critères de rupture et sur les lois de dégradation des propriétés mécaniques du pli. De tels modèles nécessitent de caractériser finement ce que l'on pourra appeler le visco-dommage, c'est à dire l'influence que peut avoir le comportement visco-élastique sur l'endommagement et inversement. Pour atteindre de tels objectifs des développements expérimentaux sont nécessaires, afin de permettre, par exemple, la réalisation d'essais dynamiques interrompus pour connaître l'évolution de l'endommagement avec le niveau de chargement à différentes vitesses et pour différentes températures. Enfin, il est également possible d'envisager l'extension de ces travaux à d'autres composites stratifiés à matrice organique, mais également à d'autres types de composites à matrice organique tels que les composites tissés 2D ou 3D.

## Annexe A

#### Pin-jointed-net model

La modélisation du composite avant cuisson lors des essais de type "bias tests" repose sur le modèle "pin-jointed-net" (PJN) (Potter, 1979), qui considère des torons inextensibles et non flexibles qui sont liés entre eux à chacune des intersections du tissage. Dans ce cas, les torons présentent uniquement un mouvement de rotation les uns par rapport aux autres au niveau des intersections. Ce modèle a été comparé avec succès à des résultats expérimentaux sur les composites tissés 2D (Potluri et al., 2006) et des préimprégnés d'unidirectionel (Potter, 2002).

Nous avons vu dans le paragraphe 2.3.1 que la déformation de l'éprouvette lors de ces essais pouvait être idéalisée en 3 zones (voir Figure 2.9). Dans la troisième zone, la déformation longitudinale  $\varepsilon_l$  et la déformation transversale  $\varepsilon_t$  peuvent être calculées à l'aide de l'angle entre les torons à l'aide du modèle PJN :

$$\varepsilon_l = \frac{\cos \alpha}{\cos \alpha_i} - 1 \quad \text{et} \quad \varepsilon_t = \frac{\sin \alpha}{\sin \alpha_i} - 1$$
(6)

avec  $\alpha$  l'angle entre les torons et  $\alpha_i$  l'angle initial entre les torons. Il est possible de comparer, les résultats expérimentaux, par exemple pour les éprouvettes dynamiques, et les résultats du modèle PJN. Cette comparaison est réalisée sur la Figure 14.

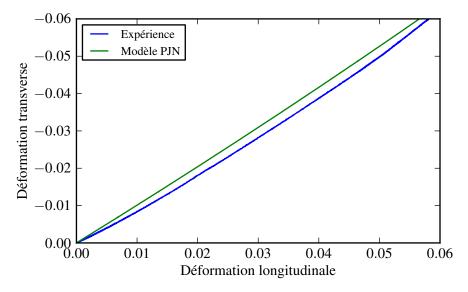
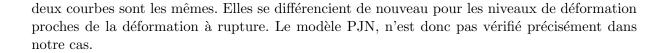


FIGURE 14: Comparaison entre les résultats expérimentaux et les résultats prédit par le modèle PJN pour les essais sur la géométrie dynamique

Pour les faibles niveaux de déformation, en dessous de 1%, les résultats expérimentaux et le modèle sont en désaccord. Mais pour des niveaux de déformation supérieurs à 1%, les pentes des



## Annexe B

#### Vers une identification sur les essais DMA

Les essais DMA présentent l'avantage de permettre la caractérisation du comportement viscoélastique d'un matériau sur large gamme de températures avec une seule éprouvette. La réalisation de ces essais à différentes fréquences permet également d'obtenir des informations sur la dépendance à la vitesse. L'identification du modèle à l'aide d'essais DMA pourrait donc permettre une réduction du nombre d'essais nécessaires à l'obtention de tous les paramètres du modèle. Une telle démarche ne peut actuellement pas être mise en œuvre, du fait de l'absence de ces essais sur le stratifié T700GC/M21. Nous allons tout de même illustrer les possibilités d'une telle démarche en évaluant une méthode d'identification du paramètre k à l'aide des essais DMA sur les éprouvettes  $[90]_8$  de stratifié T700GC/M21.

Tout d'abord, quelques hypothèses doivent être formulées afin de répondre à la question : comment utiliser un essai DMA à la fréquence de 1 Hz pour identifier le paramètre k de la loi d'Arrhénius? Dans le cas où des essais à différentes fréquences seraient disponibles, une analyse similaire à celle conduite précédemment pour la résine M21 doit permettre d'obtenir la valeur du paramètre k (cf paragraphe 5.2). Dans notre cas, les essais DMA sur les éprouvettes [90] $_8$  de stratifié T700GC/M21 ont été réalisés uniquement à la fréquence de 1 Hz, il est donc nécessaire d'identifier ce paramètre directement sur les courbes issues de l'essai.

