



HAL
open science

Etude du comportement en fatigue d'un composite à matrice polyamide renforcé d'un tissu de fibres de verre pour application automobile

Amélie Malpot

► **To cite this version:**

Amélie Malpot. Etude du comportement en fatigue d'un composite à matrice polyamide renforcé d'un tissu de fibres de verre pour application automobile. Autre. ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique - Poitiers, 2017. Français. NNT : 2017ESMA0002 . tel-01505589

HAL Id: tel-01505589

<https://theses.hal.science/tel-01505589>

Submitted on 11 Apr 2017

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.

THÈSE

Pour l'obtention du Grade de

DOCTEUR DE L'ÉCOLE NATIONALE SUPÉRIEURE DE MÉCANIQUE ET D'AÉROTECHNIQUE

(Diplôme National – Arrêté du 25 mai 2016)

École Doctorale :
Sciences et Ingénierie en Matériaux, Mécanique, Énergétique et Aéronautique

Secteur de Recherche :
Mécanique des Solides, des Matériaux, des Structures et des Surfaces

Présentée par :

Amélie MALPOT

ÉTUDE DU COMPORTEMENT EN FATIGUE D'UN COMPOSITE À MATRICE POLYAMIDE RENFORCÉ D'UN TISSU DE FIBRES DE VERRE POUR APPLICATION AUTOMOBILE

Directeur de thèse : Fabienne TOUCHARD
Co-encadrant : Sébastien BERGAMO

Soutenue le 2 février 2017
Devant la Commission d'Examen

JURY

A. D'AMORE	Professeur, Seconde Université de Naples, Naples (Italie)	Président
F. JACQUEMIN	Professeur, Université de Nantes, Nantes	Rapporteur
A. THIONNET	Professeur, Mines ParisTech, Evry	Rapporteur
N. GODIN	Maître de conférences, HDR, INSA, Lyon	Examineur
F. TOUCHARD	Chargée de recherche CNRS, HDR, ISAE-ENSMA, Poitiers	Examineur
S. BERGAMO	Ingénieur, Renault, Guyancourt	Examineur

*À mes parents,
À ma sœur,*

“Do or do not. There is no try.”

YODA, THE EMPIRE STRIKES BACK

– REMERCIEMENTS –

Ces travaux ont été réalisés dans le cadre d'une collaboration entre la société RENAULT et le Département de Physique et de Mécanique des Matériaux de l'Institut P' (ISAE-ENSMA), bénéficiant également du soutien de l'entreprise DuPont™ et du CETIM (Senlis). J'adresse donc mes remerciements à l'ensemble des partenaires pour leur soutien financier et leur intérêt scientifique.

Je tiens tout d'abord à remercier les membres de mon jury de thèse. Un grand merci à monsieur Alberto D'Amore d'avoir accepté de présider ce jury. Ce fût pour moi un immense honneur de partager mes travaux avec la personne à l'origine du modèle que j'ai utilisé durant ces trois années de thèse. Je remercie également chaleureusement messieurs Alain Thionnet et Frédéric Jacquemin pour m'avoir fait l'honneur d'être mes rapporteurs. Merci également à madame Nathalie Godin d'avoir accepté d'examiner ce travail. Je remercie enfin messieurs Fabrice Giaume et Yves Nadot, et madame Catherine Peyrac pour leur participation à ce jury. Ainsi, je souhaite remercier l'ensemble du jury pour les discussions pertinentes que nous avons pu avoir au cours de la soutenance de thèse.

Mes remerciements vont maintenant à mes encadrants de thèse, Sébastien Bergamo et Fabienne Touchard. Sébastien, merci pour ton accueil au sein de la DEA-TC-A3. J'ai beaucoup apprécié les périodes passées au Technocentre, tant sur le plan humain que scientifique. Je te remercie sincèrement pour ta disponibilité, ton investissement et ton regard critique sur ces travaux. Fabienne, ce fût un véritable plaisir de travailler avec vous durant ces trois années. Je vous remercie pour votre investissement et pour toutes les discussions scientifiques (ou pas !) que nous avons pu avoir.

Je tiens à remercier l'ensemble de l'équipe de la DEA-TC-A3 dont j'ai été membre durant ces trois ans de thèse. Merci pour votre accueil et vos conseils.

J'adresse également un grand merci à toutes les personnes de l'Institut P' qui ont largement contribué à ce que cette thèse soit une expérience inoubliable. Je pense notamment aux I.E., sans

qui le travail de doctorant serait bien plus compliqué ! Un grand merci donc à : Anne-Laure, David, Denis, Guillaume, Florence, Médéric et Florent avec qui j'ai eu la chance de travailler. J'adresse une mention spéciale également à Éliane, Brigitte et Karine. Je vous remercie pour votre aide en toutes circonstances et surtout pour votre bonne humeur ! Je salue également Azdine, Jonathan, Samuel, Yves, Laurence, Sylvie, Catherine, Éric, Damien, ... Merci pour votre bienveillance et ces quelques instants partagés.

J'en arrive maintenant à l'équipe des doctorants du DPMM, sans qui, ces années de thèse auraient été bien moins « licorne et paillettes ». ! Je remercie largement tous mes collègues doctorants qui participent chacun à leur façon à créer une ambiance très agréable dans le labo. Un grand merci donc à Amélie, Émeline, Sélim, François, Bob, l'Annexe, Marina, Nathan, Ravi, Alice, Layla, Julien G., Antonio, Gaëlle, Federico, Paul, Cyril et les autres. Je vous souhaite plein de courage pour la suite, pour ma part je repars du labo avec de très bons souvenirs passés en votre compagnie !

Mes remerciements vont ensuite à ceux que je considère un peu comme le « noyau dur » : Baptiste, Benjamin, Bibé, Élodie, Louis, Marion, Romain et Thibal. Merci à tous pour l'invention du Claquet'Ball, les « Un jour, un topito », les instants culturels de Bibé, les karaokés improvisés, les apéros'bureau, les « trashages » pendant les vacances, les « scotchages » de Louis, les soirées au Moe's, les vacances au ski ou au soleil, et tout le reste. Je tourne une page, mais je suis certaine de vous retrouver dans les prochains chapitres !

Un grand merci aux pinpines d'avoir fait le déplacement : Cécile, Marjo et Victoire. Je suis réellement heureuse de vous avoir eu avec moi pour ce moment si intense ! Vous êtes complètement pinpins !

Je tiens maintenant à remercier ma famille. À ma sœur, merci de m'avoir été présente (depuis toujours !) à chaque étape importante de ma vie. Merci d'avoir toujours su trouver les mots pour m'encourager. Toi aussi, tu es mon roc ! J'en profite pour glisser un petit mot à Denis, la chambre du fond est et restera MON territoire !! À mes parents, un immense merci de m'avoir toujours soutenue et accompagnée dans tout ce que j'ai entrepris. Merci de m'avoir toujours poussée à me dépasser. Merci pour tout.

À Louis, merci d'avoir pris le relais quand les croustilles ne suffisaient plus. Merci d'avoir su me redonner confiance en moi dans les moments de doute. Merci pour ton soutien inconditionnel.

- TABLE DES MATIÈRES -

Introduction Générale	1
Partie I : État de l'Art	7
Chapitre 1 : Les composites tissés.	9
1.1. Introduction.	9
1.2. Généralités sur les composites tissés.	10
1.3. Avantages et inconvénients des composites tissés.	11
1.4. Comportement mécanique des composites tissés en traction monotone.	12
Chapitre 2 : Problématiques en lien avec l'absorption d'eau.	19
2.1. Cinétique de diffusion.	19
2.2. Modifications microstructurales.	23
2.3. Influence sur les propriétés mécaniques sous chargement monotone.	24
Chapitre 3 : Comportement en fatigue des composites : focalisation sur l'influence de l'humidité relative.	27
3.1. Les différentes géométries d'éprouvettes.	27
3.2. Endommagement des composites sous sollicitation cyclique.	33
3.3. Influence du vieillissement hygrométrique sur la durée de vie.	38
Chapitre 4 : Détermination de la durée de vie en fatigue.	43
4.1. Modèles d'endommagement progressif.	43
4.2. Approche phénoménologique : résistance ou rigidité résiduelle.	44
4.3. Approche globale : critère de fatigue.	47
Bilan Partie I.	56
Partie II : Matériaux et Techniques	57
Chapitre 1 : Présentation des matériaux de l'étude.	59
1.1. Le polyamide 6,6 (PA66)	59

1.2. Le composite (GFRPA66)	60
1.3. Le conditionnement hygrométrique.	61
Chapitre 2 : Dispositifs des essais mécaniques.	63
2.1. Équipements utilisés pour les essais mécaniques.	63
2.2. Optimisation de la géométrie des éprouvettes.	64
2.3. Mesure des déformations au cours des essais de fatigue.	68
Chapitre 3 : Techniques d'analyse microstructurale.	73
3.1. Calorimétrie différentielle.	73
3.2. Microscopie optique.	75
3.3. Microscopie électronique à balayage.	75
3.4. Microtomographie 3D par rayons X.	76
3.5. Microtomographie 3D par rayons X au synchrotron.	77
Chapitre 4 : Techniques de contrôle non-destructif.	79
4.1. Thermographie infrarouge.	79
4.2. Émission acoustique.	80
Bilan Partie II.	90
Partie III : Absorption d'Eau et Conséquences sur les Propriétés Mécaniques en Traction Monotone	91
Chapitre 1 : Comportement vis-à-vis de l'eau.	93
1.1. Mécanismes d'absorption et de désorption.	93
1.2. Influence sur les propriétés microstructurales.	100
Chapitre 2 : Influence du taux d'humidité relative sur les propriétés mécaniques.	103
2.1. La matrice PA66.	103
2.2. Le composite GFRPA66.	104
Chapitre 3 : Observations des endommagements.	109
3.1. Modes de rupture.	109
3.2. Identification des différents types d'endommagements.	110
3.3. Observations lors d'essais interrompus.	111
3.4. Faciès de rupture.	113
Chapitre 4 : Analyse de l'évolution des endommagements.	117
4.1. Vérification de la qualité des enregistrements.	117

4.2. Distribution spatiale des endommagements.	117
4.3. Nombre total d'évènements.	118
4.4. Évolution de chaque type d'endommagement.	119
4.5. Analyse et discussion.	123
Bilan Partie III.	128
Partie IV : Analyse du Comportement Mécanique sous Sollicitation Cyclique.	
Influence du taux d'humidité	131
Chapitre 1 : Durées de vie en fatigue du composite GFRPA66.	133
1.1. Essais à température et humidité ambiantes.	133
1.2. Essais en enceinte climatique.	136
Chapitre 2 : Mécanismes d'endommagement en fatigue.	137
2.1. Évolution des paramètres mécaniques.	137
2.2. Phénomène d'échauffement.	145
2.3. Localisation de l'endommagement.	147
2.4. Évolution des différents types d'endommagement.	150
2.5. Observations lors d'essais interrompus.	157
2.6. Observations des faciès de rupture.	159
2.7. Analyse et discussion.	163
Chapitre 3 : Mise en évidence du rôle prépondérant des fibres dans les essais à grand nombre de cycles.	167
3.1. Évolution du nombre d'évènements acoustiques liés aux fibres au cours de l'essai.	167
3.2. Répartition surfacique des ruptures de fibres : observations par microscopie optique.	169
3.3. Répartition volumique des ruptures de fibres : tomographie RX.	172
3.4. Analyse et discussion.	174
Chapitre 4 : Prédiction des durées de vie.	177
4.1. Les diagrammes de durées de vie constantes.	177
4.2. Le critère de fatigue à deux paramètres.	180
Bilan Partie IV.	195
Partie V : Vers des Applications Structurelles	197
Chapitre 1 : Le cas des éprouvettes trouées.	199
1.1. Modélisation par éléments finis.	199

1.2. Détermination des paramètres matériaux du modèle.	201
1.3. Validation du modèle éléments finis pour les essais de traction monotone. . .	209
1.4. Comportement en fatigue des éprouvettes trouées.	215
Chapitre 2 : Application à une mini-structure.	223
2.1. Présentation de la mini-structure et du mode de sollicitation.	223
2.2 Estimation de la durée de vie en fatigue.	229
Bilan Partie V.	233
Conclusion Générale	235
Références Bibliographiques	241
Annexes	251
Annexe 1 : Nombre total cumulé d'évènements acoustiques.	253
Annexe 2 : Détermination du taux d'humidité relative à partir de la masse des éprouvettes.	255
Annexe 3 : Calcul analytique des paramètres d'élasticité d'un pli UD équivalent. . .	259

- INTRODUCTION GÉNÉRALE -

En 2015, la réglementation européenne sur les émissions de CO₂ des véhicules particuliers neufs fixait le seuil de rejet à 130 g/km. L'Union Européenne prévoit, dès 2020, d'abaisser ce seuil à 95 g/km (Figure I-1). Afin de respecter ces niveaux d'émissions, le secteur automobile doit repenser les véhicules de demain. L'accroissement des performances moteur, l'amélioration de l'aérodynamisme et l'allègement des véhicules sont parmi les trois leviers les plus efficaces pour la réduction des émissions de CO₂. Considérant qu'un gain de masse de 10 kg représente une réduction d'environ 1 g/km de CO₂, l'intégration de matériaux composites dans les pièces automobiles est une solution à fort potentiel. Ainsi, l'étude des matériaux composites est actuellement au cœur des métiers de la recherche Renault.

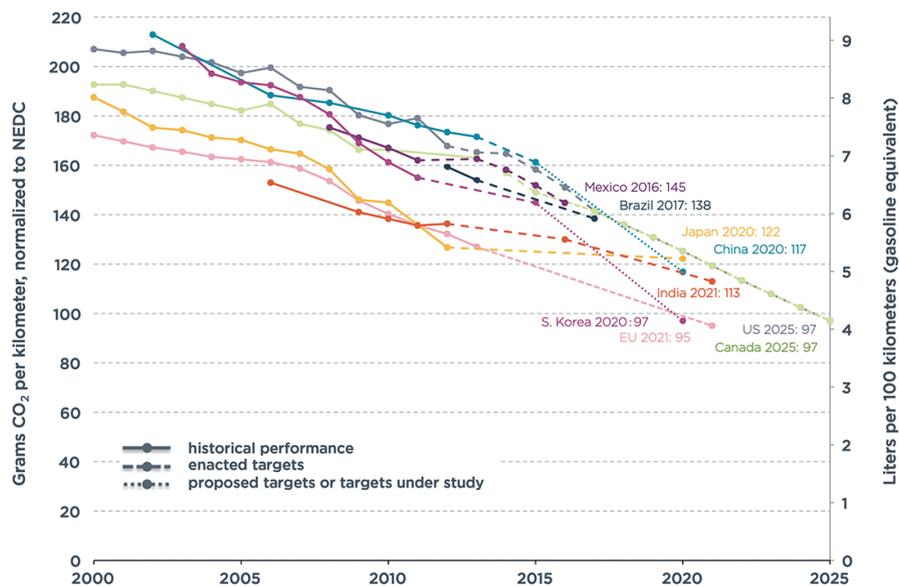


Figure I-1 : Evolutions des seuils d'émission de CO₂ entre les années 2000 et 2025 [Yang, 2014].

L'intégration de pièces en composite dans le secteur automobile nécessite la levée de plusieurs verrous. En effet, l'industrie automobile exige des cadences de production élevées, en grande série, le tout associé à un coût de revient limité. Ainsi, tous les matériaux composites ne sont pas utilisables dans ce contexte.

Les composites à matrice thermoplastique sont de bons candidats pour la fabrication de pièces semi-structurelles ou structurelles. En effet, à l'inverse des composites à matrice thermodurcissable, ils présentent l'avantage d'être recyclables. De plus, les matrices thermoplastiques offrent la possibilité d'atteindre des cadences de fabrication élevée, cohérentes avec les besoins des industriels automobiles. Concernant le renfort, les fibres de verre sont préférées aux fibres de carbone pour des raisons de coûts matière.

A ce jour, aucun véhicule de la gamme Renault n'est équipé de pièce en composite renforcé de

fibres continues. Ainsi, l'entreprise mène actuellement plusieurs projets sur cette thématique, dans le but d'améliorer sa maîtrise du comportement mécanique de ce type de matériau. A long terme, Renault souhaite intégrer des pièces semi-structurelles voire même structurelles en composite à fibres continues dans ses véhicules.

Ainsi, ces travaux de thèse portent sur un composite à matrice polyamide 6,6 renforcé d'un tissu de fibres de verre (Sergé 2/2). La sollicitation en fatigue est parmi les cas de chargement représentatifs de ce que subissent les pièces de structures automobiles. Les bureaux d'étude se doivent d'avoir à leur disposition des outils permettant de dimensionner les pièces en composites sous sollicitation cyclique. L'objectif de ce travail de thèse est donc de développer un critère de fatigue capable de prédire la durée de vie du matériau.

Pour répondre à cet objectif, ce manuscrit de thèse est structuré en cinq parties.

La première partie propose un état de l'art des différentes thématiques abordées dans cette étude. Les composites à renforts tissés et les spécificités de leur comportement mécanique en traction monotone sont présentés dans le Chapitre 1. Les différentes problématiques liées à la présence d'eau dans les composites, et notamment leur influence sur les propriétés microstructurales et mécaniques sont abordées dans le Chapitre 2. Le Chapitre 3 propose une revue de l'état de l'art en ce qui concerne le comportement en fatigue des composites, avec une attention particulière portée à l'influence de l'humidité sur la durée de vie. Finalement, le Chapitre 4 présente les différents critères et modèles de fatigue permettant de déterminer la durée de vie des matériaux composites.

La Partie II se concentre sur la présentation des matériaux de l'étude et des techniques expérimentales utilisées. Ainsi, le Chapitre 1 détaille les caractéristiques du polyamide 6,6 (PA66) et du composite à matrice PA66 renforcé d'un tissu de fibres de verre (GFRPA66) étudiés dans ces travaux. Les Chapitres 2, 3 et 4 présentent respectivement les machines d'essais mécaniques, les techniques d'analyse microstructurale et enfin les techniques de contrôle non-destructif utilisées.

La Partie III est consacrée à l'étude de l'influence de l'humidité sur les propriétés microstructurales et mécaniques du PA66 seul et du GFRPA66. Le Chapitre 1 propose une étude des mécanismes d'absorption et de désorption d'eau dans les matériaux de l'étude. Les conséquences de la présence d'eau dans le polyamide 6,6 sur les propriétés microstructurales, plus particulièrement sur la température de transition vitreuse, sont évaluées. L'influence de l'humidité relative contenue dans les matériaux sur leurs propriétés mécaniques en traction

monotone est analysée dans le Chapitre 2. Finalement, les mécanismes d'endommagement du composite GFRPA66 sont présentés dans le Chapitre 3. Sur la base de ces résultats, le Chapitre 4 propose une chronologie du développement des endommagements dans les empilements $[(0/90)_3]$ et $[(\pm 45)_3]$ pour les trois conditionnements. Il s'agit de construire un scénario d'endommagement à partir des résultats fournis par la thermographie infrarouge, l'émission acoustique et les différentes techniques d'observation utilisées.

La Partie IV est dédiée à l'étude du comportement en fatigue du composite GFRPA66. Les durées de vie du composite tissé pour différentes orientations de fibres et différents taux d'humidité relative sont présentées dans le Chapitre 1. Le Chapitre 2 s'attache à l'étude des mécanismes d'endommagement dans le cas d'une sollicitation cyclique. De manière analogue à ce qui a été fait en traction monotone, la thermographie infrarouge, l'émission acoustique et les observations microscopiques permettent d'étudier précisément les différents types d'endommagement qui se développent dans le composite. Le Chapitre 3 propose une mise en évidence du rôle des fibres dans le processus d'endommagement en fatigue traction-traction. Enfin, le Chapitre 4 propose une évaluation des performances de deux critères de fatigue pour la prédiction de la durée de vie du composite tissé verre/PA66. A l'issue de ce chapitre, l'un des deux critères testés est sélectionné et sa robustesse est évaluée.

Finalement, la dernière partie de ce manuscrit de thèse propose une ouverture vers des applications structurelles. Il s'agit dans cette partie d'évaluer la capacité du critère choisi dans la Partie IV – Chapitre 4, à déterminer la durée de vie d'éprouvettes trouées d'une part (Chapitre 1) et d'une mini-structure d'autre part (Chapitre 2).

- PARTIE I -

État de l'Art

Cette partie propose une revue de l'état de l'art dans le domaine des composites tissés. Dans un premier temps une présentation générale de ce type de matériau est faite. Les problématiques posées par la présence d'eau au contact des composites sont ensuite traitées. L'influence du taux d'humidité relative contenu dans le matériau sur son comportement en fatigue traction-traction est alors présentée. Enfin, les différentes méthodes de détermination de la durée de vie des matériaux composites sont exposées.

Chapitre 1 : Les composites tissés	9
1.1. Introduction.....	9
1.2. Généralités sur les composites tissés.....	10
1.3. Avantages et inconvénients des composites tissés.....	11
1.4. Comportement mécanique des composites tissés en traction monotone	12
Chapitre 2 : Problématiques en lien avec l'absorption d'eau	19
2.1. Cinétique de diffusion	19
2.2. Modifications microstructurales	23
2.3. Influence sur les propriétés mécaniques sous chargement monotone.....	24
Chapitre 3 : Comportement en fatigue des composites : focalisation sur l'influence de l'humidité relative	27
3.1. Les différentes géométries d'éprouvettes	27
3.2. Endommagement des composites sous sollicitation cyclique.....	33
3.2.1. Thermographie infrarouge.....	34
3.2.2. Émission acoustique	35
3.3. Influence du vieillissement hygrométrique sur la durée de vie.....	38
Chapitre 4 : Détermination de la durée de vie en fatigue	43
4.1. Modèles d'endommagement progressif.....	43
4.2. Approche phénoménologique : résistance ou rigidité résiduelle.....	45
4.3. Approche globale : critère de fatigue	47
Bilan Partie I	56

CHAPITRE 1 : LES COMPOSITES TISSÉS

Ce chapitre propose une introduction aux matériaux composites avec une focalisation sur les composites tissés. Les points forts et les points faibles de ce type de composite sont exposés par comparaison aux composites stratifiés, résultant de l'empilement de plis unidirectionnels. Enfin, les mécanismes d'endommagement qui se développent dans les composites renforcés d'un tissu de fibres continues au cours d'un essai de traction monotone sont présentés.

1.1. Introduction

Un composite est un matériau qui résulte de l'association d'au moins deux composants. Le plus souvent, il s'agit d'une matrice et d'un renfort. Le composite possède alors des propriétés mécaniques globalement améliorées, adaptées au besoin technique, comparé aux constituants pris séparément. La classification des matériaux composites peut se faire en fonction de la nature de la matrice (organique, métallique ou céramique) ou de la nature des renforts (particules, fibres courtes ou fibres longues) [Marcin, 2010].

Le choix du type de matrice est dicté par la température de service de la structure en composite. Pour des températures inférieures à 300 °C, les composites à matrice organique sont préférés. Pour des hautes températures, les composites à matrice métallique ou céramique sont plus adaptés. Les matrices organiques peuvent être séparées en deux catégories : les matrices thermodurcissables (époxy, polyester, vinylester, etc.) et les matrices thermoplastiques (polyamide, polypropylène, PEEK, etc.).

Les polymères thermodurcissables ne peuvent être mis en œuvre qu'une seule fois et deviennent infusibles après polymérisation. Les thermoplastiques quant à eux, peuvent être mis en forme plusieurs fois par chauffage et présentent donc l'avantage d'être recyclables. Les thermodurcissables, et notamment les résines époxy, présentent des performances mécaniques supérieures aux thermoplastiques et sont donc largement utilisés dans l'aéronautique [Silva de Vasconcellos, 2013].

Concernant les renforts, les matériaux les plus utilisés sont le carbone, le verre et l'aramide, généralement sous forme de fibres longues même si les composites à fibres courtes font leur apparition dans des domaines comme l'automobile [Klimkeit, 2009]. Il existe plusieurs types d'assemblages pour les fibres longues (Figure 1.1) : le mat, l'assemblage de plis unidirectionnels, les tissus bidimensionnels et tridimensionnels et enfin le tricot [Albouy, 2013].

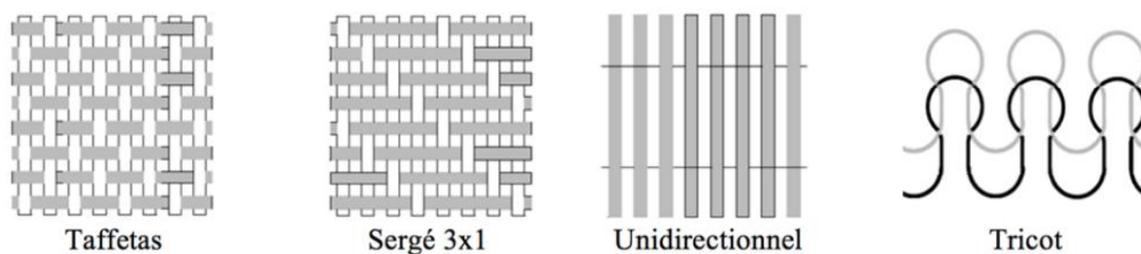


Figure 1.1 : Exemple d'assemblages de fibres longues [adapté de Albouy, 2013].

1.2. Généralités sur les composites tissés

Les tissus sont constitués de fibres continues orientées suivant deux directions : une direction chaîne et une trame. Les torons sont alors liés par tissage : les fils de trame passent successivement au-dessus et au-dessous des fils de chaîne suivant une séquence préétablie [Gay, 1987]. Lorsque le nombre de fibres dans les sens chaîne et trame sont identiques, on parle de tissu équilibré. Les renforts tissés peuvent se décliner en plusieurs architectures de tissu, comme le taffetas, le sergé et le satin. L'élaboration d'un composite tissé se fait alors en empilant n couches de tissus en suivant un angle θ entre les torons de chaîne et la direction principale choisie. Pour un tissu dont la direction trame fait un angle de 90° avec la direction chaîne, on obtient une séquence d'empilement notée $[(\theta/\theta+90)_n]$.

Traditionnellement, on définit deux repères orthonormés pour l'étude des composites tissés:

- Le repère R_0 (O, x, y, z) : associé au composite, dans cette étude, x correspond à la direction de sollicitation, y à la largeur et z à l'épaisseur de la plaque de stratifié considérée.
- Le repère R (O, L, T, z) : associé à un pli de tissu, L correspondant à la direction chaîne et T à la direction trame.

Le repère R résulte donc de la rotation d'un angle θ du repère R_0 autour de l'axe z.

Les propriétés mécaniques d'un composite tissé sont largement dépendantes de l'architecture du tissu employé. Foroutan et al. [Foroutan et al., 2013] ont étudié les performances mécaniques en traction de deux composites carbone/époxy pour trois architectures de tissu : taffetas, sergé 2/2 et satin de 8.

Le Tableau 1.1 présente les caractéristiques mécaniques en traction monotone pour chaque matériau dans les directions chaîne et trame. Les résultats montrent que le tissu taffetas possède de meilleures performances mécaniques que le satin de 8, lui-même supérieur au sergé 2/2.

		Taffetas	Sergé 2/2	Satin de 8
Chaîne	Contrainte Max [MPa]	878 ± 60	670 ± 45	716 ± 100
	Déformation Max [%]	1,32 ± 0,09	1,09 ± 0,07	1,17 ± 0,15
	Module [GPa]	66,36 ± 2,36	60,70 ± 0,30	65,92 ± 2,72
Trame	Contrainte Max [MPa]	857 ± 62	674 ± 19	678 ± 44
	Déformation Max [%]	1,33 ± 0,10	1,17 ± 0,05	1,05 ± 0,13
	Module [GPa]	64,58 ± 0,64	57,56 ± 0,74	63,99 ± 3,99

Tableau 1.1 : Performances mécaniques en traction statique pour un composite carbone/époxy avec trois architectures de tissus différentes [Foroutan et al., 2013].

1.3. Avantages et inconvénients des composites tissés

Le choix du type de matrice, de fibres ainsi que de l'architecture du tissu, offre un large éventail de configurations, permettant aux composites tissés de répondre efficacement aux besoins industriels les plus spécifiques. Ce potentiel d'adaptation, associé aux avantages qu'ils présentent par rapport aux composites stratifiés de plis unidirectionnels, en font de bons candidats pour l'industrie automobile ou aéronautique.

Dès l'étape de fabrication, les composites tissés montrent leur potentiel face aux composites stratifiés. En effet, même sans imprégnation des tissus par une résine polymère, ces derniers peuvent être transportés, stockés puis drapés dans un moule. Cela facilite leur utilisation et permet d'employer des techniques de mise en forme comme le *Resin Transfer Moulding* (RTM), très compétitif sur le plan économique et en matière de cadence de production. Cela permet également de concevoir des pièces d'un seul bloc, limitant ainsi les jonctions (collage ou boulonnage) [Cox, 1997].

Le principal défaut des composites stratifiés est leur forte propension au délaminage, notamment dans le cas d'un impact. Les composites tissés, à l'inverse, présentent une bonne résistance au délaminage, surtout lorsqu'ils sont associés à un renfort dans l'épaisseur du pli (« stitching » ou « Z-pinning »). En effet, ces renforts jouent le rôle de barrière à la propagation de la fissure de délaminage [Greenhalgh & Hiley, 2003].

Plus généralement, les composites tissés présentent une bonne tolérance aux défauts (trous et entailles). Xiao et Bathias [Xiao & Bathias, 1994] ont étudié le comportement en fatigue traction-traction d'un composite tissé verre/époxy dans le cas d'éprouvettes saines et trouées. Cette étude a montré qu'à condition de normaliser la contrainte maximale de fatigue par la contrainte à

rupture de l'éprouvette, les courbes de Wöhler du matériau sain et troué sont superposées (Figure 1.2). De plus, pour les deux types de matériau, il a été montré que la contrainte résiduelle après 10^6 cycles est systématiquement égale à $0,39 \times \sigma_u$, où σ_u désigne la contrainte à rupture du matériau. Ainsi, cette étude indique que la présence de trou ne précipite pas la ruine du matériau en fatigue.

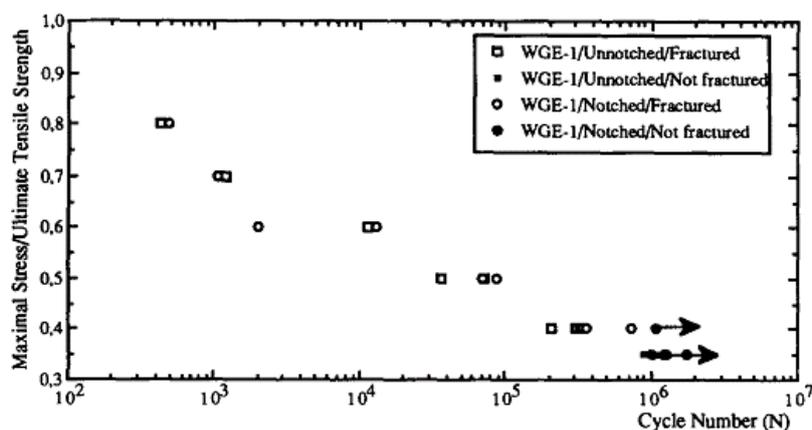


Figure 1.2 : Influence du trou sur la durée de vie d'un composite tissé verre/époxy

[Xiao & Bathias, 1994].

Néanmoins, les composites tissés présentent quelques inconvénients pouvant encore limiter leur utilisation.

Le premier obstacle à l'utilisation de ce type de composite est le manque d'outils à disposition des bureaux d'études pour dimensionner ce type de structure. De plus, à fraction volumique de fibres dans le plan équivalente, un composite tissé et son homologue stratifié n'auront pas les mêmes coefficients de rigidité et de cisaillement. En effet, la courbure des fibres dans le renfort tissé induit une légère diminution de ses propriétés mécaniques [Gay, 1987].

1.4. Comportement mécanique des composites tissés en traction monotone

Le comportement mécanique en traction monotone des composites tissés dépend fortement de l'architecture du tissu [Osada et al., 2003] et de la direction de sollicitation. En effet, l'anisotropie de ce type de matériau induit deux comportements mécaniques bien distincts dans l'axe des fibres et hors axe [Ryou et al., 2007].

Dans le cas d'une sollicitation dans la direction chaîne ou trame, le comportement est principalement gouverné par les fibres. La réponse du composite tissé est alors quasi-linéaire fragile. En effet, l'une des spécificités des composites à renforts tissés est la présence d'un point d'inflexion, appelé « knee-point », sur la courbe contrainte-déformation lorsque le composite est

sollicité dans la direction des fibres. Cette non-linéarité est attribuée à l'initiation de l'endommagement dans le composite, le plus souvent identifiée comme la fissuration des torons transverses [Kumagai et al., 2003; Osada et al., 2001; Osada et al., 2003; Todo et al., 2000].

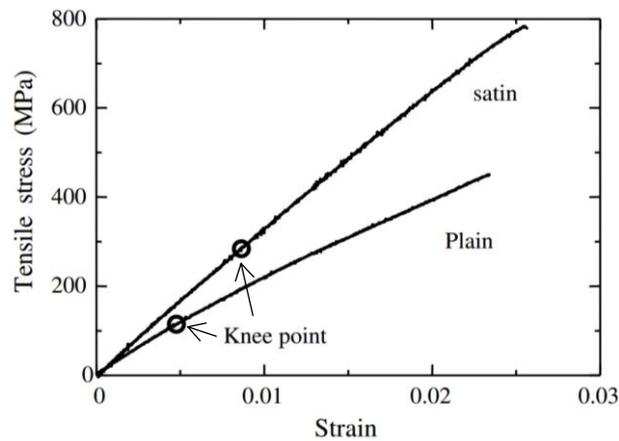


Figure 1.3 : Courbes contrainte-déformation d'un composite verre/vinylester renforcé d'un tissu taffetas ou satin en traction monotone [Osada et al., 2003].

Osada et al. [Osada et al., 2003] ont étudié l'influence de l'architecture du tissu (taffetas et satin) sur l'allure de la courbe de traction quasi-statique d'un composite verre/vinylester. La Figure 1.3 montre que la valeur de la déformation au knee-point pour le composite tissé satin est plus élevée que celle observée pour le composite tissé taffetas.

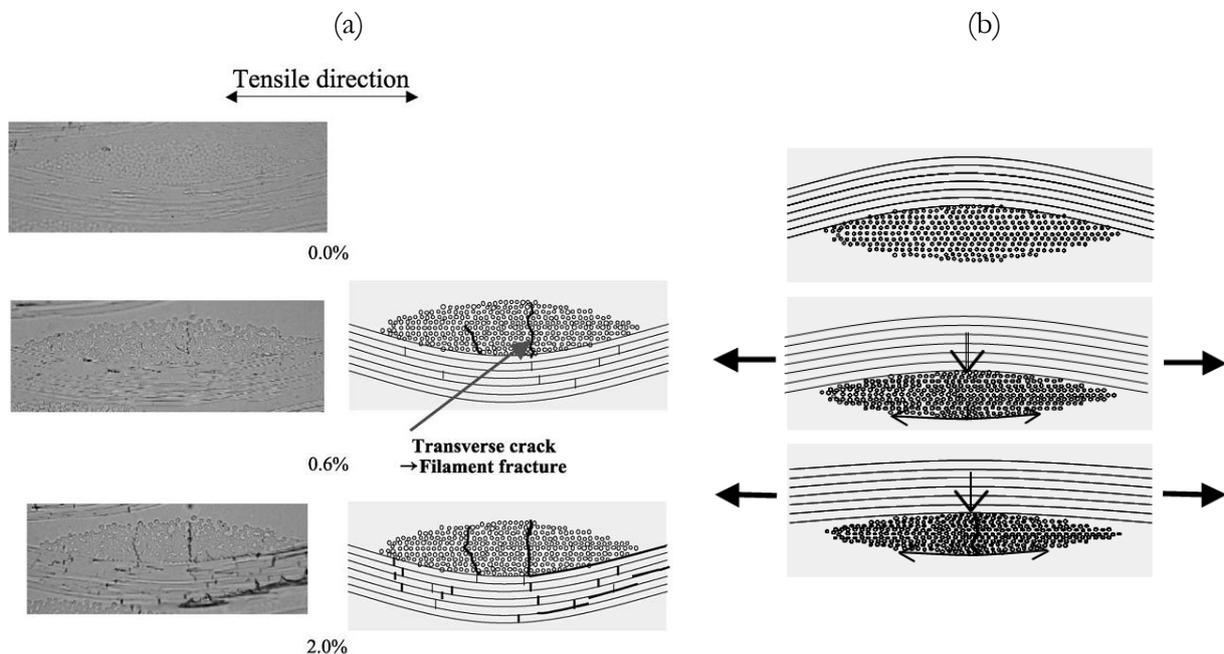


Figure 1.4 : (a) Observations microscopiques du composite verre/vinylester pour un tissu taffetas avant, proche et après le knee-point (b) Amorce de l'endommagement des torons transverses [Osada et al., 2003].

Les auteurs expliquent que le knee-point observé sur la courbe contrainte-déformation coïncide avec l'apparition des premiers endommagements dans le composite tissé, à savoir la fissuration des torons transverses à la direction de sollicitation (Figure 1.4a).

En effet, l'application d'un effort de traction induit la mise en flexion des torons transverses à la direction de sollicitation. La fissure s'amorce alors généralement sur le côté du toron localement sollicité en traction et se propage par coalescence des décohésions fibres / matrice (Figure 1.4b). Quelques ruptures isolées de fibres longitudinales ont également été observées. Au-delà du knee-point, le nombre de ces fissures et ruptures de fibres augmente jusqu'à la rupture finale du matériau.

Les auteurs ont montré que le taux d'ondulation du tissu satin est environ 7 fois inférieur à celui du tissu taffetas (Figure 1.5). De ce fait, pour un même effort appliqué, la contrainte de traction locale dans les torons transverses est bien plus faible pour le tissu satin que le taffetas. Cela explique l'apparition plus tardive du knee-point sur la courbe contrainte-déformation du composite tissé satin.

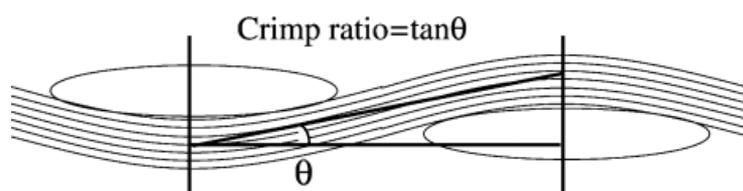


Figure 1.5 : Définition du taux d'ondulation tel qu'il est défini par Osada et al.

[Osada et al., 2003].

Les études de Ryou et al. et Todo et al. [Ryou et al., 2007; Todo et al., 2000] précisent cependant que de nombreux mécanismes peuvent être à l'origine de la non-linéarité des courbes contrainte-déformation des composites tissés. On citera la déformation en cisaillement des torons longitudinaux, la déformation en traction des zones riches en matrice ainsi que les endommagements matriciels et aux interfaces fibres / matrice.

L'endommagement des composites tissés sollicités en traction monotone dans l'axe des fibres, peut être décomposé en trois types de mécanismes [Daggumati et al., 2010; Todo et al., 2000] :

→ La fissuration matricielle : Todo et al. [Todo et al., 2000] ont étudié l'endommagement d'un composite tissé verre/PA6 (taffetas) lors d'un essai de traction. Des observations microscopiques de la tranche de l'éprouvette proche de la zone de rupture ont mis en évidence la présence de fissures dans les zones riches en matrice. Ces fissures présentent une orientation privilégiée, perpendiculaire à la direction de sollicitation (Figure 1.6).

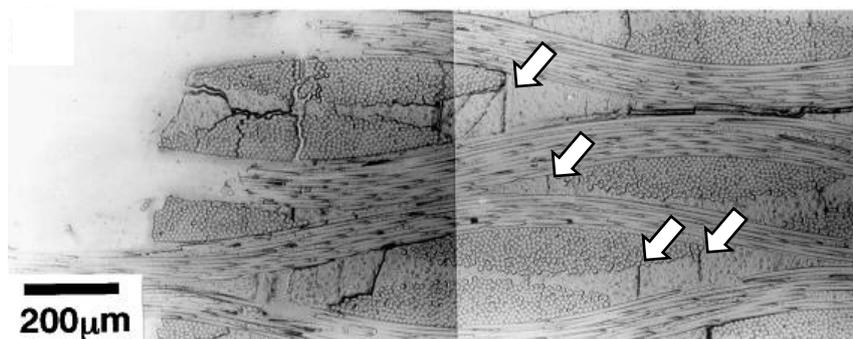


Figure 1.6 : Zone de rupture d'un composite verre/PA6 (taffetas). Présence de ruptures matricielles [Todo et al., 2000].

→ L'endommagement aux interfaces : Ce mécanisme peut lui-même se découpler en deux sous-catégories.

Considérons tout d'abord les décohésions à l'interface fibre / matrice au sein d'un toron. Ce mécanisme d'endommagement a été décrit précédemment, d'après les travaux d'Osada et al. [Osada et al., 2003]. Daggumati et al. [Daggumati et al., 2010] ont étudié la séquence d'endommagement des torons de trame dans le cas d'un composite carbone/PPS (satin de 5). Dès 15 % de la contrainte à rupture du matériau (σ_w), les torons transversaux se fissurent sur les bords, dans les plis internes du composite, dans des régions où il n'y a pas de contact entre les torons de chaîne et de trame. Entre 15 % et 60 % de σ_w , les torons se fissurent dans les zones de contact entre deux torons de trame. Entre 60 % et 75 % de σ_w , la fissuration atteint les plis externes et les torons se fissurent préférentiellement en leur centre. Finalement, au-delà de 75 % de σ_w , ce sont les torons situés entre deux torons de chaîne qui s'endommagent sur les bords.

Les auteurs reportent également des décohésions longitudinales : soit à l'inter-ply, on parle alors de délaminage, soit au sein d'un même pli entre deux torons d'orientations différentes. Dans ce cas, on parle de méta-délaminage. Gao et al. [Gao et al., 1999] ont mis en évidence la présence de méta-délaminage dans un composite à matrice époxy, renforcé d'un tissu de fibres de verre (satin de 8). Du méta-délaminage est mis en évidence dans les zones où le taux d'ondulation est élevé, résultant de la propagation des fissures présentes dans les torons transverses (Figure 1.7). En ce sens, Todo et al. [Todo et al., 2000] suggèrent que les fissures matricielles ou l'endommagement des torons transverses se propagent ensuite vers les interfaces, donnant lieu à du délaminage ou du méta-délaminage.

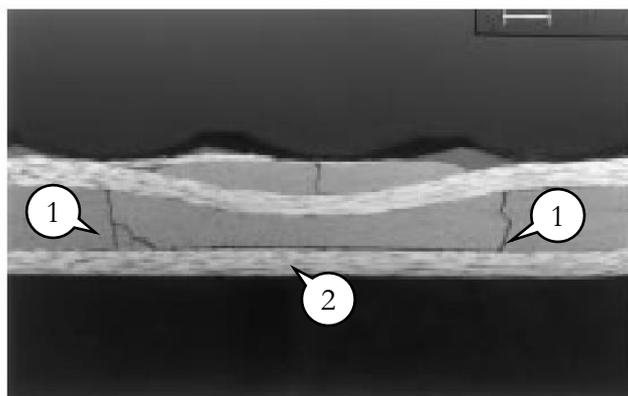


Figure 1.7 : Fissuration des torons transverses ① et méta-délaminage ② dans un composite tissé verre/époxy (satin de 8) [Gao et al., 1999]

→ La rupture des fibres : La rupture des fibres longitudinales marque la ruine du matériau. Cependant, il est possible de voir se développer quelques ruptures isolées au cours de l'essai [Osada et al., 2003].

Dans le cas d'une sollicitation hors-axe, généralement faisant un angle de 45° avec les renforts, le comportement est ductile car principalement gouverné par celui de la matrice. La réponse mécanique du matériau est d'abord linéaire élastique puis évolue vers un régime non linéaire (Figure 1.8) [Ryou et al., 2007; Vieille & Taleb, 2011].

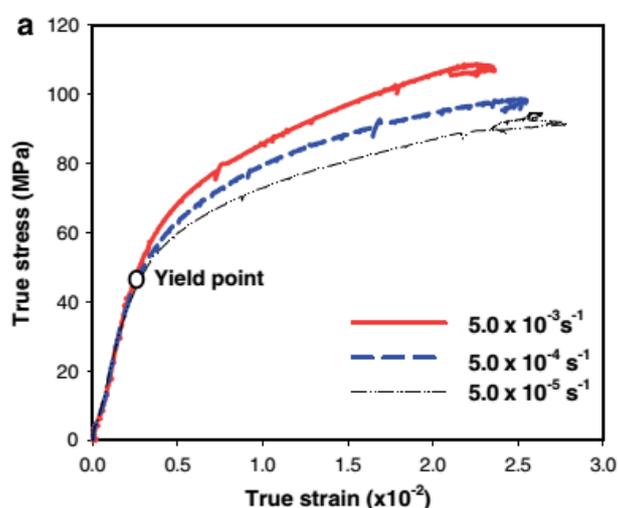


Figure 1.8 : Courbe contrainte-déformation pour un composite tissé verre/époxy (taffetas) sollicité en traction hors-axe (45°) [Ryou et al., 2007].

Au cours de l'essai de traction, il se produit un réalignement progressif des fibres avec la direction de sollicitation (Figure 1.9). Cette réorientation s'accompagne d'un processus de plastification des zones riches en matrice et fait apparaître à l'échelle macroscopique un

phénomène de striction dans la partie utile de l'éprouvette [Albouy et al., 2014]. Pandita et al. ont observé que pour ce type de sollicitation, le mécanisme d'endommagement prédominant est la décohésion fibres / matrice au sein des torons de chaîne et de trame [Pandita et al., 2001].

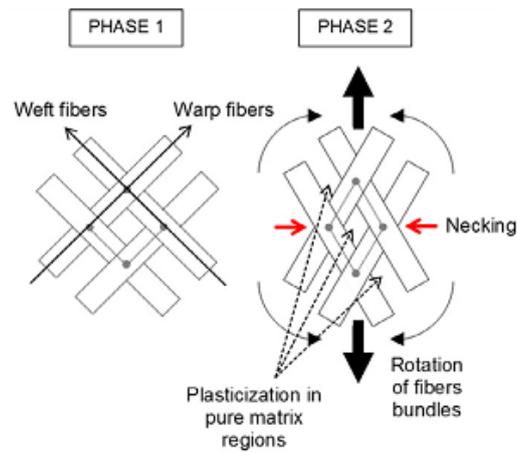


Figure 1.9 : Réalignement des fibres avec la direction de sollicitation au cours d'un essai de traction monotone sur un composite tissé $[(\pm 45)_7]$ [Albouy et al., 2014].