Deng et al. (2007) ont montré que pour des essais DMA de flexion 3 points, sur deux résines époxy différentes (RTM6 et Araldite-F), l'évolution du module réel avec la température est similaire à celle du module de flexion obtenue lors d'essais mécaniques sur machines conventionnelles à différentes températures à condition de recaler cette courbe. Le recalage peut être effectué en utilisant par exemple la valeur du module de flexion à l'ambiante obtenue sur machine conventionnelle. En extrapolant ce résultat à nos essais, il est possible de considérer qu'en recalant l'essai DMA à l'aide d'un essai à température ambiante, la courbe du module réel donne accès à l'évolution du module longitudinal de l'éprouvette [90]<sub>8</sub> pour des températures allant de -120 °C à 260 °C. L'objectif ici étant d'identifier le paramètre d'arrhénius du modèle bi-spectral, le recalage de la courbe va être effectué à l'aide de la valeur du module longitudinal exhibé par le modèle à l'ambiante pour la vitesse de l'essai DMA pour le stratifié [90]<sub>8</sub> de T700GC/M21. Pour cela, il est nécessaire d'estimer la vitesse de déformation du matériau lors d'un essai DMA. Dans leurs travaux sur la modélisation du comportement des polymères vitreux sur une large gamme de vitesses de déformation, Mulliken et Boyce (2006) considèrent que la fréquence d'un essai DMA peut-être transformée en vitesse de déformation à l'aide de la formule suivante :

$$\dot{\varepsilon} = \frac{\frac{d_0}{l_g}}{\frac{1}{4}\frac{1}{\omega}} = 3,69.10^{-3} \text{ s}^{-1} \tag{7}$$

avec  $d_0$  l'amplitude du déplacement,  $l_g$  la longueur de la zone utile de l'éprouvette et  $\omega$  la pulsation de l'essai. Pour construire cette formule, les auteurs considèrent que le premier quart du signal sinusoïdal peut-être approximé par une droite. Dans le cadre de nos essais, cette formule conduit à une vitesse de déformation d'environ 3,69.10<sup>-3</sup> s<sup>-1</sup>. Cette première approximation est

suffisante pour la suite, puisque la courbe du module réel va être recalé à l'ambiante avec la valeur du module longitudinal exhibée par le modèle à l'ambiante pour cette vitesse (lors de l'identification seule la température va varier). L'objectif de cette formule est donc de connaître l'ordre de grandeur de la vitesse.

L'identification du paramètre k va donc être réalisée sur la courbe recalée du module réel pour des températures allant de -110 °C à 25 °C. L'évolution du module réel (non recalé) en fonction de la température est tracée sur la Figure 15 uniquement pour les températures ciblées lors de cette identification. On constate que les courbes bleu et verte présentent un comportement proche, avec une décroissance plus ou moins marquée du module réel avec l'accroissement de la température. En revanche, la courbe tracée en rouge présente un léger accroissement de la valeur du module réel avec l'augmentation de la température entre -20 °C et 25 °C. Ce comportement inattendu et qui diffère des deux autres correspond sans doute à un biais expérimental pour ces températures et cette éprouvette. Par conséquent, cette courbe ne sera pas utilisée dans le cadre de la procédure d'identification de la dépendance à la température.

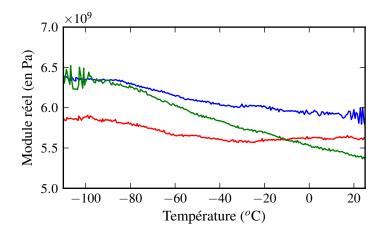


FIGURE 15: Evolution du module réel en fonction de la température pour un essai DMA sur un stratifié  $[90]_8$  de T700GC/M21 (pour l'intégralité des courbes voir Figure 3.27)

L'identification est réalisée en comparant la valeur du module apparant obtenue avec le modèle pour un essai à 3,69.10<sup>-3</sup> s<sup>-1</sup> à différentes températures et les courbes du module réel recalé. On suppose de plus pour cette identification que tous les autres paramètres du modèle sont connus. Dans la suite, les paramètres choisis sont ceux obtenus précédemment (voir Tableau 5.6). On notera tout de même que des résultats similaires sont obtenus en utilisant les paramètres identifiés au chapitre 4 compte tenu de la vitesse de déformation estimée des essais DMA, qui est bien inférieure aux vitesses qui nous ont permis de remettre en cause cette identification dans ce chapitre.