CHAPITRE 2 : PROBLÉMATIQUES EN LIEN AVEC L'ABSORPTION D'EAU

Le polyamide 6,6 est un polymère sensible à l'humidité. Ce chapitre expose dans un premier temps les modèles permettant de décrire le processus d'absorption d'eau par le polymère, par l'intermédiaire d'un suivi gravimétrique. Les conséquences de la présence d'eau sur les propriétés microstructurales et mécaniques sont ensuite détaillées.

2.1. Cinétique de diffusion

La cinétique de diffusion d'eau dans les résines polymères est étudiée par gravimétrie, c'est-à-dire par pesées successives d'échantillons immergés dans l'eau. Le gain de masse à l'instant t (noté M_t) s'exprime en utilisant l'équation 1.1.

$$M_t = \frac{m_t - m_0}{m_0} \times 100 \quad \begin{array}{l} \text{Équation 1.1} \\ \text{[Broudin et al., 2015]} \end{array}$$

Où m_t est la masse de l'échantillon au temps t et m_0 celle à l'état initial.

L'étude gravimétrique permet de déterminer les paramètres importants du processus de diffusion d'eau dans le polymère : quantité d'eau maximale contenue dans la résine, coefficient de diffusion des molécules d'eau dans l'espèce étudiée ou encore durée d'immersion nécessaire à la stabilisation de la masse.

La loi de Fick [Fick, 1995] est largement utilisée dans la littérature afin de décrire le processus de diffusion de l'eau dans les polymères [Broudin et al., 2015; Dhakal et al., 2007; Joannès et al., 2014; Joseph et al., 2002; Monson et al., 2007; Shen & Springer, 1975; Thomason & Ali, 2009]. Néanmoins, il existe des situations où la loi de Fick n'est pas la plus adaptée pour modéliser la diffusion d'eau. Les auteurs ont alors recours à des modèles non-Fickien.

→ *Processus Fickien*

L'expression de la loi de Fick se base sur une analogie avec la loi de Fourier décrivant le phénomène de conduction de la chaleur [Crank, 1975]. En faisant l'hypothèse que le coefficient de diffusion D est une constante et dans le cas d'un problème à une dimension, la loi de Fick est donnée par l'équation 1.2.

$$\frac{\partial C}{\partial t} = D \frac{\partial^2 C}{\partial x^2} \quad \begin{array}{l} \text{Équation 1.2} \\ \text{[Crank, 1975]} \end{array}$$

Où C est la concentration d'eau qui diffuse dans le polymère.

Une solution analytique à cette équation différentielle est donnée par Crank [Crank, 1975] dans le

cas d'une plaque infinie, d'épaisseur b (Équation 1.3).

$$\frac{M_t}{M_\infty} = 1 - \frac{8}{\pi^2} \sum_{n=0}^{\infty} \frac{1}{(2n+1)^2} \exp\left(\frac{-D(2n+1)^2\pi^2 t}{h^2}\right) \quad \begin{array}{l} \text{Équation 1.3} \\ \text{[Crank, 1975]} \end{array}$$

Dans la première phase de conditionnement, la représentation de M_t en fonction de la racine carrée du temps est une droite puis la variation de masse atteint un palier, noté M_∞ .

Shen et Springer [Shen & Springer, 1975] proposent une version simplifiée de l'équation 1.3, donnée par l'équation 1.4 :

$$\frac{M_t}{M_\infty} = 1 - \exp\left(-7,3 \left(\frac{D \times t}{h^2}\right)^{0,75}\right) \quad \begin{array}{l} \text{Équation 1.4} \\ \text{[Shen & Springer, 1975]} \end{array}$$

Où le coefficient de diffusion D , sans prise en compte des effets de bords, est obtenu à partir de la pente à l'origine de la courbe représentative de M_t en fonction de la racine carrée du temps (Équation 1.5).

$$D = \pi \left(\frac{h}{4 \times M_\infty}\right)^2 \left(\frac{M_2 - M_1}{\sqrt{t_2} - \sqrt{t_1}}\right)^2 \quad \begin{array}{l} \text{Équation 1.5} \\ \text{[Shen & Springer, 1975]} \end{array}$$

Chevali et al. [Chevali et al., 2010] ont mis en évidence le comportement Fickien d'un polyamide 6,6 et de deux composites qui en dérivent, renforcés respectivement de 10 % et 40 % de fibres de verre non-continues (Figure 1.10).

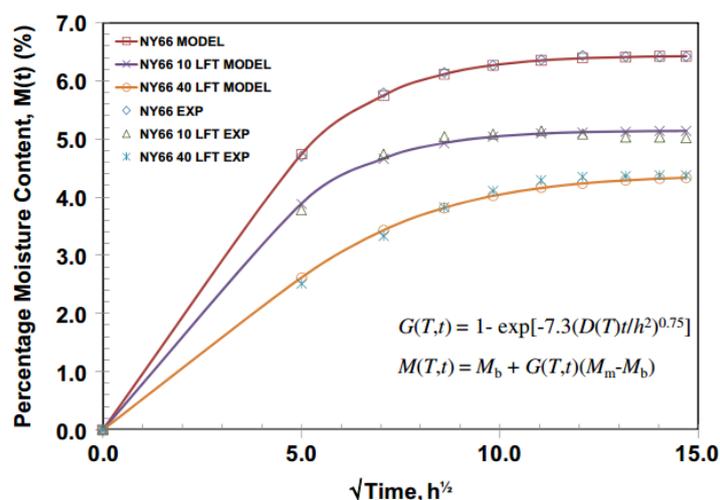


Figure 1.10 : Variation de masse d'un polyamide 6,6 (NY66) et de deux composites à matrice polyamide 6,6 renforcé de fibres de verre non-continues (NY66 10LFT et NY66 40LFT) en fonction de la racine carrée du temps. Comparaison avec la loi de Fick. [Chevali et al., 2010].

Certains auteurs décrivent également un processus pseudo-Fickien : ce comportement est la conséquence de la dépendance du coefficient de diffusion D à la concentration en eau dans le polymère. En effet, il a été reporté dans la littérature que le coefficient de diffusion D augmente lorsque la concentration en eau dans le polyamide augmente [Asada & Onogi, 1963; Inoue & Hoshino, 1976; Monson et al., 2007]. De ce fait, la loi de Fick conduit à une sous-estimation de la prise de masse sur la période comprise entre la fin de la première phase d'augmentation linéaire et la phase de stabilisation (Figure 3.11).

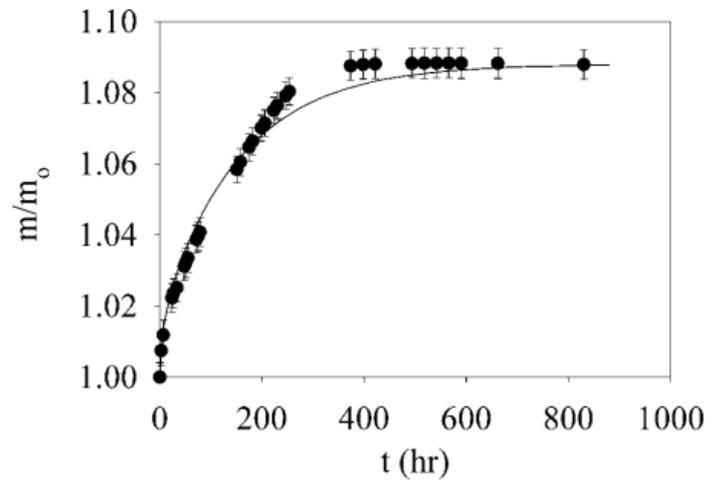


Figure 1.11 : Mise en évidence du comportement pseudo-Fickien d'un polyamide 6 [Monson et al., 2007].

→ *Processus non Fickien*

Lorsque la loi de Fick ne permet pas de représenter le processus d'absorption d'eau par le polymère, le modèle de Langmuir développé par Carter et Kibler [Carter & Kibler, 1978] peut être utilisé. Ce modèle part du postulat que l'eau présente dans le polymère peut être soit dans un état libre soit dans un état lié. Ainsi, à un instant donné, il y a une probabilité δ que les molécules d'eau libres deviennent liées et une probabilité γ que les molécules d'eau liées deviennent libres. Dans le cas où 2γ et 2δ sont très inférieurs à $\pi^2 D/h^2$, le modèle de Langmuir est donné par l'équation 1.6 :

$$\frac{M}{M_\infty} = \left(\frac{\gamma}{\gamma + \delta} e^{-\gamma t} \left(1 - \frac{8}{\pi^2} \sum_{n=0}^{\infty} \frac{1}{(2n+1)^2} e^{\left(\frac{-D(2n+1)^2 \pi^2 t}{h^2} \right)} \right) \right) + \frac{\gamma}{\gamma + \delta} (e^{-\gamma t} - e^{-\delta t}) + (1 - e^{-\gamma t})$$

Équation 1.6
[Carter & Kibler, 1978]

Le modèle de Langmuir permet de modéliser une plus grande variété de phénomènes liés à la diffusion d'eau dans le polymère. Par comparaison avec la loi de Fick, le modèle de Langmuir peut simuler un retard, ou au contraire une accélération du processus d'absorption dans les premiers instants de l'immersion (Figure 1.12) [Peret et al., 2014].

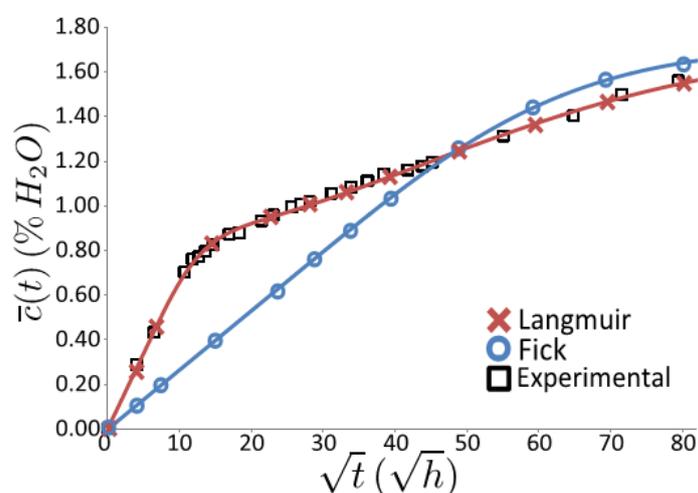


Figure 1.12 : Évolution du pourcentage d'eau contenu dans un échantillon d'époxy : données expérimentales et comparaison avec les modèles de Langmuir et Fick [Peret et al., 2014].

Le coefficient D s'obtient à partir de la pente à l'origine de la courbe représentative de M_t en fonction de la racine carré du temps :

$$D = \left(\frac{\gamma}{\gamma + \delta} \right)^2 \pi \left(\frac{h}{4 \times M_\infty} \right)^2 \left(\frac{M_2 - M_1}{\sqrt{t_2} - \sqrt{t_1}} \right)^2 \quad \text{Équation 1.7} \quad [\text{Silva et al., 2013}]$$

Silva et al. [Silva et al., 2013] ont étudié les processus d'absorption et de désorption d'eau dans un polyamide commercialisé par Grilon® pour des échantillons minces ($h=0,5$ mm) et épais ($h=4,1$ mm). Les auteurs ont mis en évidence la présence d'eau résiduelle après désorption des échantillons. Cette observation est à mettre en lien avec l'hypothèse du modèle de Langmuir selon laquelle il existe un état lié de l'eau. Ainsi, d'après cette étude, le modèle de Langmuir permet d'expliquer plusieurs aspects du comportement du polyamide vis-à-vis de l'eau.

Gueribiz et al. [Gueribiz et al., 2013] proposent un autre modèle de diffusion non-Fickien permettant de tenir compte des mécanismes complexes qui se développent dans les polymères et les composites exposés à un environnement humide. En effet, les phénomènes de gonflement ou de plastification de la résine modifient les contraintes internes, à l'échelle du pli et des composants. En considérant les couplages hygromécaniques, les auteurs présentent un modèle réaliste qui tient compte de la dépendance de la capacité maximale d'absorption et de la

diffusivité de la matrice à l'état des contraintes internes dans le cas d'un composite unidirectionnel.

2.2. Modifications microstructurales

Le polyamide 6,6 est un composite thermoplastique semi-cristallin. Il est formé d'une phase cristalline, dans laquelle l'organisation des chaînes est régulière, et d'une phase amorphe au sein de laquelle règne une absence d'ordre de position. Le taux de cristallinité définit la proportion de la phase cristalline dans le polymère.

La phase amorphe peut se trouver dans deux états en fonction de la température. On définit la température de transition vitreuse (T_g) comme la limite entre ces deux états. En-dessous de la T_g , le polymère est à l'état vitreux, au-dessus il est à l'état caoutchoutique. La transition vitreuse est liée à la capacité de mouvements des segments de chaînes macromoléculaires. De ce fait, le matériau à l'état vitreux est relativement rigide par comparaison avec l'état caoutchoutique qui se caractérise par un module de rigidité faible (Figure 1.13) [Nguyen, 2014].

En milieu aqueux, les groupes amides de la phase amorphe peuvent interagir avec les molécules d'eau : les liaisons hydrogène existant entre les chaînes moléculaires sont alors détruites. Cette réaction conduit à une augmentation de la mobilité des chaînes : c'est l'effet plastifiant de l'eau sur le polymère [Arif et al., 2014; Launay et al., 2013]. Ce phénomène et ses conséquences sont largement étudiés dans la littérature.

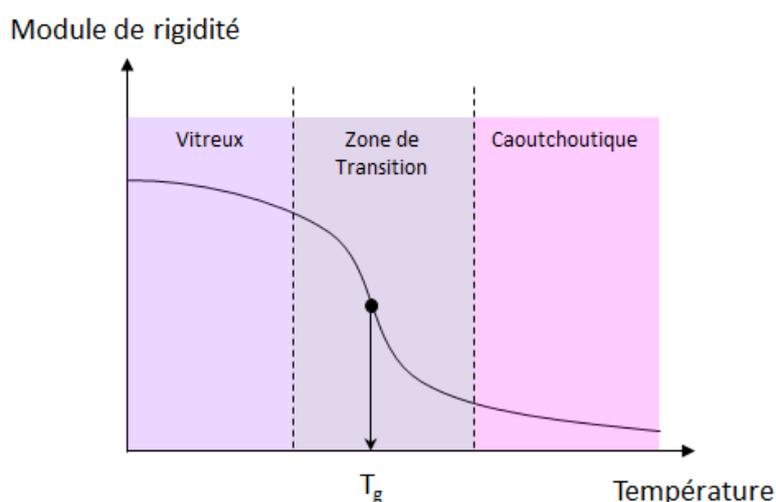


Figure 1.13 : Illustration de la chute du module de rigidité associée au passage de la température de transition vitreuse.

A l'échelle de la microstructure, la plastification du polymère influence fortement la valeur de la température de transition vitreuse [Guérin, 1994; Launay et al., 2013; Verdu, 2000]. Launay et al.

[Launay et al., 2013] ont étudié la variation de T_g pour un composite à matrice PA66 renforcé de fibres de verre courtes (Figure 1.14). Cette étude montre que la T_g diminue linéairement lorsque le taux d'humidité relative augmente. Ainsi, l'interpolation linéaire proposée par les auteurs prévoit une T_g égale à 58 °C lorsque le matériau est sec (RH0) et -26 °C à l'état saturé en eau (RH100).

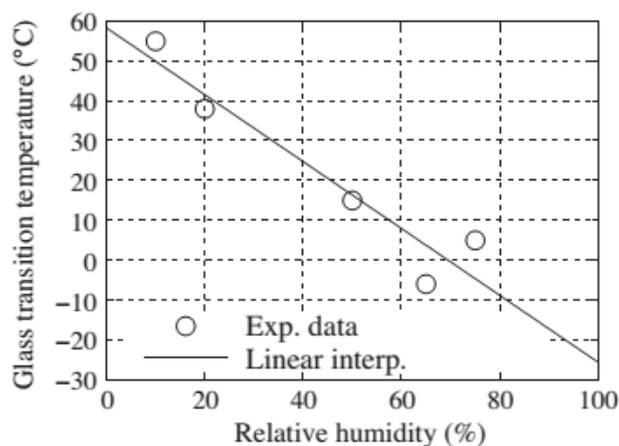


Figure 1.14 : Évolution de la température de transition vitreuse en fonction du taux d'humidité relative contenu dans le composite PA66-GF35 (fibres courtes) [Launay et al., 2013].

2.3. Influence sur les propriétés mécaniques sous chargement monotone

L'effet plastifiant de l'eau sur la matrice PA66 n'induit pas seulement des changements à l'échelle de la microstructure du polymère : les propriétés mécaniques du matériau sont également fortement affectées [Arif et al., 2014; Benaarbia et al., 2014; Bergeret et al., 2009; Jia & Kagan, 2001].

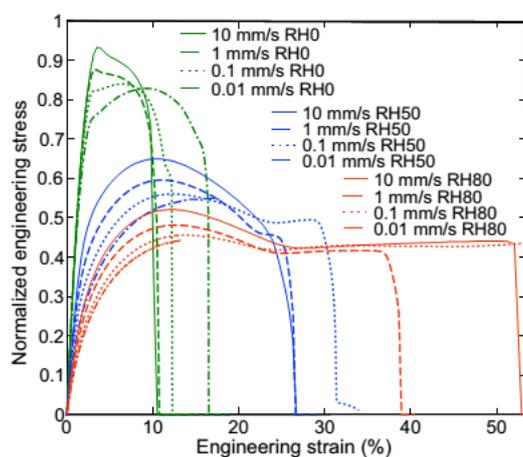


Figure 1.15 : Contrainte vraie normalisée vs. déformation vraie pour un PA66 : influence du taux d'humidité relative et de la vitesse de déplacement de la traverse sur les propriétés mécaniques en traction [Benaarbia et al., 2014].

A température ambiante, l'augmentation du taux d'humidité contenu dans le polyamide 6,6 pur induit une diminution de la contrainte maximum et du module de rigidité. A l'inverse, la déformation à rupture augmente fortement lorsque le taux d'humidité relative augmente (Figure 1.15). Ces tendances s'expliquent par le fait que la plastification de la matrice augmente la mobilité des chaînes moléculaires, réduisant ainsi les forces de liaisons au sein de la matière. Dès lors, les effets visqueux sont accentués tandis que la rigidité du matériau diminue [Benaarbia et al., 2014].

Il a été montré que l'effet plastifiant de l'eau sur la résine PA66 est également visible à l'échelle du composite, dans le cas par exemple d'un composite à matrice PA66 renforcé de fibres de verre courtes. Par exemple, Jia et Kagan. [Jia & Kagan, 2001] ont montré qu'à température ambiante, le module d'Young et la contrainte à rupture d'un composite PA66-GF35 diminuent de plus de 40 % lorsque le pourcentage d'eau absorbée passe de 0,2 % à 1,7 %. A l'inverse, la déformation à rupture augmente de plus de 100 % (Figure 1.16).

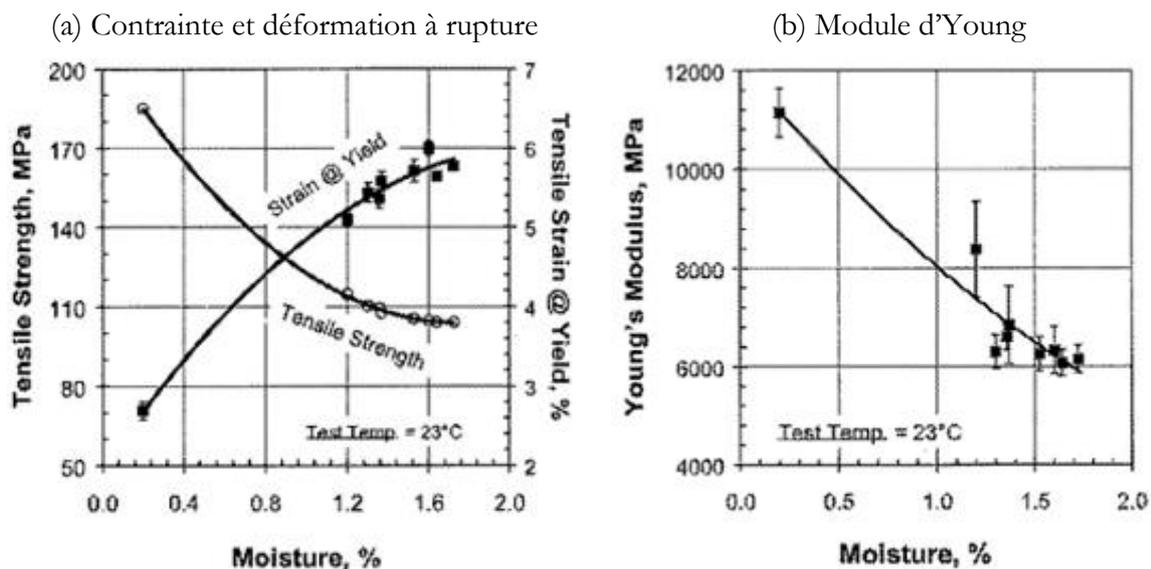


Figure 1.16 : Influence de l'humidité sur les propriétés mécaniques en traction d'un composite à matrice PA66 renforcé de 35% de fibres de verre courtes [Jia & Kagan, 2001].

A notre connaissance, il n'existe pas d'étude traitant de l'influence du conditionnement sur un composite à matrice PA66 renforcé de fibres continues. Certains auteurs étudient néanmoins l'influence du conditionnement sur des composites à matrice therm durcissable renforcée de fibres continues [Hu et al., 2014; Mcbagonluri et al., 2000; Meziere et al., 2005; Patel & Case, 2000]. Dans le cas du composite tissé carbone/époxy étudié par Patel et Case [Patel & Case, 2000], les auteurs ne rapportent aucune influence du conditionnement sur les propriétés du matériau (modules d'Young, contraintes à rupture et coefficients de Poisson) (Figure 1.17).

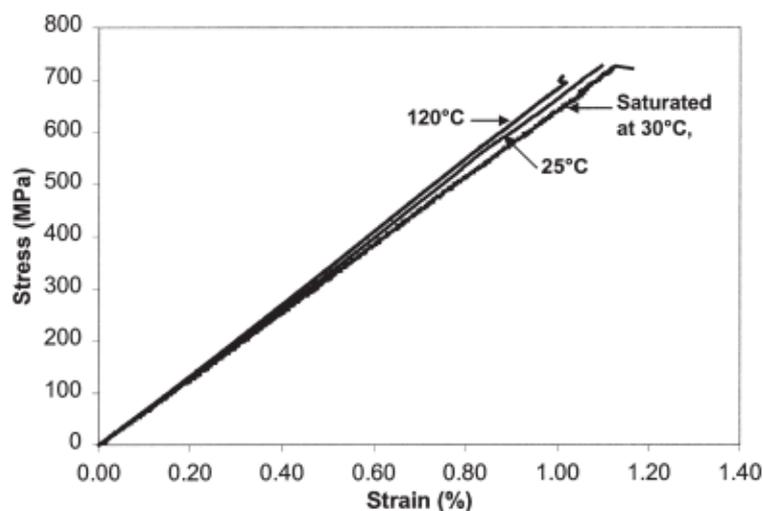


Figure 1.17 : Courbes de traction d'un composite tissé carbone/époxy à 25 °C, 120 °C et saturé en eau à 30 °C [Patel & Case, 2000].

Il faut considérer des conditionnements plus sévères pour observer une quelconque influence sur les propriétés mécaniques en traction quasi-statique. Par exemple, Hu et al. [Hu et al., 2014] ont mesuré la contrainte à rupture et le module d'Young de deux composites unidirectionnels (0°) verre/polydicyclopentadiene (pDCPD) et verre/époxy au cours de leur conditionnement dans de l'eau déminéralisée ou dans une solution de NaCl à 60 °C. Les auteurs observent que la contrainte à rupture est diminuée de 60 % au cours du conditionnement tandis que le module d'Young n'est pas affecté (Figure 1.18).

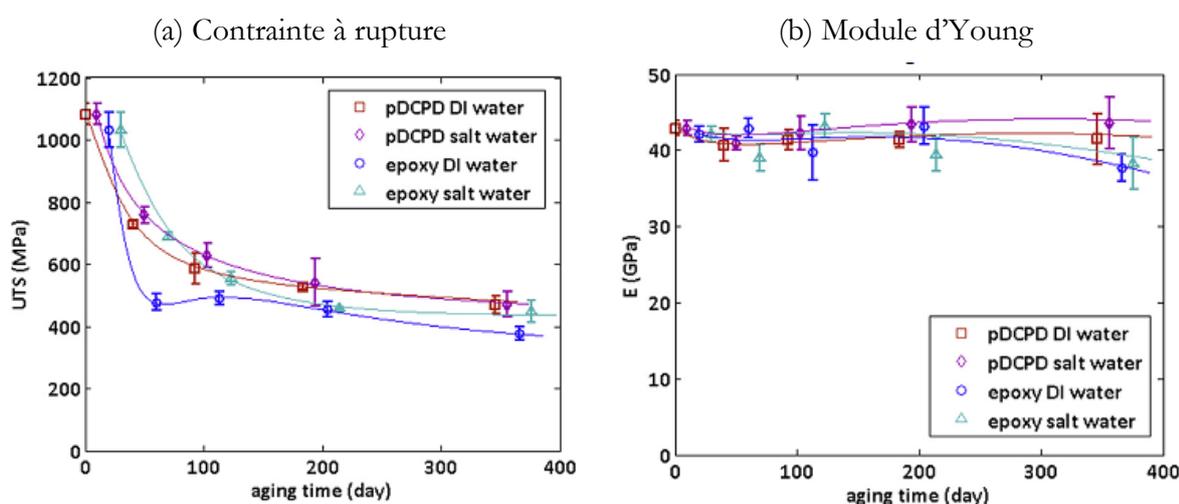


Figure 1.18 : Influence de l'humidité sur les propriétés mécaniques en traction de deux composites unidirectionnels (0°) verre/pDCPD et verre/époxy [Hu et al., 2014].

CHAPITRE 3 : COMPORTEMENT EN FATIGUE DES COMPOSITES : FOCALISATION SUR L'INFLUENCE DE L'HUMIDITÉ RELATIVE

3.1. Les différentes géométries d'éprouvettes

L'étude bibliographique a montré qu'il existe trois géométries d'éprouvettes utilisées pour la caractérisation en fatigue des composites : les éprouvettes rectangulaires, les éprouvettes haltères et enfin les éprouvettes dogbones. L'utilisation de ces deux dernières se fait principalement pour pallier le problème récurrent de rupture en dehors de la partie utile de l'éprouvette.

→ *Les éprouvettes rectangulaires*

Ce type d'éprouvette est préconisé par la norme ASTM D3479 pour la détermination des propriétés en fatigue de composites renforcés par des fibres continues ou discontinues de module supérieur à 20 GPa. Peu d'auteurs pourtant utilisent cette norme pour leurs essais [De Baere et al., 2009; Kumagai et al., 2003].

Dans le cas d'un composite unidirectionnel, l'utilisation d'éprouvettes rectangulaires ne semble pas poser problème. Dans l'étude de Jen et Lee [Jen & Lee, 1998] le composite unidirectionnel stratifié carbone/PEEK sollicité en fatigue présente une rupture valide, au centre de l'éprouvette (Figure 1.19).

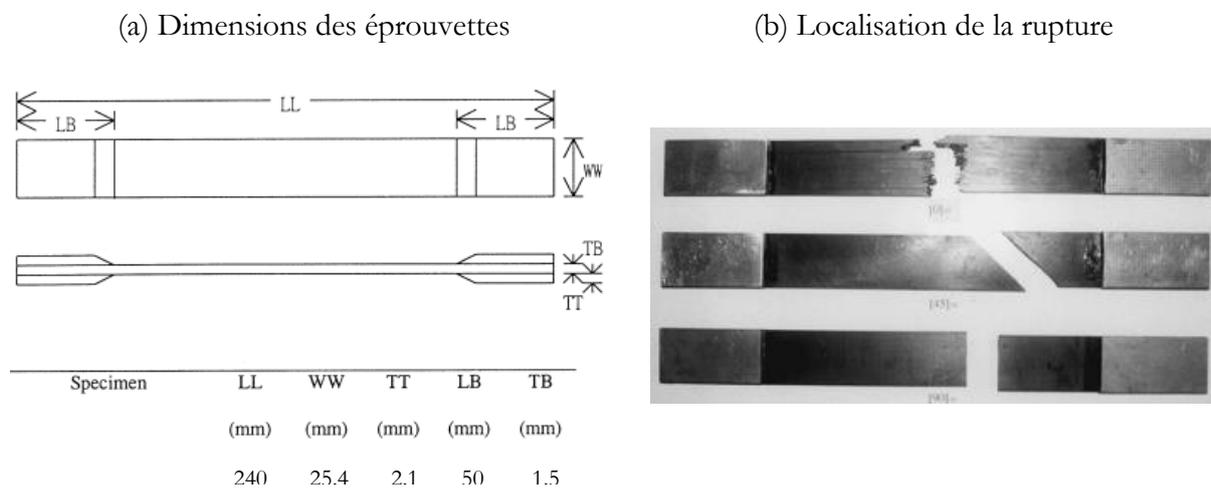


Figure 1.19 : (a) Dimensions des éprouvettes (b) Localisation de la rupture des éprouvettes $[0]_{16}$, $[45]_{16}$ et $[90]_{16}$ pour les essais de fatigue sur composites stratifiés carbone/PEEK [Jen & Lee, 1998]

Dans le cas des composites tissés en revanche, l'utilisation d'éprouvettes rectangulaires semble mener à une rupture sous les talons (Figure 1.20) [Daggumati et al., 2013; Kawai et al., 1996].



Figure 1.20 : Localisation de la rupture pour un composite tissé carbone/PPS (satin de 5) lors d'un essai de fatigue traction-traction [Daggumati et al., 2013].

→ *Les éprouvettes haltères*

Plusieurs études rapportent l'utilisation d'éprouvettes haltères pour la réalisation d'essais de fatigue sur composite stratifié unidirectionnel [Payan & Hochard, 2002], tissé [Ferreira et al., 1999a; Franco et al., 2008] ou encore renforcé de fibres courtes [Launay et al., 2010; Mouhmid et al., 2006].

Seule l'étude de Ferreira et al. [Ferreira et al., 1999a] montre la localisation de la rupture de ce type d'éprouvette dans le cas d'un composite tissé verre/polypropylène. Les éprouvettes $[(0/90)_7]$ indiquent une rupture en sortie du congé tandis que les éprouvettes $[(\pm 45)_7]$ se rompent au centre de la partie utile (Figure 1.21).

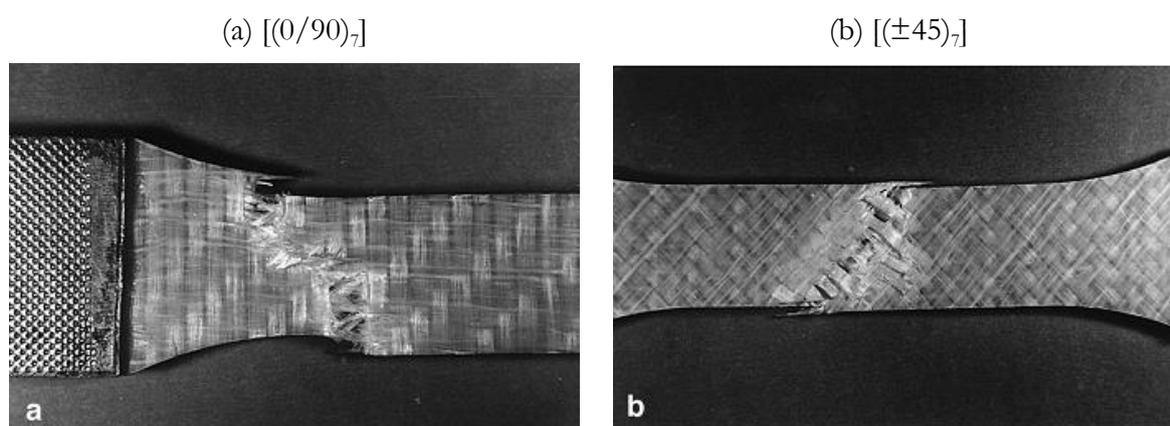


Figure 1.21 : Localisation de la rupture des éprouvettes haltères de composite tissé verre/polypropylène (a) $[(0/90)_7]$ et (b) $[(\pm 45)_7]$ [Ferreira et al., 1999a].

→ *Les éprouvettes dogbones*

Ce type d'éprouvettes a été mis au point par De Baere et al. à l'issue d'une série d'études sur un composite tissé carbone/PPS (Satin de 5) [De Baere et al., 2009; De Baere et al., 2011a; De Baere et al., 2011b]. Ce corpus présente l'optimisation de la configuration de talons à utiliser afin d'obtenir une rupture valide de l'éprouvette sollicitée en fatigue.

De Baere et al. [De Baere et al., 2009] commencent par une revue de ce que préconisent les normes quant à l'utilisation de talons pour des essais de statique et de fatigue. Concernant les essais en fatigue, l'ASTM D3479/D3479M recommande l'utilisation systématique de talons, en association avec des éprouvettes rectangulaires définies dans l'ASTM D3039. Ainsi, les échantillons utilisés ont les dimensions suivantes : 250 mm × 30 mm × 2,4 mm (Figure 1.22).

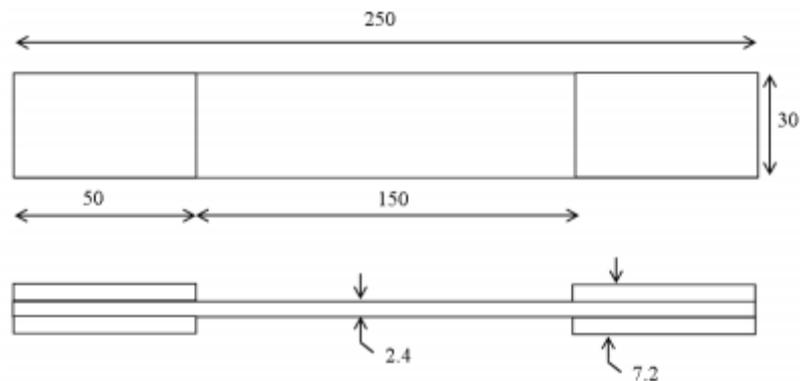


Figure 1.22 : Dimensions des éprouvettes rectangulaires utilisées par De Baere [De Baere et al., 2009]

Quatre types de talons sont étudiés (Figure 1.23) afin de déterminer la configuration optimale dans le cas d'un essai de fatigue :

- Talons biseautés, 10 mm à l'intérieur du mors ;
- Talons à angle droit, 10 mm à l'intérieur du mors ;
- Talons biseautés, dépassant de 10 mm du mors ;
- Talons à angle droit, dépassant de 10 mm du mors.

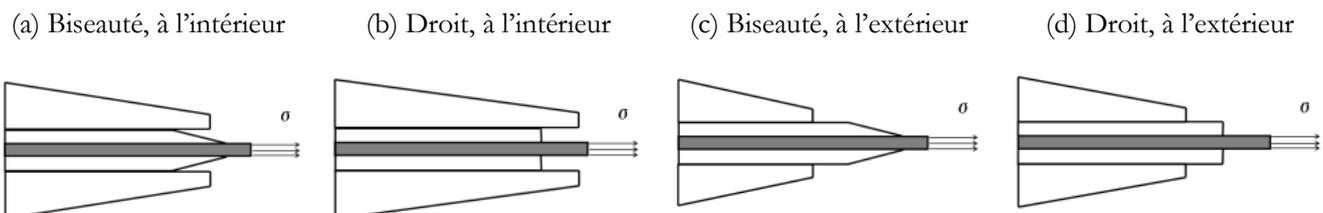


Figure 1.23 : Les différentes configurations de talons, adapté de [De Baere et al., 2009].

Quatre types de matériaux sont également testés pour les talons :

- Un composite tissé verre/époxy de séquence d'empilement $[(\pm 45)_{4S}]$;
- Un aluminium ($E = 70000$ MPa et $\nu = 0,3$) ;
- Un composite tissé carbone/PPS de séquence d'empilement $[(\pm 45)_{4S}]$;
- Un composite tissé carbone/PPS de séquence d'empilement $[(0/90)_{4S}]$, identique au matériau de l'étude.

L'auteur a montré via une méthode par éléments finis que quelle que soit la configuration de talon utilisée, le facteur de concentration de contraintes (noté SFC) est maximal à la limite talon/échantillon, (Figure 1.24).

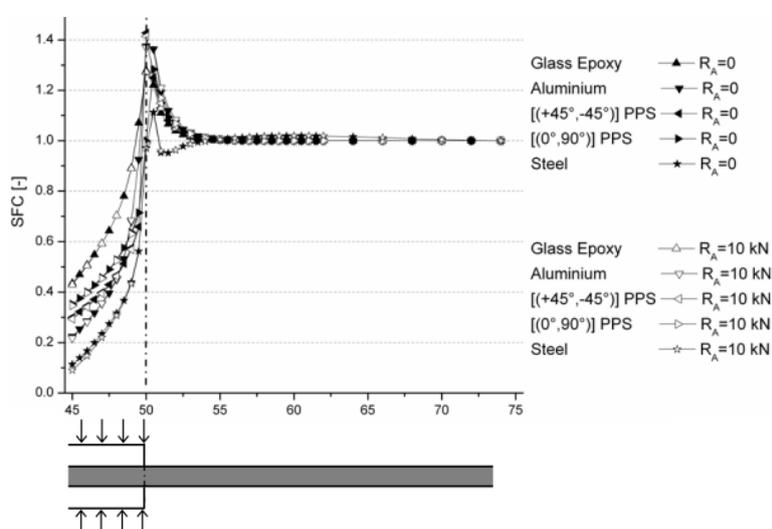


Figure 1.24 : Évolution du facteur de concentration de contraintes le long d'une éprouvette dans le cas d'un talon à angle droit, à l'intérieur du mors [De Baere et al., 2009].

Néanmoins, le facteur de concentration de contraintes est minimisé dans le cas d'un talon biseauté en matériau composite tissé verre/époxy ou carbone/PPS avec un empilement $[(\pm 45)_{4S}]$ (Tableau 1.2).

$R_A = 0$ N	Glass-epoxy	Aluminium	C-PPS $[(45^\circ, -45^\circ)]$	C-PPS $[(0^\circ, 90^\circ)]$
	1.12	1.32	1.12	1.26
	1.28	1.37	1.43	1.28
	1.12	1.32	1.11	1.26
	1.23	1.40	1.20	1.41

Tableau 1.2 : Valeurs des facteurs de concentration de contraintes pour les différentes configurations de talons étudiées [De Baere et al., 2009].

Cependant, les auteurs précisent qu'en pratique les thermoplastiques sont très difficiles à coller et que la plupart du temps, un PPS par exemple, ne se colle très bien qu'avec du PPS. De plus, même dans le cas où le talon est fait du même matériau que l'échantillon, l'adhésion n'est pas toujours satisfaisante. Cela implique que si le talon vient à se décoller sur une certaine longueur, toutes les géométries étudiées vont en fait se rapporter à une seule et même géométrie : un talon à angle droit, à l'intérieur des mors (Figure 1.23b). Finalement, la théorie éclairée par ces notions pratiques semble indiquer que le talon le plus adéquat est un talon à angle droit, à l'intérieur des mors, en carbone/PPS $[(0/90)_{4S}]$ (Tableau 1.2).

Dans la suite de ses travaux [De Baere et al., 2011a], l'auteur évalue expérimentalement la capacité de plusieurs configurations de talons à engendrer une rupture valide de l'éprouvette. Cette évaluation est menée pour des essais de traction monotone dans un premier temps. Au total, seize combinaisons mixant le matériau du talon, la préparation de la surface de contact et le type d'adhésif sont étudiées. Cependant, aucun de ces seize essais n'a fourni une rupture valide de l'éprouvette.

Quelques-unes de ces configurations ont été testées en fatigue sur éprouvettes $[(0/90)_{4S}]$ et $[(\pm 45)_{4S}]$. Pour la séquence d'empilement $[(0/90)_{4S}]$ les résultats ne sont pas concluants et les auteurs décomptent un grand nombre de rupture dans les mors. Concernant la séquence $[(\pm 45)_{4S}]$, les conclusions sont bien différentes puisque la rupture ne se produit jamais dans les talons mais bien dans la partie utile de l'éprouvette. Sous l'influence de la sollicitation, les auteurs observent un réalignement des fibres, provoquant un changement de la géométrie de l'éprouvette (Figure 1.25). Cette observation a poussé l'auteur à étudier la faisabilité d'un essai en fatigue sur des éprouvettes dogbones [De Baere et al., 2011a].



Figure 1.25 : Eprouvettes $[(\pm 45)_{4S}]$ avant et après essais en fatigue [De Baere et al., 2011a]

Dans une troisième partie, l'auteur étudie la possibilité d'utiliser des éprouvettes dogbones afin d'assurer une rupture systématique dans la zone utile de l'éprouvette [De Baere et al., 2011b]. Bien qu'exclue par la norme ISO 527-4, la rupture valide que permet ce type d'éprouvette paraît préférable à une rupture répétée dans les mors pour des éprouvettes rectangulaires.

La géométrie proposée par l'auteur consiste à intégrer une légère courbure dans la zone utile afin que le coefficient de concentration de contraintes au centre soit supérieur à celui présent sous les talons. Afin d'éviter les interférences entre les concentrations de contraintes au niveau des talons et au centre de l'éprouvette, il est souhaitable de laisser une longueur $L_{straight}$ entre l'extrémité du talon et le début de la courbure de l'éprouvette (Figure 1.26).

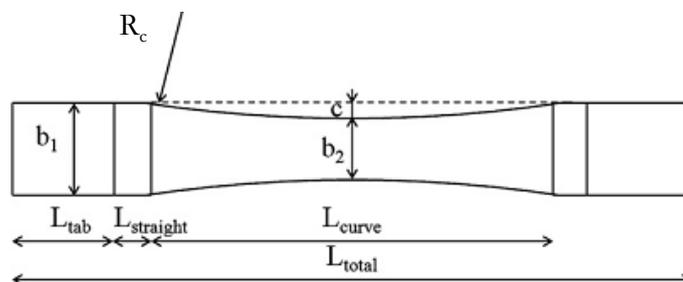


Figure 1.26 : Géométrie dogbone proposée par De Baere

[De Baere et al., 2011b]

Le rayon de courbure (R_c) est calculé géométriquement et est donné par l'équation 1.8.

$$R_c = \frac{\left(\frac{S_t - 1}{S_t}\right)^2 b_1^2 + l_{curve}^2}{4 \left(\frac{S_t - 1}{S_t}\right) b_1} \quad \text{Équation 1.8} \quad [\text{De Baere et al., 2011b}]$$

Où :

S_t : facteur de concentration de contraintes à la limite talon/éprouvette ;

b_1 : largeur des têtes de l'éprouvettes ;

L_{curve} : longueur de la zone de section non constante ;

Finalement, les dimensions de l'éprouvette dogbone ainsi définies sont regroupées dans le Tableau 1.3.

S_t	L_{total}	L_{curve}	b_1	R_c	b_2
1,28	300 mm	200 mm	30 mm	1446 mm	23,1 mm

Tableau 1.3 : Dimensions de l'éprouvette dogbone mis au point par De Baere et al.

[De Baere et al., 2011b].

Ces éprouvettes dogbones sont ensuite testées en traction quasi-statique. Tous les essais ont conduit à une rupture systématique au centre de l'éprouvette. Les essais de fatigue eux aussi se

révèlent prometteurs puisque toutes les éprouvettes sollicitées se rompent dans la partie utile. La Figure 1.27 montre les courbes de Wöhler obtenues pour des éprouvettes rectangulaires (avec rupture dans les mors) et des éprouvettes dogbones (avec rupture valide) pour plusieurs fréquences d'essais. Les résultats montrent que la rupture valide de l'éprouvette dogbone induit un allongement de la durée de vie, plus représentative du comportement du matériau de l'étude.

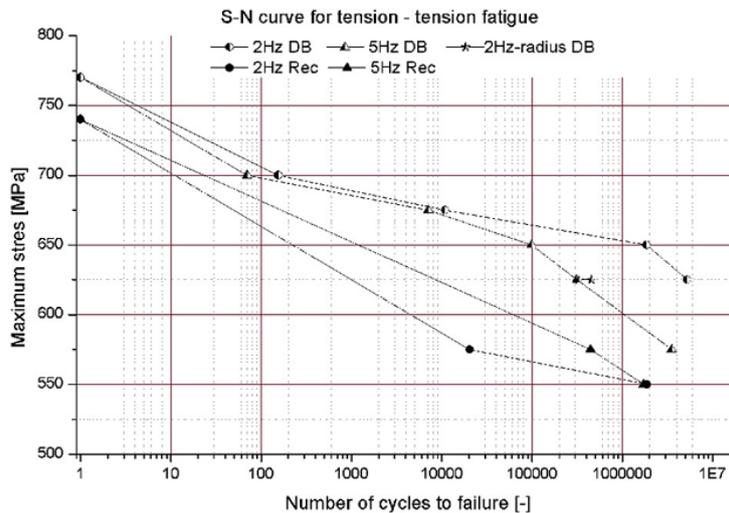


Figure 1.27 : Courbes S-N en fonction des géométries des éprouvettes et de la fréquence
[De Baere et al., 2011b]

Ainsi, cette série d'étude a permis de développer une géométrie d'éprouvette permettant d'obtenir une rupture valide là où les éprouvettes rectangulaires ne peuvent être utilisées. Néanmoins, ce type de géométrie introduit des champs de contraintes et de déformations non homogènes dont il faut tenir compte dans l'analyse.