Lorsque l'identification est réalisée avec la courbe bleu, une valeur de 2149 K est obtenue pour k, alors que pour la courbe verte, on obtient k=3879 K. Ces résultats sont cohérents vis à vis des données expérimentales, puisque la courbe verte présente une dépendance à la température plus marquée, il est logique d'obtenir une valeur de k plus élevée. On constate de plus que ces deux valeurs encadrent la valeur de k obtenue précédemment, c'est à dire 2892 K. Cette encadrement est illustré sur la Figure 16, sur laquelle la réponse du modèle est tracée pour un essai à -100 °C et une vitesse de  $\dot{\varepsilon} = 10^{-1}$  s<sup>-1</sup> et est comparée aux résultats expérimentaux.

Ces résultats illustrent bien les possibilités qu'offrent les essais DMA. En revanche, une identification fine du modèle sur ce type d'essais passe par la réalisation d'essais répétitif sur le stratifié et donc par l'utilisation d'une machine plus rigide munie de mors permettant un bon maintien de l'éprouvette.

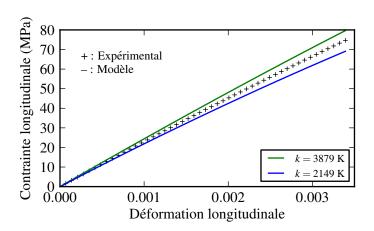


FIGURE 16: Comparaison entre les résultats expérimentaux et la réponse du modèle pour les deux valeurs de k pour un essais dynamiques ( $\dot{\varepsilon}=10^{-1}~\rm s^{-1}$ ) à -100 °C sur un stratifié  $[\pm 45^{\circ}]_s$  de T700GC/M21

# Bibliographie

- LS-DYNA Keyword user manual (update). Livermore software technology corporation, September 2004. (Cité page 29.)
- E. Abisset, F. Daghia et P. Ladevèze: On the validation of a damage mesomodel for laminated composites by means of open-hole tensile tests on quasi-isotropic laminates. *Composites:* Part A, 42:1515–1524, 2011. (Cité pages 30 et 31.)
- E. ABISSET: Un mésomodèle d'endommagement des composites stratifiés pour le virtual testing : Identification et validation. Thèse de doctorat, Ecole Normale Supérieure de Cachan, 2012. (Cité page 8.)
- AITM 1-0002 :1998 : Fibre Reinforced Plastics. Determination of in plane shear properties (±45 tensile test). Airbus Industrie Test Method (AITM). (Cité pages 41, 44, 54, 55, 77 et 99.)
- O. Allix, P. Feissel et P. Thévenet: A delay damage mesomodel of laminates under dynamic loading: basic aspects and identification issues. *Computers & Structures*, 81(12):1177–1191, 2003. (Cité page 32.)
- O. Allix, N. Bahlouli, C. Cluzel et L. Perret: Modelling and identification of temperature dependent mechanical behaviour of the elementary ply in carbon/epoxy laminates. *Composites Science and Technology*, 56:883–888, 1996. (Cité pages 1, 29 et 32.)
- M. Anghileri, L.-M. L. Castelletti, F. Invernizzi et M. Mascheroni : Birdstrike onto the composite intake of a turbofan engine. *In 5th European LS-DYNA Users Conference*, 2005. Birmingham. (Cité page 29.)
- D. Balageas, A. Deom et D. Boscher: Characterization and nondestructive testing of carbon-epoxy composites by a pulsed photothermal method. *Materials evaluation*, 45(4):461–465, 1987. (Cité page 65.)
- C. Barrere et F. Dal Maso: Résines époxy réticulées par des polyamines: structure et propriétés. Oil & Gas Science and Technology, 52(3):317–335, 1997. (Cité page 86.)
- J. Berthe, M. Brieu et E. Deletombe: Improved viscoelastic model for laminate composite under static and dynamic loadings. *Journal of Composite Materials*, 47(14):1717–1727, 2013. (Cité page 103.)
- B. Berthel: Mesures thermographiques de champs de dissipation accompagnant la fatigue à grand nombre de cycles des aciers. Thèse de doctorat, Université Montpellier II, 2007. (Cité pages 67, 69 et 71.)
- J.-M. Berthelot: Matériaux Composites: Comportement mécanique et analyse des structures, vol. 3. Lavoisier, 1999. (Cité page 7.)

- Q. BING et C. Sun: Modeling and testing strain rate-dependent compressive strength of carbon/epoxy composites. *Composites Science and Technology*, 65:2481–2491, 2005. (Cité page 18.)
- L. BODELOT: Etude couplée des champs cinématiques et thermiques à l'échelle de la microstructure des matériaux métalliques. Thèse de doctorat, Université des Sciences et Technologies de Lille I, 2008. (Cité pages 65, 67, 69 et 71.)
- BS EN 2561:1995: Carbon fibre reinforced plastics Unidirectional laminates Tensile test parallel to the fibre direction. British standard aerospace series. (Cité page 38.)
- N. Carrère, F. Laurin et J.-F. Maire: Micromechanical based hybrid damage failure approach for strength predictions of composite structures. *Journal of Composite Materials*, 46 (19-20):2389–2415, 2012. (Cité pages 1, 32 et 93.)
- N. Carrère, F. Laurin et J.-F. Maire: Micromechanical based hybrid damage failure approach for strength predictions of composite structures Part B: Comparison with experimental data. *Journal of Composite Materials*, 47(6-7):743–762, 2013. (Cité page 93.)
- J. Cavaillé : Polymères amorphes. Transition vitreuse. Propriétés viscoélastiques linéaires et non linéaire. In Ecole de mécanique des matériaux Aussois 2008, 2008. (Cité page 125.)
- I. Daniel et J. Abot: Fabrication, testing and analysis of composite sandwich beams. *Composites Science and Technology*, 60:2455–2463, 2000. (Cité page 13.)
- I. Daniel, J. Cho, B. Werner et J. Fenner: Characterization and constitutive modeling of composite materials under static and dynamic loading. *AIAA journal*, 49(8):1658–1664, 2011a. (Cité page 19.)
- I. Daniel, R. Labedz et T. Liber: New method for testing composites at very high strain rates. *Experimental Mechanics*, 21(2):71–77, 1981. (Cité page 18.)
- I. Daniel, B. Werner et J. Fenner : Strain-rate-dependent failure criteria for composites. Composites Science and Technology, 71:357–364, 2011b. (Cité page 32.)
- A. DE LA ROSA, H. L. et C. J. Y.: Secondary relaxations in poly(allyl-alcohol), PAA, and poly(vinyl alcohol), PVA. Part I. Mechanical relaxations compared with mechanical behavior of cellulose and dextran in the presence of polar solvent. *Polymer*, 41(20):7547–7557, 2000. (Cité page 125.)
- E. Deletombe, D. Delsart, A. Johnson et D. Kohlgruber: Composite helicopter structural crashworthiness. *In First ONERA/DLR Aerospace Symposium, Paris, June 21–24*, 1999. (Cité page 32.)
- E. Deletombe, D. Delsart et A. Johnson : Composite helicopter structural crashworthiness ONERA/DLR 2nd year progress report. Rap. tech., ONERA, 1997. (Cité pages 1, 15 et 19.)
- D. Delsart, E. Deletombe, D. Kohlgrueber et A. Johnson: Development of numerical tools for the crash prediction of composite helicopter structures. *In 56th AHS Forum*, 2000. (Cité page 26.)
- D. DELSART: Composite helicopter structural crashworthiness ONERA/DLR cooperation II 1st year progress report. Rap. tech. RT 99/52 DMSE/Y, ONERA, 1999. (Cité pages 2, 9, 19, 20, 21, 24 et 45.)