3.2. Endommagement des composites sous sollicitation cyclique

Les mécanismes d'endommagement qui entrent en jeu lors d'une sollicitation en fatigue sont similaires à ceux qui interviennent lors d'un essai de traction. Dans [Albouy, 2013], ces mécanismes sont classés en deux catégories : les dommages microstructuraux et macrostructuraux. Les premiers regroupent les microfissures de la matrice, les décohésions fibre/matrice et les ruptures de fibres. Les seconds correspondent aux macro-fissures matricielles transverses et au délaminage.

Les travaux à propos de la fatigue des composites tissés font apparaître trois mécanismes d'endommagement systématiques [Daggumati et al., 2013; Fujii et al., 1993; Pandita et al., 2001]. L'initiation de l'endommagement se fait toujours par la décohésion de l'interface fibre/matrice au cœur des torons transversaux. Ces décohésions se propagent par coalescence jusqu'à former

une fissure dans le toron [Fujii et al., 1993; Pandita et al., 2001]. Puis, lorsque cette fissure atteint le bord du toron, elle se propage soit vers une zone riche en matrice, soit le long d'un toron longitudinal adjacent, créant ainsi un méta-délaminage [Pandita et al., 2001]. Finalement, la ruine du matériau est toujours la conséquence directe de la rupture catastrophique des fibres longitudinales.

Plusieurs méthodes permettent de mettre en évidence les différentes étapes de l'endommagement d'un composite tissé. Parmi elles, on recense l'émission acoustique et la thermographie infrarouge.

3.2.1. Thermographie infrarouge

La thermographie infrarouge est une technique permettant de donner une image de la température de surface d'un échantillon durant un essai de fatigue. L'avantage de cette technique est qu'elle est non-intrusive et non-destructive. Toubal et al. [Toubal et al., 2006] ont montré l'existence d'une corrélation entre l'évolution de la température de surface et celle de l'endommagement d'un composite tissé carbone/époxy (Figure 1.28). La variable d'endommagement D est définie par $D = 1 - E_s^N / E_s^0$. La dissipation thermique est donc liée à l'endommagement du matériau.

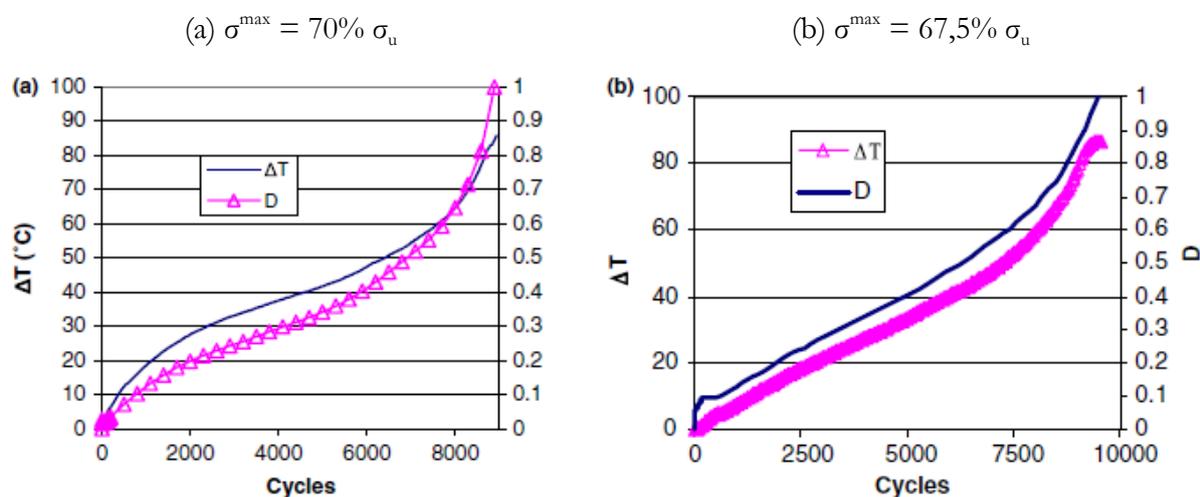


Figure 1.28 : Comparaison entre l'évolution de la température et celle de la variable d'endommagement D à (a) 70 % σ_u et (b) 67,5 % σ_u pour un composite tissé carbone/époxy lors d'un essai de fatigue [Toubal et al., 2006].

La méthode de thermo-élasticimétrie est une technique dérivée de la thermographie infrarouge. Cette méthode se base sur l'effet thermoélastique, selon lequel une légère variation de la température est le résultat d'un changement du niveau de contraintes. C'est une méthode sans

contact qui utilise, comme en thermographie, une caméra infrarouge. La relation entre les variations de températures et de contraintes est donnée par l'équation 1.9 :

$$\Delta T = -\frac{T}{\rho C_p} (\alpha_1 * \Delta \sigma_1 + \alpha_2 * \Delta \sigma_2) \quad \text{Équation 1.9} \\ \text{[Fruehmann et al., 2010]}$$

Où :

ΔT : amplitude des oscillations de température ;

T : température moyenne en surface ;

ρ : densité ;

C_p : capacité thermique massique ;

α_1, α_2 : coefficients d'expansion thermique dans les directions principales ;

$\Delta \sigma_1, \Delta \sigma_2$: amplitude des contraintes principales ;

Fruehmann et al. [Fruehmann et al., 2010] ont montré la capacité de cette technique à localiser et suivre l'évolution de l'endommagement des torons de trame dans un composite tissé verre/époxy (Figure 1.29).

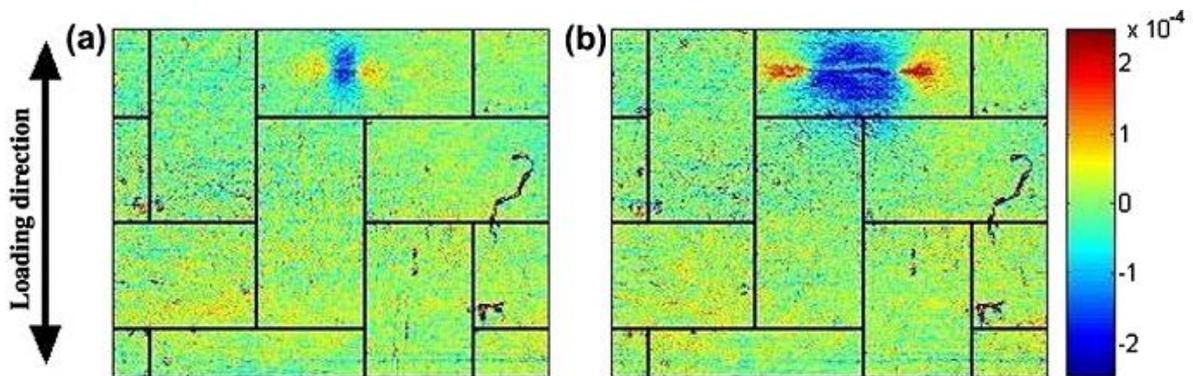


Figure 1.29 : Identification de l'endommagement d'un composite tissé (sergé 2/2) verre/époxy après (a) 40000 cycles et (b) 46000 cycles [Fruehmann et al., 2010].

3.2.2. Émission acoustique

L'émission acoustique (EA) est une méthode largement employée dans l'étude et le suivi en temps réel de l'endommagement des matériaux composites. Cette technique s'appuie sur l'utilisation d'un ou plusieurs capteurs piézo-électriques, qui permettent de convertir l'énergie élastique libérée par le développement des endommagements dans le matériau en un signal électrique.

La première strate d'analyse des données d'émission acoustique est le suivi de l'évolution du nombre cumulé d'évènements enregistrés lors d'un essai de fatigue (Figure 1.30a). Pandita et al. [Pandita et al., 2001] ont ainsi montré que l'évolution du nombre cumulé d'évènements acoustiques pour un composite tissé verre/époxy sollicité en fatigue traction-traction ($R = 0,1$) comporte quatre étapes. Les essais de fatigue ont été couplés à des observations au microscope optique à balayage afin de déterminer un scénario de l'endommagement (Figure 1.30b).

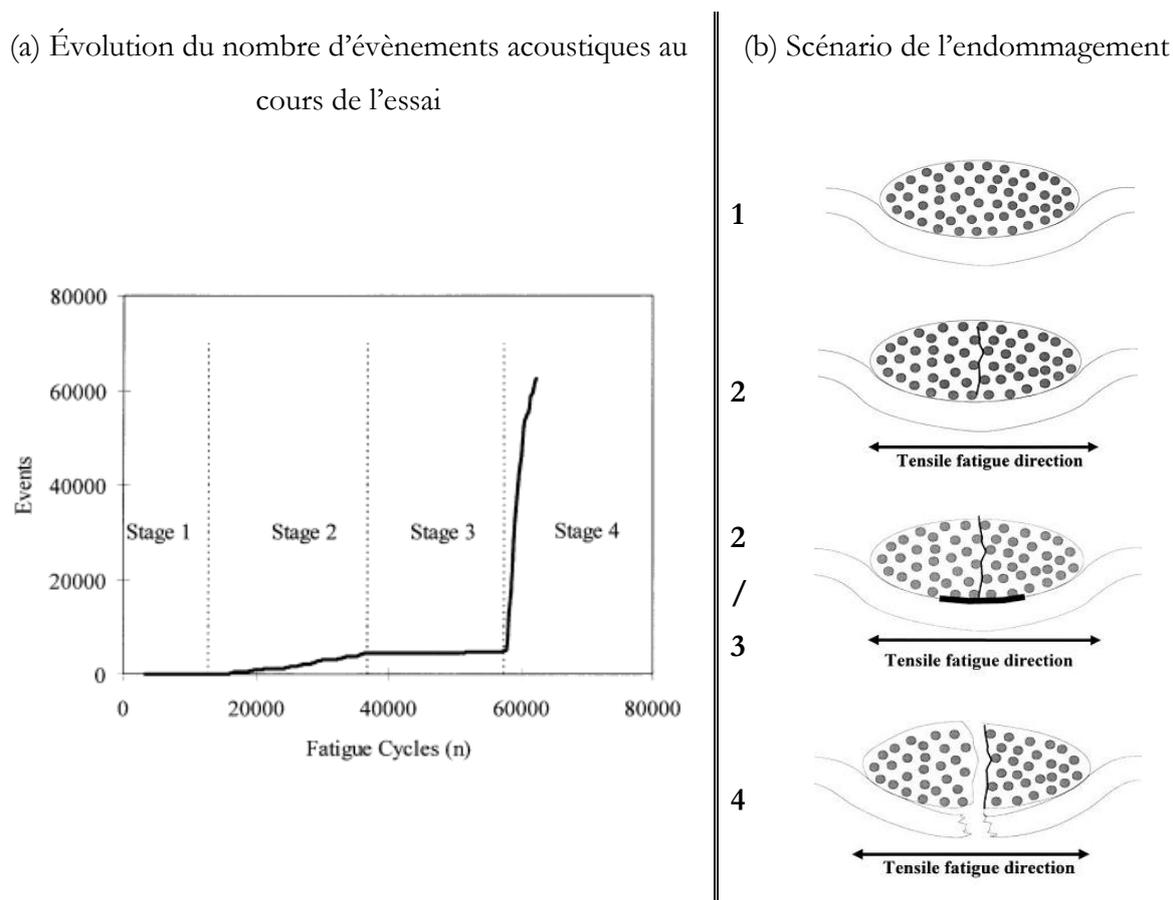


Figure 1.30 : Essai de fatigue traction/traction ($R = 0,1$) sur un composite tissé $[(0/90)_n]$ verre/époxy : (a) Évolution du nombre total d'évènements enregistrés (b) Scénario de l'endommagement (adapté de [Pandita et al., 2001]).

Durant la première partie de l'essai, aucun endommagement significatif n'est enregistré. La deuxième étape est marquée par le démarrage de l'activité acoustique. Les observations microscopiques ont permis d'attribuer les évènements enregistrés à l'apparition et la coalescence des décohésions à l'interface fibres / matrice dans les torons de fibres transverses à la direction de sollicitation. Ces fissures transverses peuvent ensuite soit se propager dans des zones riches en matrice, soit à l'interface avec un toron longitudinal (méta-délaminage). Durant la troisième étape, le nombre d'évènements acoustiques évolue peu, indiquant une propagation lente des endommagements transverses. Finalement la dernière étape est caractérisée par une

augmentation brutale du nombre d'évènements acoustiques, correspondant à la rupture des fibres longitudinales et la ruine du matériau.

Cependant, il existe des méthodes d'analyses statistiques qui permettent d'assigner directement chaque évènement acoustique enregistré au type d'endommagement qui en est à la source.

Une onde acoustique est caractérisée par de nombreux paramètres temporels et fréquentiels. Parmi les plus utilisés, on citera l'amplitude, la durée, l'énergie ou encore la fréquence de l'onde. L'ensemble de ces paramètres constitue la signature de l'évènement acoustique. Chaque type d'endommagement émet une onde acoustique dont la signature lui est propre. Dès lors, il est possible de regrouper les signaux qui présentent des signatures similaires, et de les associer à une catégorie d'endommagement, appelée alors « classe ».

→ *Analyse paramétrique*

L'analyse paramétrique se base sur l'utilisation d'un unique paramètre pour la création des classes d'endommagement. L'amplitude est le paramètre le plus largement utilisé dans le domaine temporel [Barré & Benzeggagh, 1994; Scida et al., 2002; Silva De Vasconcellos et al., 2014; Taghizadeh & Najafabadi, 2011].

De manière générale, il a été reporté que les amplitudes les plus basses correspondent à l'endommagement matriciel et les plus hautes à la rupture des fibres. Les amplitudes intermédiaires sont attribuées à l'endommagement des interfaces (décohésions fibre/matrice, méta-délamination).

Silva De Vasconcellos et al. [Silva De Vasconcellos et al., 2014] étudient un composite tissé chanvre/époxy en utilisant une analyse paramétrique basée uniquement sur la valeur de l'amplitude des ondes acoustiques. Trois gammes d'amplitudes ont été définies et attribuées à un type d'endommagement : [35 – 53 dB] pour la fissuration matricielle, [58 – 63 dB] pour l'endommagement aux interfaces et [63 – 66 dB] pour la rupture de fibres. Ainsi, la Figure 1.31 montre que le mécanisme d'endommagement principal est celui de la résine, tandis que l'activité acoustique des fibres et des interfaces ne devient significative que proche de la rupture.

Dans le domaine fréquentiel, de nombreuses études utilisent la fréquence au pic [Gutkin et al., 2011; Kempf et al., 2014; Ramirez-Jimenez et al., 2004]. De la même façon que pour l'amplitude, les basses fréquences sont associées à l'endommagement matriciel et les hautes à la rupture des fibres. Les fréquences intermédiaires correspondent à l'endommagement des interfaces. Néanmoins, l'utilisation de la fréquence au pic peut être sujet à controverse puisqu'il a été montré que sa valeur dépend du type de capteur utilisé [Kempf et al., 2014; Sause & Horn, 2010].

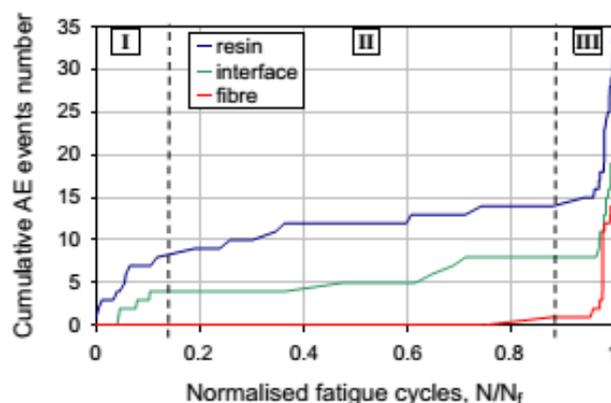


Figure 1.31 : Évolution du nombre d'événements acoustiques enregistré au cours d'un essai de fatigue à $\sigma^{\max} = 40 \% \sigma_u$ pour un composite tissé [(0/90)₇] chanvre/époxy. Analyse paramétrique basée sur l'amplitude de l'évènement acoustique [Silva De Vasconcellos et al., 2014].

→ *Analyse multiparamétrique*

Dans l'analyse multiparamétrique, à chaque évènement acoustique est associé un vecteur dont les coordonnées sont les paramètres à exploiter. Ce type d'analyse est le plus souvent associé à une étude statistique qui peut être supervisée ou non.

Les méthodes supervisées nécessitent que les classes soient connues *a priori* par l'utilisateur. S'en suit alors une phase d'apprentissage durant laquelle l'algorithme extrait des règles et des tendances mathématiques à partir d'une partition connue, lui permettant de reproduire cette partition initiale. Cet ensemble de règles peut ensuite être appliqué à n'importe quel autre lot de données afin d'en extraire les classes définies dans la phase d'apprentissage. La méthode des k-plus proches voisins est par exemple une méthode supervisée [Godin et al., 2004].

Les méthodes non-supervisées ne nécessitent pas de présupposer du nombre de classes à créer. Elles partitionnent l'ensemble des données à partir d'une analyse de la répartition graphique des classes. Parmi ces méthodes, l'algorithme des k-moyennes est largement utilisé dans le domaine de l'émission acoustique [Gutkin et al., 2011; Kempf et al., 2014; Kostopoulos et al., 2003; Moevus et al., 2008].

3.3. Influence du vieillissement hygrométrique sur la durée de vie

À notre connaissance, il n'existe pas d'étude sur l'influence de l'humidité sur la durée de vie d'un composite à matrice thermoplastique renforcé de fibres continues. On trouve néanmoins dans la littérature quelques études sur l'influence du conditionnement pour des composites à matrice thermodurcissables [Hu et al., 2014; Jones et al., 1984; Mcbagonluri et al., 2000; Meziere et al., 2005; Patel & Case, 2000; Siriruk & Penumadu, 2014; Vauthier, 1998; Zhang et al., 2011].

Les études qui traitent de l'influence du conditionnement sur les composites à matrice époxy renforcés de fibres continues semblent indiquer que l'humidité a une plus grande influence sur les faibles durées de vie. Dans l'étude de Hu et al. [Hu et al., 2014], des éprouvettes d'un composite unidirectionnel époxy/verre sont stockées pendant 1 et 3 mois dans une enceinte de solution de NaCl (3.5 wt%) à 60 °C avant d'être sollicitées en fatigue. La Figure 1.32 montre que les pentes des courbes S-N diminuent avec la durée du conditionnement, jusqu'à se croiser à environ 4×10^5 cycles. Cette observation indique bien une diminution de l'influence de l'humidité pour les grandes durées de vie.

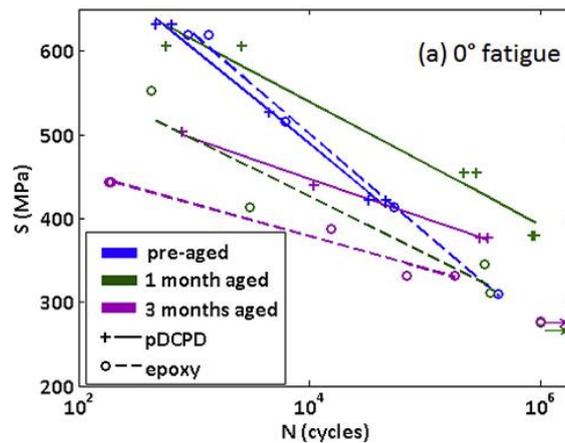


Figure 1.32 : Courbes S-N avant et après conditionnement dans de l'eau salée (1 mois et 3 mois) pour deux composites verre/pDCPD et verre/epoxy [Hu et al., 2014].

Patel et al. [Patel & Case, 2000] ont étudié l'influence de l'humidité et de la température sur la durée de vie en fatigue d'un composite à matrice époxy renforcé d'un tissu de fibres de carbone (satin de 5). Pour cela, des essais ont été menés pour quatre conditions de température et d'hygrométrie :

- à température ambiante ;
- à 120 °C ;
- à 85 % d'humidité relative et 30 °C (éprouvette préalablement saturée en eau) ;
- au cours d'un cycle hygrothermique.

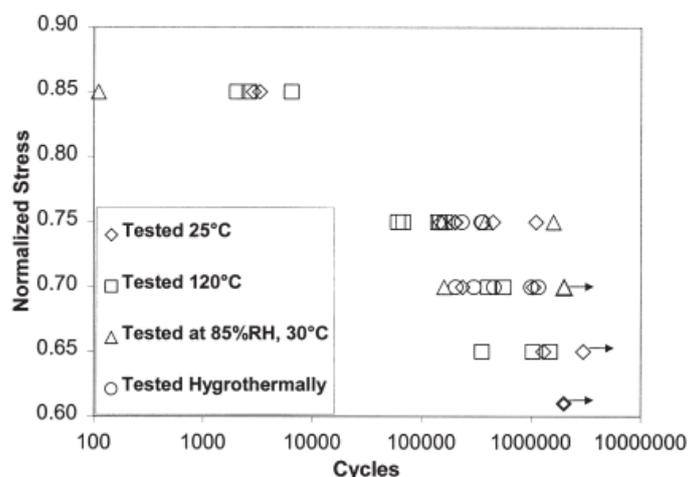


Figure 1.33 : Courbes S-N pour les quatre types de conditionnements et conditions d'essais d'un composite à matrice époxy renforcé d'un tissu de fibres de carbone [Patel & Case, 2000].

Les courbes S-N résultant des essais de fatigue traction-traction ($R=0,1$) sont montrées sur la Figure 1.33. Si pour les hauts niveaux de sollicitation ($0,85 \times \sigma_u$) la durée de vie est largement impactée par la présence d'humidité, en-dessous de $0,75 \times \sigma_u$, le conditionnement des éprouvettes ne semble avoir aucun effet.

Jones et al. [Jones et al., 1984] ont également mis en évidence l'influence du conditionnement sur la durée de vie en fatigue d'un composite à matrice époxy renforcé de fibres de verre continues. Pour cela, trois conditionnements sont étudiés :

- Séché dans une étuve à 60°C ;
- Stocké dans une enceinte à 65% r.h. et à température ambiante pendant au moins quatre mois ;
- Stocké dans de l'eau bouillante pendant trois semaines, puis stocké dans de l'eau à température ambiante jusqu'au moment de l'essai.

Les résultats présentés Figure 1.34a, montrent que pour des durées de vie inférieures à 10^4 cycles, la courbe S-N des échantillons stockés en eau est située en dessous de celle des échantillons stockés en étuve et à l'ambiante. Au-delà de 10^4 cycles, les courbes de Wöhler sont presque confondues, traduisant l'absence d'influence du conditionnement pour les grands nombres de cycles.

En normalisant la contrainte maximum de fatigue par la contrainte à rupture du matériau conditionné (Figure 1.34b), la courbe S-N des échantillons stockés en eau se situe au-dessus de celle du matériau sec et à 65% d'humidité relative. Ainsi, les échantillons conditionnés sont moins sensibles à la fatigue. Pour expliquer ce phénomène, les auteurs avancent l'hypothèse

suivante. Le gonflement de la matrice époxy associé au phénomène de plastification de la matrice polymère résultant du stockage dans l'eau bouillante permet la relaxation des contraintes thermiques d'une part et le retardement de l'apparition d'endommagements d'autre part. La conséquence directe de ces deux phénomènes est l'amélioration des performances en fatigue pour les faibles niveaux de contrainte du composite stocké dans l'eau.

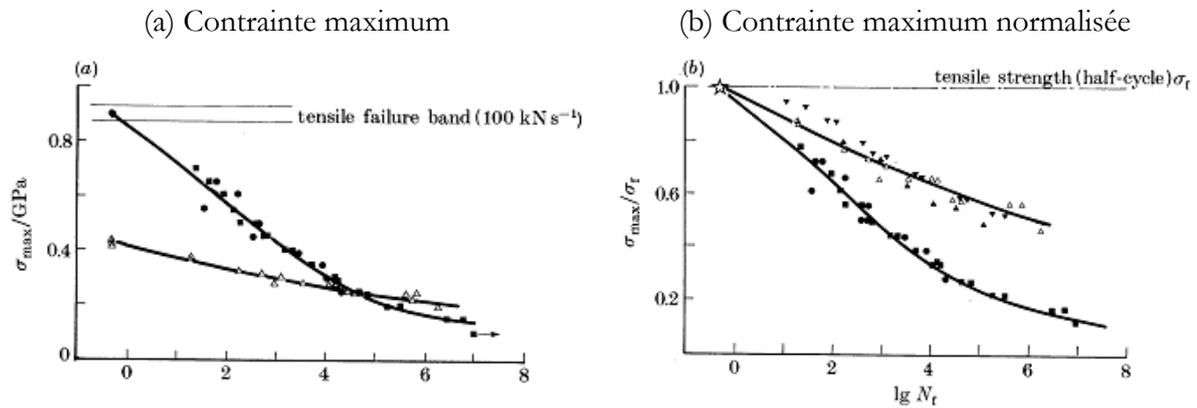


Figure 1.34 : Effet du conditionnement sur la durée de vie d'un stratifié à matrice époxy renforcé de fibres de verre (0°/90°). • dry ■ 65% r.h. Δ boiled [Jones et al., 1984].

CHAPITRE 4 : DÉTERMINATION DE LA DURÉE DE VIE EN FATIGUE

Il existe plusieurs types de modèles de prédiction de la durée de vie en fatigue des matériaux composites faisant appel à des considérations à l'échelle du matériau et/ou de la structure. Certains de ces modèles sont basés sur l'évolution de l'endommagement. Le terme endommagement peut alors représenter soit un endommagement physique comme l'aire endommagée par délaminage, soit la dégradation d'une propriété mécanique macroscopique comme le module de rigidité. D'autres modèles proposent des critères de fatigue plus statistiques, basés sur l'extraction de données des courbes de Wöhler. Dans une revue détaillée des différents modèles existant pour les composites, Degrieck et Van Paepegem [Degrieck & Van Paepegem, 2001], proposent une classification en trois catégories (Figure 1.35):

- Les modèles d'endommagement progressif
- Les approches phénoménologiques : résistance ou rigidité résiduelle
- Les approches globales : critères de fatigue

L'organisation de ce chapitre suit donc cette classification et propose une description critique des différents modèles.

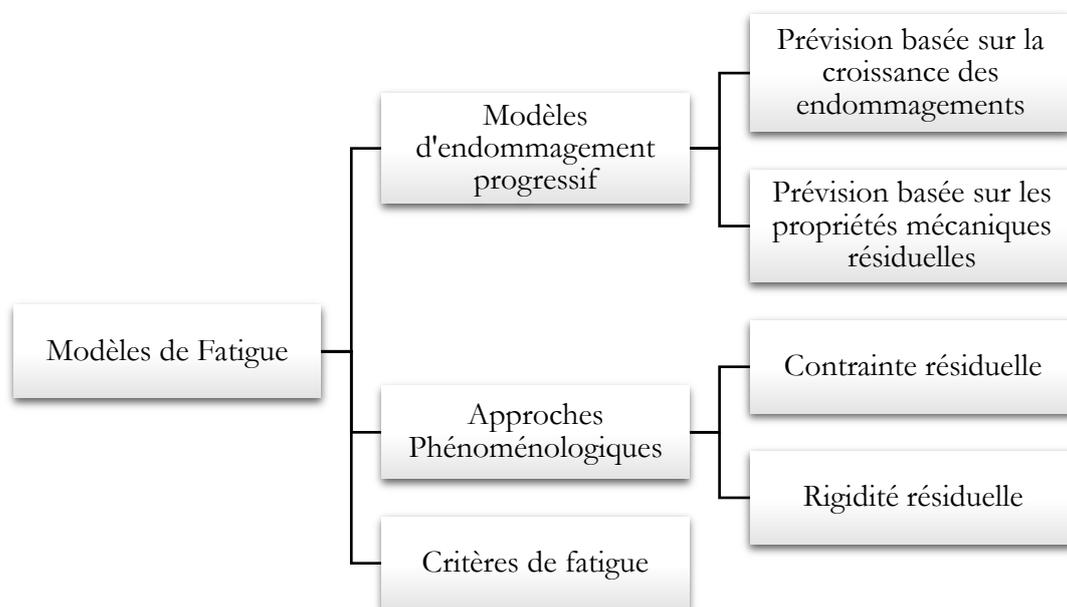


Figure 1.35 : Classification des modèles de fatigue disponibles pour l'application à des matériaux composites.

4.1. Modèles d'endommagement progressif

Les modèles d'endommagement progressif utilisent des variables permettant de décrire la détérioration du composite. L'objectif est de suivre l'évolution d'un type d'endommagement afin

de pouvoir prédire la rupture du matériau. Ce type de modèles peut être divisé en deux catégories : les modèles basés sur la croissance des endommagements (nombre de fissures matricielles transverses par unité de longueur, taille de la zone affectée par le délaminage par exemple) et les modèles basés sur les propriétés résiduelles (rigidité, contrainte).

→ *Modèles d'endommagement progressifs basés sur la croissance des endommagements*

Cette catégorie regroupe des modèles qui décrivent l'évolution d'un type d'endommagement en particulier, comme la fissuration matricielle ou le délaminage. Bergmann et Prinz [Bergmann & Prinz, 1989] proposent par exemple un modèle d'évolution de la zone de délaminage pour un composite carbone/époxy (Équation 1.10).

$$\frac{dA_i}{dN} = \hat{c} \times f(G_{it})^n \quad \begin{array}{l} \text{Équation 1.10} \\ \text{[Bergmann \& Prinz, 1989]} \end{array}$$

Où :

A_i : aire endommagée par délaminage ;

G_{it} : taux de restitution d'énergie ;

\hat{c}, n : paramètres du modèle à déterminer.

Le développement de ce type de modèles nécessite de contrôler l'endommagement du matériau étudié. Ainsi, les auteurs ont recours à des éprouvettes trouées, entaillées ou plus généralement présentant un défaut artificiel.

→ *Modèles d'endommagement progressif basés sur les propriétés résiduelles*

Ces modèles utilisent pour la plupart des considérations thermodynamiques, des critères de rupture micromécaniques ou se basent sur la mécanique de l'endommagement afin de relier les variables d'endommagement aux propriétés résiduelles. Thionnet et Renard [Thionnet & Renard, 1994] proposent un modèle qui permet de prédire, à l'échelle du pli, l'évolution des fissures matricielles transverses pour un composite stratifié $[0^\circ, 90^\circ]_s$. Les fissures transverses sont modélisées à l'échelle mésoscopique et sont décrites par la variable scalaire $\alpha_f = e/L$ où e est l'épaisseur du pli et L est l'espacement entre les fissures. Ce modèle est construit autour du potentiel thermodynamique ψ et d'un seuil d'endommagement, identifié à partir des résultats expérimentaux. On pourra également citer le modèle de Ladevèze [Ladevèze & Lubineau, 2001; Ladevèze, 1992], développé depuis une vingtaine d'années au LMT-Cachan et qui se base également sur des considérations à l'échelle mésoscopique.

4.2. Approche phénoménologique : résistance ou rigidité résiduelle

Les modèles phénoménologiques permettent de prévoir le comportement en fatigue d'un composite en se basant sur la dégradation de ses propriétés macroscopiques telles que la rigidité résiduelle et la contrainte résiduelle au cours de l'essai. Ces modèles ne doivent pas être confondus avec ceux basés sur l'accumulation de l'endommagement, présentés au paragraphe précédent. En effet, dans le cas d'une approche phénoménologique, les mécanismes d'endommagement qui se développent dans le matériau ne sont pas pris en compte. Seule la conséquence à l'échelle macroscopique, à travers l'utilisation d'une « variable d'endommagement », est considérée. La diminution de cette variable d'endommagement au cours de l'essai peut être due à la combinaison de nombreux phénomènes. On distingue les modèles basés sur la rigidité résiduelle et ceux sur la contrainte résiduelle.

→ *Modèles phénoménologiques basés sur la rigidité résiduelle*

Comme leur nom l'indique, ces modèles décrivent la perte de rigidité du matériau au cours de l'essai de fatigue. Le plus souvent, une variable d'endommagement D est utilisée, telle que $D = 1 - E_s^N / E_s^0$, où E_s^0 est le module de rigidité du matériau non endommagé.

Whitworth [Whitworth, 1987] propose un modèle pour une sollicitation cyclique d'amplitude constante. L'hypothèse est faite selon laquelle la rigidité résiduelle est une fonction monotone décroissante du nombre de cycles. L'évolution de la rigidité du matériau est donnée par l'équation 1.11.

$$\frac{E_s^N}{E_s^0} = \left[1 - h \times \ln(N + 1) \left(\frac{\sigma^{\max}}{c_1 \sigma_u} \right)^{m/c_2} \right]^{1/m} \quad \begin{array}{l} \text{Équation 1.11} \\ \text{[Whitworth, 1987]} \end{array}$$

Où :

E_s^N : module de rigidité résiduelle au cycle n ;

E_s^0 : module de rigidité du matériau non endommagé ;

σ^{\max} : contrainte de fatigue appliquée ;

σ_u : contrainte à rupture du matériau ;

c_1, c_2, h, m : paramètres matériaux à identifier.

Si le modèle proposé par Whitworth [Whitworth, 1987] permet de suivre l'évolution de la rigidité du matériau au cours de l'essai de fatigue, il ne permet pas de déterminer le moment de la

rupture. À l'inverse, Hwang et Han [Hwang & Han, 1986] proposent un modèle qui utilise la variable d'endommagement D , telle que $D = 1$ au moment de la rupture (Équation 1.12).

$$D = \frac{r}{1-r} \left[\frac{E_s^0}{E_s^N} - 1 \right] \quad \text{avec} \quad r = \frac{\sigma^{\max}}{\sigma_u} \quad \begin{array}{l} \text{Équation 1.12} \\ \text{[Hwang \& Han, 1986]} \end{array}$$

Où :

σ^{\max} : contrainte maximale de fatigue appliquée ;

σ_u : contrainte à rupture en traction statique ;

E_s^0 : module de fatigue initial ;

E_s^N : module de fatigue au cycle N ;

Le principal avantage de ce type de modèle est qu'il ne nécessite pas la réalisation d'essais destructifs pour la détermination de la rigidité résiduelle, à l'inverse des modèles basés sur la contrainte résiduelle présentés dans le paragraphe suivant.

→ *Modèles phénoménologiques basés sur la contrainte résiduelle*

La contrainte résiduelle est définie comme la charge statique maximale que peut supporter une structure après avoir subi une sollicitation en fatigue jusqu'à un nombre de cycles donné. Il est possible de distinguer deux types de modèles basés sur la contrainte résiduelle : le « sudden death model » s'applique pour les faibles nombres de cycles et le « wearout model » pour les grands nombres de cycles. En effet, l'évolution de la contrainte résiduelle n'est pas la même pour des niveaux de chargement élevés et faibles.

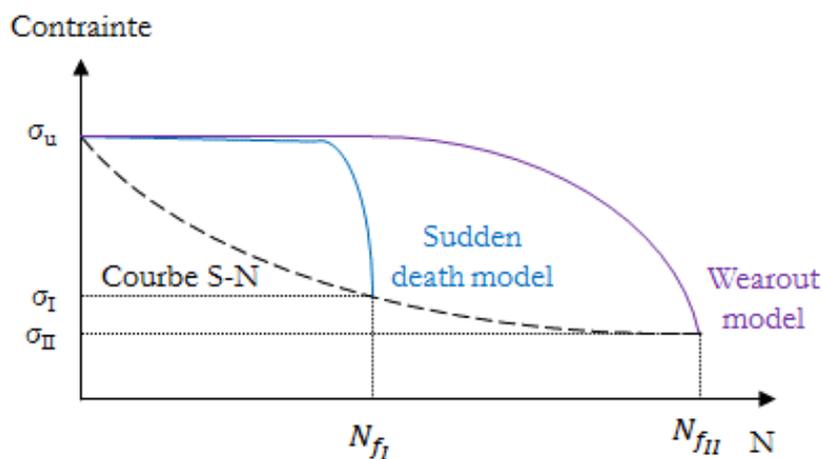


Figure 1.36 : Illustration des modèles phénoménologiques basés sur la contrainte résiduelle « sudden death model » et « wearout model ».

Pour les niveaux de chargement élevés, et donc pour les faibles durées de vie, la contrainte résiduelle a tendance à rester stable puis à diminuer drastiquement lorsque le nombre de cycles à rupture est atteint. Chou et Croman [Chou & Croman, 1978, 1979] proposent un « sudden death model » permettant de rendre compte de ce comportement (Figure 1.36).

Pour les faibles niveaux de chargement, et donc les longues durées de vie, la contrainte résiduelle diminue progressivement. Le « wearout model » permettant de capter ce comportement a été initialement proposé par Halpin et al. [Halpin et al., 1973] sous la forme d'une fonction puissance (Équation 1.13).

$$\frac{d\sigma_r(N)}{dN} = \frac{-A(\sigma^{max})}{m[\sigma_r(N)]^{m-1}} \quad \text{Équation 1.13} \\ \text{[Degrieck \& Van Paepegem, 2001]}$$

Où :

$\sigma_r(N)$: contrainte résiduelle ;

N : nombre de cycles ;

$A(\sigma^{max})$: fonction de la contrainte maximale de fatigue appliquée ;

m : constante.

Les modèles d'endommagement progressif et phénoménologiques présentés jusqu'ici tiennent compte de l'accumulation de l'endommagement par l'analyse de grandeurs respectivement mésoscopiques (à l'échelle du pli) et macroscopiques. Néanmoins, ils ne permettent pas d'exprimer directement le nombre de cycles à rupture du matériau étudié.

4.3. Approche globale : critère de fatigue

Cette catégorie de modèles se base sur les informations données par les courbes S-N. Le principal intérêt à l'utilisation de ce type de modèle est qu'il fournit directement le nombre de cycles à rupture. En contrepartie, cette méthode nécessite la construction des courbes S-N indispensables à l'identification des paramètres qui interviennent dans l'expression des modèles.

Modèle Hybride

Dans ce groupe on retrouve le modèle semi-empirique développé par Sarfaraz et al. [Sarfaraz et al., 2012]. Il s'agit d'un modèle de durée de vie en fatigue appliqué à différents composites stratifiés verre/vinylester et verre/polyester. Ce modèle est un modèle hybride, résultant de l'association des modèles basiques exponentiel et puissance.

En effet, il a été constaté que le modèle exponentiel capte précisément le comportement en fatigue pour les faibles nombres de cycles tandis que le modèle puissance est plus adapté aux grands nombres de cycles. En utilisant deux fonctions de pondération, les auteurs parviennent à créer un modèle hybride modélisant la durée de vie en fatigue sur toute la gamme de nombre de cycles (Équation 1.14).

$$\sigma^{max} = CN_f^D + \frac{1}{1 + \left(\frac{N_f}{N_{trans}}\right)^2} [A + B \log(N_f) - CN_f^D] \quad \text{Équation 1.14}$$

Où :

σ^{max} : contrainte maximale de fatigue appliquée ;

N_f : nombre de cycles à rupture ;

N_{trans} : durée de vie la plus courte disponible dans la série d'essais de fatigue ;

A, B, C, D : paramètres à identifier ;

La simplicité de ce modèle réside dans le fait que les paramètres A, B, C et D sont à identifier par le biais des modèles exponentiel (Équation 1.15) et puissance (Équation 1.16).

$$\sigma^{max} = A + B \log(N) \quad \text{Équation 1.15}$$

$$\sigma^{max} = CN^D \quad \text{Équation 1.16}$$

La Figure 1.37 montre une illustration de la construction du modèle hybride à partir des modèles exponentiel et puissance.

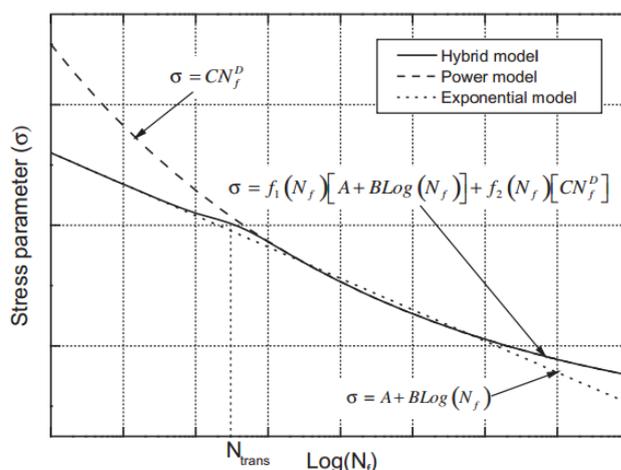


Figure 1.37 : Illustration du modèle hybride avec les modèles puissance et exponentiel [Sarfraz et al., 2012].

On remarque que ce dernier suit les prévisions faites par le modèle exponentiel pour les faibles nombres de cycles tandis qu'il suit la tendance du modèle puissance pour les grands nombres de cycles. Il faut noter que la précision du modèle hybride n'est pas sensible à la valeur de N_{trans} choisie. Les auteurs ont ainsi choisi de prendre N_{trans} égal au plus faible niveau de vie disponible dans les données expérimentales.

L'application du modèle hybride à un composite verre/vinylester stratifié $[0/+45/90/-45/0]_s$ est montrée Figure 1.38. Les modèles puissance, exponentiel et « wearout » sont également représentés pour comparaison. On remarque que le modèle hybride permet de modéliser précisément le comportement du stratifié en fatigue sur toute la gamme des durées de vie. La valeur de la contrainte maximale estimée par le modèle pour $N = 1$ montre une bonne concordance avec les résultats expérimentaux. La valeur de la contrainte à rupture en statique n'intervenant pas dans l'évaluation des paramètres de ce modèle, cela semble indiquer une bonne capacité du modèle à représenter le comportement du matériau.

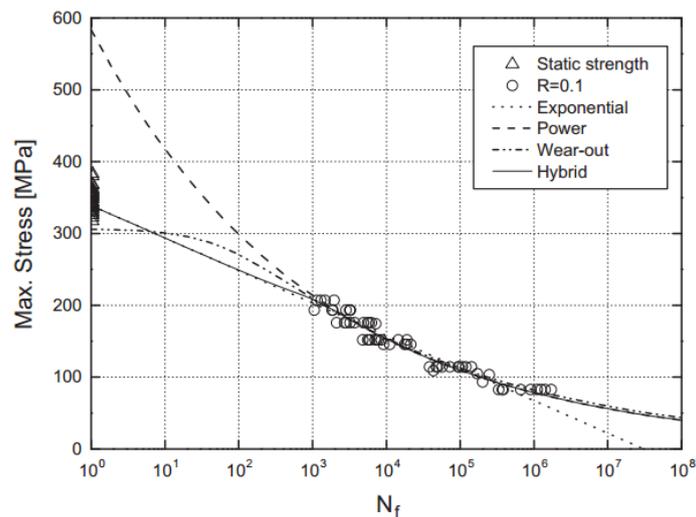


Figure 1.38 : Application du modèle hybride pour un composite verre/vinylester stratifié $[0/+45/90/-45/0]_s$. Comparaison avec les données expérimentales [Sarfaraz et al., 2012].

Si le modèle « wearout » semble également donner de bons résultats, le modèle hybride est plus économique et rapide à mettre en place : sa simplicité et sa précision sont d'ailleurs ses principaux atouts. Cependant, si ce modèle permet d'obtenir une bonne corrélation avec les données expérimentales de la courbe de Wöhler, il ne permet pas de prédire un autre cas de chargement.

Modèle à deux paramètres

Epaarachchi et Clausen [Epaarachchi & Clausen, 2003] ont proposé un modèle de durée de vie

phénoménologique à deux paramètres pour composites renforcés de fibres de verre. Déjà utilisé par d'autres auteurs pour la modélisation du comportement en fatigue de composites [Colombo et al., 2011; Satapathy et al., 2013; Silva de Vasconcellos, 2013; Toumi et al., 2013], ce modèle permet de tenir compte de la fréquence et du rapport de charge de l'essai ainsi que de l'orientation des fibres dans le composite.

Ce modèle se base sur la dégradation de la résistance d'un polymère renforcé de fibres de verre lorsqu'il est soumis à un chargement cyclique, de fréquence et d'amplitude constantes. Deux hypothèses sont formulées pour la mise au point de ce modèle :

- La température de l'échantillon est constante pendant l'essai ;
- La contrainte statique à rupture est déterminée à la même vitesse de déformation que celle de l'échantillon sollicité en fatigue.

Ce modèle se base sur l'hypothèse formulée dans les travaux de D'Amore et al. [D'Amore et al., 1996] puis de Caprino et D'Amore [Caprino & D'Amore, 1998] selon laquelle la contrainte résiduelle du matériau composite lorsqu'il est sollicité en fatigue décroît suivant une loi puissance (Équation 1.17) :

$$\frac{d\sigma_r(N)}{dn} = -aN^{-b} \quad \text{Équation 1.17}$$

où $\sigma_r(N)$ est la contrainte résiduelle du matériau après N cycles et b est une constante positive, caractéristique du matériau et du mode de chargement. Le coefficient a est supposé suivre une loi linéaire en fonction de l'amplitude du signal cyclique ($a = a_0 \Delta\sigma$). En introduisant le rapport de charge R, donné par l'équation 1.18

$$R = \frac{\sigma^{min}}{\sigma^{max}} \quad \text{Équation 1.18}$$

on peut alors écrire l'équation 1.17 sous la forme suivante :

$$d\sigma_r(N) = -a_0\sigma^{max}(1 - R)N^{-b}dN \quad \text{Équation 1.19}$$

En intégrant l'équation 1.19 en utilisant comme condition aux limites $N = 1 \rightarrow \sigma_r(N) = \sigma_u$ où σ_u désigne la contrainte à rupture du matériau, on obtient l'équation 1.20.

$$\sigma_u - \sigma_r(N) = -\alpha \sigma^{max}(1 - R)(N^\beta - 1) \quad \text{Équation 1.20}$$

Avec :

$$\alpha = \frac{a_0}{1-b} \quad \text{Équation 1.21}$$

$$\beta = 1 - b \quad \text{Équation 1.22}$$

Les paramètres α et β sont donc dépendants du mode sollicitation.

En supposant que la rupture en fatigue survient quand la résistance résiduelle est égale à la contrainte maximum appliquée, le nombre de cycles à rupture, N_f , peut être calculé en remplaçant $\sigma_r(N)$ par σ^{max} (équation 1.23).

$$N_f = \left[1 + \frac{1}{\alpha(1-R)} \left(\frac{\sigma_u}{\sigma^{max}} - 1 \right) \right]^{1/\beta} \quad \text{Équation 1.23}$$

Caprino et D'Amore [Caprino & D'Amore, 1998] ont montré que le modèle précédemment développé par D'Amore [D'Amore et al., 1996] sur un composite à matrice thermodurcissable est également applicable à un composite à matrice thermoplastique.

Epaarachchi et Clausen [Epaarachchi & Clausen, 2003] ont exprimé l'équation 1.23 dans le domaine temporel, afin de faire apparaître la fréquence de l'essai ($t = N/f$). Les auteurs ont également procédé à des modifications du modèle initial afin de tenir compte de l'influence non-linéaire de R et de σ^{max} sur la durée de vie des composites renforcés de fibres de verre. Le modèle final est donné par l'équation 1.24 pour $-\infty < R < 1$.

$$N_f = \left[1 + \left(\frac{\sigma_{u,\theta}}{\sigma^{max}} - 1 \right) \frac{f^\beta}{\alpha(1-R)^{\lambda-R|\sin\theta|}} \left(\frac{\sigma_{u,\theta}}{\sigma^{max}} \right)^{\lambda-1-R|\sin\theta|} \right]^{1/\beta} \quad \text{Équation 1.24}$$

Où :

N_f : nombre de cycles à rupture ;

θ : plus petit angle entre les fibres et la direction de sollicitation ;

$\sigma_{u,\theta}$: contrainte à rupture en traction du composite étudié ;

σ^{max} : contrainte maximale de fatigue appliquée ;

f : fréquence de fatigue ;

R : rapport de charge de fatigue en traction-traction ;

α et β : paramètres du modèle à identifier ;

λ : paramètre fixé à 1,6 par [Epaarachchi & Clausen, 2003].

Le nombre restreint de paramètres à identifier (α et β) représente l'atout majeur de ce modèle. Cependant, la valeur du coefficient λ est fixée de façon empirique, ce qui peut être vu comme un inconvénient [Sarfaraz et al., 2012].

Afin de déterminer les paramètres α et β , l'équation 1.24 doit être écrite sous la forme donnée par l'équation 1.25. Dans la suite, le terme de droite est appelé « D ».

$$\alpha \cdot (N_f^\beta - 1) = \left(\frac{\sigma_{u,\theta}}{\sigma_{max}} - 1 \right) \frac{f^\beta}{(1 - R)^{1,6-R|\sin\theta|}} \left(\frac{\sigma_{u,\theta}}{\sigma_{max}} \right)^{0,6-R|\sin\theta|} \quad \text{Équation 1.25}$$

Les paramètres α et β sont déterminés par une méthode itérative : une valeur aléatoire est choisie pour β puis, pour chaque point expérimental de la courbe S-N, D est tracé en fonction de $(N_f^\beta - 1)$. Cette procédure est répétée en changeant la valeur de β jusqu'à ce que la régression linéaire de la courbe représentant D en fonction de $(N_f^\beta - 1)$ passe par l'origine. Le coefficient directeur de la droite donne alors la valeur de α (Figure 1.39).

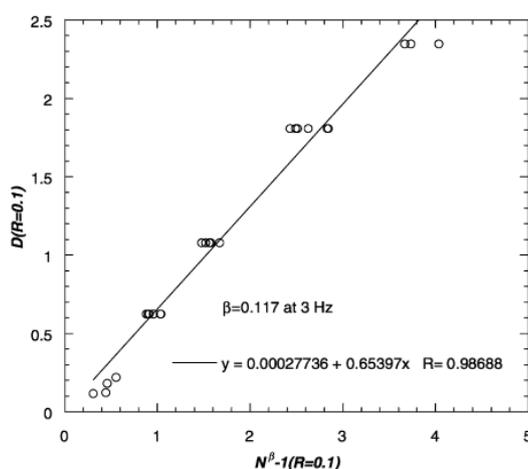
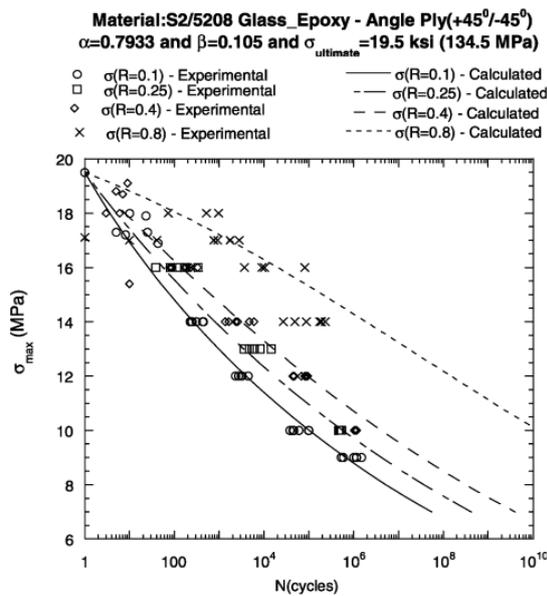


Figure 1.39 : Courbe pour la détermination des coefficients α et β . Application à un composite verre/époxy $(\pm 45)_{2S}$ [Epaarachchi & Clausen, 2003].

Dans leur étude, les auteurs appliquent le modèle proposé à plusieurs séries de données expérimentales tirées de la littérature. La Figure 1.40 présente deux exemples d'applications à des composites stratifiés verre/époxy. Les figures 1.40a et 1.40b montrent respectivement l'habilité du modèle à tenir compte de la variation du rapport de charge et de la fréquence d'essai.

Ces résultats montrent qu'avec un seul set de paramètres α et β , le modèle peut prédire correctement la durée de vie en fatigue du matériau pour différents paramètres d'essais.

(a) Influence du rapport de charge



(b) Influence de la fréquence d'essai

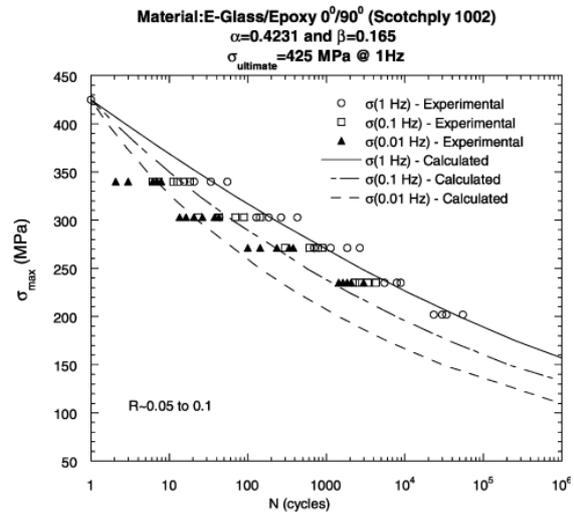


Figure 1.40 : Application du modèle à deux paramètres à des composites stratifiés verre/époxy. Influence du (a) rapport de charge et de la (b) fréquence d'essai [Epaarachchi & Clausen, 2003].

Diagramme de durée de vie constante (CLD)

Vassilopoulos et al. [Vassilopoulos et al., 2010] proposent une méthode de construction de diagramme de durée de vie constante (CLD) applicable aux matériaux composites (Figure 1.41).

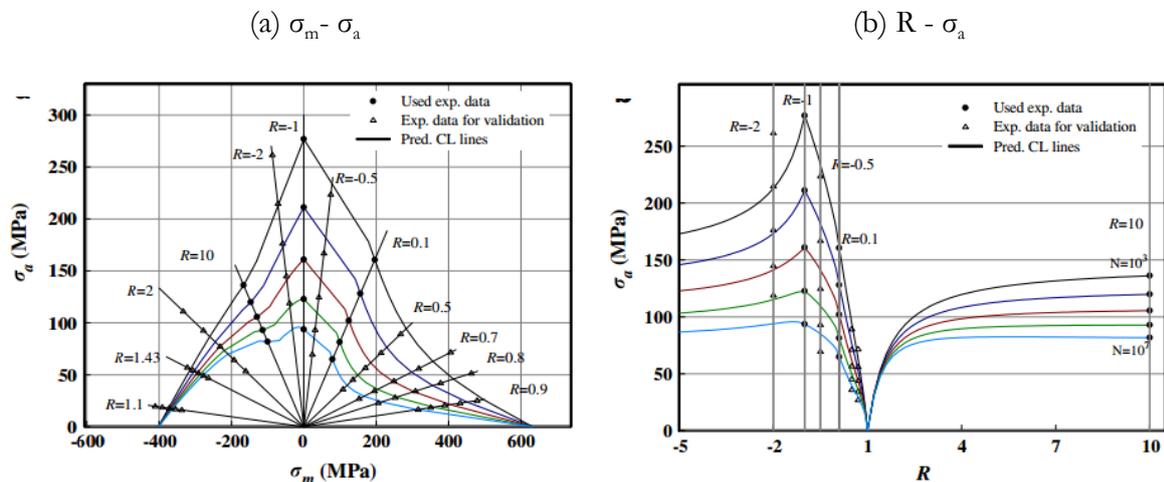


Figure 1.41 : CLD pour un composite stratifié verre/polyester $[90/0/\pm 45/0]_s$. Formulation basée sur les courbes de Wöhler à $R = -1$, $R = 0,1$ et $R = 10$. $N_f = 10^3 - 10^7$ représentées dans le plan (a) $\sigma_m - \sigma_a$ et (b) $R - \sigma_a$ [Vassilopoulos et al., 2010].

Ce type de diagramme propose une représentation des durées de vie en fatigue dans le plan rapport de charge (R) – amplitude de la contrainte de fatigue (σ_a). De façon plus conventionnelle, il est également possible de représenter les diagrammes CLD dans le plan de la contrainte

moyenne de fatigue (σ_m) - amplitude de la contrainte de fatigue (σ_a). Ce modèle permet d'extrapoler, à partir des données expérimentales obtenues à un rapport de charge donné, la durée de vie du matériau considéré pour d'autres valeurs de R.

Les diagrammes CLD sont construits en utilisant un modèle « non-linéaire par morceau » (PNL) dont la formulation dépend de l'intervalle de valeurs du rapport de charge R dans lequel on se place. La Figure 1.42 propose une illustration de ces quatre intervalles d'étude : $-\infty \leq R \leq -1$; $-1 \leq R \leq 0$; $0 \leq R \leq 1$; $1 \leq R \leq +\infty$. Cette formulation se base sur la relation qui existe entre le rapport de charge et l'amplitude de la contrainte de fatigue et s'exprime par des équations phénoménologiques simples (Tableau 1.4).

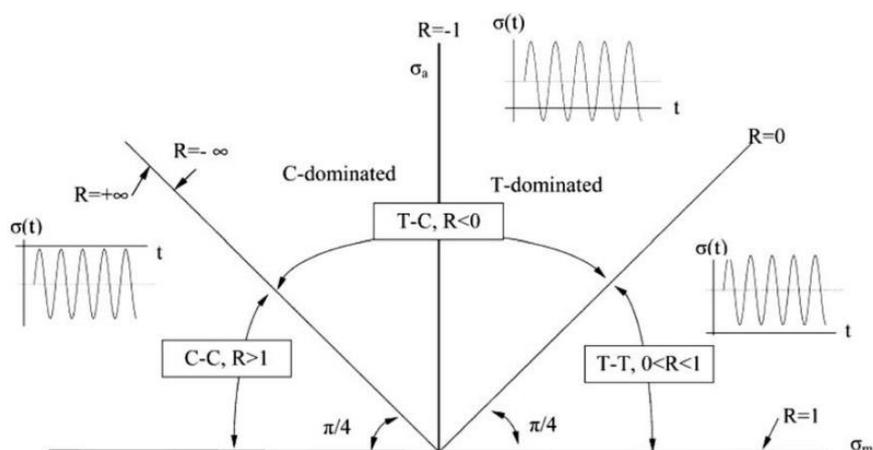


Figure 1.42 : Représentation d'un CLD dans le plan R - σ_a . Définition des trois intervalles.

[Vassilopoulos et al., 2010]

	I : $-\infty \leq R \leq -1$	II : $-1 \leq R \leq 0$	III : $0 \leq R \leq 1$	IV : $1 \leq R \leq +\infty$.
σ_a	$(1 - R) \left(\frac{A_I}{R} + \frac{B_I}{R^2} \right)$	$\frac{1 - R}{A_{II}R + B_{II}}$	$\frac{1 - R}{A_{III}R^3 + B_{III}}$	$(1 - R) \left(\frac{A_{IV}}{R} + \frac{B_{IV}}{R^2} \right)$
A_i	$\sigma_a^{R=-1} = 2(-A_I + B_I)$	$\frac{1}{\sigma_a^0} - \frac{2}{\sigma_a^{R=-1}}$	$\frac{2}{\sigma_u} - \frac{1}{\sigma_a^{R=0}}$	$\sigma_u = 2(A_{IV} + B_{IV})$
B_i	$\sigma_a^{R=\pm\infty} = \lim_{R \rightarrow \infty} (1 - R) \left(\frac{A_I}{R} + \frac{B_I}{R^2} \right) = -A_I$	$\frac{1}{\sigma_a^{R=0}}$	$\frac{1}{\sigma_a^{R=0}}$	$\sigma_a^{R=\pm\infty} = \lim_{R \rightarrow \infty} (1 - R) \left(\frac{A_I}{R} + \frac{B_I}{R^2} \right) = -A_I$

Tableau 1.4 : Expressions de σ_a en fonction de R pour les quatre intervalles d'étude

[Vassilopoulos et al., 2010].

La connaissance de deux ou trois courbes de Wöhler permet de construire l'intégralité du diagramme CLD. Cependant, la connaissance d'une seule courbe peut tout de même permettre de construire une partie du diagramme sur l'intervalle concerné.

Ces auteurs ont montré que l'utilisation du modèle PNL pour la réalisation de diagrammes CLD permet d'obtenir une bonne corrélation avec les données expérimentales pour la plupart les rapports de charge testés. De plus, ce modèle présente l'avantage de ne pas nécessiter un grand nombre de courbes de Wöhler et d'être relativement simple à mettre en place.

BILAN PARTIE I

Les avantages des composites tissés sur les stratifiés de plis unidirectionnels sont nombreux. Même si ces derniers conservent leur supériorité en matière de propriétés mécaniques, l'excellente résistance des composites tissés aux impacts et aux défauts présente un réel intérêt pour les industriels.

L'attrait pour les composites tissés étant croissant, il est nécessaire de caractériser leur comportement et leur processus d'endommagement. Le comportement mécanique de ce type de composite en traction monotone est largement étudié, et un scénario d'endommagement a pu être établi.

La prise en compte de l'humidité est un point crucial dans l'analyse des propriétés tant microstructurales que mécaniques des composites. En effet, l'eau a une action plastifiante sur de nombreux polymères, ce qui conduit à une modification de leur microstructure. Ce changement à l'échelle moléculaire induit une diminution de la température de transition vitreuse et une altération des propriétés mécaniques.

L'influence de l'humidité sur le comportement mécanique d'un composite tissé à matrice thermoplastique, sous sollicitation monotone ou cyclique, est mal connue. Ainsi, on se propose dans ce travail de thèse de caractériser le comportement mécanique d'un composite à matrice polyamide 6,6 renforcé d'un tissu de fibres de verre. Cette étude utilisera les techniques d'analyse citées dans cette partie, à savoir la thermographie infrarouge et l'émission acoustique.

L'étude bibliographique a également mis l'accent sur les différents types de modèles permettant de prévoir le comportement en fatigue des composites. Au vu des objectifs de cette étude, les critères de fatigue semblent être particulièrement adaptés puisqu'ils permettent de déterminer directement le nombre de cycles à rupture dans des conditions d'essais données.

- PARTIE II -

Matériaux et Techniques

Cette partie présente dans un premier temps les matériaux de l'étude, à savoir une résine polyamide 6,6 pure et un composite à matrice polyamide 6,6 renforcée d'un tissu de fibres de verre. Puis, les différents moyens expérimentaux utilisés pour les essais mécaniques, l'analyse microstructurale et l'analyse de l'endommagement in-situ sont décrits.

Chapitre 1 : Présentation des matériaux de l'étude.....	59
1.1. Le polyamide 6,6 (PA66)	59
1.2. Le composite (GFRPA66).....	60
1.3. Le conditionnement hygrométrique.....	61
Chapitre 2 : Dispositifs des essais mécaniques.....	63
2.1. Équipements utilisés pour les essais mécaniques	63
2.1.1. Pour les essais quasi statiques	63
2.1.2. Pour les essais de fatigue	63
2.2. Optimisation de la géométrie des éprouvettes.....	64
2.3. Mesure des déformations au cours des essais de fatigue.....	68
Chapitre 3 : Techniques d'analyse microstructurale.....	73
3.1. Calorimétrie différentielle	73
3.1.1 Principe de la méthode	73
3.1.2. Système utilisé.....	73
3.2. Microscopie optique	75
3.3. Microscopie électronique à balayage	75
3.4. Microtomographie 3D par rayons X.....	76
3.5. Microtomographie 3D par rayons X au synchrotron	77
Chapitre 4 : Techniques de Contrôle Non-Destructif.....	79
4.1. Thermographie infrarouge.....	79
4.2. Émission acoustique	80
4.2.1. Principe de la méthode	80
4.2.2. Système utilisé.....	82
4.2.3. Mise en place de l'acquisition	83
4.2.4. Méthode de tri par un algorithme des k-moyennes.....	84
4.2.5. Problématique de l'atténuation de l'amplitude des ondes acoustiques.....	87
Bilan Partie II	90

CHAPITRE 1 : PRÉSENTATION DES MATÉRIAUX DE L'ÉTUDE

Cette étude se focalise sur un composite à matrice polyamide 6,6 (PA66) renforcé d'un tissu de fibres de verre (Sergé 2/2). Cependant, afin d'approfondir la compréhension du comportement mécanique du composite, une caractérisation du PA66 non renforcé a également été menée. Ces deux matériaux sont fournis par DuPont™. Le composite est commercialisé sous le nom Vizilon™ SB63G1-Series. L'influence du taux d'humidité relative sur les propriétés du PA66 qu'il soit renforcé ou non, a été quantifiée sur des éprouvettes conditionnées.

1.1. Le polyamide 6,6 (PA66)

La résine polyamide étudiée est un polymère thermoplastique semi-cristallin dont le motif élémentaire est présenté sur la Figure 2.1.

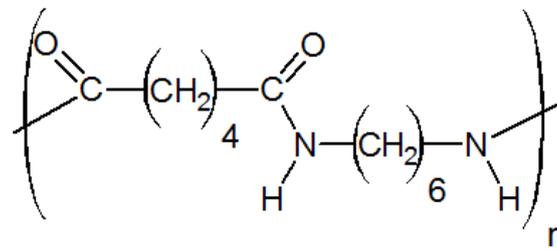


Figure 2.1: Motif élémentaire du polyamide 6,6 [Wajsfelner, 1999].

La phase cristalline du polyamide 6,6 est due à la formation de liaisons hydrogène entre le groupe N-H d'une chaîne et le doublet non-liant du groupe C=O de la chaîne en vis-à-vis (Figure 2.2).

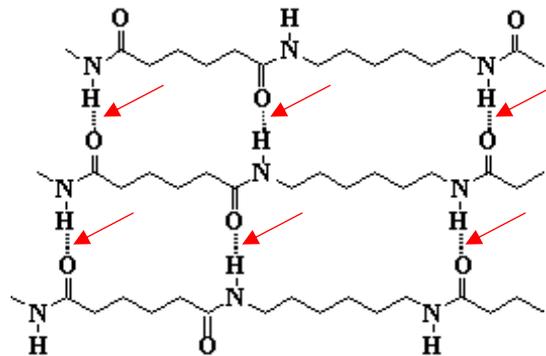


Figure 2.2: Liaisons hydrogène entre plusieurs chaînes de polyamide 6,6 [Wajsfelner, 1999].

La densité de la résine a été mesurée avec une balance SARTORIUS haute précision (10^{-5} g), en utilisant l'équation 2.1, basée sur la poussée d'Archimède :

$$D = D_{air} + \frac{M_a \times D_{eau}}{A \times (M_a - M_e)} \quad \text{Équation 2.1}$$

Où :

D : densité de l'échantillon ;

M_a : masse du solide dans l'air ;

M_e : masse du solide dans l'eau ;

d_{air} : densité de l'air ;

d_{eau} : densité de l'eau ;

A : terme correctif prenant en compte la poussée d'Archimède exercée sur le montage.

La masse volumique ainsi mesurée pour la résine polyamide 6,6 est de $1133 \pm 5 \text{ kg/m}^3$.

1.2. Le composite (GFRPA66)

Le composite de l'étude est formé de la résine PA66 décrite dans le précédent paragraphe renforcée d'un tissu de fibres de verre de type Sergé 2/2. Cette architecture de tissu a été mise en évidence grâce à des observations par tomographie RX (Figure 2.3). Le motif élémentaire qui en résulte est un carré d'environ 17 mm de côté.

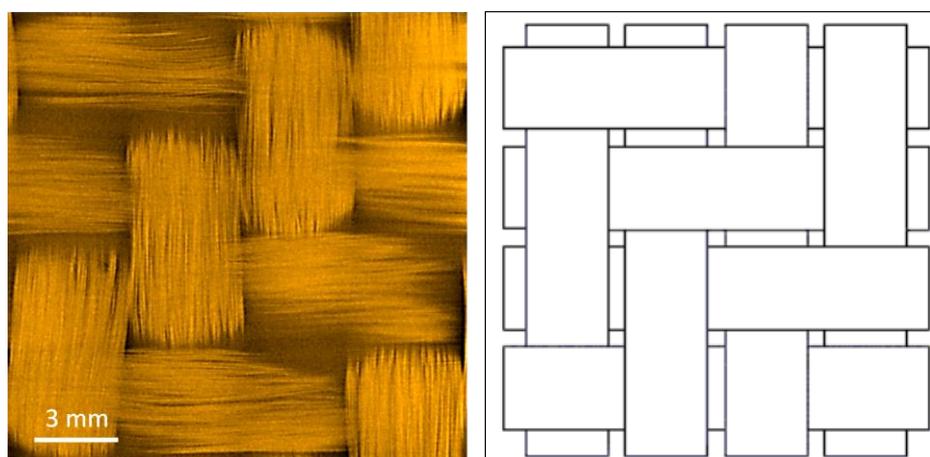


Figure 2.3 : Tomographie RX (résolution $12 \mu\text{m}$) et schématisation du motif élémentaire du tissu pour un Sergé 2/2.

Le matériau est mis en œuvre sous forme de plaques, résultant de l'empilement de trois plis de tissu. Le tissu a un grammage de 600 g/m^2 et un rapport chaîne sur trame de 50/50. Les fibres de verre ont un diamètre moyen de $17,7 \pm 4,3 \mu\text{m}$. Les propriétés du composite spécifiées par le fournisseur sont indiquées dans le Tableau 2.1.

Trois séquences d'empilements ont été étudiées afin d'évaluer l'influence de l'orientation des

fibres sur les propriétés mécaniques du composite. La première, notée $[(0/90)_3]$ correspond à l'alignement des torons de chaîne avec l'axe de sollicitation. La seconde, notée $[(90/0)_3]$ correspond à l'alignement des torons de trame avec l'axe de sollicitation. Enfin, la dernière est notée $[(\pm 45)_3]$ et correspond à une orientation des torons de chaîne à 45° par rapport à l'axe de sollicitation.

Epaisseur [mm]	1,56
Taux de porosité [%]	< 2
Taux massique de fibres [%]	63
Densité [kg/m^3]	1780

Tableau 2.1 : Propriétés du composite GFRPA66, d'après DuPont™
[Datasheet Vizilon™ SB63G1-Series].

1.3. Le conditionnement hygrométrique

Le polyamide 6,6 est un polymère sensible à l'humidité. Il est donc indispensable de quantifier l'influence du taux d'humidité relative sur les propriétés microstructurales et mécaniques du PA66. Ainsi, les matériaux de l'étude ont été étudiés pour trois conditionnements : un état sec, un état intermédiaire et un état saturé en eau.

Deux méthodes de conditionnement ont été employées : l'une à température ambiante, l'autre à température plus élevée afin d'obtenir un conditionnement accéléré. Pour la détermination des cinétiques d'absorption et de désorption d'eau à température ambiante, les éprouvettes ont été conditionnées à l'institut Pprime. Les éprouvettes ont été alors soit séchées dans une étuve à 30°C et 15% d'humidité relative, soit stockées dans une cuve d'eau à $20^\circ\text{C} \pm 3^\circ\text{C}$, soit stockées à température et hygrométrie ambiantes ($20^\circ\text{C} \pm 3^\circ\text{C}$ et $48\% \pm 5\%$).

La deuxième méthode de conditionnement a été opérée par le fournisseur DuPont™ et réalisée selon la norme de conditionnement accéléré NF EN ISO 1110. Ainsi, l'état sec correspond à l'état en sortie de cycle de cuisson (RH0). Les états intermédiaire (RH50) et saturé en eau (RH100) sont obtenus en conditionnant les éprouvettes dans une enceinte climatique à une température de 70°C et un taux d'humidité adapté au type de conditionnement souhaité. Une fois la stabilisation de la masse des éprouvettes observée, celles-ci sont stockées par lot de dix dans des sacs de conditionnement hermétiques. Dans un souci de simplification, on désignera par RH0, RH50 ou RH100, l'état d'équilibre du matériau lorsqu'il est conditionné respectivement dans un environnement RH0, RH50 ou RH100.

CHAPITRE 2 : DISPOSITIFS DES ESSAIS MÉCANIQUES

La plupart des essais ont été menés au sein de l'Institut Pprime, cependant quelques-uns ont été faits lors de mes périodes de travail au sein de l'UET « Comportement et Contrôle non-destructif » chez RENAULT.

2.1. Équipements utilisés pour les essais mécaniques

Plusieurs machines ont été utilisées pour la réalisation des essais de traction monotone et de fatigue. Pour tous les essais mécaniques sur composite GFRPA66, les éprouvettes ont été testées avec des talons en papier abrasif (80 g/m²) positionnés au niveau des têtes pour éviter tout glissement ou écrasement du matériau au cours de l'essai.

2.1.1. Pour les essais quasi statiques

Machine de traction INSTRON 4505

Il s'agit d'une machine électromécanique utilisée pour la réalisation d'essais de traction quasi-statique sur des éprouvettes de composite GFRPA66 et des éprouvettes de résine PA66 pure. Cette machine est équipée d'une cellule de charge de 50 kN et de mors autobloquants. Les essais sont réalisés avec une vitesse de déplacement de la traverse de 1 mm/min.

Mesure de déformation

Les mesures de déformation des éprouvettes au cours des essais de traction monotone ont été réalisées par les techniques suivantes :

- Extensomètre à couteaux : de type INSTRON 2620-601 d'écartement 25 mm. L'extensomètre est positionné au centre des éprouvettes pour une mesure de déformation macroscopique.
- Suivi de marqueur par vidéo : la technique consiste à mesurer en temps réel l'évolution de la distance entre les centres de deux marqueurs circulaires présents sur l'éprouvette. Cette technique nécessite l'utilisation d'une caméra numérique pendant l'essai.

2.1.2. Pour les essais de fatigue

Machine de fatigue INSTRON 8501

Il s'agit d'une machine servo-hydraulique uni-axiale utilisée pour les essais de fatigue sur composite GFRPA66. Cette machine est équipée d'une cellule de charge de 25 kN en charge dynamique et peut atteindre une fréquence maximale de 20 Hz. Elle est utilisée avec des mors

plats mécaniques dont la pression de serrage est gérée via l'utilisation d'une visseuse électrique avec contrôle du couple appliqué. Ainsi, le couple peut être choisi de façon à ce qu'il n'y ait pas de glissement de l'éprouvette ni de rupture dans les mors. De plus, cette méthode permet d'assurer un serrage reproductible pour tous les essais.

Machine de fatigue INSTRON 8802

Cette machine est une machine servo-hydraulique uni-axiale utilisée pour les essais de fatigue sous atmosphère contrôlée, puisqu'elle est équipée d'une enceinte climatique. Elle est utilisée avec des mors identiques à ceux de la machine INSTRON 8501. L'enceinte climatique WEISS TECHNIK associée à cette machine permet de régler la température et le taux d'humidité relative dans les gammes suivantes : de 10 à 95 °C et de 10 à 95 % h.r.

Machine de fatigue INSTRON Electropuls E10000

C'est une machine électromécanique utilisée pour la réalisation des essais de fatigue sur composite GFRPA66 chez Renault. Cette machine est équipée d'une cellule de charge de 10 kN et de mors hydrauliques dont la pression a été fixée à 5 bar.

2.2. Optimisation de la géométrie des éprouvettes

Les géométries d'éprouvettes pour les essais de traction sur PA66 non renforcé et GFRPA66, ont été choisies en accord avec, respectivement, les normes NF EN ISO 527-2 et NF EN ISO 527-4. Les éprouvettes sont découpées par jet d'eau afin de garantir un bon état de surface. Les dimensions des éprouvettes sont données sur la Figure 2.4.

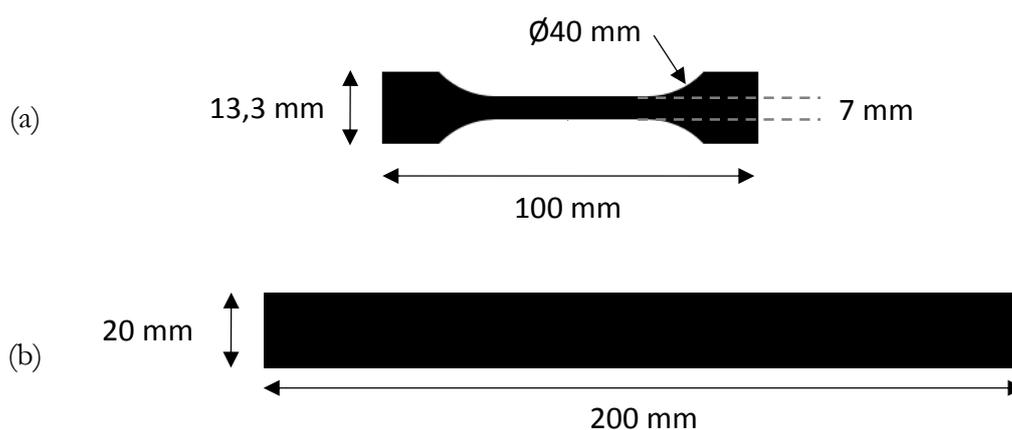


Figure 2.4 : Dimensions des éprouvettes de traction (a) en PA66 (b) en GFRPA66.

La géométrie des éprouvettes utilisées pour les essais de fatigue a dû être optimisée afin de garantir leur rupture dans la zone utile. En effet, des essais préliminaires ont montré que les

éprouvettes rectangulaires [(0/90)₃], pourtant associées à des talons non collés en papier abrasif, conduisent systématiquement à une rupture dans les mors. D'autres configurations avec des talons collés en aluminium et en composite verre / époxy ont été testées. Outre la difficulté à coller ce type de matériau sur du composite à matrice PA66, aucune des configurations testées n'a permis d'obtenir une rupture valide de l'éprouvette rectangulaire.

Ainsi, des éprouvettes dogbones inspirées de l'étude de De Baere et al. [De Baere et al., 2009] ont été mises au point. Ces éprouvettes sont caractérisées par une partie utile de section non constante avec un rayon de courbure préalablement déterminé. Ce rayon est calculé géométriquement, de façon à obtenir une concentration de contrainte légèrement plus élevée au centre de l'éprouvette que celle induite par les mors au niveau des têtes (Équation 2.2).

$$R_c = \frac{\left(\frac{S_t - 1}{S_t}\right)^2 b_1^2 + l_{curve}^2}{4 \left(\frac{S_t - 1}{S_t}\right) b_1} \quad \text{Équation 2.2}$$

[De Baere et al., 2009]

Où :

R_c : rayon de courbure de la partie centrale de l'éprouvette ;

S_t : facteur de concentration de contraintes au niveau des mors ;

b_1 : largeur des têtes de l'éprouvette ;

l_{curve} : longueur utile de l'éprouvette.

De plus, l'équation 2.3 donne la relation entre la largeur des têtes de l'éprouvette (b_1) et la largeur minimum de la partie utile (b_2) :

$$b_2 = b_1 - 2c$$

Équation 2.3

Avec : $c = R_c - \sqrt{R_c^2 - \left(\frac{l_{curve}}{2}\right)^2}$ [De Baere et al., 2009]

Afin d'avoir la même section minimum pour les éprouvettes de traction et celles de fatigue, on impose $b_2 = 20$ mm. La longueur utile de l'éprouvette a également été fixée à 100 mm. Le facteur de concentration de contrainte S_t a été choisi égal à 1,27 d'après [De Baere et al., 2009]. Finalement, les dimensions de l'éprouvette de fatigue sont données dans le Tableau 2.2.

S_t	b_1 [mm]	b_2 [mm]	R_c [mm]	l_{curve} [mm]
1,27	25,4	20,0	464,3	100,0

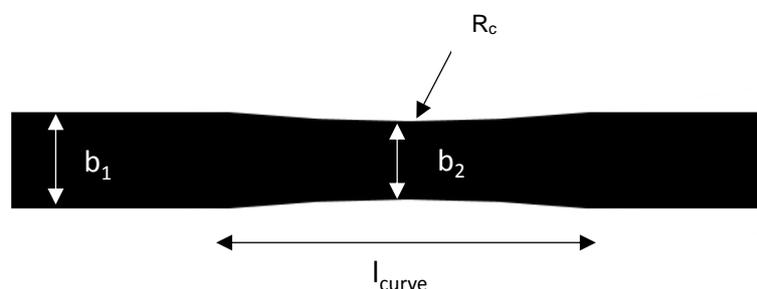


Tableau 2.2 : Dimensions des éprouvettes de type dogbone pour les essais de fatigue.

Quatre éprouvettes dogbones $[(0/90)_3]$ ont été sollicitées en fatigue à une fréquence de 3 Hz, un rapport de charge de 0,1 et une contrainte maximum de 211 MPa (conditions identiques aux essais préliminaires sur éprouvette rectangulaire). Plusieurs configurations de talons ont également été testées : non collés en papier abrasif, collés en aluminium et collés en composite verre / époxy. Toutes ont montré une rupture de l'éprouvette dans la zone utile (Figure 2.5). Ainsi, pour la suite de l'étude, afin de s'affranchir d'une étape de collage de talons, seuls des talons non collés en papier abrasif seront utilisés.

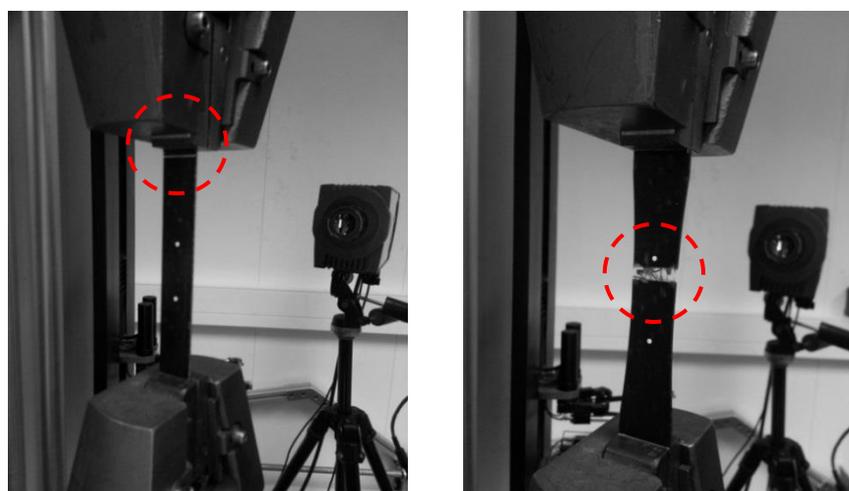


Figure 2.5 : Comparaison de la localisation de la rupture lors d'un essai de fatigue sur GFRPA66 pour une éprouvette rectangulaire $[(0/90)_3]$ et dogbone $[(0/90)_3]$.

L'éprouvette ainsi optimisée pour les essais sous sollicitation cyclique présente donc l'avantage de rompre systématiquement dans la partie utile. Cependant, la section non constante introduit un champ de déformation non homogène. L'adoption de cette géométrie introduit donc une

nouvelle problématique de mesure des déformations.

Les valeurs de déformation de l'éprouvette dogbone pour plusieurs longueurs de jauges ont été déterminées lors d'un essai de traction quasi-statique à 100 MPa pour l'empilement $[(0/90)_3]$. Les différentes longueurs de jauges étudiées sont regroupées dans le Tableau 2.3.

L_0 [mm]	3,57	8,33	10,71	17,85	25,00	41,65	58,30
------------	------	------	-------	-------	-------	-------	-------

Tableau 2.3 : Longueurs de jauge utilisées pour l'étude de la non homogénéité du champ de déformation d'une éprouvette dogbone.

La mesure locale de déformation a été faite par un extensomètre laser Xtens de chez Zwick/Roell. Ce système se compose d'une caméra équipée d'une source d'éclairage laser, permettant la création d'un motif Speckle sur la surface de l'éprouvette. Lorsque l'éprouvette est sollicitée en traction, les marques de mesure virtuelles se décalent. Le laser Xtens calcule alors l'allongement à partir du décalage entre deux images mesurées consécutivement. Cette méthode permet de faire varier la longueur de jauge facilement mais est complexe à mettre en place. Les valeurs de déformation ainsi obtenues sont montrées sur la Figure 2.6. Pour certaines longueurs de jauges, cette méthode de mesure a montré une dispersion importante.

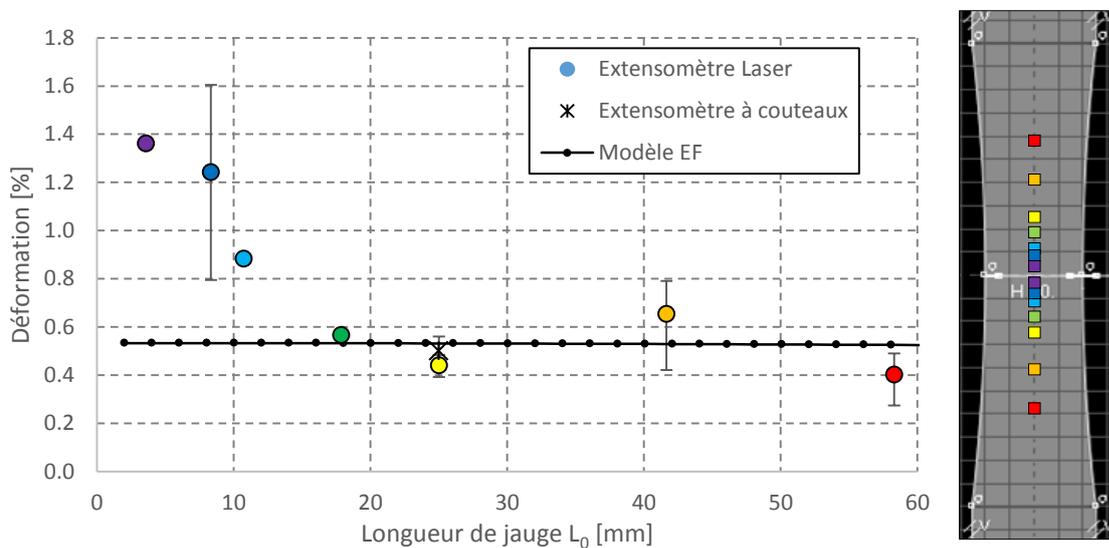


Figure 2.6 : Évolution de la déformation d'une éprouvette GFRPA66 dogbone $[(0/90)_3]$ pour sept longueurs de jauge lors d'un essai de traction quasi-statique. Comparaison entre extensomètre laser, à couteaux et modèle numérique.

La mesure obtenue par extensomètre laser pour $L_0 = 25$ mm est d'abord comparée à la mesure réalisée par un extensomètre à couteaux de même écartement. On observe alors une bonne concordance des résultats (Figure 2.6). De plus, un modèle numérique a été mis en place sur

ABAQUS afin de déterminer les déformations pour des longueurs de jauges comprises entre 2 et 100 mm. Le matériau est modélisé comme orthotrope et suit une loi de comportement élastique linéaire. Les résultats sont reportés sur la Figure 2.6. Le modèle numérique montre un bon accord avec les données expérimentales pour des longueurs de jauge supérieures à 17,85 mm, en deçà, la mesure par extensomètre laser surestime les prédictions du modèle. Cet écart entre les mesures expérimentales et les prévisions numériques peut s'expliquer par la taille du motif élémentaire du tissu Sergé 2/2. Cette dernière étant d'environ 17 mm (Figure 2.3), les mesures faites avec un L_0 inférieur ne contiennent pas un motif élémentaire complet et ne sont donc pas représentatives du comportement du matériau.

Les résultats fournis par le modèle numérique indiquent que le champ de déformation varie de moins de 4% pour des longueurs de jauge comprises entre 17,8 mm et 100 mm. Ainsi, la non-homogénéité du champ de déformation peut être négligée sur la longueur de la zone utile de l'éprouvette.

2.3. Mesure des déformations au cours des essais de fatigue

Les systèmes de mesure de déformation utilisés pour les essais de traction monotone ne se sont pas avérés efficaces pour les essais de fatigue. En effet, la concentration de contraintes induite par les couteaux de l'extensomètre peut provoquer une rupture prématurée de l'éprouvette sollicitée en fatigue. Le suivi de marqueurs et l'extensomètre laser ne sont pas non plus adaptés à cause d'une fréquence d'acquisition trop faible par rapport à la fréquence des essais.

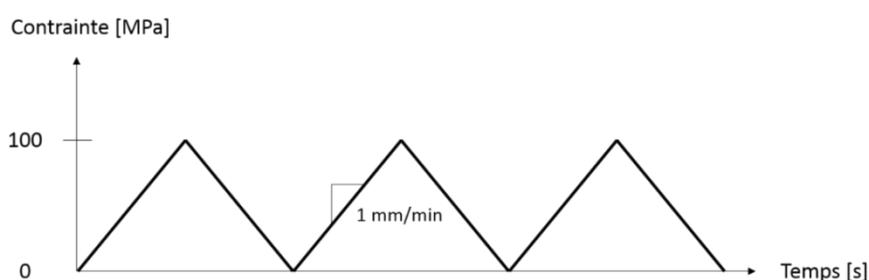


Figure 2.7 : Évaluation de la possibilité d'utiliser la position traverse pour la mesure des déformations : cas de chargement appliqué.

Les mesures de déformation ont donc été faites à partir du déplacement de la traverse de la machine de fatigue INSTRON 8501. Il est cependant avéré que les mesures effectuées par cette méthode peuvent différer des mesures réalisées localement. En effet, par cette technique, les déformations propres de la machine interviennent dans la mesure des déformations de l'éprouvette. Une étude préliminaire a donc été menée afin de déterminer si la mesure des

déformations de l'éprouvette par le déplacement de la traverse est comparable à une mesure des déformations par un extensomètre. Pour cela, trois cycles de traction monotone ont été réalisés sur la même éprouvette $[(0/90)_3]$ non conditionnée (Figure 2.7). Ces essais ont été faits à une vitesse de déplacement de la traverse de 1 mm/min jusqu'à une contrainte appliquée de 100 MPa. Les déformations de l'éprouvette ont été mesurées par extensomètre laser. La longueur de jauge choisie est la plus grande permise par la méthode, c'est-à-dire 58,3 mm (Figure 2.8).

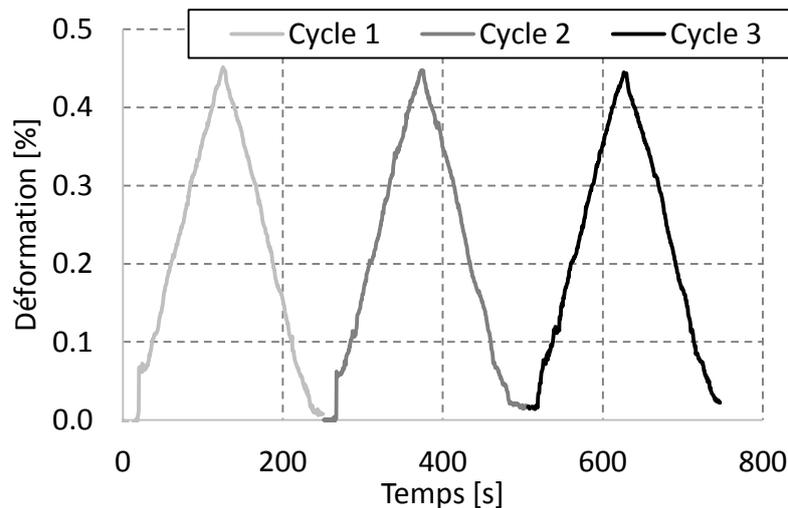


Figure 2.8 : Déformation d'une éprouvette GFRPA66 dogbone $[(0/90)_3]$ pour une longueur de jauge de 58,3 mm. Mesure par laserXtens.

La Figure 2.9 montre l'évolution de la déformation mesurée par extensomètre laser en fonction du déplacement de la traverse pour le cycle 1. Cette représentation permet de mettre en évidence la relation de linéarité qui existe entre ces deux grandeurs.

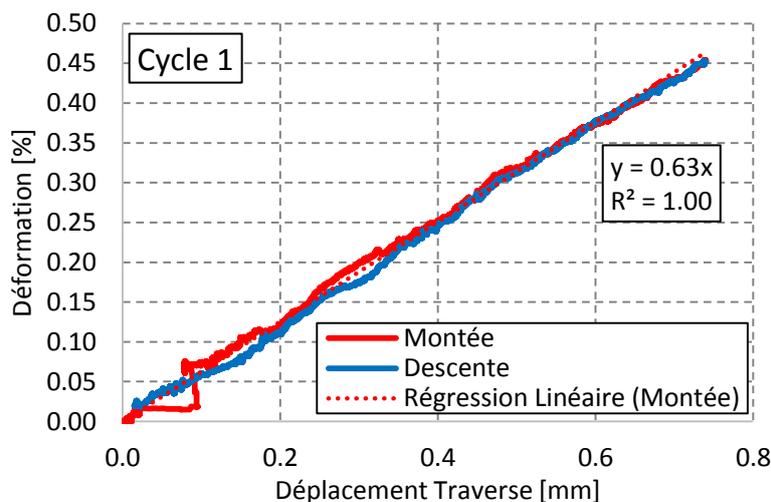


Figure 2.9 : Relation de linéarité entre la valeur de déformation mesurée par laserXtens et le déplacement de la traverse.