- S. Deng, M. Hou et L. Ye: Temperature-dependent elastic moduli of epoxies measured by dma and their correlations to mechanical testing data. *Polymer testing*, 26:803–813, 2007. (Cité page 141.)
- J. Dulieu-Barton et P. Stanley: Applications of thermoelastic stress analysis to composite materials. *Strain*, 35(2):41–48, 1999. (Cité page 65.)
- N. Feld: Vers un pont micro-méso de la rupture en compression des composites stratifiés. Thèse de doctorat, Ecole Normale Supérieure de Cachan, 2011. (Cité page 13.)
- B. FIEDLER, T. HOBBIEBRUNKEN, M. HOJO et K. SCHULTE: Influence of stress state and temperature on the strength of epoxy resins. *In 11th International Conference on Fracture (ICF 11), Turin, Italy: on CD*, 2005. (Cité page 12.)
- B. Fiedler, M. Hojo, S. Ochiai, K.Schulte et M.Ando: Failure behavior of an epoxy matrix under different kinds of static loading. *Composites Science and Technology*, 61:1615–1624, 2001. (Cité page 10.)
- G. Gaussorgues : La thermographie infrarouge : principes-technologies-applications. Technique et Documentation Lavoisier, 1989. (Cité page 65.)
- A. GILAT, R. GOLDBERG et G. ROBERTS: Experimental study of strain-rate-dependent behavior of carbon/epoxy composite. *Composites Science and Technology*, 62:1469–1476, 2002. (Cité pages 11, 14, 18 et 19.)
- T. Gomez-del Rio, E. Barbero, R. Zaera et C. Navarro: Dynamic tensile behaviour at low temperature of CFRP using split hopkinson pressure bar. *Composites Science and Technology*, 65:61–71, 2005. (Cité pages 16, 22 et 23.)
- T. Gomez-del Rio, R. Zaera et C. Navarro: Prediction of the effect of temperature on impact damage in carbon/epoxy laminates. J. Phys. IV France, 110:699–704, 2003. (Cité page 23.)
- C. Gonzales et J. Llorca: Mechanical behavior of unidirectional fiber-reinforced polymers under transverse compression: Microscopic mechanisms and modeling. *Composites Science and Technology*, 67:2795–2806, 2007. (Cité page 14.)
- A. Hamouda et M. Hashmi: Testing of composite materials at high rates of strain: advances and challenges. *Journal of Materials Processing Technology*, 77:327–336, 1998. (Cité pages 16 et 17.)
- J. Harding et L. Welsh: A tensile testing technique for fibre-reinforced composites at impact rates of strain. *Journal of Materials Science*, 18:1810–1826, 1983. (Cité pages 16 et 17.)
- Z. Hashin et A. Rotem: A fatigue failure criterion for fiber reinforced materials. *Journal of Composite Materials*, 7:448–464, 1973. (Cité page 31.)
- C. HIEL, A. CARDON et H. BRINSON: The nonlinear viscoelastic response of resin matrix composite laminates. Rap. tech. NASA Contractor Report 3772, NASA, July 1984. (Cité page 29.)
- H. HSIAO et I. DANIEL: Strain rate behavior of composite materials. Composites Part B: Engineering, 29(5):521–533, 1998. (Cité page 18.)
- C. Huchette: Sur la complémentarité des approches expérimentales et numériques pour la modélisation des mécanismes d'endommagement des composites stratifiés. Thèse de doctorat, Université Paris 6, 2005. (Cité pages 8, 9, 19, 20, 28, 39, 55 et 58.)

- G. Hug: Analyse du comportement de stratifiés carbone/epoxy sous sollicitation rapide. Elaboration par electrothermie dielectrique d'un même materiau pour comparaison. Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure d'Arts et Métiers, 2005. (Cité page 32.)
- ISO 527-5:1997: Plastics Determination of tensile properties Part 5: Test conditions for unidirectional fibre-reinforced plastic composites. International Standard Organisation. (Cité pages 38, 39 et 40.)
- A. Jumahat, C. Soutis, F. Jones et A. Hodzic: Fracture mechanisms and failure analysis of carbon fibre/toughened epoxy composites subjected to compressive loading. *Composite Structures*, 92:295–305, 2010. (Cité page 13.)
- A. Kaddour et M. Hinton: Maturity of 3D failure criteria for fibre-reinforced composites: Comparison between theories and experiments: Part B of WWFE-II. *Journal of Composite Materials*, 47(6-7):925–966, 2013. (Cité page 93.)
- M. Karayaka et H. Sehitoglu: Failure behavior of unidirectional AS4/3501-6 carbon/epoxy laminates. *Journal of Composite Materials*, 30(10):1150–1176, 1996. (Cité page 22.)
- H. Koerber, J. Xavier et P. Camanho: High strain rate characterisation of unidirectional carbon-epoxy IM7-8552 in transverse compression and in-plane shear using digital image correlation. *Mechanics of Materials*, 42(11):1004–1019, 2010. (Cité page 19.)
- H. KORBER: Mechanical Response of Advanced Composites under High Strain Rates. Thèse de doctorat, Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto, 2010. (Cité pages 11 et 18.)
- P. Ladevèze et G. Lubineau: On a damage mesomodel for laminates: micro-meso relationship, possibilities and limits. *Composites Science and Technology*, 61:2149–2158, 2001. (Cité pages 1 et 31.)
- P. Ladevèze, G. Lubineau et D. Marsal: Towards a bridge between the micro- and mesomechanics of delamination for laminated composites. *Composites Science and Technology*, 66:698–712, 2006. (Cité page 31.)
- P. Ladevèze, O. Allix, J.-F. Deü et D. Lévêque: A mesomodel for localisation and damage computation in laminates. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, 183 (1-2):105–122, 2000. (Cité page 32.)
- P. Ladevèze et E. Le Dantec: Damage modelling of the elementary ply for laminated composites. *Composites Science and Technology*, 43:257–267, 1992. (Cité pages 15, 31 et 33.)
- F. Laurin, N. Carrère et J. Maire: A multiscale progressive failure approach for composite laminates based on thermodynamical viscoelastic and damage models. *Composites: Part A*, 38:198–209, 2007. (Cité pages 30 et 31.)
- F. Laurin: Approche multiéchelle des mécanismes de ruine progressive des matériaux stratifiés et analyse de la tenue de structures composites. Thèse de doctorat, Université de Franche-Comté, 2005. (Cité pages 33, 93, 96, 105, 106, 121 et 122.)
- P. LECOMTE-GROSBRAS: Utilisation de la technique de corrélation d'images pour l'étude des effets de bord dans les composites stratifiés. Thèse de doctorat, Ecole Centrale de Lille, 2009. (Cité pages 8, 58 et 102.)
- Y. Lou et R. Schapery: Viscoelastic behavior of a nonlinear fiber reinforced plastic. Rap. tech. AMFL-TR-68-90, PART II, Purdue University, 1969. (Cité pages 29 et 93.)