On peut alors écrire la déformation de l'éprouvette sous la forme donnée par l'équation 2.4 :

$$\varepsilon = \alpha \times X \quad \text{Équation 2.4}$$

Où :

ε : déformation mesurée par extensomètre laser ;

α : coefficient de linéarité ;

X : déplacement de la traverse.

Sur les trois cycles de chargement, la valeur du coefficient de linéarité, noté α , est $6,1 \times 10^{-3} \pm 0,2 \times 10^{-3} \text{ mm}^{-1}$. Ainsi, ces essais préliminaires ont montré que pour une même éprouvette, la valeur de α reste stable. Cependant, cette grandeur est liée à la rigidité de l'éprouvette sollicitée et n'est donc pas constante d'un essai à l'autre. Ainsi, pour s'affranchir de ce coefficient, trois grandeurs seront utilisées lors de l'analyse des essais de fatigue : la variation du module sécant au cycle N (E_s^N) par rapport au module initial (E_s^0) et la variation des déformations minimum et maximum (respectivement $\Delta\varepsilon^{\min}$ et $\Delta\varepsilon^{\max}$).

Pour un cycle de fatigue, le module sécant est donné par l'équation 2.5.

$$E_s^N = \frac{\sigma^{\max} - \sigma^{\min}}{\varepsilon^{\max} - \varepsilon^{\min}} \quad \text{Équation 2.5}$$

La combinaison des équations 2.4 et 2.5 nous donne l'expression du module sécant non plus comme une fonction de la déformation de l'éprouvette mais de la position de la traverse (équation 2.6) :

$$E_s^N = \frac{\sigma^{\max} - \sigma^{\min}}{(\alpha X^{\max}) - (\alpha X^{\min})} = \frac{\sigma^{\max} - \sigma^{\min}}{\alpha(X^{\max} - X^{\min})} \quad \text{Équation 2.6}$$

Or, pour le premier cycle de fatigue, l'expression du module sécant est donnée par l'équation 2.7 :

$$E_s^0 = \frac{\sigma^{\max,0} - \sigma^{\min,0}}{\alpha(X^{\max,0} - X^{\min,0})} \quad \text{Équation 2.7}$$

Finalement, en considérant le module sécant normalisé par le module sécant au premier cycle de fatigue, le coefficient α n'intervient plus (équation 2.8) :

$$\frac{E_s^N}{E_s^0} = \frac{\sigma^{max} - \sigma^{min}}{\sigma^{max,0} - \sigma^{min,0}} \times \frac{X^{max,0} - X^{min,0}}{X^{max} - X^{min}} \quad \text{Équation 2.8}$$

De plus, l'expression de $\Delta\varepsilon^{\min}$ et $\Delta\varepsilon^{\max}$ au cycle N est donné par l'équation 2.9 :

$$\Delta\varepsilon_{max}^{\min} = \frac{\varepsilon_{max}^{\min,N} - \varepsilon_{max}^{\min,0}}{\varepsilon_{max}^{\min,0}} \quad \text{Équation 2.9}$$

En combinant les équations 2.4 et 2.9 on obtient une expression qui dépend uniquement de la position de la traverse (équation 2.10):

$$\Delta\varepsilon_{max}^{\min} = \frac{\alpha X_{max}^{\min,N} - \alpha X_{max}^{\min,0}}{\alpha X_{max}^{\min,0}} = \frac{X_{max}^{\min,N} - X_{max}^{\min,0}}{X_{max}^{\min,0}} \quad \text{Équation 2.10}$$

Cette étude préliminaire montre ainsi que la connaissance de la position de la traverse est suffisante pour déterminer l'évolution de la variation du module sécant et des déformations minimum et maximum au cours d'un essai de fatigue.

CHAPITRE 3 : TECHNIQUES D'ANALYSE MICROSTRUCTURALE

Afin d'étudier la microstructure du composite tissé verre / PA66, plusieurs techniques de mesures et d'observations ont été utilisées.

3.1. Calorimétrie différentielle

3.1.1 Principe de la méthode

L'analyse enthalpique différentielle (DSC) permet d'identifier les phénomènes endothermiques et exothermiques survenant lors de transformations ou d'évolutions structurales du matériau. Cette technique expérimentale est basée sur la mesure, par des dispositifs thermoélectriques, de la différence de température qui s'établit entre le matériau étudié et un creuset de référence vide. Les thermogrammes obtenus délivrent l'évolution du flux de chaleur massique en fonction de la température. Lorsqu'un matériau subit une réaction de transformation sous l'effet d'un programme de chauffage ou de refroidissement, le flux de chaleur dH/dt mesuré s'exprime en fonction de C_p la capacité calorifique de l'échantillon, de dT/dt la vitesse de chauffe ou de refroidissement et de $f(t, T)$ le flux de chaleur cinétique (Équation 2.11).

$$\frac{dH}{dt} = C_p \frac{dT}{dt} + f(t, T) \quad \text{Équation 2.11}$$

[Bonnafous, 2010]

Les thermogrammes permettent la détermination de plusieurs propriétés : la température de transition vitreuse, le taux de cristallinité et la température de fusion du matériau. La température de transition vitreuse représente, pour la phase amorphe d'un polymère, le passage de l'état vitreux ($T < T_g$) à l'état caoutchoutique ($T > T_g$). Cette transition est réversible. Le saut de capacité calorifique associé à la transition vitreuse se traduit alors par un point d'inflexion de flux de chaleur sur le thermogramme [Bonnafous, 2010]. La technique d'analyse enthalpique différentielle modulée (TMDSC) est une extension de la méthode de DSC classique.

Le principe de la TMDSC repose sur l'application d'une variation modulée de température à un matériau puis l'observation de la réponse à cette sollicitation [Le-Magda, 2011]. Cela permet de découpler le flux de chaleur en deux flux : l'un réversible et l'autre irréversible. Il est alors possible de découpler les événements thermiques et d'éviter leur superposition pour une meilleure lecture des résultats.

3.1.2. Système utilisé

L'analyseur calorimétrique différentiel Q20 de chez TA Instruments a été utilisé pour réaliser les

essais de DSC et de TMDSC. Deux capsules sont posées sur deux disques de chromel auxquels sont associés des thermocouples chromel/alumel. La première capsule est vide et sert de référence, la seconde contient l'échantillon à analyser, de masse comprise entre 5 mg et 10 mg. Les capsules utilisées sont en aluminium et sont serties préalablement à l'analyse. La quantité d'énergie absorbée ou dégagée par l'échantillon est déterminée à partir de la différence de température entre l'échantillon et la référence, mesurée à un instant donné par les thermocouples chromel/alumel. Seule la résine PA6,6 est sensible à l'analyse par DSC, ainsi, pour les échantillons de composite, des échantillons de masse supérieure à 10 mg ont été utilisés. La régulation en température en dessous de l'ambiante ainsi que les refroidissements sont assurés par l'utilisation d'azote liquide.

Les procédures utilisées pour les analyses de DSC et TMDSC sont regroupées dans le Tableau 2.4.

DSC	TMDSC
1. Equilibre à -20°C	1. Equilibre à -50°C
2. Isotherme pendant 2,0 min	2. Modulation $\pm 1.272^\circ\text{C}$ toutes les 60s
3. Rampe 2°C/min jusqu'à 280°C	3. Isotherme pendant 5,0 min
4. Isotherme pendant 2,0 min	4. Rampe 2°C/min jusqu'à 280°C
5. Rampe 10°C/min jusqu'à -20°C	

Tableau 2.4 : Procédures pour les analyses de DSC et TMDSC.

Les paramètres de modulation ont été choisis de façon à rester dans des conditions de « heat only » : la modulation n'entraîne pas de phénomène de refroidissement au cours de l'essai.

3.1.3. Choix de la méthode

Dans un premier temps, les essais ont été faits en utilisant la méthode de DSC simple. Cependant, les thermogrammes réalisés sur les échantillons conditionnés à RH100 ont montré la présence d'un pic endothermique pouvant cacher la transition vitreuse (Figure 2.10).

Avec la méthode de TMDSC, il est possible de découpler les phénomènes cinétiques (flux irréversible) des phénomènes thermodynamiques (flux réversible). Ainsi, le flux de chaleur irréversible donne des informations sur les températures de cristallisation, réticulation ou encore vaporisation tandis que le flux de chaleur réversible indique les températures de transition vitreuse et de fusion.

De ce fait, la méthode de TMDSC a été choisie pour les nombreux avantages qu'elle présente.

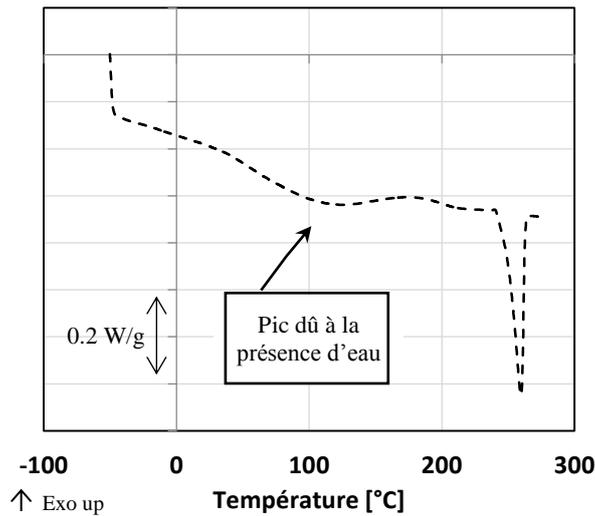


Figure 2.10 : Thermogramme obtenu par DSC simple sur un échantillon de GFRPA66 saturé en eau.

3.2. Microscopie optique

L'observation de la tranche polie des éprouvettes a été réalisée avec un microscope optique ZEISS Axio Imager permettant un grossissement jusqu'à 800 fois (Figure 2.11). Le logiciel AxioVision est utilisé pour la prise d'images. Les échantillons sont préalablement découpés à l'aide d'une scie à disque diamant, puis enrobés à froid dans de la résine époxy. Un protocole de polissage jusqu'au micron a été spécifiquement développé pour l'étude du composite tissé verre / PA66.

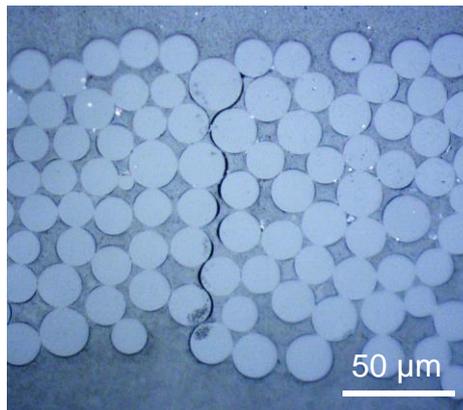


Figure 2.11 : Exemple d'image obtenue par microscopie optique sur GFRPA66 [(0/90)₃] après sollicitation mécanique : décohésion à l'interface fibre / matrice dans un toron.

3.3. Microscopie électronique à balayage

Le microscope électronique à balayage (MEB-FEG) JEOL 7000 a été utilisé pour réaliser les observations, à très grand grossissement, des faciès de rupture des éprouvettes (Figure 2.12). Ces

observations ont été faites avec une tension d'accélération de 7,0kV et une distance de travail d'environ 30 mm. Les échantillons ont préalablement été métallisés avec un métalliseur Cressington 108 Auto, qui dépose un film d'or-palladium sur la surface des échantillons.

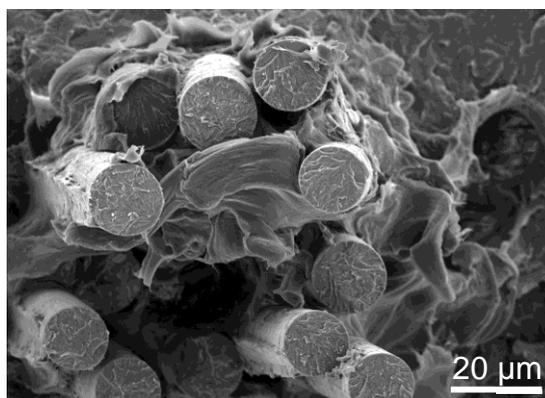


Figure 2.12 : Exemple d'image obtenue par microscopie optique à balayage sur un GFRPA66 [(0/90)₃]: faciès de rupture des fibres de verre et fortes déformations de la matrice.

3.4. Microtomographie 3D par rayons X

La microtomographie RX permet de créer une représentation tridimensionnelle d'un objet et de visualiser sa structure interne. Des rayons X traversent l'échantillon, positionné sur une platine motorisée, qui subit une rotation avec un pas angulaire prédéfini par l'utilisateur. Le rayonnement transmis après la traversée du matériau est enregistré, à intervalle angulaire régulier, sous la forme de radiographies. Ces données permettent une reconstruction mathématique d'une section et/ou d'un volume numérique de l'échantillon [Silva de Vasconcellos, 2013].

Le microtomographe utilisé dans cette étude est un v/tome/x du fournisseur Phoenix/x-ray, aujourd'hui racheté par General Electric. Il est équipé de deux tubes à rayons X : un tube micro-foyer et un tube nano-foyer. Le tube micro-foyer est un tube directionnel de 225 kV avec une taille de foyer d'émission de 3 µm. Le tube nano-foyer est un tube de transmission avec une taille de foyer d'émission de 0,9 µm. Le détecteur est un GE DXR250RT de 1024 × 1024 pixels pouvant être translaté pour devenir un 2048 × 1024 pixels. Le logiciel de reconstruction de la géométrie est Datos/x 2.2 et celui de traitement d'images est VGStudioMax 2.2.

La zone d'observation est un parallélépipède de 30 mm × 20 mm × 1,5 mm permettant d'atteindre une résolution moyenne de 20 µm/pixel. En réduisant la taille de la zone d'observation à 10 mm × 20 mm × 1,5 mm, il est possible d'augmenter la résolution à 11 µm/pixel.

La technique de microtomographie RX a permis de déterminer le taux de porosité du matériau

(Figure 2.13). Six éprouvettes de composite tissé, issues d'une même plaque, ont été scannées à une résolution de 18 μm , suffisante pour visualiser ce type de défaut. Le diamètre de ces porosités varie de 0,09 mm à 0,81 mm avec une moyenne de 0,30 mm. Le taux de porosité mesuré est inférieur à 1%, ce qui est cohérent avec la valeur annoncée par le fournisseur (2%).

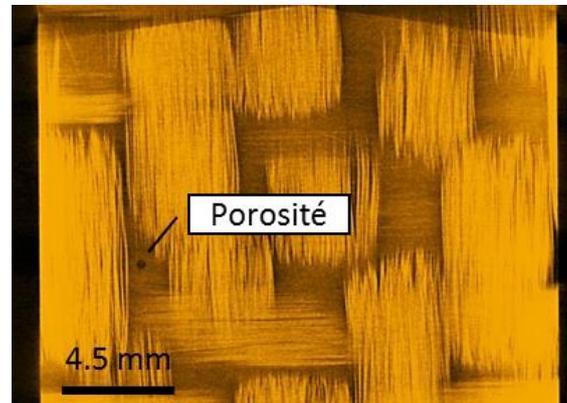


Figure 2.13 : Visualisation par tomographie RX d'une porosité (résolution 18 μm) dans le composite tissé verre/PA66 [(0/90)₃].

Les niveaux de résolution atteints ne permettent cependant pas de mettre en évidence tous les endommagements qui se développent dans le matériau : en effet, les décohésions fibre / matrice ou encore les ruptures de fibres ont des tailles caractéristiques de l'ordre de quelques microns.

3.5. Microtomographie 3D par rayons X au synchrotron

Deux échantillons de composite GFRPA66 ayant subi une sollicitation cyclique jusqu'à la moitié de leur durée de vie ont été observés sur la ligne ID19 de l'European Synchrotron Radiation Facility (ESRF) à Grenoble. Ces observations ont été faites avec une résolution de 3,06 $\mu\text{m}/\text{pixel}$ permettant de visualiser avec précision les fibres. Le rayonnement synchrotron est avantageux de par :

- Le flux élevé : diminution de la durée d'acquisition et augmentation de la résolution spatiale ;
- La mono-chromaticité : absence d'artefacts ;
- La cohérence spatiale : la grande cohérence spatiale permet une reconstruction de l'image par contraste de phase, supérieur au contraste dû à l'atténuation. Cette technique permet de distinguer les différents composants d'un matériau même s'ils ont des coefficients d'atténuation linéaires très proches.

La prise d'images au synchrotron a été sous-traitée. Le traitement d'image a ensuite été effectué avec le logiciel Avizo.

CHAPITRE 4 : TECHNIQUES DE CONTRÔLE NON-DESTRUCTIF

Afin de pouvoir suivre un maximum de paramètres pendant les essais mécaniques, ces tests ont été multi-instrumentés. En plus du suivi des déformations, deux techniques de contrôle non-destructif ont été utilisées lors des essais de traction monotone et de fatigue : la thermographie infrarouge et l'émission acoustique.

4.1. Thermographie infrarouge

La thermographie infrarouge est une technique qui permet de mesurer le rayonnement thermique émis par la surface d'un corps. L'énergie rayonnée ou la luminance émise par ce corps est transcrite en niveaux de température grâce à la connaissance de l'émissivité de ce corps. La valeur d'émissivité du composite GFRPA66 n'étant pas connue, elle a été fixée arbitrairement à 0,80 (donnée fabricant). Ainsi, on ne considère pas les valeurs absolues de température enregistrées au cours de l'essai mais l'échauffement en surface de l'éprouvette. Pour cela, on retranche la température moyenne initiale au début de l'essai à la température maximale enregistrée à chaque cycle.

La caméra infrarouge utilisée est une caméra SILVER 420MW de chez Cedis Infrared Systems, équipée d'une lentille L0504 d'une distance focale de 27 mm (Figure 2.14). La caméra fonctionne à une fréquence de 20 Hz, possède un détecteur de 320×256 pixels et une sensibilité de $0,1 \text{ } ^\circ\text{C}$. Elle est utilisée avec le logiciel Altair.

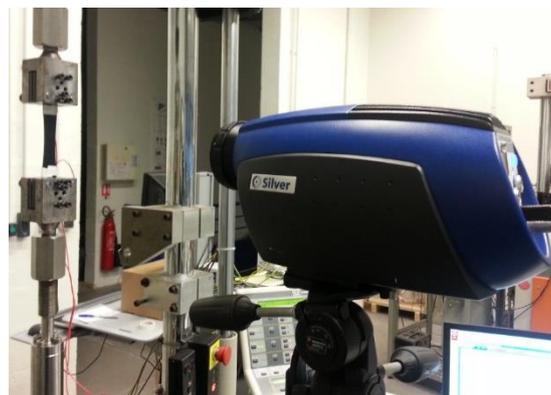


Figure 2.14 : Caméra infrarouge Silver lors d'un essai de fatigue.

La mesure de l'élévation de température en surface de l'éprouvette a permis dans un premier temps d'optimiser le choix de la fréquence des essais de fatigue. Du fait de l'orientation des fibres par rapport à l'axe de sollicitation, les éprouvettes $[(\pm 45)_3]$ ont un échauffement plus critique que les éprouvettes $[(0/90)_3]$. Les essais de fatigue ont donc d'abord été réalisés sur des éprouvettes $[(\pm 45)_3]$ conditionnées à RH0, à des niveaux de chargement tels que $\sigma^{\max} = 0,7 \times \sigma_u$ et

$\sigma^{\max} = 0,4 \times \sigma_u$. Le choix du conditionnement à tester a été guidé par le fait que l'absence d'eau dans l'éprouvette peut mener à un échauffement plus important. Dans un premier temps, la fréquence d'essai choisie est de 3 Hz. La température maximale en surface de l'éprouvette est enregistrée durant l'essai de fatigue, et l'échauffement atteint à 90% de la durée de vie est reporté dans le Tableau 2.5.

	[(±45) ₃]		[(0/90) ₃]
σ^{\max} / σ_u	3 Hz	1 Hz	1 Hz
0,7	> 45 °C	37 °C	2 °C
0,4	23 °C	9 °C	3 °C

Tableau 2.5 : Échauffement à 90% de la durée de vie des éprouvettes GFRPA66 à RH0 en fonction de l'empilement et de la fréquence d'essai.

À la fréquence de 3 Hz, les niveaux d'échauffements sont très importants, y compris lorsque la contrainte appliquée est relativement faible. La valeur pour le cas de chargement $\sigma^{\max} = 0,7 \times \sigma_u$ n'a pu être déterminée précisément dû à une saturation de la caméra thermique. Ainsi, la fréquence d'essai a été revue à la baisse et les essais suivants ont été faits à 1 Hz. À cette fréquence, l'échauffement reste élevé pour les hauts niveaux de sollicitation mais à plus faible contrainte, il est inférieur à 10°C. L'empilement [(0/90)₃] quant à lui ne s'échauffe que de quelques degrés, indépendamment de la contrainte maximale appliquée.

En se plaçant dans la configuration la plus défavorable, c'est-à-dire à RH0 et [(±45)₃], l'utilisation de la thermographie infrarouge a ainsi permis d'optimiser la fréquence des essais de façon à limiter autant que possible le phénomène d'échauffement sans toutefois trop augmenter la durée des essais. Ainsi, la fréquence d'essai retenue est 1 Hz.

4.2. Émission acoustique

4.2.1. Principe de la méthode

La technique d'émission acoustique (EA) permet l'enregistrement des ondes acoustiques émises par un matériau soumis à une sollicitation mécanique. Les endommagements qui interviennent dans un matériau composite sont libérateurs d'énergie élastique qui se propage sous forme d'une onde élastique transitoire. Ces ondes mécaniques sont alors enregistrées par un ou plusieurs capteurs piézo-électriques placés en surface de l'éprouvette. Le signal ainsi enregistré est alors amplifié puis traité afin de déterminer les paramètres de l'onde acoustique, appelée aussi « hit ».

Lorsqu'on utilise au moins deux capteurs, il est possible de ne traiter que les évènements ayant été entendus entre les capteurs : ce sont les « events ». Cette configuration permet entre autre d'obtenir des informations sur la localisation de l'évènement acoustique (Figure 2.15).

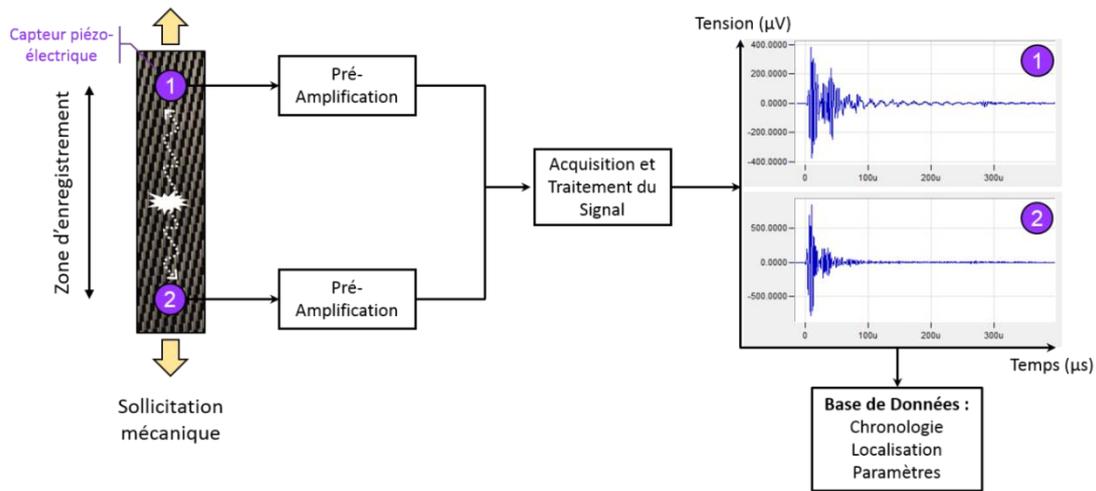


Figure 2.15 : Chaîne d'acquisition du système d'émission acoustique.

Chaque évènement ainsi enregistré est caractérisé par de nombreux paramètres. L'ensemble de ces paramètres constituent la signature de l'évènement qui est à l'origine de l'onde (Figure 2.16).

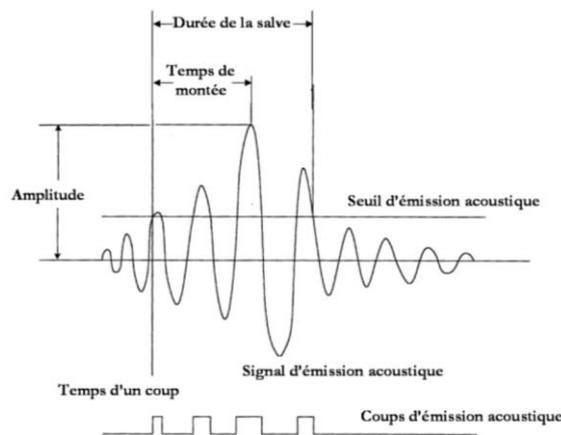


Figure 2.16 : Représentation schématique d'une salve d'émission acoustique [Bonnafous, 2010].

Parmi les paramètres les plus utilisés on pourra citer :

- l'amplitude maximale : elle correspond à l'amplitude de la crête maximale, (unité : décibel (dB)) ;
- l'énergie du signal, (unité : attojoule ($\text{aJ} = 10^{-18} \text{J}$)) ;
- le temps de montée : durée entre le premier dépassement du seuil et le moment où le maximum en amplitude est atteint, (unité : microseconde (μs)) ;
- la durée de la salve : durée entre le premier et le dernier dépassement du seuil, (unité :

microseconde (μs) ;

→ le nombre de coups : nombre de franchissement du seuil sur la durée de la salve ;

→ le seuil d'acquisition : paramètre réglable au moment de l'acquisition afin de supprimer le bruit instrumental (unité : décibel (dB)).

4.2.2. Système utilisé

La chaîne d'émission acoustique utilisée lors des essais est constituée de deux capteurs piézo-électriques larges bandes Micro80 avec une fréquence de résonance de 300 kHz et une surface active de 10 mm de diamètre. Pour tous les essais, l'acquisition a été faite sur une bande de fréquence variant de 1 kHz à 3 MHz. Les préamplificateurs ont été réglés avec un gain de 40 dB. Le système d'acquisition est un système PCI-2 de Mistras Group réglé avec un seuil d'acquisition de 35 dB.

Le système d'acquisition utilise des fenêtres temporelles glissantes, permettant la bonne définition de l'onde enregistrée. Ces fenêtres sont caractérisées par trois paramètres : le Hit Definition Time (HDT), le Hit Lockout Time (HLT) et le Peak Definition Time (PDT). Le PDT permet la détermination du maximum de la salve et se déclenche aussitôt que le seuil d'acquisition est dépassé. Le HDT permet de définir la durée d'une salve. Il se déclenche lorsqu'on se situe en dessous du seuil d'acquisition. Si le seuil n'est plus dépassé durant le HDT, le dernier franchissement enregistré est considéré comme étant la fin de la salve. Le HLT correspond au temps de réarmement du système, c'est-à-dire à la durée pendant laquelle le système est « aveugle ». Le HLT se déclenche après le HDT et permet d'éviter l'acquisition d'éventuels échos. La Figure 2.17 montre une illustration de la mauvaise et de la bonne définition des paramètres HDT et HLT.

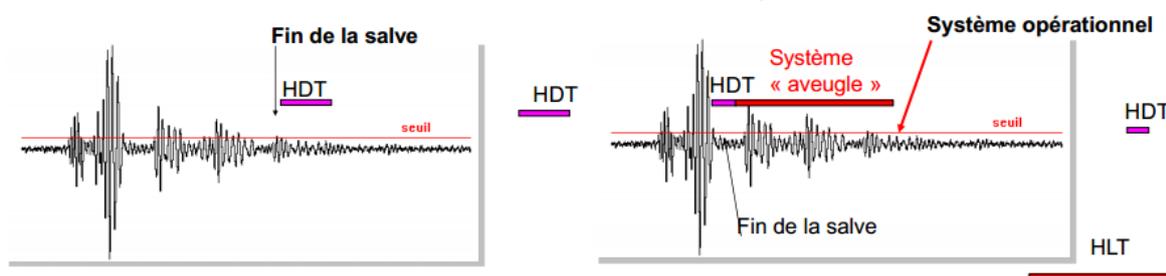


Figure 2.17 : (a) Mauvaise définition du paramètre HDT : enregistrement des échos (b) Bonne définition des paramètres HDT et HLT : salve correctement définie [documentation Mistras].

Les valeurs utilisées pour ces trois paramètres dans cette étude sont :

→ $\text{PDT} = 30 \mu\text{s}$

→ $HDT = 100 \mu s$

→ $HLT = 1000 \mu s$

4.2.3. Mise en place de l'acquisition

Les capteurs ont été recouverts d'une couche de graisse silicone et positionnés directement au contact des éprouvettes en composite au moyen d'un ruban adhésif PVC (Figure 2.18). Les capteurs sont espacés de 100 mm afin de couvrir la plus grande longueur possible sans entrer en contact avec les mors.

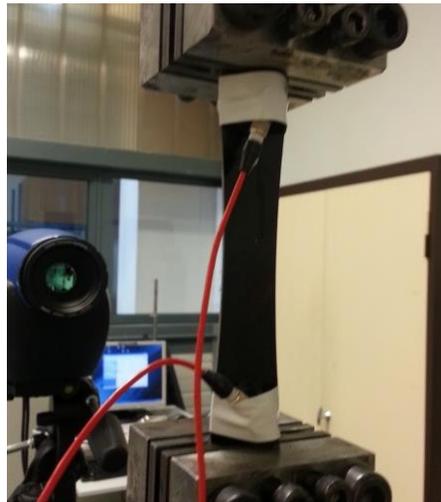


Figure 2.18 : Photos des capteurs d'émission acoustique sur une éprouvette de composite GFRPA66.

Chaque essai est précédé d'une phase de calibration du système d'acquisition :

La première étape consiste à mesurer la vitesse de propagation des ondes acoustiques dans le matériau via la fonction AST (Auto Sensor Test) des capteurs. Chacun des deux capteurs émet un signal d'amplitude 100 dB qui est enregistré par le second capteur. Le résultat de cette opération indique le temps que l'onde a mis pour aller d'un capteur à l'autre. La distance entre les deux capteurs étant connue, la vitesse de propagation de l'onde dans le matériau peut être déterminée.

La seconde étape consiste à affiner la position des capteurs et la vitesse de propagation des ondes acoustiques dans le matériau. Pour cela, un essai de cassé de mines est pratiqué : il s'agit, à l'aide d'un stylo dédié, de casser des mines en graphite à intervalles réguliers entre les deux capteurs (méthode Hsu-Nielsen) afin de simuler des événements acoustiques. Cette opération permet de vérifier la vitesse mesurée par AST et, si besoin, de l'affiner afin que les cassés de mines enregistrés par le logiciel soit correctement localisés. Cette étape permet également de mesurer la

courbe d'atténuation des signaux acoustiques entre les capteurs.

La dernière étape consiste à valider les paramètres réglés lors des étapes précédentes. Pour cela, l'ensemble des événements enregistrés lors d'un essai est représenté dans le plan amplitude-nombre de coups (Figure 2.19).

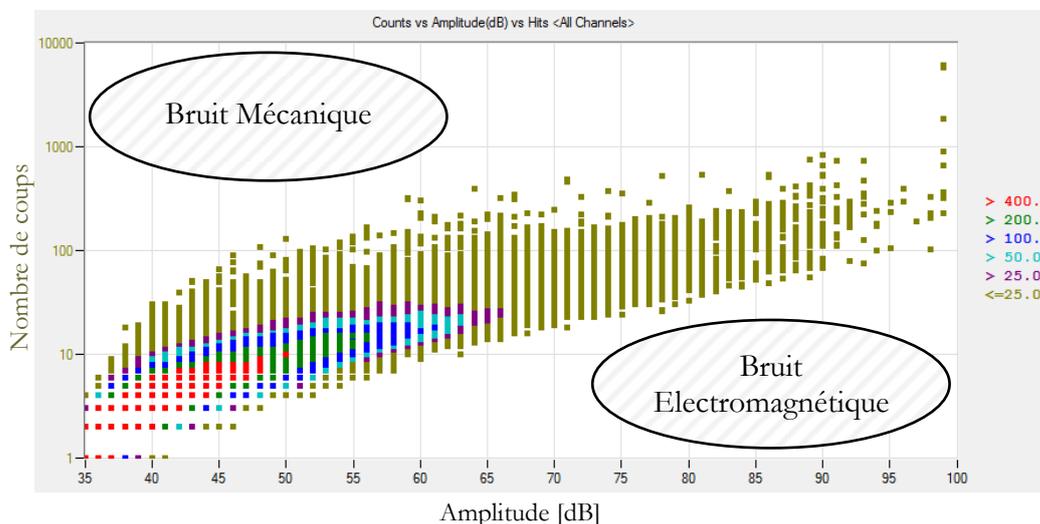


Figure 2.19 : Courbe nombre de coups vs. amplitude enregistrée lors d'un essai de fatigue pour un composite GFRPA66 [(0/90)₃] à RH50.

Cette représentation doit être exempte d'événements dans le coin supérieur gauche et le coin inférieur droit afin de valider les paramètres d'acquisition du système. En effet, les événements avec une faible amplitude et un grand nombre de coups correspondent à du bruit mécanique, ceux avec une forte amplitude et un faible nombre de coups correspondent à du bruit électromagnétique.

Enfin, il a été choisi de ne pas considérer les événements d'amplitude strictement inférieure à 40 dB. En effet, les salves acoustiques de cette catégorie sont caractérisées par des durées de l'ordre de la microseconde et des énergies inférieures à 1 aJ. Il est donc probable que ces événements soient dus à du bruit.

4.2.4. Méthode de tri par un algorithme des k-moyennes

Chaque événement acoustique possède une signature qui lui est propre et qui dépend de l'endommagement qui en est à l'origine. Ainsi, une bonne utilisation de la technique d'émission acoustique consiste à regrouper les événements ayant une signature identique et à les associer ensuite à un mécanisme d'endommagement. Dans cette étude, on utilise une méthode d'analyse multiparamétrique, basée sur un algorithme des k-moyennes.

Cet algorithme permet de partitionner un ensemble de données en k classes, k étant fixé par l'utilisateur. Chaque donnée est un objet représenté par un vecteur à N coordonnées. Dans le cas présent, les objets à classer sont les événements acoustiques et leurs coordonnées sont les paramètres de leur signature.

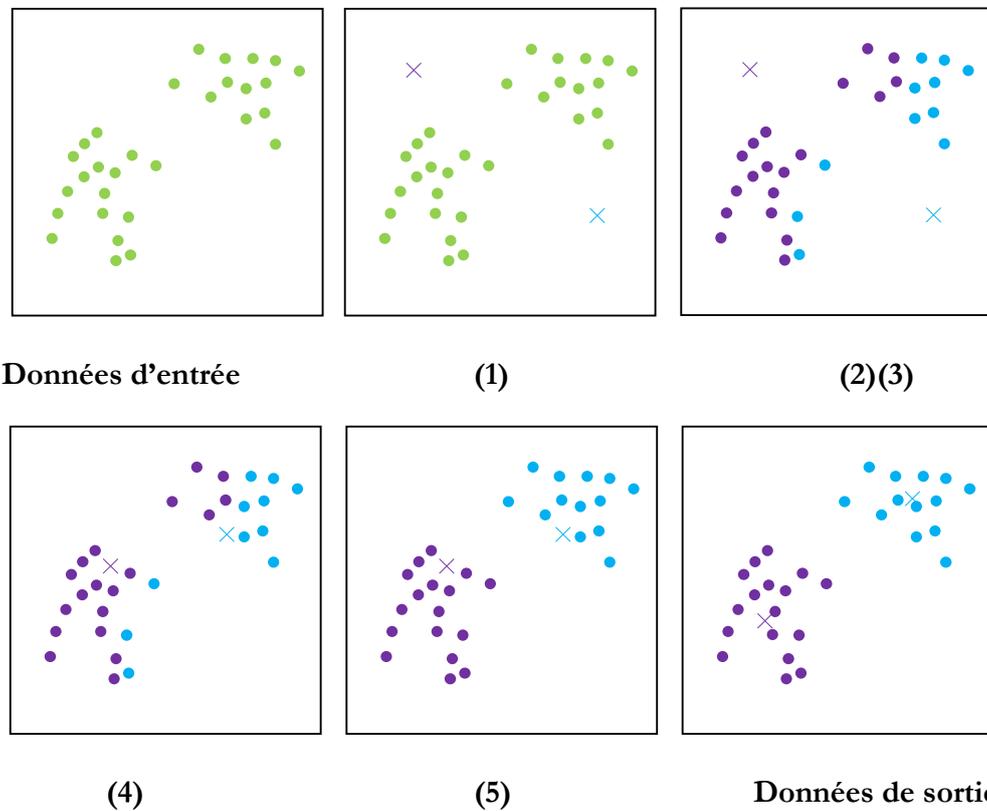


Figure 2.20 : Illustration de l'algorithme des k -moyennes en deux dimensions pour $k = 2$. Les données sont représentées par des points, les croix indiquent le centre des classes [adapté de Piech, 2013].

Pour l'ensemble des objets, l'algorithme se déroule de la façon suivante (Figure 2.20):

Données d'entrée : Ensemble d'objets à partitionner, nombre de classes souhaitées

- 1) Initialisation aléatoire des centres des k -classes ;
- 2) Calcul de la distance Euclidienne entre l'objet et les centres des classes ;
- 3) Affectation de l'objet à la classe qui minimise la distance Euclidienne entre l'objet et le centre de la classe ;
- 4) Calcul du nouveau centre des k -classes ainsi créées ;
- 5) Retourner en 2 tant que la distance entre les anciens et les nouveaux centres est supérieure à un seuil infinitésimal.

Données de sortie : Une partition de k -classes

Les paramètres choisis pour le partitionnement sont l'amplitude (AMP), le temps de montée (RISE), la durée (DURATION), l'énergie (ENERGY) et le nombre de coups (COUN). L'ensemble des paramètres ont été réduits, c'est-à-dire divisés par l'écart-type. Cette opération permet de comparer plus aisément des paramètres prenant des valeurs très différentes. C'est le cas par exemple de l'énergie qui peut varier de quelques attojoules à plus de 10^6 aJ alors que l'amplitude ne peut que prendre des valeurs comprises entre 40 dB et 100 dB.

Cet algorithme étant non-supervisé, il est nécessaire de connaître à l'avance le nombre de classes à créer. Chaque classe doit être associée à un type d'endommagement. Les études traitant de l'endommagement des composites tissés [Daggumati et al., 2010; Fujii et al., 1993; Osada et al., 2001; Pandita et al., 2001] reportent trois grandes familles de défauts : la fissuration matricielle, les endommagements d'interface (décohésions fibre / matrice et délaminage) et enfin les ruptures de fibres. Ainsi, dans cette étude, k a été choisi égal à 3.

Reste ensuite à associer chaque partition à un mécanisme d'endommagement. Pour cela, nous nous sommes appuyés sur les différents résultats obtenus pour des classifications basées sur l'amplitude. Le Tableau 2.6 regroupe les gammes d'amplitude et les mécanismes d'endommagement associés pour plusieurs types de composite. Quel que soit le type de matrice ou de fibres, on retrouve une grande cohérence dans l'attribution des mécanismes d'endommagement sur toute la gamme d'amplitude :

- les évènements d'amplitudes les plus basses sont associés à la fissuration matricielle ;
- les évènements d'amplitudes les plus hautes sont associés à la rupture des fibres ;
- la gamme intermédiaire correspond aux endommagements aux interfaces.

Ainsi, pour associer un mécanisme d'endommagement à une classe issue de l'algorithme des k -moyennes on s'appuiera sur la valeur du centre en amplitude.

Auteur	Matrice	Fibres	Gamme d'Amplitude		
			Matrice	Interface	Fibres
[Scida et al., 2002]	Epoxy	Verre	[40 – 60 dB]	65 dB	[90 – 95 dB]
[Barré & Benzeggagh, 1994]	PP	Verre	[40 – 55 dB]	[60 – 85 dB]	[85 – 95 dB]
[Silva de Vasconcellos, 2013]	Epoxy	Chanvre	[35 – 53 dB]	[58 – 63 dB]	[66 – 100 dB]
[El Mahi et al., 2010]	Epoxy	Lin	[42 – 60 dB]	[60 – 70 dB]	[70 – 100 dB]
[Kotsikos et al., 1999]	Polyester	Verre	[40 – 55 dB]	[55 – 70 dB]	[80 – 100 dB]

Tableau 2.6 : État de l'art sur l'amplitude des évènements acoustiques et les mécanismes d'endommagements associés pour différents types de composites.

4.2.5. Problématique de l'atténuation de l'amplitude des ondes acoustiques

La propagation des ondes acoustiques dans le matériau est associée à un phénomène d'atténuation de l'amplitude du signal. La courbe d'atténuation est construite à partir de l'essai de cassé de mines préliminaire à chaque test. Les événements acoustiques simulés par un cassé de mine sont caractérisés par une amplitude de 100 dB lorsque l'onde n'est pas atténuée. Ainsi, la courbe représentant l'amplitude de l'évènement acoustique en fonction de sa position entre les capteurs donne une illustration de l'atténuation du signal sur la longueur de l'éprouvette étudiée (Figure 2.21).

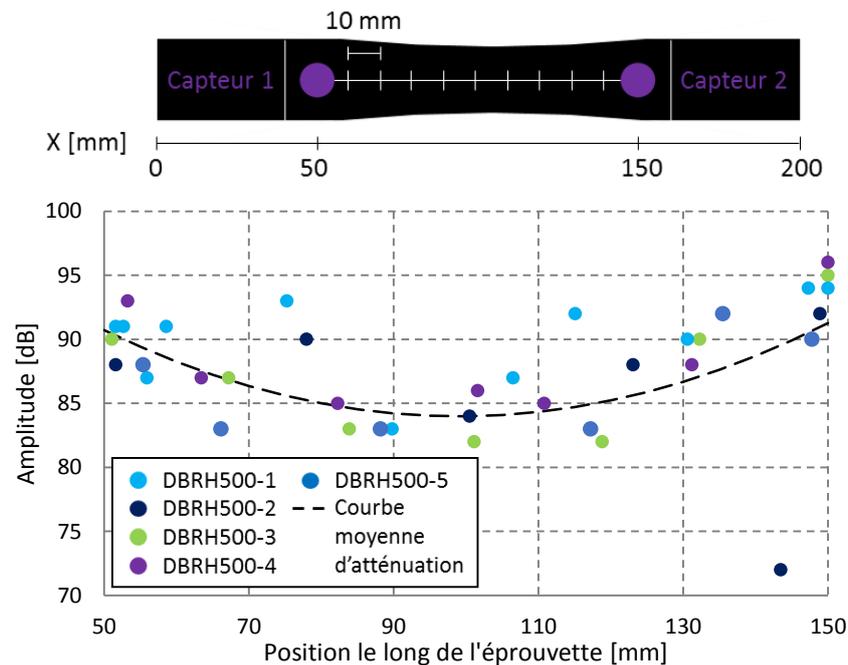


Figure 2.21 : Position des capteurs et courbe d'atténuation pour cinq éprouvettes GFRPA66 dogbone (DB) [(0/90)₃] conditionnées à RH50.

L'atténuation maximale est atteinte au centre de l'éprouvette, où la distance entre l'évènement et l'un des deux capteurs est la plus grande. Cette valeur est reportée dans le Tableau 2.7 pour les trois conditionnements et les deux séquences d'empilement étudiés. Ces résultats indiquent que l'atténuation augmente lorsque le taux d'humidité relative contenu dans l'éprouvette augmente. Cependant, la séquence d'empilement ne semble pas influencer le niveau d'atténuation. En première approche, il semblerait donc que la prise en compte de l'atténuation soit nécessaire.

Afin de comprendre dans quelle mesure la correction de l'amplitude est nécessaire, l'algorithme des k-moyennes a été appliqué avec et sans prise en compte de l'atténuation pour une éprouvette RH50 [(±45)₃] et une éprouvette RH100 [(±45)₃] soumises à une sollicitation en traction monotone.

	$[(0/90)_3]$	$[(\pm 45)_3]$
RH0	4 ± 1 dB	9 ± 1 dB
RH50	17 ± 3 dB	15 ± 2 dB
RH100	29 ± 2 dB	32 ± 3 dB

Tableau 2.7 : Valeurs maximales d'atténuation mesurées pour le composite GFRPA66 dans les six configurations étudiées.

Les évolutions du nombre d'évènements acoustiques au cours des essais sont présentées respectivement sur la Figure 2.22 et la Figure 2.23. Les centres des classes associés sont indiqués dans le Tableau 2.8 et le Tableau 2.9.

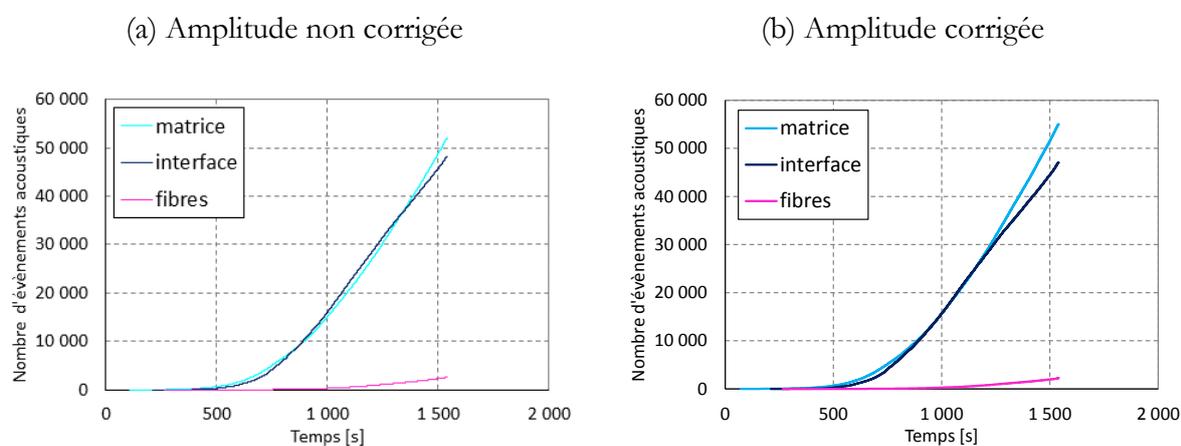


Figure 2.22 : Nombre d'évènements acoustique enregistrés au cours d'un essai de traction monotone sur éprouvette $[(\pm 45)_3]$ RH50 : (a) sans et (b) avec prise en compte de l'atténuation.

(a)	RISE [μ s]	COUN	DURATION [μ s]	AMP [dB]	ENERGY [aJ]
Matrice	19	21	95	53	306
Interface	18	36	171	66	6091
Fibres	149	70	381	68	43666

(b)	RISE [μ s]	COUN	DURATION [μ s]	AMP [dB]	ENERGY [aJ]
Matrice	18	21	95	61	378
Interface	19	37	177	73	7005
Fibres	176	71	386	74	43178

Tableau 2.8 : Centre des classes pour un essai de traction sur éprouvette $[(\pm 45)_3]$ RH50 : (a) sans et (b) avec prise en compte de l'atténuation.

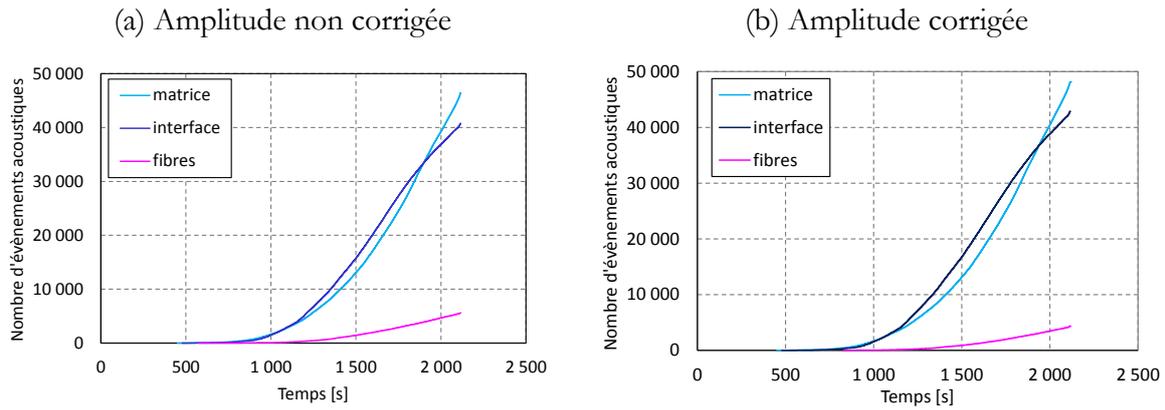


Figure 2.23 : Nombre d'évènements acoustiques enregistrés au cours d'un essai de traction monotone sur éprouvette $[(\pm 45)_3]$ RH100 : (a) sans et (b) avec prise en compte de l'atténuation.

(a)	RISE [μs]	COUN	DURATION [μs]	AMP [dB]	ENERGY [a]
Matrice	14	12	55	49	86
Interface	15	21	95	59	864
Fibres	13	37	192	70	15376

(b)	RISE [μs]	COUN	DURATION [μs]	AMP [dB]	ENERGY [a]
Matrice	14	11	54	59	89
Interface	14	21	98	69	1096
Fibres	42	41	222	78	21283

Tableau 2.9 : Centre des classes pour un essai de traction sur éprouvette $[(\pm 45)_3]$ RH100 : (a) sans et (b) avec prise en compte de l'atténuation.

L'ensemble de ces résultats montre que la prise en compte de l'atténuation dans l'algorithme des k-moyennes ne change pas la définition des trois classes d'endommagement. Pour les deux configurations d'éprouvette testées, la proportion de chaque classe reste la même ainsi que l'allure de leur évolution au cours de l'essai. Les centres des classes montrent également une grande stabilité, indépendamment de la correction de l'amplitude. Seule la coordonnée en amplitude augmente logiquement lorsque l'atténuation est prise en compte.

Cette analyse indique que la correction de l'amplitude permettant de tenir compte du phénomène d'atténuation n'est pas nécessaire dans le processus de partitionnement. En effet, l'utilisation d'un algorithme multiparamétrique permet de s'affranchir de la correction de l'amplitude.

BILAN PARTIE II

Le matériau de l'étude est un composite à matrice polyamide 6,6 renforcé d'un tissu de fibres de verre (Sergé 2/2). La résine PA66 pure a également été étudiée afin de mieux appréhender le comportement du composite. Le polyamide étant très sensible à l'humidité, trois types de conditionnements ont été étudiés: un état sec (RH0), un état ambiant (RH50) et un état saturé en eau (RH100). Ainsi, il sera possible d'étudier l'influence du taux relatif d'humidité sur les propriétés microstructurales et mécaniques de la résine et du composite. Afin d'étudier l'influence de l'orientation des fibres sur les propriétés mécaniques du composite, trois séquences d'empilement ont été considérées : $[(0/90)_3]$, $[(90/0)_3]$ et $[(\pm 45)_3]$. Plusieurs techniques ont été utilisées pour analyser la microstructure des matériaux : calorimétrie différentielle, microscopie optique et électronique à balayage, microtomographie en laboratoire ou au synchrotron.

Deux types de sollicitations ont été appliqués : la traction monotone et la fatigue traction-traction. Une étape d'optimisation de la géométrie des éprouvettes a été nécessaire afin de pallier le problème de rupture des éprouvettes rectangulaires dans les mors lors des essais de fatigue. Une éprouvette dogbone a été mise au point, permettant de garantir la localisation de la rupture dans la partie utile de l'éprouvette. Tous les essais ont été instrumentés avec une caméra infrarouge et un système d'émission acoustique.

Les méthodes d'analyse non-destructives utilisées ont permis de capitaliser des informations sur l'évolution de l'endommagement dans le composite au cours des essais mécaniques. Des tests préliminaires ont permis de déterminer que la fréquence optimale pour limiter le phénomène d'échauffement au cours des essais de fatigue est de 1 Hz. Le traitement des données d'émission acoustique est réalisé via un algorithme des k-moyennes. Cette méthode de tri permet la classification des endommagements en trois catégories associées à la fissuration matricielle, l'endommagement aux interfaces et la rupture des fibres.

- PARTIE III -

Absorption d'Eau et Conséquences sur les Propriétés Mécaniques en Traction Monotone

Cette partie présente l'influence du taux d'humidité relative sur les propriétés microstructurales et mécaniques de la matrice pure et du composite. Dans un premier chapitre, on se propose d'étudier les cinétiques d'absorption et de désorption d'eau par le PA66 pur et le composite. Les implications sur les propriétés microstructurales dues à la présence d'eau dans le matériau sont également analysées. Dans un second chapitre, l'influence du taux d'humidité sur le comportement mécanique en traction quasi statique de la résine pure et du composite tissé verre / PA66 est examinée. Enfin, une étude de l'endommagement s'appuyant sur les techniques de microscopie et d'émission acoustique permet de mieux comprendre les mécanismes d'endommagement dans le composite.

Chapitre 1 : Comportement vis-à-vis de l'eau	93
1.1. Mécanismes d'absorption et de désorption.....	93
1.1.1. Mesure et modélisation de la variation relative de masse	93
1.1.2. Résine polyamide 6,6 pure	94
1.1.3. Composite tissé verre / PA66	97
1.2. Influence sur les propriétés microstructurales	100
Chapitre 2 : Influence du taux d'humidité relative sur les propriétés mécaniques	103
2.1. La matrice PA66.....	103
2.2. Le composite GFRPA66	104
2.2.1. Empilement [(0/90) ₃].....	104
2.2.2. Empilement [(90/0) ₃].....	106
2.2.3. Empilement [(±45) ₃].....	107
2.2.4. Comparaison du comportement des trois empilements étudiés	107
Chapitre 3 : Observations des endommagements	109
3.1. Modes de rupture.....	109
3.2. Identification des différents types d'endommagements.....	110
3.3. Observations lors d'essais interrompus	111
3.4. Faciès de rupture.....	113
Chapitre 4 : Analyse de l'évolution des endommagements	117
4.1. Vérification de la qualité des enregistrements.....	117
4.2. Distribution spatiale des endommagements	117
4.3. Nombre total d'évènements	118
4.4. Evolution de chaque type d'endommagement	119
4.5. Analyse et discussion	123
4.5.1. Influence du drapage	123
4.5.2. Influence du conditionnement	125
Bilan Partie III.....	128

CHAPITRE 1 : COMPORTEMENT VIS-À-VIS DE L'EAU

Dans ce chapitre, on s'intéresse au caractère plastifiant de l'eau sur les matériaux étudiés. L'objectif est de déterminer dans un premier temps les cinétiques d'absorption et de désorption d'eau pour la résine pure et le composite. Puis, l'influence du taux d'humidité relative sur les propriétés microstructurales du polymère est étudiée grâce à la méthode de MTDSC.

Le conditionnement a été réalisé selon le protocole développé à l'institut Pprime, dans trois milieux différents :

- dans l'**eau** : les éprouvettes sont stockées dans une cuve d'eau à température ambiante ;
- à l'**ambiante** : les éprouvettes sont stockées à température et taux d'humidité ambiants soit respectivement, 23 ± 2 °C et 48 ± 5 %. Ce conditionnement constitue l'état de **référence** ;
- en **étuve** : les éprouvettes sont stockées dans une étuve à 35 °C et 15 % d'humidité relative.

1.1. Mécanismes d'absorption et de désorption

1.1.1. Mesure et modélisation de la variation relative de masse

L'observation de l'évolution du taux d'humidité relative contenu dans les matériaux de l'étude peut se faire par l'intermédiaire du suivi de leur masse. On effectue un relevé périodique de la masse des échantillons stockés en eau ou en étuve jusqu'à ce que la saturation soit atteinte. La variation relative de masse à l'instant t (M_t) est donnée par l'équation 3.1 :

$$M_t = \frac{m_t - m_0}{m_0} * 100 \quad \text{Équation 3.1}$$

Où t désigne le temps et m la masse de l'échantillon, mesurée avec une balance de précision.

Les cinétiques d'absorption d'eau des éprouvettes de résine pure et de composite ont été comparées à celles obtenues par la loi de Fick à une dimension (Équation 3.2) :

$$\frac{M_t}{M_\infty} = 1 - \frac{8}{\pi^2} \sum_{n=0}^{\infty} \frac{1}{(2n+1)^2} \exp\left(\frac{-D(2n+1)^2\pi^2 t}{h^2}\right) \quad \text{Équation 3.2}$$

[Shen & Springer, 1975]

Où :

M_t : variation relative de masse à l'instant t ;

M_∞ : variation relative de masse à l'équilibre ;

D : coefficient de diffusion ;

h : épaisseur de l'échantillon.

D'après Shen & Springer [Shen & Springer, 1975], l'expression donnée par l'équation 3.2 peut être simplifiée en utilisant l'équation 3.3 :

$$\frac{M_t}{M_\infty} = 1 - \exp\left(-7,3\left(\frac{Dt}{h^2}\right)^{0,75}\right) \quad \text{Équation 3.3}$$

[Shen & Springer, 1975]

Où le coefficient de diffusion est déterminé en utilisant la pente à l'origine, notée k , de la courbe expérimentale représentant M_t en fonction de \sqrt{t} (équation 3.4).

$$D = \pi \left(\frac{hk}{4M_\infty}\right)^2 \quad \text{Équation 3.4}$$

[Shen & Springer, 1975]

Dans le cas du polyamide 6,6 pur, le modèle de Langmuir a également été appliqué. Pour cela, on utilise l'approximation aux temps longs donnée par Bonniau et Bunsell [Bonniau & Bunsell, 1981] (équation 3.5) :

$$\frac{M_t}{M_\infty} = 1 - \frac{\delta}{\gamma + \delta} \exp(-\gamma t) - \frac{\gamma}{\gamma + \delta} \times \frac{8}{\pi^2} \exp\left(-\frac{Dt}{h^2} \pi^2\right) \quad \text{Équation 3.5}$$

[Bonniau & Bunsell, 1981]

Les paramètres γ , δ et D sont déterminés par une méthode des moindres carrés non-linéaires. L'équation 3.5 est valable pour des durées d'immersion telles que $Dt/h^2 > 0,05$. Pour des durées plus courtes, la variation relative de masse à l'instant t est donnée par l'équation 3.6.

$$\frac{M_t}{M_\infty} = \frac{\gamma}{\gamma + \delta} \times 4 \times \left(\frac{Dt}{\pi h^2}\right)^{1/2} \quad \text{Équation 3.6}$$

[Bonniau & Bunsell, 1981]

1.1.2. Résine polyamide 6,6 pure

L'évolution de M_t durant 35 jours pour les échantillons en étuve et en eau est présentée sur la Figure 3.1. La pesée de cinq éprouvettes pour chacun des conditionnements a montré une bonne reproductibilité des résultats, avec une précision de $\pm 0,05$ %.

La masse des éprouvettes séchées en étuve se stabilise après 13 jours de conditionnement. La perte de masse est alors de $-0,41 \pm 0,01$ %. La masse des éprouvettes conditionnées dans l'eau se stabilise vers le 20^{ème} jour. Le gain relatif de masse atteint à cette date-là est alors de $9,60 \pm 0,05$ %. Au-delà du 26^{ème} jour, on observe une perte de masse des échantillons immergés dans l'eau.

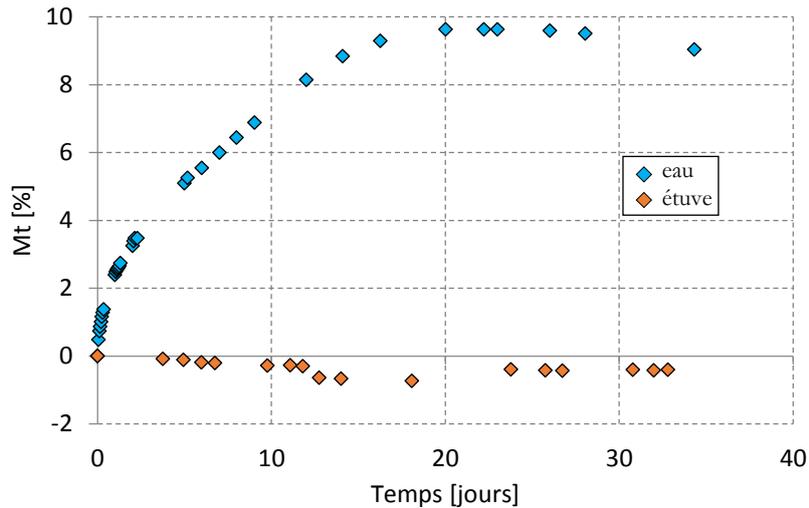


Figure 3.1 : Variation relative de masse pour les échantillons de résine PA66 pure conditionnés en étuve ou en eau.

Ce phénomène est attribué à la réaction d'hydrolyse entre la fonction amide et les molécules d'eau [Chevali et al., 2010]. Cette réaction dégrade les molécules de polyamide et conduit à la formation d'extrémités de chaînes amine et acide carboxylique (Figure 3.2). L'hydrolyse des polyamides coexiste avec la réaction inverse de condensation. Généralement, c'est la réaction d'hydrolyse qui prédomine, ce qui conduit à une chute de la masse molaire. Néanmoins, à plus long terme, les deux réactions sont équilibrées ce qui se traduit par l'apparition d'un équilibre de la masse molaire [El Mazry, 2013]. Ainsi, sur les 35 jours de l'analyse, l'étape d'équilibre des deux réactions n'est pas encore atteinte.

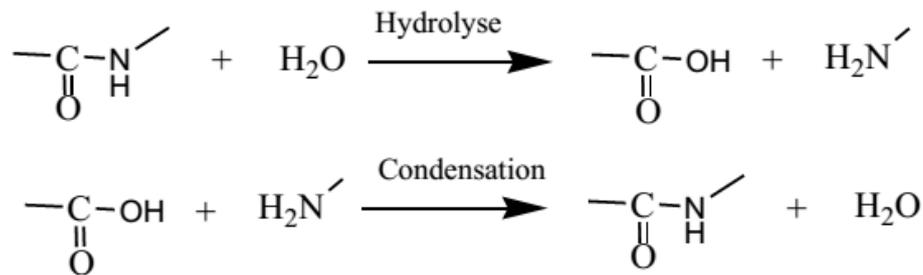


Figure 3.2 : Hydrolyse et condensation des polyamides [El Mazry, 2013]

La Figure 3.3 montre l'application de la loi de Fick à la prise relative de masse des éprouvettes de résine lors de leur conditionnement en eau. Ces résultats montrent que le comportement de la résine PA66 vis-à-vis de l'eau est non Fickien : la stabilisation de la masse est plus rapide que ce que prévoit la loi de Fick. Ce comportement a également été observé par Monson et al. [Monson et al., 2007]. La première partie de la courbe expérimentale est néanmoins linéaire, ce qui permet de déterminer un coefficient de diffusion D égal à $3,36 \times 10^{-13} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$.

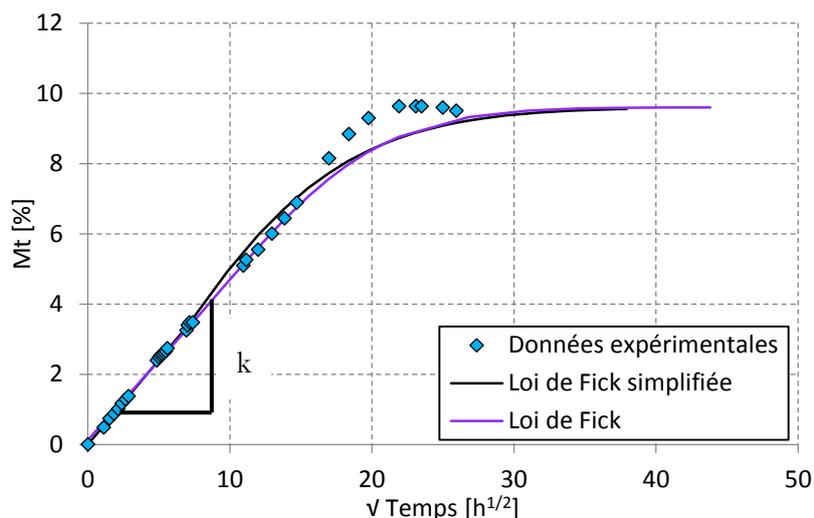


Figure 3.3 : Application de la loi de Fick au PA66 pur.

La loi de Fick ne permettant pas de reproduire le comportement du PA66 pur vis-à-vis de la prise relative de masse pour les longues durées d'immersion, le modèle de Langmuir a été appliqué. Les paramètres du modèle, déterminés par une méthode des moindres carrés non-linéaires, sont donnés dans le Tableau 3.1.

γ [s ⁻¹]	δ [s ⁻¹]	M_∞ [%]	D [m ² s ⁻¹]
$1,34 \times 10^{-6}$	$4,22 \times 10^{-7}$	10,1	$3,36 \times 10^{-13}$

Tableau 3.1 : Paramètres du modèle de Langmuir pour le PA66 pur.

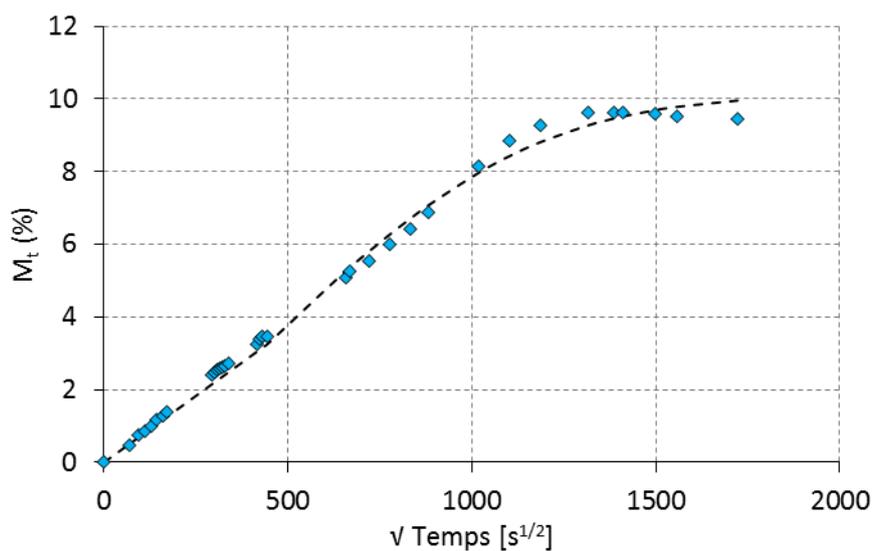


Figure 3.4 : Application du modèle de Langmuir au PA66 pur.

La Figure 3.4 montre l'application du modèle de Langmuir à la prise relative de masse des

échantillons de résine PA66 immergés. Ces résultats montrent que ce modèle permet de mieux capturer le comportement du PA66 pour les longues durées d'immersion. La valeur de M_∞ prédite est cependant plus élevée que celle observée expérimentalement. Ce résultat est cohérent avec le phénomène d'hydrolyse du PA66 lorsqu'il est conditionné en eau.

1.1.3. Composite tissé verre / PA66

Dans un premier temps, la variation de masse du composite tissé verre / PA66 a été étudiée pour des échantillons conditionnés en eau et en étuve. Dans un second temps, les échantillons sont retirés de leur enceinte de conditionnement et la variation de masse induite par le retour à hygrométrie ambiante est étudiée.

→ *Phase de conditionnement*

En ce qui concerne le composite tissé, respectivement trois et deux échantillons ont été conditionnés en eau et en étuve durant 437 jours. Les évolutions de la variation relative de masse sont présentées sur la Figure 3.5. Différentes séquences d'empilement ont été étudiées afin de déterminer l'influence de l'orientation du tissu sur la variation de masse des échantillons.

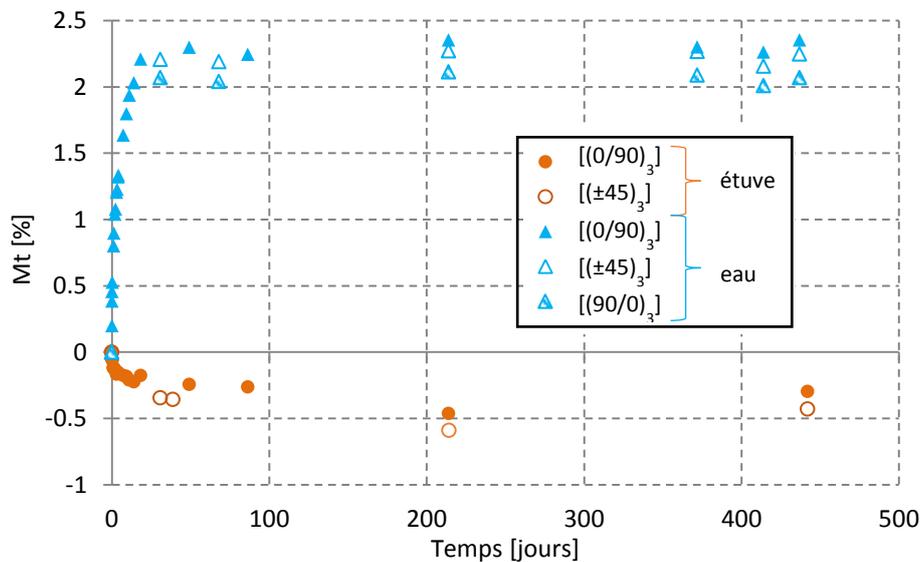


Figure 3.5 : Variation relative de masse pour les échantillons de composite GFRPA66 conditionnés en étuve et en eau.

La masse des échantillons séchés en étuve se stabilise après une centaine de jours de conditionnement. La perte de masse est alors de $-0,44 \pm 0,12$ %. La masse des échantillons stockés dans l'eau se stabilise vers le 25^{ème} jour, soit 5 jours plus tard que la résine pure. Le gain relatif de masse atteint à cette date-là est alors de $2,25 \pm 0,07$ %. Ainsi, lorsque l'équilibre est atteint, la résine pure absorbe environ quatre fois plus d'eau que le composite. Selon Madsen et

al. [Madsen et al., 2012], il est possible d'exprimer la variation relative de masse du composite à l'équilibre en fonction de celle de la résine pure et du taux massique de fibres (Équation 3.7) :

$$M_{\infty}^{GFRPA66} = m_f M_{\infty}^{fibres} + (1 - m_f) M_{\infty}^{PA66} \quad \text{Équation 3.7}$$

[Madsen et al., 2012]

Où :

$M_{\infty}^{GFRPA66}$: variation relative de masse du composite à saturation ;

m_f : taux massique de fibres du composite ;

M_{∞}^{fibres} : variation relative de masse des fibres à saturation ;

M_{∞}^{PA66} : variation relative de masse du polyamide 6,6 pur à saturation.

En négligeant l'absorption d'eau par les fibres, le taux massique de fibres étant égal à 63 % on obtient une valeur théorique de $M_{\infty}^{GFRPA66} = 3,55$ %. Cette valeur est supérieure à celle trouvée expérimentalement (2,25 %). Cet écart est probablement dû au fait que la variation relative de masse à l'équilibre est sous-estimée à cause du processus d'hydrolyse du PA66 dans l'eau.

La Figure 3.6 montre l'application de la loi de Fick à la prise relative de masse des éprouvettes de composite lors de leur stockage en eau.

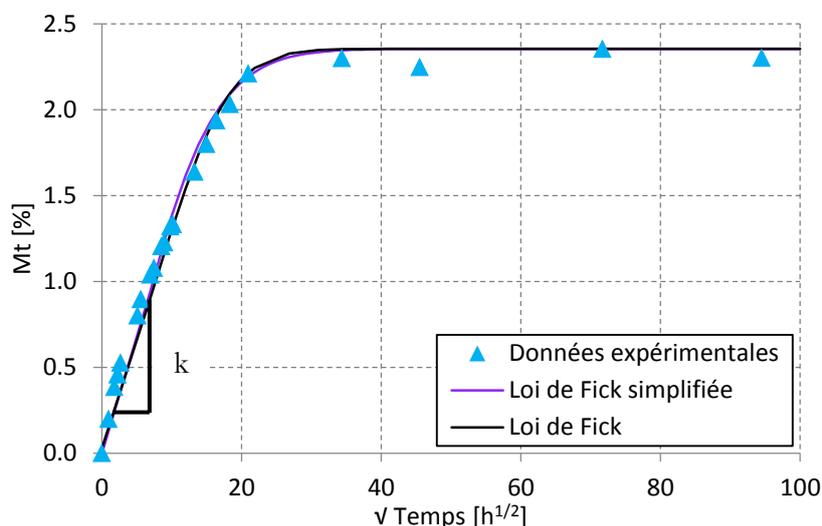


Figure 3.6 : Application de la loi de Fick au composite tissé verre / PA66.

L'orientation du tissu n'ayant pas montré une quelconque influence sur le processus d'absorption d'eau, les données représentées sur la Figure 3.6 correspondent à la moyenne obtenue sur les trois séquences d'empilement. Contrairement à la résine pure, le composite a un comportement

Fickien vis-à-vis de la prise en eau. Ce comportement a également été mis en évidence par Chevali et al. [Chevali et al., 2010] pour un composite à matrice PA66 renforcé de fibres de verre courtes. Pour le composite étudié ici, le coefficient de diffusion a été trouvé égal à $4,82 \times 10^{-13} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$.

L'ensemble des résultats expérimentaux concernant l'absorption d'eau pour la résine et le composite est regroupé dans le Tableau 3.2.

	m_f [%]	h [mm]	k [% $\text{s}^{-1/2}$]	M_∞ [%]	t_{sat} [jours]	D [$\text{m}^2 \text{ s}^{-1}$] $\times 10^{-13}$
PA66	-	1,57	0,0080	$9,60 \pm 0,05$	20	3,36
GFRPA66	63	1,57	0,0022	$2,25 \pm 0,07$	25	4,82

Tableau 3.2 : Caractéristiques expérimentales de la prise en eau de la résine pure et du composite.

→ Phase de retour à hygrométrie ambiante

Lorsque la saturation est atteinte, les échantillons de composite sont retirés de leur enceinte de conditionnement et sont laissés à l'ambiante : on observe alors les phénomènes de désorption des éprouvettes saturées en eau et de réabsorption des éprouvettes sèches pendant 9 jours. Pour des questions de clarté, on représente l'évolution de l'opposé de M_t lors du retour des échantillons à l'ambiante (Figure 3.7). La variation de masse relative lors de l'étape de conditionnement est rappelée par des symboles pleins.

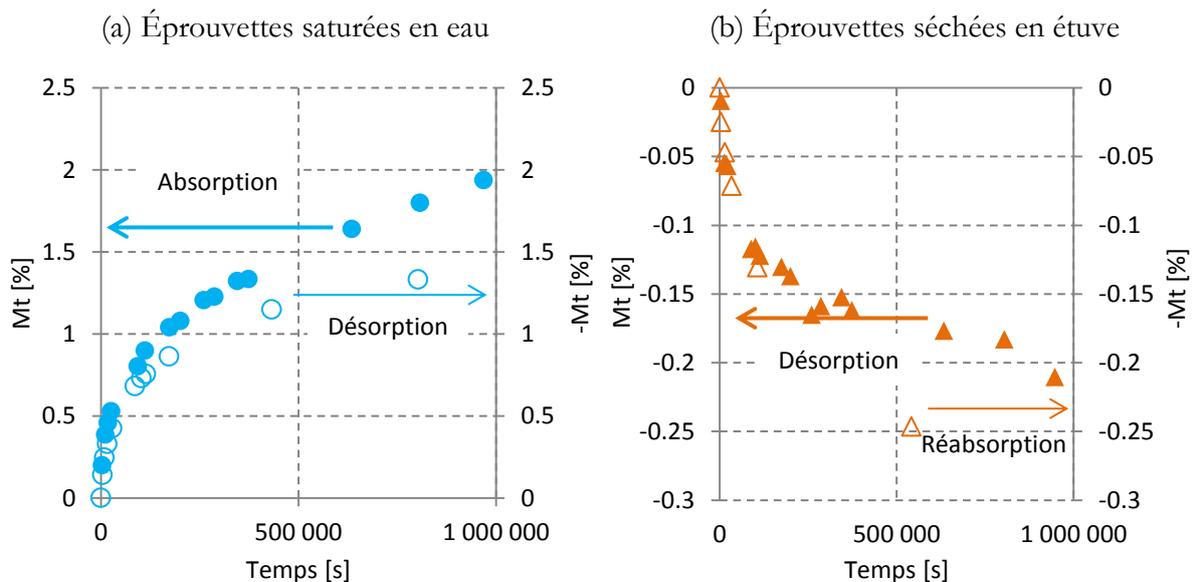


Figure 3.7 : Comparaison des phénomènes d'absorption et de désorption pour les éprouvettes de composite initialement (a) saturées en eau et (b) sèches.

Ces résultats montrent que pour les éprouvettes saturées en eau, le processus de désorption à l'ambiante est plus lent que celui d'absorption au moment du conditionnement. Ainsi, alors qu'en 9 jours les éprouvettes stockées en eau ont vu leur masse augmenter de 1,80 %, lorsqu'elles sont retirées de leur enceinte de conditionnement, seulement 1,33 % de leur masse est perdue dans le même temps. Pour les éprouvettes stockées en étuve, durant les 30 premières heures de l'étude, les cinétiques de désorption et d'absorption sont très semblables. Néanmoins, pour des durées plus longues, il s'avère que le mécanisme de désorption d'eau lors du conditionnement ralentit par rapport à celui de réabsorption. Ainsi, pour les deux conditionnements étudiés, le processus d'absorption est toujours plus rapide que celui de désorption.

Finalement, cette étude montre que sur la durée d'un essai de traction monotone (inférieure à 30 minutes), la perte et la reprise de masse des éprouvettes respectivement saturées en eau et séchées en étuve n'est pas significative. De ce fait, il est possible de réaliser ces essais à hygrométrie ambiante sans pour autant perdre le conditionnement de l'éprouvette.

1.2. Influence sur les propriétés microstructurales

L'influence du taux d'humidité relative sur les propriétés microstructurales a été évaluée grâce à des mesures par calorimétrie différentielle modulée. Les courbes d'évolution du flux de chaleur réversible, sur laquelle la T_g est visible, pour les trois conditionnements étudiés sont présentées sur la Figure 3.8.

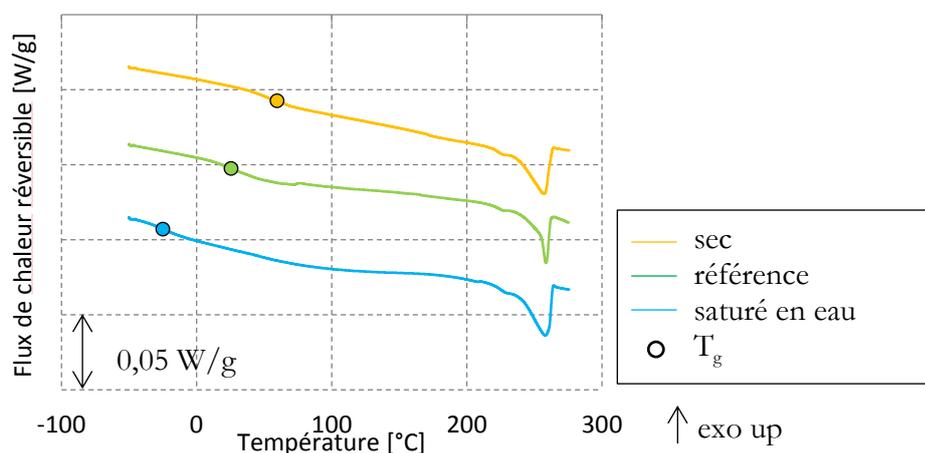


Figure 3.8 : Flux de chaleur réversible obtenu par DSC modulée pour trois échantillons de PA66 pur à l'état sec, de référence et saturé en eau.

En plus de la température de transition vitreuse, les thermogrammes obtenus par DSC modulée permettent de déterminer la température de fusion (T_f) et le taux de cristallinité (X_m) du polyamide 6,6. Le taux de cristallinité est donné par l'équation 3.8 :

$$X_m = \frac{\Delta H_f}{\Delta H_f^0} \quad \text{Équation 3.8}$$

[Chavarria & Paul, 2004]

Où ΔH_f est l'enthalpie de fusion de l'échantillon et ΔH_f^0 est l'enthalpie de fusion de la forme purement cristalline du PA6,6 ($\Delta H_f^0 = 195,9$ J/g d'après Chavarria et Paul [Chavarria & Paul, 2004]).

Les valeurs de T_g , T_f et X_m pour les trois conditionnements de la matrice PA66 sont regroupées dans le Tableau 3.3. Si l'influence du taux d'humidité relative sur la T_g est très marquée, la température de fusion reste inchangée quel que soit le conditionnement considéré. Le taux de cristallinité n'est lui non plus pas modifié de façon significative. Ce résultat est cohérent avec le fait que seule la phase amorphe du polyamide 6,6 réagit avec les molécules d'eau. De ce fait, la phase cristalline, et donc le taux de cristallinité, n'est pas altérée par la présence d'eau.

	sec	référence	eau
T_g [°C]	$59,7 \pm 0,5$	$25,7 \pm 0,5$	$-24,8 \pm 0,5$
T_m [°C]	$259,2 \pm 0,5$	$258,8 \pm 0,5$	$259,8 \pm 0,5$
X_m [%]	$35,9 \pm 3,0$	$34,1 \pm 3,0$	$32,2 \pm 3,0$

Tableau 3.3 : Température de transition vitreuse, température de fusion et taux de cristallinité mesurés sur des échantillons de résine PA66 pure secs, de référence ou saturés en eau.

La Figure 3.9 montre l'évolution de la température de transition vitreuse en fonction du taux d'humidité relative du polyamide 6,6 et du composite tissé verre / PA66. Pour cela, on associe l'état sec à RH0 et l'état saturé en eau à RH100. L'état de référence est associé à un intervalle compris entre RH43 et RH53 d'après les relevés hygrométriques effectués dans la salle de stockage des éprouvettes.

On observe sur la Figure 3.9 que la T_g décroît fortement lorsque le taux d'humidité relative augmente. Ainsi, à l'état sec, la température de transition vitreuse est égale à $59,7 \pm 0,5$ °C alors qu'elle est égale à $-24,8 \pm 0,5$ °C lorsque le polyamide est saturé en eau.

Cette diminution est une conséquence directe de l'effet plastifiant de l'eau sur le PA66. Les molécules d'eau détruisent les liaisons secondaires entre les chaînes de polymère. Ce phénomène conduit à une augmentation de la mobilité des chaînes de polyamide et se traduit par une modification de la T_g [Arif et al., 2014].

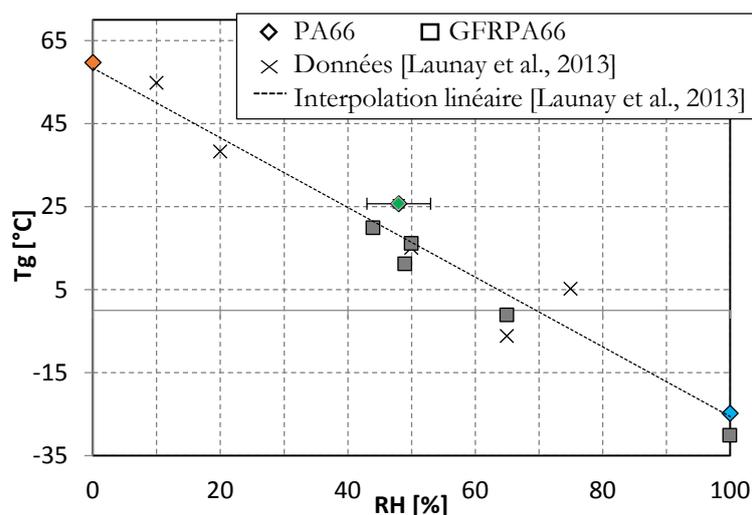


Figure 3.9 : Température de transition vitreuse en fonction du conditionnement pour la résine et le composite. Comparaison avec l'étude de Launay et al. [Launay et al., 2013].

Les résultats obtenus dans cette étude ont été comparés à ceux présentés dans l'étude de Launay et al. [Launay et al., 2013] (Figure 3.9). Dans leurs travaux, Launay et al. étudient un composite à matrice PA66 renforcé de fibres de verre courtes. Plusieurs conditionnements ont également été étudiés, à savoir : RH0, RH20, RH27, RH33, RH50, RH72 et RH75. La température de transition vitreuse est alors déterminée en utilisant la méthode d'analyse mécanique dynamique (DMA). Les auteurs ont mis en évidence l'existence d'une loi linéaire entre la T_g et le taux d'humidité relative en bonne corrélation avec les résultats issus de cette étude.

La T_g marque le passage de l'état vitreux à l'état caoutchoutique de la matrice polyamide 6,6. Ainsi, à température ambiante (T_{amb}) la résine des éprouvettes conditionnées à RH0, RH50 et RH100 n'est pas dans le même état. On est alors placé dans les conditions suivantes :

- À RH0 : $T_g > T_{amb}$ état vitreux ;
- À RH50 : $T_g \approx T_{amb}$ zone de transition entre l'état vitreux et l'état caoutchoutique ;
- À RH100 : $T_g < T_{amb}$ état caoutchoutique.

CHAPITRE 2 : INFLUENCE DU TAUX D'HUMIDITÉ RELATIVE SUR LES PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES

Le chapitre précédent a montré que la résine polyamide 6,6 subit des changements microstructuraux en présence d'eau. Cela se traduit notamment par une diminution de la température de transition vitreuse lorsque le taux d'humidité relative augmente, conséquence de l'effet plastifiant de l'eau. Ce phénomène a également des répercussions à l'échelle des propriétés mécaniques de la matrice PA66 et du composite. Ce chapitre vise donc à étudier l'influence du taux d'humidité relative sur les propriétés en traction monotone des matériaux de l'étude.

2.1. La matrice PA66

Des éprouvettes de polyamide 6,6 ont préalablement été conditionnées à l'institut Pprime jusqu'à saturation. Puis, elles ont été sollicitées en traction quasi-statique pour les trois conditionnements étudiés. La Figure 3.10 montre les courbes de traction résultant des essais sur éprouvettes sèche, de référence et saturée en eau. Le module d'Young, la contrainte maximale et la déformation à rupture pour les trois conditionnements sont regroupés dans le Tableau 3.4.

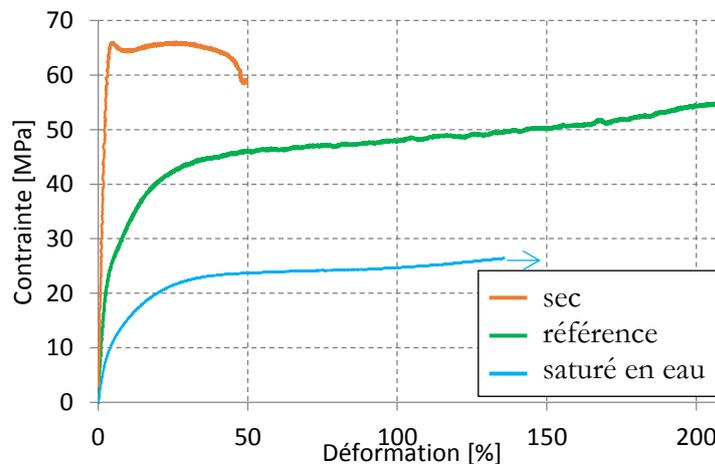


Figure 3.10 : Courbe contrainte / déformation pour des éprouvettes de PA66 pur pour différents conditionnements.

Le comportement mécanique du PA66 est ductile et fortement influencé par la présence d'eau. La plastification du polymère induit une augmentation de la mobilité des chaînes de polyamide 6,6 ainsi qu'une diminution de la rigidité du matériau. Cela se traduit respectivement par une augmentation de la déformation à rupture et une diminution du module d'Young (Tableau 3.4). En ce sens, on observe une multiplication par un facteur 4 de la déformation à rupture entre les éprouvettes sèches et de référence. Le module d'Young est quant à lui pratiquement divisé par 3.

Cette tendance est confirmée lorsqu'on compare les états de référence et saturé en eau. Les essais menés sur les éprouvettes saturées en eau n'ont pas permis d'observer la rupture de l'éprouvette à cause des limitations en déplacement de la machine de traction utilisée.

	sec	référence	saturé en eau
E [MPa]	1980 ± 150	779 ± 200	291 ± 90
σ_u [MPa]	66 ± 10	55 ± 10	> 26
ε^R [%]	50 ± 5	207 ± 20	> 136
ν	0,39 ± 0,01	0,44 ± 0,01	0,45 ± 0,01

Tableau 3.4 : Propriétés mécaniques de la matrice PA66 pour les trois conditionnements étudiés.

Ces résultats peuvent s'interpréter à la lumière de la microstructure de la résine PA66 pour chacun des conditionnements : plus le taux d'humidité relative contenu dans l'échantillon est élevé, plus la phase amorphe est à l'état caoutchoutique (en opposition avec l'état vitreux). Ainsi, la diminution du module de rigidité observée est une des conséquences du passage de la transition vitreuse.

2.2. Le composite GFRPA66

Le comportement mécanique du composite tissé verre / PA66 a également été étudié pour trois conditionnements et trois séquences d'empilements $[(0/90)_3]$, $[(90/0)_3]$ et $[(\pm 45)_3]$. Le conditionnement a été assuré par le fournisseur matériau DuPontTM. Pour la suite de cette étude, on utilisera la formalisation suivante :

- **RH0** : état sec en sortie du cycle de cuisson ;
- **RH50** : état de référence, obtenu par un conditionnement accéléré selon la norme NF EN ISO 1110 ;
- **RH100** : état saturé en eau, obtenu par un conditionnement accéléré selon la norme NF EN ISO 1110.

Pour chaque configuration, entre deux et six échantillons ont été sollicités en traction quasi-statique à une vitesse de déplacement de 1 mm/min. Les déformations sont mesurées par une méthode de suivi de quatre marqueurs (deux dans la direction longitudinale et deux dans la direction transverse) de façon à mesurer le coefficient de Poisson.

2.2.1. Empilement $[(0/90)_3]$

La Figure 3.11 montre les courbes de traction obtenues pour les éprouvettes $[(0/90)_3]$

conditionnées à RH0, RH50 et RH100. L'allure des courbes traduit un comportement mécanique fragile. Avec l'augmentation du taux d'humidité, on observe une légère diminution du module d'Young ainsi qu'une baisse de la contrainte à rupture et de la déformation à rupture.

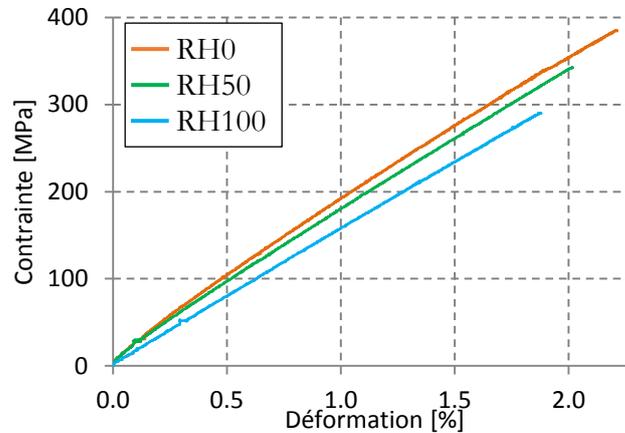


Figure 3.11 : Courbes contrainte / déformation pour des éprouvettes $[(0/90)_3]$ de GFRPA66 pour différents conditionnements.

À RH0 et RH50, les courbes de traction ne sont pas parfaitement linéaires et présentent un coude ou « knee-point », attribué dans la littérature au seuil d'endommagement des composites tissés. Les décohésions à l'interface fibres / matrice, les fissures matricielles ou les ruptures de fibres peuvent être autant de sources de non linéarité des courbes de traction [Osada et al., 2001, 2003; Ryou et al., 2007; Todo et al., 2000]. Cependant, à RH100 les courbes sont parfaitement linéaires sur toute la durée de l'essai. Dans cette étude, le « knee-point » a été identifié comme la fin de la partie linéaire des courbes de traction.