- A. Lowe: Matrix-dominated tensile behaviour of unidirectional T300/914 and structural modelling of the material. *Journal of Materials Science*, 31:983–993, 1996a. (Cité page 23.)
- A. LOWE: Transverse compressive testing of T300/914. Journal of Materials Science, 31:1005–1011, 1996b. (Cité page 23.)
- P. Maimí, P. Camanho, J. Mayugo et C. Dávila: A continuum damage model for composite laminates: Part I constitutive model. *Mechanics of Materials*, 39:897–908, 2007. (Cité page 30.)
- P. Maimí, P. Camanho, J. Mayugo et A. Turon: Matrix cracking and delamination in laminated composites. part I: Ply constitutive law, first ply failure and onset of delamination. *Mechanics of Materials*, 43(4):169–185, 2011. (Cité page 31.)
- J.-F. MAIRE et J.-L. CHABOCHE: A new formulation of continuum damage mechanics (cdm) for composite materials. *Aerospace Science and Technology*, 1:247–257, 1997. (Cité page 30.)
- J.-F. MAIRE: Etude théorique et expérimentale du comportement de matériaux composites en contraintes planes. Thèse de doctorat, Université de Franche-Comté, 1992. (Cité pages 1, 28 et 93.)
- L. Marcin: Modélisation du comportement, de l'endommagement et de la rupture de matériaux composites à renforts tissés pour le dimensionnement robuste de structures. Thèse de doctorat, Université Bordeaux 1, 2010. (Cité page 15.)
- L. Melin et L. Asp: Effects of strain rate on the transverse tension properties of carbon/epoxy composite: studied by moiré photography. *Composites Part A*, 30(3):305–316, 1999. (Cité page 18.)
- K. P. Menard: Dynamic Mechanical Analysis: a practical introduction. CRC Press, 2008. (Cité page 84.)
- A. Mulliken et M. Boyce: Mechanics of the rate-dependent elastic-plastic deformation of glassy polymers from low to high strain rates. *International journal of solids and structures*, 43:1331–1356, 2006. (Cité page 141.)
- NF EN 2561 :1996 : Plastiques renforcés de fibres de carbone Stratifiés unidirectionnels Essai de traction parallèlement à la direction des fibres. AFNOR. (Cité page 38.)
- NF EN 2597 :1998 : Plastiques renforcés de fibres de carbone Stratifiés unidirectionels. Essais de traction perpendiculairement à la direction des fibres. Association Française de Normalisation (AFNOR). (Cité pages 39, 40 et 49.)
- NF EN ISO 14129 :1998 : Composites plastiques renforcés de fibres Détermination de la réponse contrainte-déformation en cisaillement plan, module et résistance compris, par essai de traction à plus ou moins 45 degrés. AFNOR. (Cité page 41.)
- A. Nowick et B. Berry: Anelastic relaxation in crystalline solids. Materials Science and Technology. 1972. (Cité page 28.)
- D. PAJANI: Thermographie: Principe et mesure. Techniques de l'ingénieur, 2013. (Cité page 65.)
- G. Papanicolaou, S. Zaoutsos et A. Cardon: Further development of a data reduction method for the nonlinear viscoelastic characterization of FRPs. *Composites: Part A*, 30:839–848, 1999. (Cité page 16.)