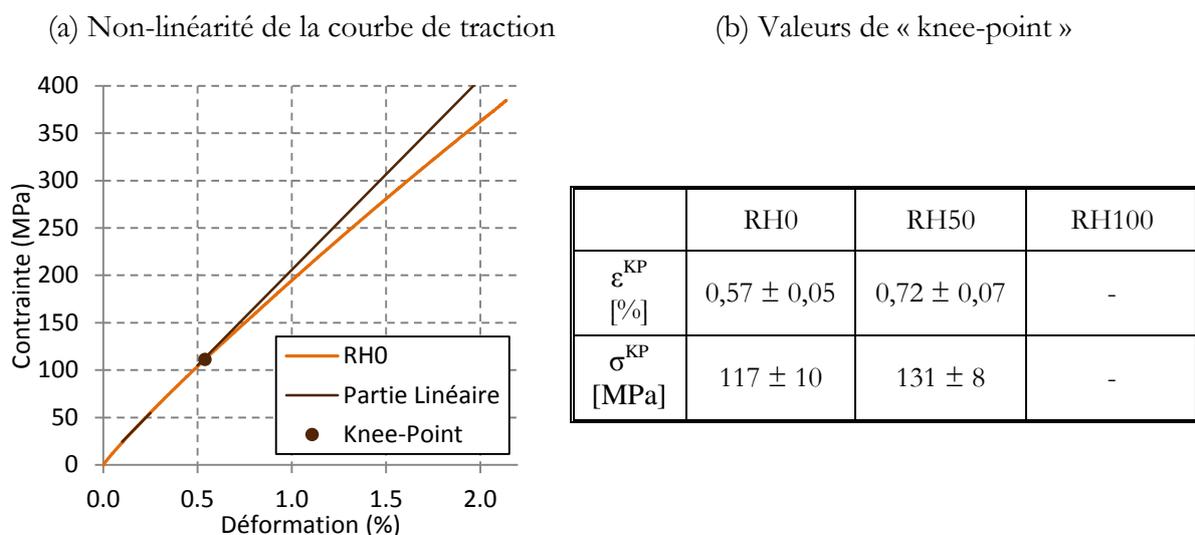


Figure 3.12 : (a) Illustration de la non linéarité de la courbe de traction du composite $[(0/90)_3]$ à RH0 (b) Valeurs de déformations au « knee-point » du composite $[(0/90)_3]$.

La Figure 3.12a montre une illustration de la non-linéarité de la courbe de traction du composite $[(0/90)_3]$ à RH0. La Figure 3.12b présente un tableau des valeurs de la contrainte et de la déformation au « knee-point » pour les trois conditionnements étudiés. Les résultats montrent que plus le taux d'humidité contenu dans l'éprouvette est élevé, plus la partie linéaire de la courbe de traction est grande.

2.2.2. Empilement $[(90/0)_3]$

L'architecture en Sergé 2/2 équilibré du tissu utilisé dans le matériau de l'étude laisse présumer que les propriétés mécaniques du composite sont identiques dans les directions chaîne et trame. Autrement dit, les empilements $[(0/90)_3]$ et $[(90/0)_3]$ doivent avoir les mêmes propriétés mécaniques. Une étude complémentaire a permis de valider cette hypothèse.

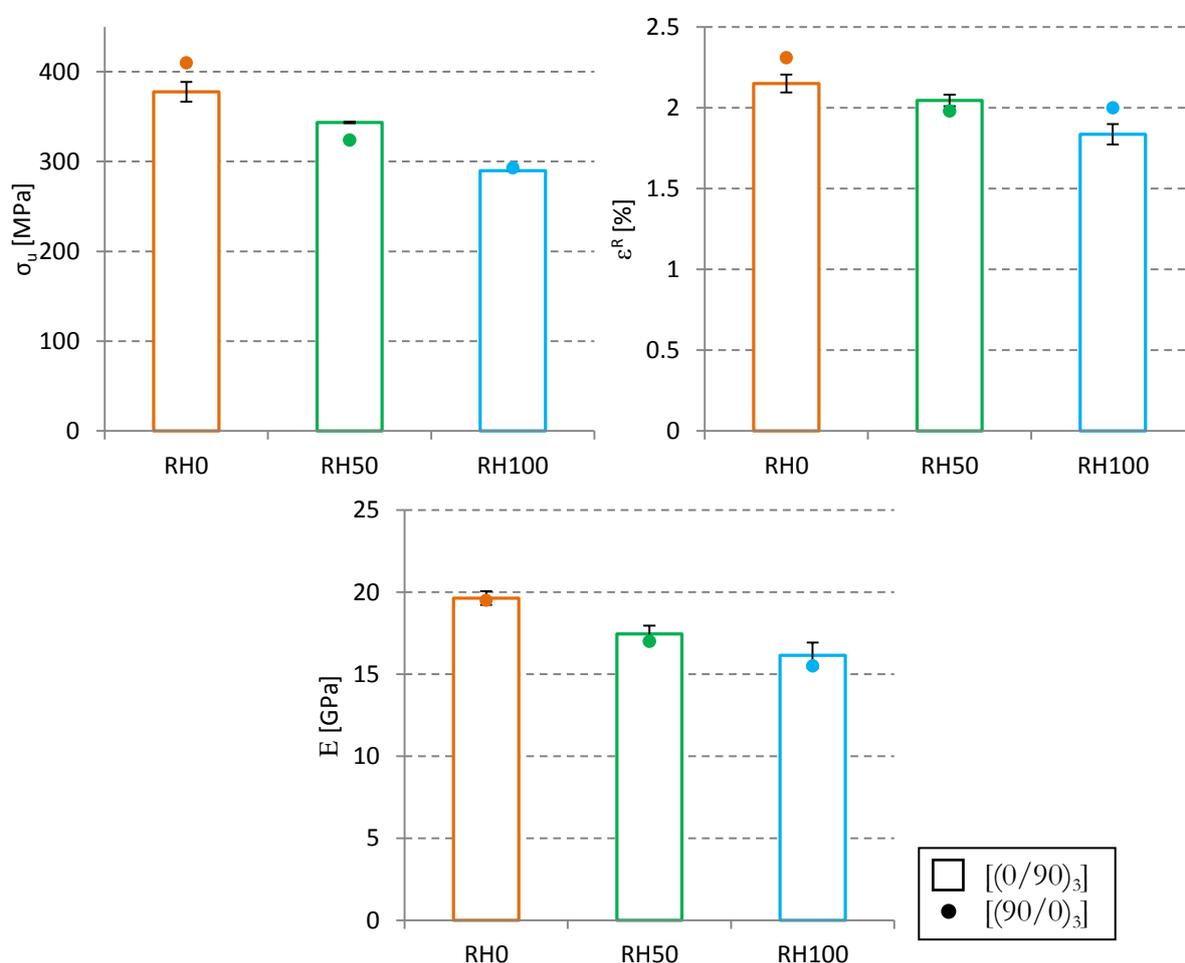


Figure 3.13 : Comparaison entre les propriétés mécaniques des éprouvettes de composite $[(0/90)_3]$ et $[(90/0)_3]$ en traction quasi-statique.

Seules trois éprouvettes $[(90/0)_3]$ ont été testées : une pour chaque conditionnement. Les propriétés mécaniques de cet empilement sont comparées à celles du composite $[(0/90)_3]$ sur la

Figure 3.13. Quel que soit le conditionnement, les valeurs de module de rigidité pour les deux empilements sont parfaitement identiques. Les valeurs de contrainte et de déformation à rupture quant à elles ne dépassent pas les 7 % d'écart avec les valeurs observées sur l'empilement $[(0/90)_3]$.

Dans la suite de l'étude, on considèrera donc que les propriétés mécaniques de l'empilement $[(90/0)_3]$ sont les mêmes que celles de l'empilement $[(0/90)_3]$.

2.2.3. Empilement $[(\pm 45)_3]$

La Figure 3.14 montre les courbes contrainte / déformation de l'empilement $[(\pm 45)_3]$ pour les trois conditionnements étudiés. On remarque que la première partie de la courbe est linéaire, puis on observe une forte non linéarité du comportement mécanique jusqu'à la rupture. L'augmentation du taux d'humidité induit un abattement du module d'Young et de la contrainte à rupture. A l'inverse, on observe une augmentation importante de la déformation à rupture.

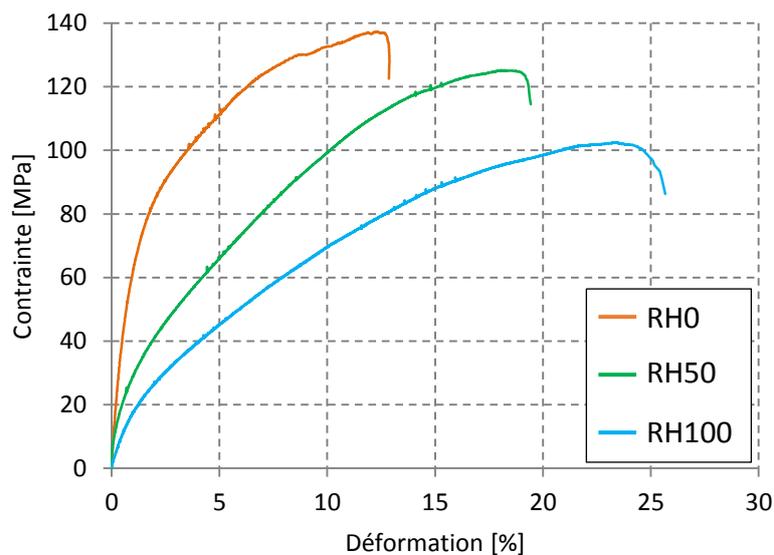


Figure 3.14 : Courbes contrainte / déformation pour des éprouvettes de GFRPA66 pour différents conditionnements pour l'empilement $[(\pm 45)_3]$.

2.2.4. Comparaison du comportement des trois empilements étudiés

Les comportements mécaniques des empilements $[(0/90)_3]$ et $[(\pm 45)_3]$ sont très différents. Pour l'empilement $[(0/90)_3]$, l'alignement des fils de chaîne avec la direction de sollicitation entraîne un comportement mécanique largement dominé par le comportement des fibres de verre. Le coefficient de Poisson est d'ailleurs très faible, l'éprouvette ne se déformant pratiquement pas dans la direction des torons de trame, transverse à la direction de sollicitation. L'augmentation du taux d'humidité relative entraîne une diminution globale des propriétés mécaniques (module

d'Young, contrainte à rupture et déformation à rupture) probablement dû à la dégradation des interfaces fibres / matrice.

Pour l'empilement $[(\pm 45)_3]$, le comportement mécanique du composite est proche de celui de la résine pure (Figure 3.10) car l'orientation à 45° des fibres par rapport à l'axe de traction favorise la sollicitation de la matrice. Les conséquences de la transition de l'état vitreux vers l'état caoutchoutique lorsque le taux d'humidité relative contenu dans le composite augmente sont alors très marquées. En ce sens, on observe une diminution du module de rigidité ainsi qu'une diminution de la contrainte maximale lorsque le taux d'humidité augmente. A l'inverse de l'empilement $[(0/90)_3]$, la déformation à rupture augmente, conséquence de la plastification de la résine PA66. Le coefficient de Poisson est largement supérieur à celui mesuré sur les éprouvettes $[(0/90)_3]$, traduisant l'importante déformation de cet empilement. Le coefficient de Poisson est également affecté par le conditionnement des éprouvettes, puisqu'il augmente lorsque le RH augmente. L'ensemble des propriétés mécaniques pour les configurations étudiées sont présentées dans le Tableau 3.5.

	[(0/90) ₃]			[(±45) ₃]		
	RH0	RH50	RH100	RH0	RH50	RH100
σ_u [MPa]	377,7 ± 11,0	343,5 ± 1,0	290 ± 3,0	143 ± 8,1	124,4 ± 1,1	102,3 ± 1,0
ϵ^R [%]	2,15 ± 0,06	2,05 ± 0,04	1,84 ± 0,10	13,30 ± 0,70	18,45 ± 1,39	24,10 ± 2,30
E [GPa]	19,6 ± 0,4	17,5 ± 0,5	16,2 ± 0,8	6,8 ± 0,8	2,6 ± 0,1	1,3 ± 0,1
ν	0,072 ± 0,021	0,070 ± 0,009	0,065 ± 0,009	0,625 ± 0,045	0,885 ± 0,002	0,907 ± 0,032

Tableau 3.5 : Propriétés mécaniques en traction pour les empilements $[(0/90)_3]$ et $[(\pm 45)_3]$ à RH0, RH50 et RH100.

CHAPITRE 3 : OBSERVATIONS DES ENDOMMAGEMENTS

Après avoir montré que le phénomène de plastification de la matrice induit une dégradation des propriétés mécaniques du composite de l'étude, l'objectif de ce chapitre est d'observer les différents endommagements qui se développent dans le composite au cours d'un essai de traction monotone.

3.1. Modes de rupture

Un examen visuel des éprouvettes sollicitées en traction monotone permet de constater la rupture dans la partie utile de toutes les configurations étudiées (Figure 3.15).

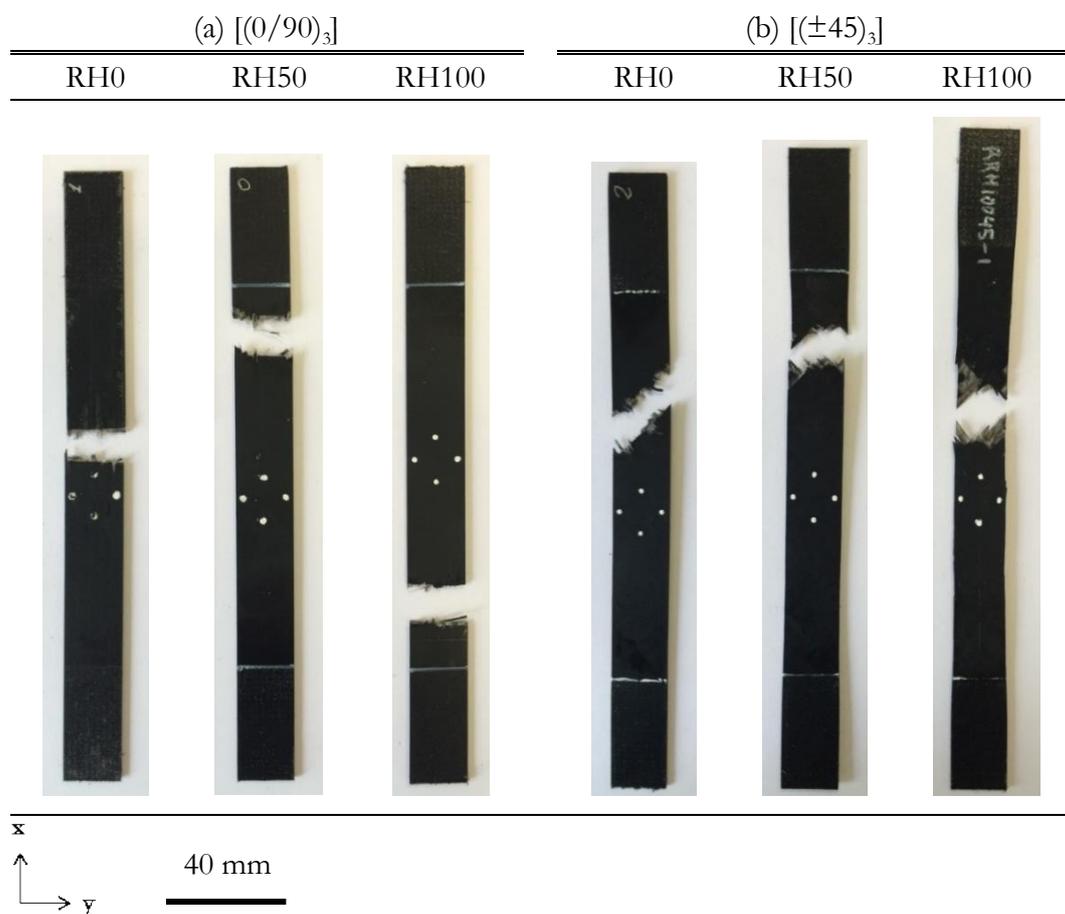


Figure 3.15 : Rupture sous sollicitation en traction monotone des empilements $[(0/90)_3]$ et $[(\pm 45)_3]$ à RH0, RH50 et RH100.

Les éprouvettes $[(0/90)_3]$ présentent une rupture droite et nette, perpendiculaire à la direction de sollicitation, cela quel que soit le conditionnement. A l'inverse, la rupture des éprouvettes $[(\pm 45)_3]$ présente deux directions préférentielles à $+45^\circ$ et -45° par rapport à la direction de sollicitation. On observe également que sur les trois plis qui composent l'éprouvette, tous ne cassent pas suivant la même direction. Enfin, on remarque que l'élongation de l'éprouvette

augmente nettement lorsque le taux d'humidité relative augmente. On observe alors un début de striction et un réalignement des fibres dans l'axe de traction, comme mentionné par Albouy et al. [Albouy et al., 2014] (Figure 1.9). Ainsi, pour l'empilement $[(0/90)_3]$, il est visuellement impossible de différencier les éprouvettes conditionnées à RH0, RH50 et RH100. Les éprouvettes $[(\pm 45)_3]$ peuvent quant à elles être discriminées par leur allongement à rupture.

3.2. Identification des différents types d'endommagements

Post-mortem, des observations au microscope optique ont été réalisées sur la tranche des éprouvettes, proche de la rupture. Ces observations ont été faites sur des éprouvettes $[(0/90)_3]$ conditionnées à RH50 afin d'identifier les différents types d'endommagements qui se développent dans les composites tissés sollicités en traction monotone (Figure 3.16).

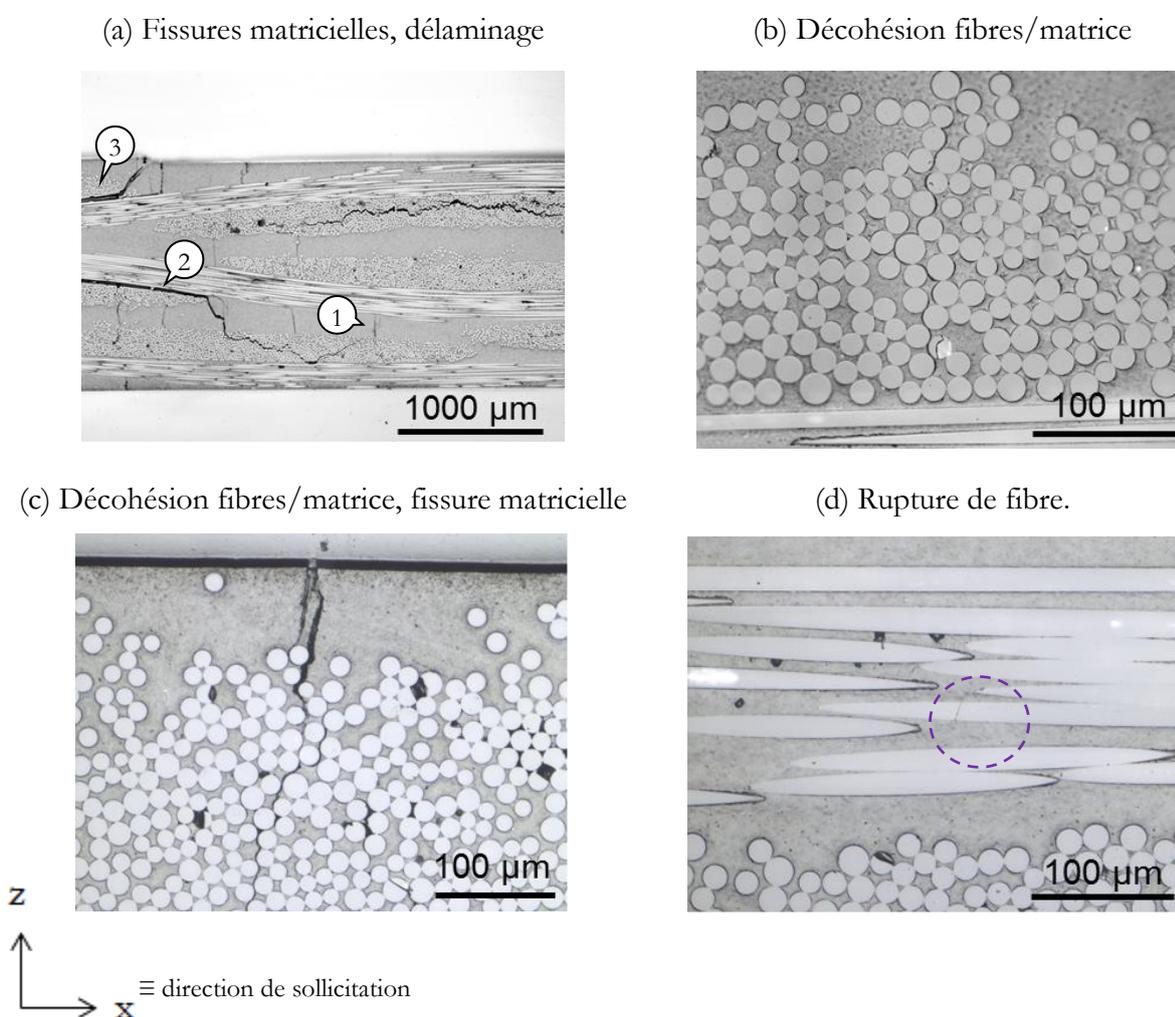


Figure 3.16 : Observations microscopiques post-mortem des différents types d'endommagement dans une éprouvette $[(0/90)_3]$ conditionnée à RH50.

À proximité directe de la zone de rupture, la tranche de l'éprouvette montre un endommagement très important (Figure 3.16a). Les zones riches en matrice sont fissurées (⊙),

perpendiculairement à la direction de sollicitation. On observe également du méta-délaminage (② et ③) entre les deux torons perpendiculaires d'un même pli. La fissure de méta-délaminage ② se propage ensuite vers une zone riche en matrice puis au travers d'un toron de trame.

Lorsqu'on s'éloigne légèrement de la zone de rupture, on observe des décohésions fibres/matrice au sein des torons de trame. Ces décohésions sont orientées préférentiellement perpendiculairement à l'axe de sollicitation (Figure 3.16b) et sont largement décrites dans la littérature [Albouy, 2013; Daggumati et al., 2010; Fujii et al., 1993; Osada et al., 2001; Osada et al., 2003]. Ces décohésions sont présentes sur toute la longueur étudiée. Loin de la zone de rupture, elles ne semblent pas évoluer au-delà du toron transverse dans lequel elles se développent. A l'inverse, lorsqu'on se rapproche de la zone de rupture, ces décohésions sont souvent associées à une fissure se développant dans une zone riche en matrice (Figure 3.16c).

Enfin, la Figure 3.16d montre également la présence de quelques ruptures de fibres isolées dans les torons de chaîne.

3.3. Observations lors d'essais interrompus

Des essais interrompus ont été menés sur des éprouvettes $[(0/90)_3]$ et $[(\pm 45)_3]$ conditionnées à RH50. L'objectif est d'étudier le processus d'endommagement du composite à différents niveaux d'avancement de l'essai de traction, à savoir 30 % et 80 % de la contrainte à rupture pour l'empilement $[(0/90)_3]$ et 60 % et 80 % pour l'empilement $[(\pm 45)_3]$ (Figure 3.17). La tranche des éprouvettes est ensuite polie puis observée au microscope optique afin d'analyser l'état d'endommagement.

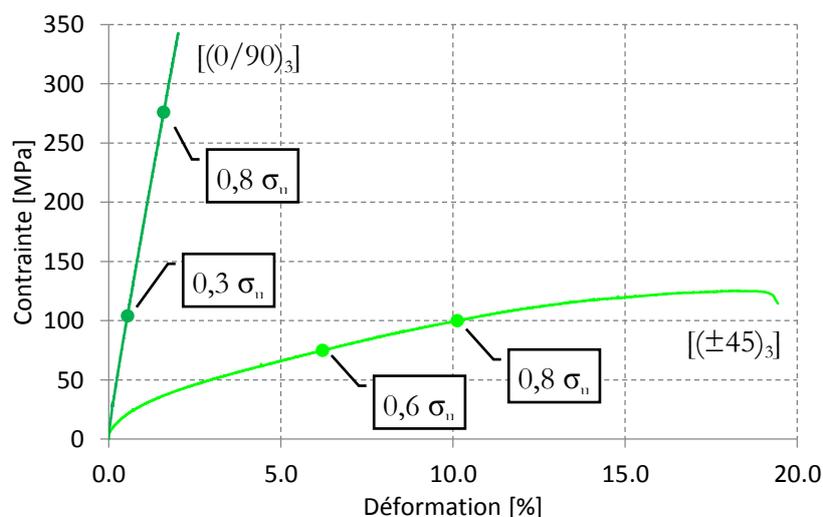


Figure 3.17 : Position de l'interruption des essais pour les éprouvettes $[(0/90)_3]$ et $[(\pm 45)_3]$ conditionnées à RH50.

Les observations faites sur les éprouvettes $[(0/90)_3]$ sollicitées à $\sigma = 0,3 \sigma_u$ (soit 104 MPa) n'ont pas montré d'endommagement visible (Figure 3.18a). Ce résultat semble confirmer qu'aucun endommagement ne se développe avant le knee-point, identifié tel que $\sigma^{KP} = 131$ MPa d'après la Figure 3.12. Concernant les éprouvettes sollicitées à $\sigma = 0,8 \sigma_u$, un seul type d'endommagement a pu être mis en évidence : les décohésions à l'interface fibre / matrice au sein des torons de trame (Figure 3.18b). Ces décohésions sont réparties aléatoirement dans les trois plis du composite et restent contenues dans un toron de trame. Aucune propagation dans les zones riches en matrice où entre deux torons de fibres n'a été observée.

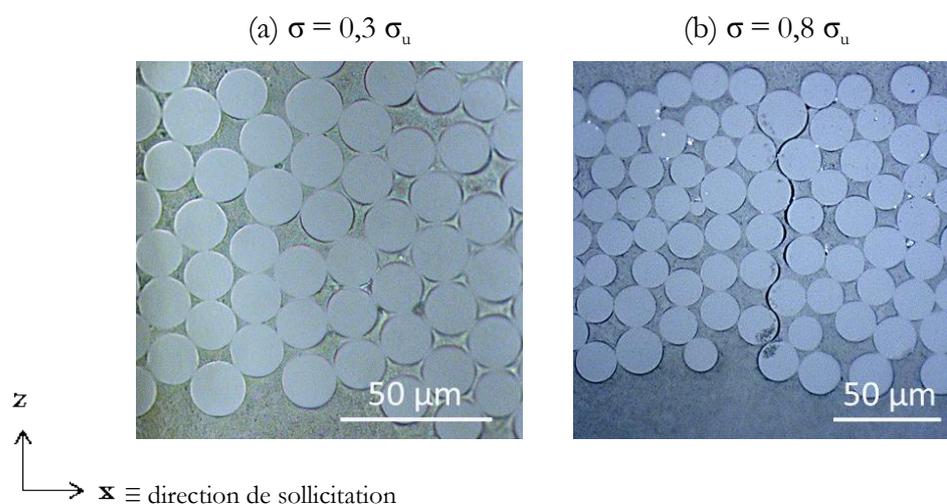


Figure 3.18 : Observations des éprouvettes RH50 $[(0/90)_3]$ après interruption des essais de traction monotone.

Les observations réalisées sur les éprouvettes $[(\pm 45)_3]$ sollicitées à $\sigma = 0,6 \sigma_u$ et $\sigma = 0,8 \sigma_u$ ont toutes deux montré la présence de décohésions à l'interface fibres / matrice (Figure 3.19a et 3.19b).

En règle générale, ces décohésions ne concernent que quelques fibres voisines et restent donc globalement isolées dans le matériau. Une seule exception a été remarquée dans le cas de l'éprouvette sollicitée à $0,8 \sigma_u$, où il existe un cas de coalescence des décohésions donnant lieu à un endommagement important du toron de fibres (Figure 3.19c).

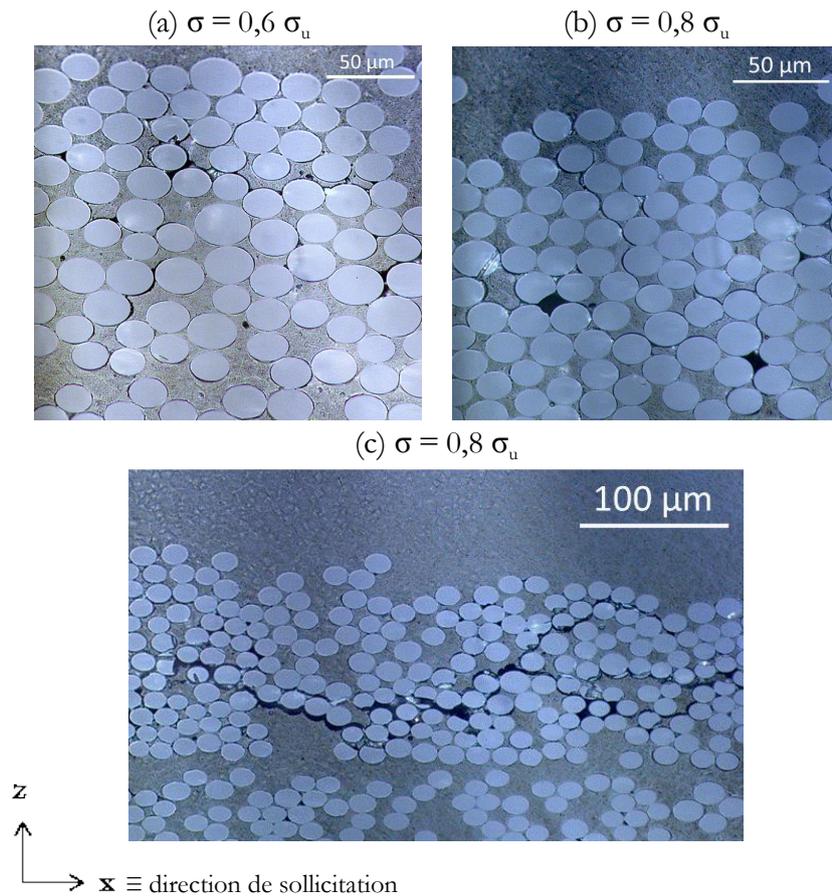


Figure 3.19 : Décohésions à l'interface fibre / matrice observées sur éprouvettes RH50 $[(\pm 45)_3]$ après interruption des essais de traction monotone.

3.4. Faciès de rupture

Des observations du faciès de rupture des éprouvettes sollicitées en traction monotone ont été réalisées au MEB pour les trois conditionnements de l'étude (Figure 3.20).

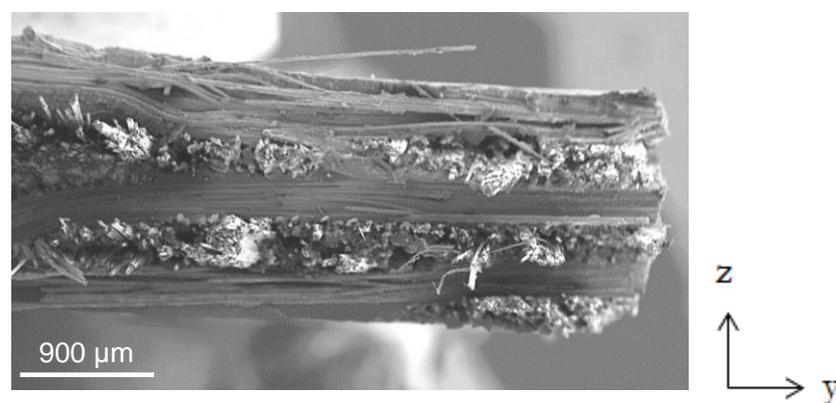


Figure 3.20 : Faciès de rupture d'une éprouvette $[(0/90)_3]$ conditionnée à RH100.

Pour l'empilement $[(0/90)_3]$, ces observations n'ont pas montré de différences entre les éprouvettes conditionnées aux différents RH. Le mode principal de rupture de la matrice est

fragile, avec de nombreux chemins de fissuration visibles sur le faciès (Figure 3.21) quel que soit le conditionnement de l'éprouvette. La présence de fibres dans la direction de sollicitation restreint les niveaux de déformation à rupture du matériau. Ainsi, même dans le cas où le PA66 est à l'état caoutchoutique (à RH100 par exemple), les niveaux de déformation atteints dans la résine restent très faibles : elle rompt rapidement et présente un faciès de rupture fragile.

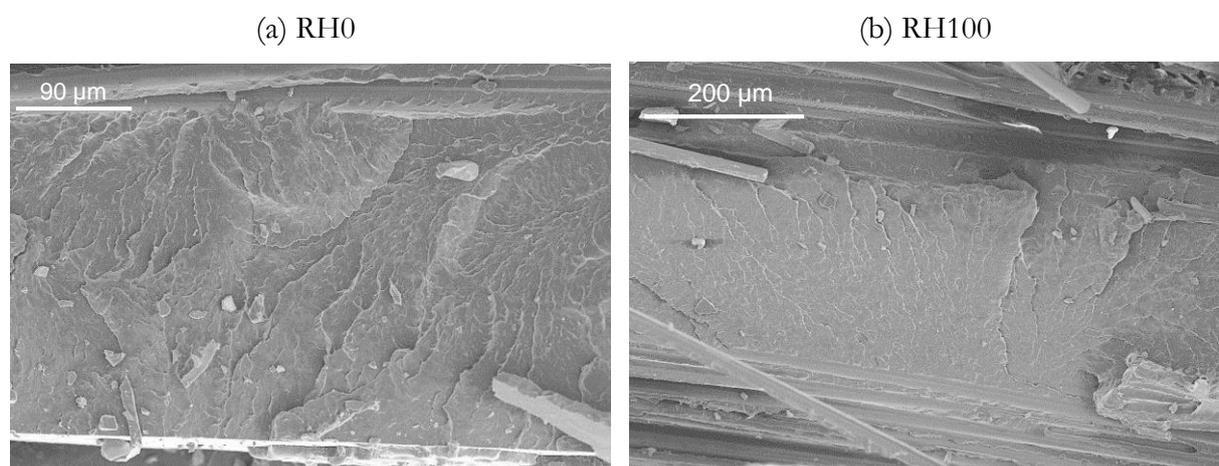


Figure 3.21 : Observations MEB d'une zone riche en matrice pour une éprouvette [(0/90)₃] conditionnée à (a) RH0 et (b) RH100.

Pour l'empilement [(±45)₃], l'observation des zones riches en matrice montre la présence de fossettes quel que soit le conditionnement étudié (Figure 3.22). Ce mode d'endommagement traduit une rupture ductile de la matrice [Karger-Kocsis & Friedrich, 1988].

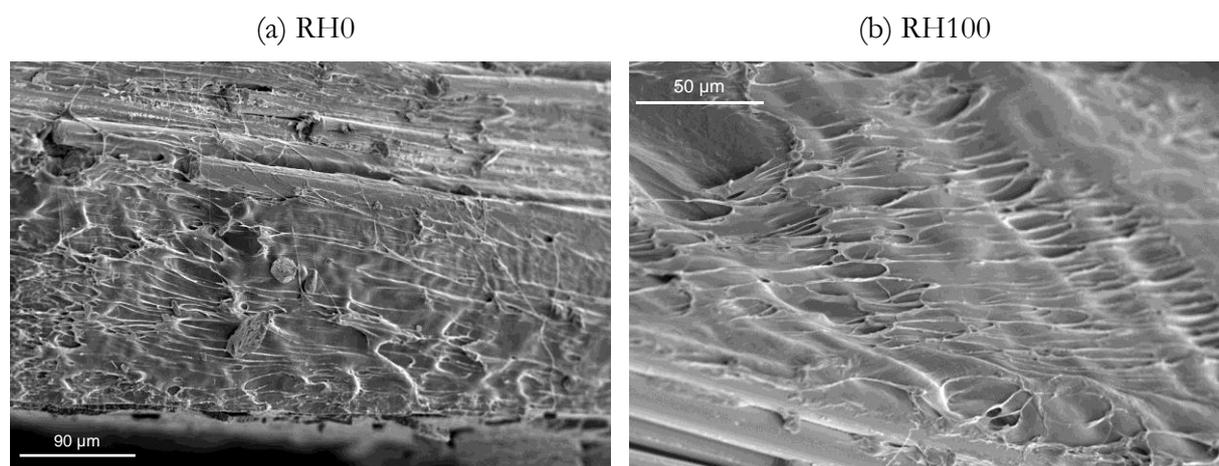


Figure 3.22 : Observations MEB d'une zone riche en matrice pour une éprouvette [(±45)₃] conditionnée à (a) RH0 et (b) RH100.

Pour cet empilement, les observations se sont également concentrées sur l'extrémité d'un toron de fibres pour les trois conditionnements (Figure 3.23). Même si les différences entre les trois

conditionnements sont minimales, il semblerait que la ductilité de la matrice augmente lorsque le taux d'humidité contenu dans l'éprouvette augmente. Cela se traduit par des filaments de matrice entre les fibres de verre plus nombreux et plus grands pour l'éprouvette RH100 que pour l'éprouvette RH0. Indépendamment du conditionnement, on observe la présence d'une fine couche de matrice résiduelle sur les fibres, indiquant une bonne adhésion de la matrice polyamide 6,6.

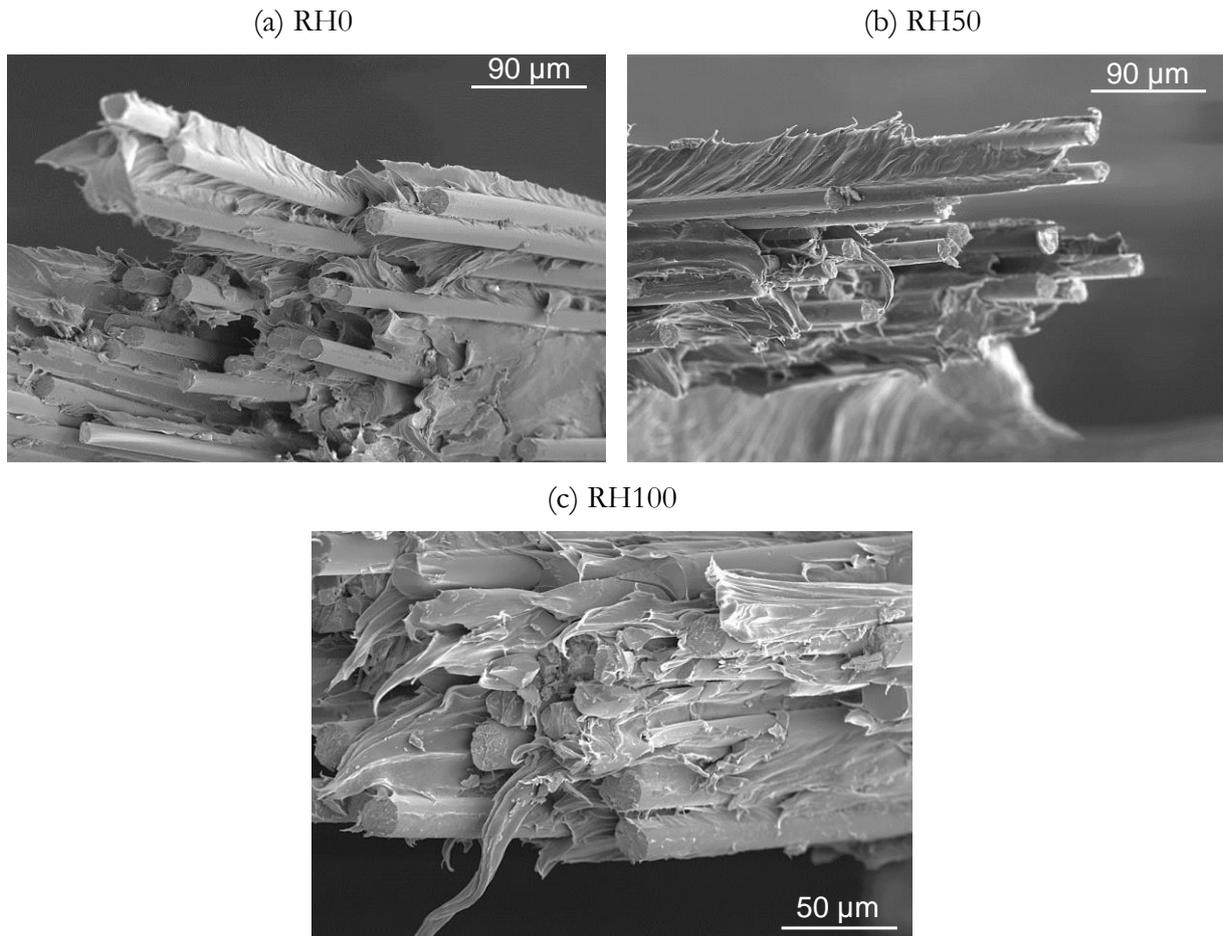


Figure 3.23 : Observations MEB de l'extrémité d'un toron de fibres de verre pour une éprouvette $[(\pm 45)_3]$ conditionnée à (a) RH0 (b) RH50 et (c) RH100.

CHAPITRE 4 : ANALYSE DE L'ÉVOLUTION DES ENDOMMAGEMENTS

L'utilisation de la technique d'émission acoustique (EA) au cours des essais de traction monotone sur composites permet un enregistrement en temps réel de l'évolution de l'endommagement. Grâce à un algorithme des k-moyennes, il est possible de découpler les endommagements de la matrice, des interfaces et des fibres.

4.1. Vérification de la qualité des enregistrements

Dans un premier temps, les événements enregistrés sont représentés dans le plan « nombre de coups – amplitude » afin de vérifier la qualité des résultats. On s'assure ainsi que l'enregistrement est exempt de bruits mécanique et électromécanique. Cette représentation permet également une première visualisation en 2D de la répartition des événements en fonction de leur classe. Un exemple est donné Figure 3.24 dans le cas d'un composite conditionné à RH50.

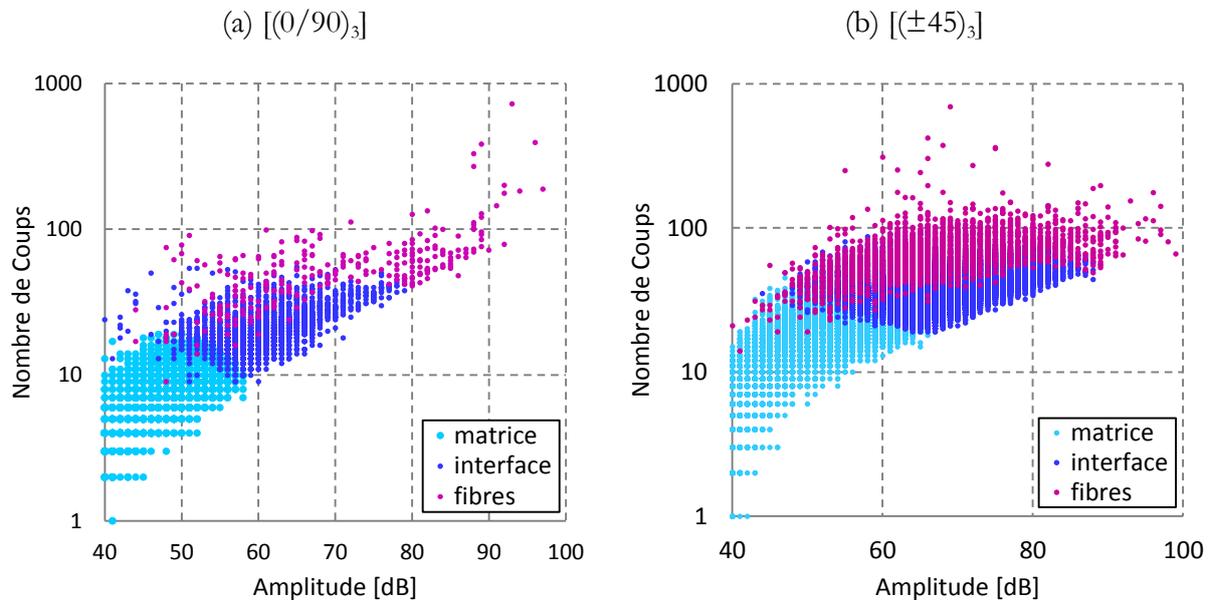


Figure 3.24 : Nombre de coups en fonction de l'amplitude des événements acoustiques associés à l'endommagement de la matrice, de l'interface et des fibres pour une éprouvette (a) $[(0/90)_3]$ et (b) $[(\pm 45)_3]$ à RH50.

Dans ce plan de représentation, les événements acoustiques se répartissent en forme de « banane », caractéristique d'une acquisition non-bruitée. De manière générale, les événements liés à l'endommagement de la matrice, des interfaces et des fibres correspondent à un nombre de coups et une amplitude respectivement faible, intermédiaire et élevé.

4.2. Distribution spatiale des endommagements

L'utilisation de deux capteurs permet la localisation des événements acoustiques le long de l'axe

X de l'éprouvette. Cette information spatiale supplémentaire permet de déterminer les zones les plus fortement endommagées. Un exemple est donné Figure 3.25 dans le cas d'un composite conditionné à RH50.

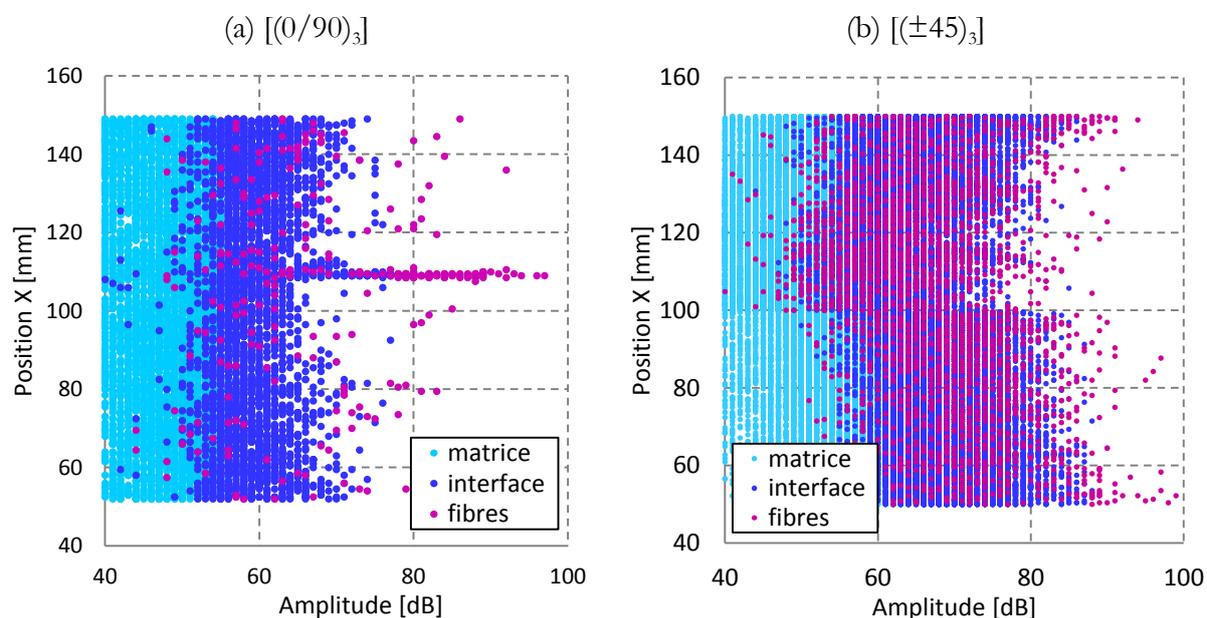


Figure 3.25 : Position de long de l'éprouvette en fonction de l'amplitude des événements acoustiques associés à l'endommagement de la matrice, de l'interface et des fibres pour une éprouvette (a) $[(0/90)_3]$ et (b) $[(\pm 45)_3]$ à RH50.