- C. Paris : Étude et modélisation de la polymérisation dynamique de composites à matrice thermodurcissable. Thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Toulouse (INP Toulouse), 2011. (Cité page 86.)
- L. PEEBLES: Carbon fibres: Structure and mechanical properties. *International Materials Reviews*, 39(2):75–92, 1994. (Cité page 10.)
- F. Pierron: L'essai de cisaillement plan d'Iosipescu: modélisation et méthodologie expérimentale pour les composites. Thèse de doctorat, Université Claude Bernard Lyon 1, 1994. (Cité page 48.)
- G. PITARRESI et U. GALIETTI: A quantitative analysis of the thermoelastic effect in CFRP composite materials. *Strain*, 46(5):446–459, 2010. (Cité page 65.)
- M. Poncelet : Multiaxialité, hétérogénéités intrinsèques et structurales des essais d'autoéchauffement et de fatigue à grand nombre de cycles. Thèse de doctorat, Ecole Normale Supérieure de Cachan, 2007. (Cité pages 66, 67, 69 et 71.)
- P. Potluri, D. Perez Ciurezu et R. Ramgulam: Measurement of meso-scale shear deformation for modelling textile composites. *Composites Part A*, 37(2):303–314, 2006. (Cité pages 45 et 139.)
- K. Potter: The influence of accurate stretch data for reinforcements on the production of complex structural mouldings: Part 1. Deformation of aligned sheets and fabrics. *Composites*, 10(3):161–167, 1979. (Cité page 139.)
- K. Potter: Bias extension measurements on cross-plied unidirectional prepreg. *Composites Part A*, 33(1):63–73, 2002. (Cité pages 45 et 139.)
- A. Puck et H. Schürmann: Failure analysis of FRP laminates by means of physically based phenomenological models. *Composites Science and Technology*, 58:1045–1067, 1998. (Cité page 31.)
- L. RAIMONDO, L. IANNUCCI, P. ROBINSON et P. CURTIS: Modelling of strain rate effects on matrix dominated elastic and failure properties of unidirectional fibre-reinforced polymer-matrix composites. *Composites Science and Technology*, 72:819–827, 2012. (Cité pages 29 et 32.)
- R. Reed et M. Golda: Cryogenic properties of unidirectional composites. *Cryogenics*, 34 (11):909–928, 1994. (Cité page 22.)
- C. Remy-Petipas: Analyse et prévision du comportement à long terme des composites fibres de carbone / matrice organique. Thèse de doctorat, Université de Franche-Comte, 2000. (Cité pages 19, 20, 28 et 93.)
- B. ROSEN: A simple procedure for experimental determination of the longitudinal shear modulus of unidirectional composites. *Journal of Composite Materials*, 6:552–554, 1972. (Cité page 48.)
- H. Ryou, K. Chung et W.-R. Yu: Constitutive modeling of woven composites considering asymmetric/anisotropic, rate dependent, and nonlinear behavior. *Composites Part A*, 38(12): 2500–2510, 2007. (Cité page 32.)
- S. Sambasivam: Thermoelastic stress analysis of laminated composite materials. Thèse de doctorat, University of Southampton, 2009. (Cité pages 65 et 74.)

- C. SAUDER, J. LAMON et R. PAILLER: The tensile behaviour of carbon fibers at high temperatures up to 2400 C. Carbon, 42:715–725, 2004. (Cité page 10.)
- A. Schieffer: Modélisation multiéchelle du comportement mécanique des composites à matrice organique et effets du vieillissement thermique. Thèse de doctorat, Université de Technologie de Troyes, 2003. (Cité pages 1, 11, 19, 20, 28, 31, 58, 87, 93 et 124.)
- P. Soden, M. Hinton et A. Kaddour: Lamina properties, lay-up configurations and loading conditions for a range of fibre-reinforced composite laminates. *Composites Science and Technology*, 58:1011–1022, 1998. (Cité page 14.)
- J. Sturgeon, R. Butt et L. Larke: Creep of carbon fibre reinforced plastics. Rap. tech., DTIC Document, 1976. (Cité page 18.)
- N. TANIGUCHI, T. NISHIWAKI et H. KAWADA: Tensile strength of unidirectional CFRP laminate under high strain rate. *Advanced Composite Materials*, 16(2):167–180, 2007. (Cité pages 18 et 19.)
- S. Thiruppukuzhi et C. Sun: Models for the strain-rate-dependent behavior of polymer composites. *Composites Science and Technology*, 61(1):1–12, 2001. (Cité pages 1 et 32.)
- M. Trovalet : Sur un modèle micro pour le calcul des structures en composites stratifiés. Thèse de doctorat, Ecole Normale Supérieure de Cachan, 2010. (Cité pages 1 et 8.)
- S. Tsai et E. Wu: A general theory of strength for anisotropic material. *Journal of Composite Materials*, 5:58–79, 1971. (Cité page 31.)
- M. Tuttle et H. Brinson: Prediction of the long-term creep compliance of general composite laminates. Experimental Mechanics, 26(1):89–102, 1986. (Cité page 29.)
- L. Vignoud : Evolution des propriétés macroscopiques de deux résines époxydes lors du vieillissement sous irradiation. Thèse de doctorat, INSA Lyon, 2001. (Cité pages 86 et 87.)
- C. Wang, C. Sun et T. Gates: Elastic/viscoplastic behavior of fiber-reinforced thermoplastic composites. *Journal of reinforced plastics and composites*, 15(4):360–377, 1996. (Cité pages 1 et 32.)
- Y. WANG, Y. ZHOU, Y. XIA et S. JEELANI: Statistical analysis on high strain rate tensile strength of T700 carbon fiber. ASME, 2007. (Cité page 10.)
- C. Weeks et C. Sun: Modeling non-linear rate-dependent behavior in fiber reinforced composites. *Composites Science and Technology*, 58:603–611, 1998. (Cité page 32.)
- M. WILLIAMS, R. LANDEL et J. FERRY: The temperature dependence of relaxation mechanisms in amorphous polymers and other glass-forming liquids. *Journal of the American Chemical Society*, 77:3701–3707, 1955. (Cité pages 29, 125 et 134.)
- Y. YEOW, D. MORRIS et H. BRINSON: The time-temperature behavior of a unidirectional graphite/epoxy composite. Rap. tech. VPI-E-78-4, NASA, 1978. (Cité page 29.)
- Y. Zhou, W. Yang, Y. Xia et P. Mallick: An experimental study on the tensile behavior of a unidirectional carbon fiber reinforced aluminum composite at different strain rates. *Materials Science and Engineering*: A, 362(1):112–117, 2003. (Cité page 10.)

### Comportement thermo-visco-élastique des composites CMO - De la statique à la dynamique grande vitesse

Les matériaux composites à matrice organique sont de plus en plus utilisés par l'industrie des transports pour la réalisation d'éléments structuraux. Afin de permettre un dimensionnement optimal de ces structures, il est nécessaire d'améliorer la compréhension et la modélisation du comportement de ces matériaux sur une large gamme de vitesses de sollicitation et de températures d'environnement.

Pour cela, plusieurs campagnes expérimentales ont été réalisées sur le T700GC/M21, un composite stratifié à matrice organique, dans le cadre de ces travaux. Tout d'abord, des essais dynamiques sur un vérin hydraulique, ainsi que des essais de fluage, ont été menés afin de caractériser la dépendance à la vitesse du comportement de ce matériau. Ensuite, la dépendance à la température a été mise en évidence à l'aide d'essais à basse température sur vérin hydraulique, complétés d'essais DMA.

Les résultats de ces essais ont été utilisés afin de justifier physiquement le développement d'un modèle visco-élastique bi-spectral pour la description de la dépendance à la vitesse du T700GC/M21 sur une large gamme de vitesses de déformation. L'influence de la température d'environnement sur le comportement a quant à elle été introduite à l'aide d'une loi d'Arrhénius. Ce modèle thermo-visco-élastique permet finalement de rendre compte du comportement du stratifié T700GC/M21 sur une large gamme de vitesses et de températures.

**Mots clés :** Matériaux composites - Matrice organique - Essais dynamiques - Essais basses températures - Modèle thermo-visco-élastique

# Thermo-visco-elastic behaviour of organic matrix composites - From static to high speed dynamic

Organic matrix composite materials are more and more used in the transportation industry to design strutural components. In order to reach an optimal design, improvements in the understanding and the modelling of the behaviour of these materials under various strain rates and temperatures conditions are required.

Therefore, a campaign of various mechanical tests has been performed on the T700GC/M21 organic matrix composite laminate in this work. On one hand, dynamic tests have been performed using hydraulic jacks, as well as creep tests, to characterise the material strain rate dependency. On the other hand, low temperatures and DMA tests have been performed to exhibit the temperature effect.

Experimental results have been used to physically justify a bi-spectral visco-elactic model which describes the strain rate dependency of T700GC/M21 on a large range of strain rates. Introducing an Arrhenius like law for the viscous mechanisms, the temperature dependency has also been taken into account. The obtained thermo-visco-elastic model finally describes the behaviour of the T700GC/M21 laminate on a large range of strain rates and temperatures.

**Key words :** Composite materials - Organic matrix - Dynamic testing - Low temperature testing - Thermo-visco-elastic model