La répartition spatiale des événements est caractéristique de la séquence d'empilement (Figure 3.25). Pour la séquence $[(0/90)_3]$, on observe que les endommagements matriciels et aux interfaces sont répartis sur toute la partie utile de l'éprouvette. Les ruptures de fibres quant à elles se concentrent au niveau de ce qui sera la zone de rupture de l'éprouvette. Pour la séquence d'empilement $[(\pm 45)_3]$, les trois mécanismes d'endommagement sont répartis uniformément dans toute la partie utile de l'éprouvette. Les résultats obtenus à RH50 et présentés Figure 3.25 sont représentatifs du comportement des autres configurations, la répartition spatiale des événements n'étant pas influencée par le conditionnement des éprouvettes.

4.3. Nombre total d'évènements

L'ensemble des résultats obtenus a montré que le nombre d'évènements enregistrés sur l'empilement $[(\pm 45)_3]$ est en moyenne 10 fois plus élevé que sur le $[(0/90)_3]$. La Figure 3.26 montre par exemple une comparaison des empilements $[(0/90)_3]$ et $[(\pm 45)_3]$ pour des éprouvettes conditionnées à RH50. On remarque qu'au moment de la rupture de l'éprouvette, environ 10 000 événements ont été enregistrés pour le composite $[(0/90)_3]$ contre 100 000 pour le $[(\pm 45)_3]$. Cette tendance se retrouve également pour des éprouvettes conditionnées à RH0 et

RH100. Cette forte augmentation est probablement liée à la mise en jeu de mécanismes de cisaillement dus à l'orientation des fibres à $\pm 45^\circ$ par rapport à l'axe de sollicitation. Les résultats pour les éprouvettes conditionnées à RH0 et RH100 sont disponibles en Annexe 1.

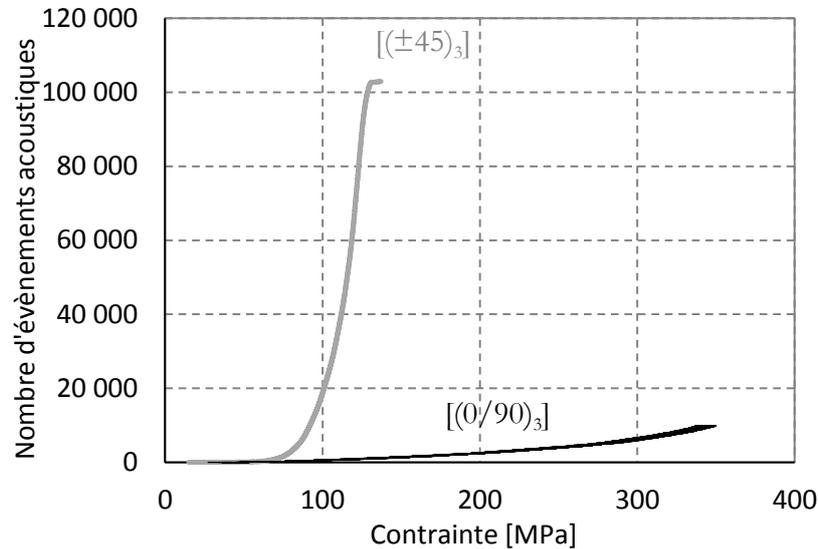


Figure 3.26 : Nombre total d'évènements acoustiques pour deux éprouvettes $[(0/90)_3]$ et $[(\pm 45)_3]$ conditionnées à RH50.

4.4. Évolution de chaque type d'endommagement

Enfin, on étudie l'évolution du nombre cumulé d'évènements acoustiques de chaque classe au cours de l'essai en fonction de la contrainte appliquée. La Figure 3.27 présente ces évolutions pour les empilements $[(0/90)_3]$ et $[(\pm 45)_3]$ à RH0, RH50 et RH100.

L'influence du conditionnement sur l'allure des courbes présentées sur la Figure 3.27 n'est pas véritablement prononcée. La seule différence notable se retrouve à RH0 pour l'empilement $[(\pm 45)_3]$: à l'inverse des conditionnements RH50 et RH100, les évolutions de l'endommagement matriciel et aux interfaces ne sont pas identiques. À RH0, l'endommagement aux interfaces croît très rapidement et atteint un niveau presque trois fois supérieur à celui de la matrice.

L'influence du drapage sur l'évolution du nombre d'évènements acoustiques est quant à lui très marquée. En effet, pour le composite $[(0/90)_3]$, le nombre d'évènements liés à la matrice croît de manière quasi-constante durant toute la durée de l'essai. L'endommagement aux interfaces débute lentement avant d'accélérer dans le dernier tiers de l'essai. Enfin, la rupture des fibres ne devient significative que peu de temps avant la rupture du matériau. Concernant le drapage $[(\pm 45)_3]$, les trois types d'endommagement ont une évolution de type exponentielle, qui ne débute qu'à des niveaux d'avancement de l'essai très élevés (supérieurs à 50 %).

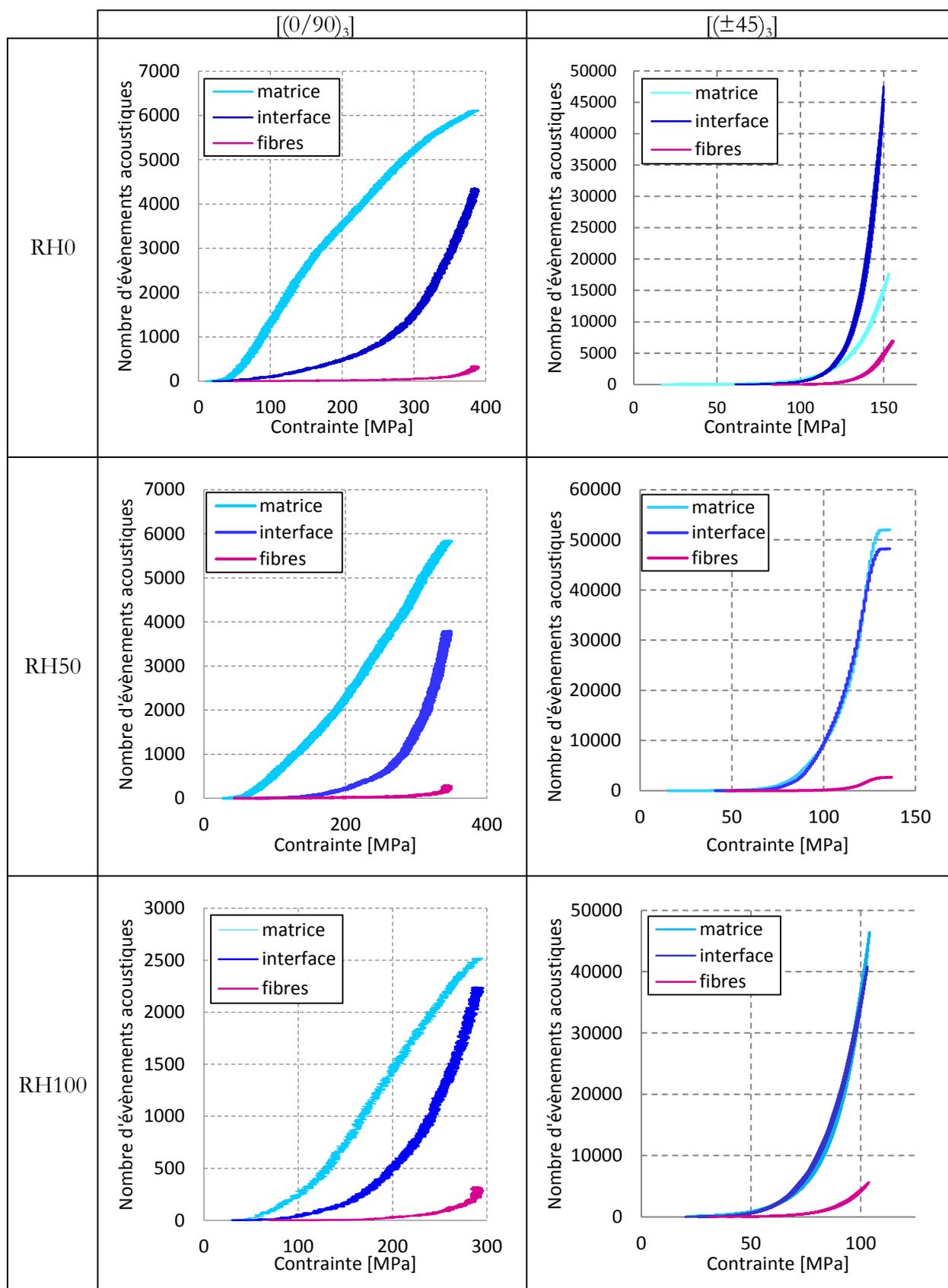


Figure 3.27 : Évolution du nombre d'évènements acoustiques enregistrés pour chaque type d'endommagement en fonction de la contrainte de traction pour toutes les configurations étudiées.

La Figure 3.28 montre le pourcentage d'évènements acoustiques pour chaque type d'endommagement considéré pour les composites $[(0/90)_3]$ et $[(\pm 45)_3]$ à RH0, RH50 et RH100. Les symboles et l'écart type associé correspondent à la proportion de chaque mécanisme d'endommagement, moyennée sur les trois taux d'humidité relative étudiés.

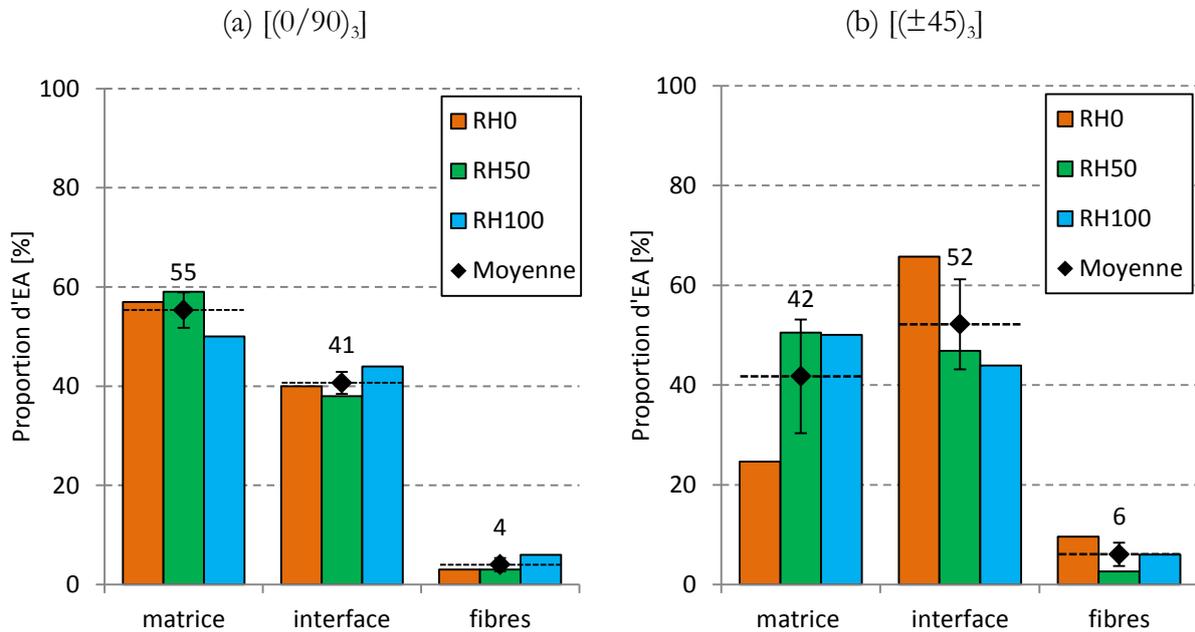


Figure 3.28 : Pourcentage d'évènements acoustiques pour chaque mécanisme d'endommagement. Valeur moyenne indépendante du conditionnement.

Pour la séquence d'empilement $[(0/90)_3]$, on observe en moyenne 55 % d'évènements acoustiques liés à l'endommagement de la matrice contre 41 % liés aux interfaces. Le pourcentage de rupture de fibres est minime, avec une valeur moyenne de 4 %. L'écart type reste très faible pour les trois classes d'endommagement ce qui traduit la faible influence du conditionnement sur cet empilement. Les éprouvettes conditionnées à RH0 et RH50 ont une répartition des évènements acoustiques identiques. À RH100, on observe que l'endommagement matriciel est un peu plus faible qu'à RH0 et RH50. Ce résultat est à mettre en relation avec l'état caoutchoutique de la résine qui lui confère une plus grande capacité à se déformer. À l'inverse, l'endommagement des interfaces est légèrement plus élevé ce qui indique une altération de l'interface fibre / matrice dans le composite. Cette détérioration des interfaces peut être à l'origine de la diminution de la déformation à rupture observée sur les courbes de traction.

Pour la séquence d'empilement $[(\pm 45)_3]$, les proportions d'évènements acoustiques liés à la matrice et aux fibres sont respectivement 42 % et 52 %. Le mécanisme d'endommagement prédominant n'est donc pas le même que pour la séquence d'empilement précédente. Le nombre

d'évènements liés à la rupture des fibres reste très faible, avec une valeur moyenne de 6 %. L'écart type est de l'ordre de ± 10 % pour les évènements liés à la matrice et aux interfaces, ce qui traduit une plus grande influence du conditionnement pour cette séquence d'empilement. En effet, si les proportions d'évènements sont semblables pour les éprouvettes conditionnées à RH50 et RH100, les éprouvettes RH0 ont un comportement très différent. Les éprouvettes conditionnées à RH50 et RH100 ont une proportion équivalente d'endommagement matriciel et aux interfaces. A l'inverse, à RH0, l'endommagement est majoritairement dû à l'endommagement des interfaces (66 %), la proportion d'évènements liés à la matrice et aux fibres représentant respectivement 25 % et 10 % du nombre total d'évènements.

Seuils d'endommagement

On considère que le seuil d'endommagement pour le mécanisme considéré est dépassé lorsqu'on atteint 5 % du nombre total d'évènements de la classe considérée. On note alors $\sigma^{5\%}$ la contrainte pour laquelle ce pourcentage est atteint.

Le Tableau 3.6 présente les valeurs de $\sigma^{5\%}$ déterminées sur le nombre total d'évènements acoustiques ainsi que sur chacune des classes d'endommagement pour les deux séquences d'empilement de l'étude à RH0, RH50 et RH100. Les valeurs indiquées entre parenthèses correspondent, pour chacune des séquences d'empilement, à $\sigma^{5\%,RH_i} / \sigma_u^{RH_i}$ avec $i = 0, 50$ ou 100.

$\sigma^{5\%}$ [MPa]	[(0/90) ₃]				[(±45) ₃]			
	Total	Matrice	Interface	Fibres	Total	Matrice	Interface	Fibres
RH0	66 (17 %)	60 (16 %)	140 (37 %)	192 (51 %)	116 (81 %)	106 (74 %)	119 (83 %)	123 (86 %)
RH50	95 (28 %)	81 (24 %)	193 (56 %)	180 (52 %)	85 (69 %)	84 (68 %)	87 (70 %)	100 (81 %)
RH100	96 (33 %)	80 (28 %)	135 (47 %)	184 (63 %)	63 (62 %)	64 (63 %)	62 (61 %)	71 (70 %)

Tableau 3.6 : Seuils d'endommagement déterminés sur la totalité des évènements enregistrés et sur chacune des classes pour les empilements [(0/90)₃] et [(±45)₃] à RH0, RH50 et RH100.

Pour l'empilement [(0/90)₃], le seuil d'endommagement global survient d'autant plus tôt que le taux d'humidité relative est faible. Il évolue de 66 MPa pour RH0, à 95 MPa pour RH50 et enfin 96 MPa pour RH100. Cette tendance à la hausse lorsque le taux d'humidité augmente est identique à celle suivie par la contrainte seuil du knee-point, σ^{KP} . Quel que soit le conditionnement, le processus débute toujours par de l'endommagement matriciel. Ce dernier

survient d'autant plus tôt que le taux d'humidité relative est faible. Puis, c'est l'endommagement des interfaces qui intervient et enfin celui des fibres. Il convient cependant de remarquer qu'à RH50, l'endommagement des fibres intervient presque en même temps que celui des interfaces.

Pour l'empilement $[(\pm 45)_3]$, le seuil d'endommagement global est beaucoup plus tardif, puisqu'il intervient entre 81 % (RH0) et 63 % (RH100) de la contrainte à rupture. Contrairement à la séquence d'empilement $[(0/90)_3]$, l'endommagement commence d'autant plus tôt que le taux d'humidité relatif est élevé. Indépendamment du conditionnement, les endommagements matriciels et des interfaces commencent en même temps puis ils sont rapidement suivis par la rupture des fibres.

4.5. Analyse et discussion

4.5.1. Influence du drapage

La Figure 3.29 donne une illustration de la chronologie de l'endommagement pour les empilements $[(0/90)_3]$ et $[(\pm 45)_3]$ moyennée sur les trois conditionnements de l'étude. Le seuil d'endommagement à 5% est marqué par le début de la barre colorée pour chaque mécanisme d'endommagement et en globalité. La contrainte seuil à 5 % est normalisée par la contrainte à rupture de l'empilement considéré. L'écart-type conséquent à l'étude des trois conditionnements est donné par les barres d'erreur grises foncées.

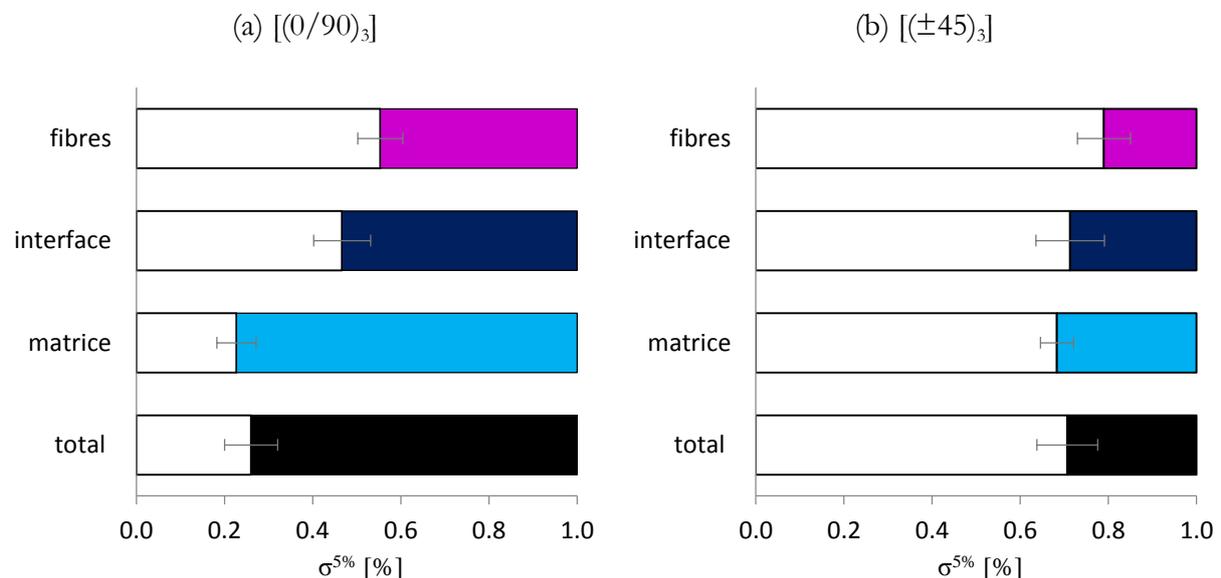


Figure 3.29 : Chronologie de l'endommagement des composites (a) $[(0/90)_3]$ et (b) $[(\pm 45)_3]$.

Seuils d'endommagement moyennés sur les trois conditionnements étudiés.

L'association de la technique d'émission acoustique aux observations microscopiques a permis de

déterminer les grandes tendances du scénario d'endommagement des composites $[(0/90)_3]$ et $[(\pm 45)_3]$, quel que soit le conditionnement.

→ $[(0/90)_3]$

Le premier type d'endommagement à apparaître est celui de la matrice, à environ $23 \pm 5 \%$ d'avancement (Figure 3.29). Les observations faites sur les essais interrompus à 80 % d'avancement n'ont pas montré la présence de macro-fissures matricielles (Figure 3.18). Ainsi, l'endommagement matriciel enregistré par EA sur toute la longueur utile de l'éprouvette reflète davantage la nucléation et la croissance des microfissures dont certaines évolueront vers des macro-fissures dans les derniers instants de l'essai.

Intervient ensuite l'endommagement aux interfaces fibres / matrice, à environ $47 \pm 8 \%$ d'avancement (Figure 3.29). Les événements acoustiques liés aux interfaces sont principalement dus à la décohésion fibres / matrice au sein des torons de trame. Cependant l'observation post-mortem des éprouvettes a montré la présence de méta-délaminages (Figure 3.16a). Puisque les essais interrompus à 80 % d'avancement n'ont pas permis de mettre en évidence ce type d'endommagement, le méta-délaminage se développe certainement dans les derniers instants de l'essai.

Enfin, quelques ruptures de fibres dans les torons de chaîne apparaissent à partir de $55 \pm 5 \%$ d'avancement, trop peu nombreuses pour être visibles sur les observations des essais interrompus. L'endommagement des fibres s'accélère dans les derniers instants de l'essai (Figure 3.27a). Les observations post-mortem ont d'ailleurs permis d'observer quelques-unes de ces ruptures (Figure 3.16d).

→ $[(\pm 45)_3]$

Les seuils d'endommagement matriciel et aux interfaces sont concomitants et surviennent à $70 \pm 7 \%$ d'avancement d'après les résultats d'EA (Figure 3.29). Les observations menées sur essai interrompu à 80 % d'avancement ont uniquement mis en évidence des décohésions aux interfaces fibres / matrice (Figure 3.19). Ainsi, de la même façon que pour l'empilement $[(0/90)_3]$ les endommagements liés à la matrice enregistrés par EA correspondent en fait à la microfissuration de la résine. Les essais interrompus ont montré la présence de décohésions à l'interface fibres / matrice dès 60 % d'avancement (Figure 3.19a), soit 10 % plus tôt que ce qui est prédit par la méthode d'EA. Il est donc possible que le seuil représentatif fixé à 5 % pour la détection de l'endommagement par EA induise un léger retard sur l'estimation de l'initiation de l'endommagement.

L'amorce des ruptures de fibres survient peu après, à environ 79 ± 7 % d'avancement de l'essai (Figure 3.29).

→ *Comparaison des drapages*

Finalement, les résultats montrent que les deux empilements étudiés ont des processus d'endommagement très différents. Tout d'abord, l'endommagement de l'empilement $[(0/90)_3]$ débute à 26 % de la contrainte à rupture tandis qu'il commence à 71 % pour l'empilement $[(\pm 45)_3]$. La chronologie est elle aussi influencée par la séquence d'empilement puisque pour le composite $[(0/90)_3]$, l'endommagement matriciel intervient très tôt dans l'essai, suivi des interfaces puis enfin des fibres. On distingue alors trois seuils d'endommagement distincts. Pour l'empilement $[(\pm 45)_3]$, l'endommagement n'intervient que bien plus tard et il est difficile de distinguer le seuil d'endommagement matriciel de celui aux interfaces. L'endommagement des fibres débute très peu de temps après.

4.5.2. Influence du conditionnement

L'influence du taux d'humidité sur les propriétés mécaniques du composite $[(0/90)_3]$ et $[(\pm 45)_3]$ a été mis en évidence lors des essais de traction monotone. La Figure 3.30 présente le bilan pour tous les matériaux étudiés des variations de la contrainte et la déformation à rupture, du module de rigidité et du coefficient de Poisson lorsque le taux d'humidité augmente.

Les essais sur la séquence d'empilement $[(0/90)_3]$ ont montré une diminution de 10 % à 23 % des propriétés mécaniques du composite lorsque le taux d'humidité augmente. Ainsi, la présence de fibres dans la direction de sollicitation minimise l'influence de l'humidité sur le comportement mécanique du composite. En ce sens, l'observation des faciès de rupture n'a pas montré de différence due au conditionnement pour cet empilement : la matrice a principalement une rupture fragile, conséquence de sa faible déformation pendant l'essai. Les résultats d'émission acoustique sont eux aussi très semblables. La grande similarité des résultats quel que soit le conditionnement pour cet empilement provient du fait que le comportement mécanique est principalement imposé par celui des fibres. Ces dernières étant insensibles à l'humidité, les conséquences sur les mécanismes de l'endommagement du composite restent faibles. On remarque cependant une légère augmentation du pourcentage d'endommagement aux interfaces (+ 4 % entre le RH0 et RH100, voir Figure 3.28a) pouvant être la conséquence d'une dégradation de l'interface fibre / matrice due à la présence d'eau. Ce phénomène, additionné au mécanisme de plastification de la résine PA66, peut justifier la légère chute de la déformation à rupture (-14 %) du composite $[(0/90)_3]$ lorsque le taux d'humidité augmente (Figure 3.30b).

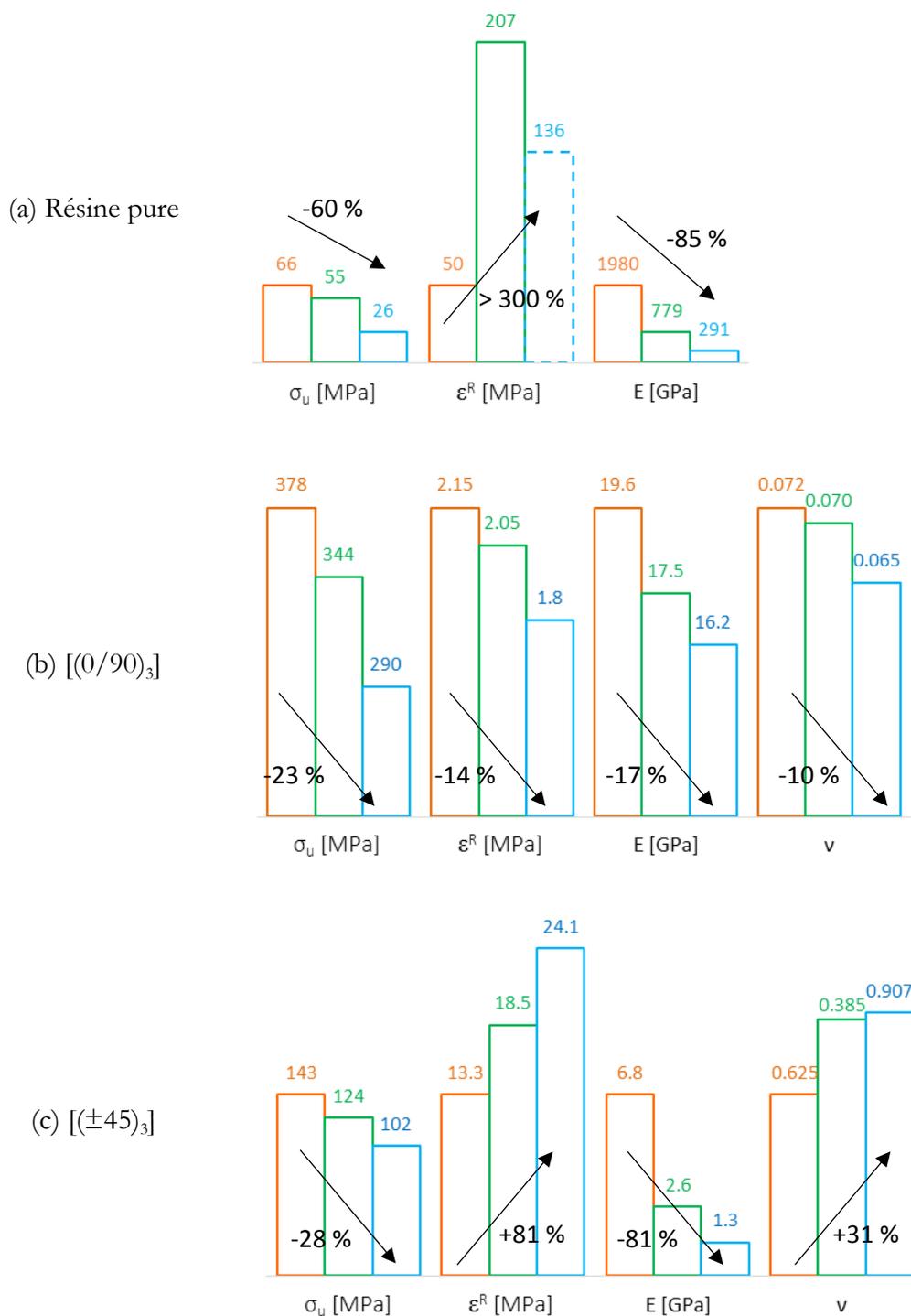


Figure 3.30 : Variation des propriétés mécaniques de (a) la résine PA66 pure et du composite tissé en traction monotone pour les empilements (b) [(0/90)₃] et (c) [(±45)₃] : influence du conditionnement.

L'influence du conditionnement est beaucoup plus visible sur la séquence d'empilement [(±45)₃]. Le module de rigidité et la déformation à rupture varient respectivement de -81 % et + 81 % entre l'état sec et saturé en eau (Figure 3.30c). L'effet plastifiant de l'eau sur le polyamide 6,6 est

ainsi fortement marqué. Du fait de l'orientation des fibres à $\pm 45^\circ$ par rapport à l'axe de sollicitation, le comportement du composite est largement dominé par celui de la résine seule. L'observation des faciès de rupture montre un comportement de la matrice PA66 très ductile, cohérent avec les hauts niveaux de déformation à rupture atteints (Figure 3.22). De plus, cette ductilité a tendance à augmenter avec le RH, illustrant la plastification du polyamide 6,6. Enfin, les résultats d'EA indiquent que globalement, les interfaces sont plus sollicitées dans le $[(\pm 45)_3]$ que dans le $[(0/90)_3]$ (Figure 3.28). Les observations menées sur essais interrompus montrent en effet de nombreuses décohésions à l'interface fibre / matrice au sein des torons (Figure 3.19). D'autre part, la technique d'EA a montré que les mécanismes d'endommagement des éprouvettes conditionnées à RH50 et RH100 sont similaires. À RH0, il semblerait que l'interface fibres / matrice s'endommage plus fortement au cours de l'essai (Figure 3.28b). Cela n'a pas pu être confirmé par l'observation des faciès de rupture, la présence de matrice autour des fibres rompues montrant globalement, comme pour les autres conditionnements, une bonne adhésion de la résine PA66 aux fibres (Figure 3.23).

BILAN PARTIE III

Le caractère plastifiant de l'eau vis-à-vis du polyamide 6,6 a été mis en évidence à plusieurs échelles d'étude. Un suivi de la masse des échantillons de matrice et de composite conditionnés dans une cuve d'eau jusqu'à saturation a été effectué. Cette étude a montré que la cinétique d'absorption d'eau par la résine pure suit un comportement non Fickien. L'existence de la réaction d'hydrolyse des chaînes de polyamide 6,6 par les molécules d'eau a également été mise en évidence. A l'inverse, la variation de masse du composite GFRPA66 adopte un comportement Fickien et montre une stabilisation au-delà du 25^{ème} jour de conditionnement. Une fois l'état d'équilibre atteint, les éprouvettes de composite préalablement conditionnées en étuve et en eau sont stockées à hygrométrie ambiante. Les cinétiques de retour à un taux d'humidité ambiant ont montré qu'à l'échelle d'un essai de traction monotone, le conditionnement est maintenu.

De plus, il a été montré que la T_g diminue fortement lorsque le taux d'humidité augmente. Ainsi, les éprouvettes conditionnées à RH0 ont une T_g égale à 59,7 °C, supérieure à la température ambiante : la matrice est à l'état vitreux. À RH100, la résine est à l'état caoutchoutique puisque la T_g est égale à -24,8 °C. Finalement, conditionnée à RH50, la résine PA66 est dans un état intermédiaire puisque la T_g est égale à 25,7 °C.

Les essais de traction quasi statiques ont montré que le comportement du PA66 pur est très ductile et fortement influencé par le conditionnement de la résine. Cette tendance se retrouve à l'échelle du composite, notamment pour l'empilement $[(\pm 45)_3]$ dont le comportement mécanique est largement dominé par celui de la matrice. Le comportement du composite $[(0/90)_3]$ est fragile, gouverné par le comportement des fibres de verre alignées avec l'axe de sollicitation. La réduction des performances mécaniques globales du composite tissé témoigne néanmoins de la légère influence du conditionnement sur cet empilement..

L'analyse de l'endommagement par EA, observations microscopiques et MEB a permis d'identifier les différents types de dommages qui se développent dans le composite verre / PA66 lors d'un essai de traction. Ainsi, pour la séquence d'empilement $[(0/90)_3]$, le processus d'endommagement débute par la microfissuration de la matrice. Puis, on note l'apparition et la coalescence des décohésions aux interfaces fibres / matrice au sein des torons de trame. Vers la fin de l'essai, la rupture de quelques fibres de verre longitudinales s'accélère. Post-mortem, on observe des macro-fissures dans les zones riches en matrice ainsi que du méta-délaminage

proche de la rupture. L'augmentation du taux d'humidité ne semble pas modifier de façon significative le développement des endommagements. Néanmoins, quand le taux d'humidité augmente, on observe le retardement de leur seuil d'apparition, en accord avec l'évolution du knee-point. Pour la séquence d'empilement $[(\pm 45)_3]$, le comportement est très différent. La microfissuration de la matrice et la coalescence des décohésions à l'interface fibres / matrice sont simultanées. La rupture des fibres s'amorce peu de temps après. De plus, l'apparition des trois types d'endommagement est beaucoup plus tardive que pour l'empilement $[(0/90)_3]$, cela quel que soit le conditionnement considéré. En outre, l'augmentation du taux d'humidité dans le composite $[(\pm 45)_3]$ précipite l'apparition des endommagements, contrairement à ce qui a été observé pour le $[(0/90)_3]$.

- PARTIE IV -

Analyse du Comportement Mécanique sous Sollicitation Cyclique.

Influence du Taux d'Humidité

Cette partie est dédiée à l'étude du comportement en fatigue du composite tissé verre / PA66. Dans le premier chapitre, les durées de vie du matériau pour les trois conditionnements et les trois séquences d'empilement de l'étude sont présentées. Le second chapitre s'attache à détailler les mécanismes d'endommagement qui se développent dans le composite lors d'une sollicitation cyclique. Cette étude s'appuie sur les techniques de thermographie infrarouge, d'émission acoustique et d'observation microscopique (MEB et optique). Dans un troisième chapitre, le processus d'endommagement des fibres est analysé plus finement. Enfin, une étude sur la prédiction de la durée de vie du matériau, quelle que soit la configuration considérée, conclut cette partie.

Chapitre 1 : Durées de vie en fatigue du composite GFRPA66	133
1.1. Essais à température et humidité ambiantes	133
1.2. Essais en enceinte climatique	136
Chapitre 2 : Mécanismes d'endommagement en fatigue	137
2.1. Évolution des paramètres mécaniques.....	137
2.2. Phénomène d'échauffement.....	145
2.3. Localisation de l'endommagement.....	147
2.4. Évolution des différents types d'endommagement	150
2.4.1. Répartition des classes à la rupture	153
2.4.2. Seuils d'endommagement.....	154
2.5. Observations lors d'essais interrompus	157
2.6. Observations des faciès de rupture	159
2.7. Analyse et discussion.....	163
Chapitre 3 : Mise en évidence du rôle prépondérant des fibres dans les essais à grand nombre de cycles	167
3.1. Évolution du nombre d'évènements acoustiques liés aux fibres au cours de l'essai.....	167
3.2. Répartition surfacique des ruptures de fibres : observations par microscopie optique....	169
3.3. Répartition volumique des ruptures de fibres : tomographie RX.....	172
3.4. Analyse et discussion	174
Chapitre 4 : Prédiction des durées de vie	177
4.1. Les diagrammes de durées de vie constantes.....	177
4.1.1. Mise en place du modèle	177
4.1.2. Confrontation modèle / expérience.....	178
4.2. Le critère de fatigue à deux paramètres	180
4.2.1. Mise en place et enrichissement du modèle	180
4.2.2. Confrontation modèle / expérience.....	183
Bilan Partie IV	195

CHAPITRE 1 : DURÉES DE VIE EN FATIGUE DU COMPOSITE GFRPA66

Les durées de vie en fatigue du composite tissé verre / PA66 pour les séquences d'empilement $[(0/90)_3]$, $[(90/0)_3]$ et $[(\pm 45)_3]$ ont été déterminées dans le cas d'une sollicitation à une fréquence de 1 Hz et un rapport de charge de 0,1. Le conditionnement des éprouvettes à RH0, RH50 et RH100 a été réalisé par le fournisseur matière DuPont™.

1.1. Essais à température et humidité ambiantes

Les essais de fatigue ont été dans un premier temps réalisés à température et taux d'humidité ambiants. La Figure 4.1 montre les durées de vie pour toutes les configurations étudiées. Les symboles associés à une flèche correspondent aux éprouvettes n'ayant pas été menées jusqu'à rupture.

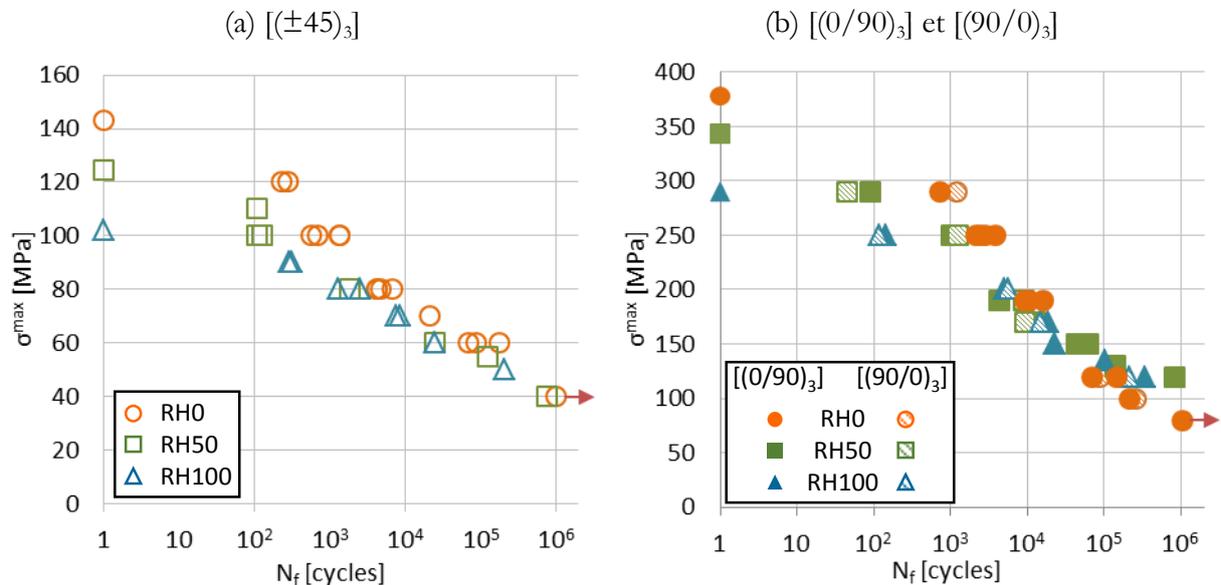


Figure 4.1 : Durées de vie en fatigue du composite GFRPA66 (a) $[(\pm 45)_3]$ et (b) $[(0/90)_3]$ / $[(90/0)_3]$ sollicité à $R = 0,1$ et $f = 1$ Hz sous atmosphère ambiante.

La dispersion des résultats a tout d'abord été évaluée sur les éprouvettes $[(\pm 45)_3]$ conditionnées à RH0. Pour cela, trois à quatre éprouvettes ont été sollicitées en fatigue aux niveaux de chargement suivants : 100, 80 et 60 MPa. Les durées de vie obtenues sont contenues dans un intervalle inférieur à une demi-décade, traduisant une bonne reproductibilité des résultats. Cette observation est confirmée avec les essais réalisés sur les autres configurations. En particulier, les essais menés sur les séquences d'empilement $[(0/90)_3]$ et $[(90/0)_3]$ ont montré des durées de vie identiques (Figure 4.1b). Ainsi, on retrouve le même résultat qu'en traction monotone, à savoir la similarité du comportement mécanique des empilements $[(0/90)_3]$ et $[(90/0)_3]$.

Si en-dessous de 10^4 cycles, l'augmentation du taux d'humidité contenu dans l'éprouvette induit une diminution de la durée de vie ce n'est plus le cas au-delà. En effet, pour les niveaux de chargement les plus bas, les durées de vie semblent indépendantes du conditionnement.

La Figure 4.2 propose une représentation des courbes de Wöhler pour toutes les configurations étudiées dans le plan contrainte de fatigue normalisée – nombre de cycles. La normalisation de la contrainte de fatigue par la contrainte à rupture en traction monotone permet de comparer la sensibilité de chaque configuration vis-à-vis d'une sollicitation cyclique.

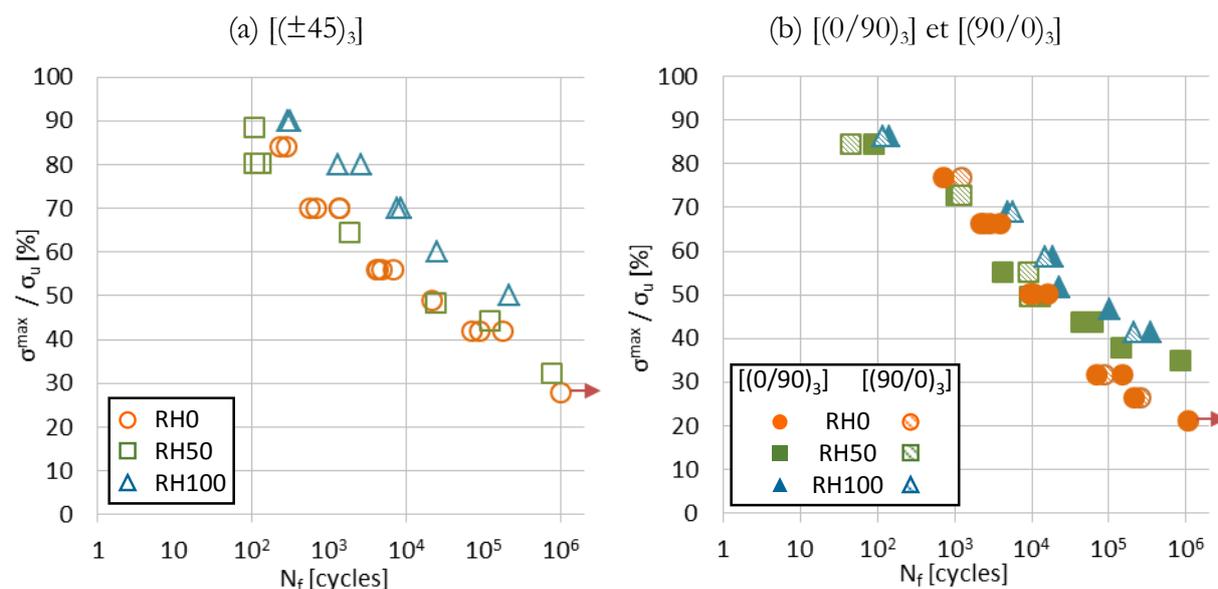


Figure 4.2 : Durées de vie en fatigue du composite GFRPA66 (a) $[(\pm 45)_3]$ et (b) $[(0/90)_3]$ / $[(90/0)_3]$ sollicité à $R = 0,1$ et $f = 1$ Hz sous atmosphère ambiante. Utilisation de la contrainte de fatigue normalisée par la contrainte à rupture en traction monotone.

Pour l'empilement $[(\pm 45)_3]$, les courbes de Wöhler des éprouvettes conditionnées à RH0 et RH50 sont superposées. A l'inverse, la courbe de Wöhler des éprouvettes conditionnées à RH100 est située au-dessus de celles-ci. Cette observation traduit une meilleure tenue à la fatigue du composite lorsqu'il est saturé en eau. Concernant les empilements $[(0/90)_3]$ et $[(90/0)_3]$, cette tendance ne se retrouve pas : on observe une superposition des trois courbes de Wöhler.

La réalisation des essais de fatigue à température et taux d'humidité ambiants peut laisser craindre une perte du conditionnement au cours de l'essai. En effet, il se pourrait que les éprouvettes conditionnées à RH0 absorbent l'humidité ambiante au cours de l'essai tandis que les éprouvettes conditionnées à RH100 ne sèchent. De ce fait, ces deux conditionnements se rapprocheraient d'un RH50, ce qui expliquerait le phénomène de regroupement des courbes de Wöhler observé sur la Figure 4.1.

L'évolution du conditionnement au cours des essais de fatigue des éprouvettes préalablement conditionnées à RH0 et RH100 a été quantifiée en se basant sur le suivi gravimétrique présenté dans la Partie III – Chapitre 1. Lors de ces essais, des éprouvettes ont été conditionnées respectivement en étuve et dans une cuve d'eau jusqu'à stabilisation de leur masse puis replacer à température et hygrométrie ambiantes. Un suivi gravimétrique est alors effectué à intervalles réguliers. Il est important de souligner que durant ces pesées, les éprouvettes ne sont pas sous sollicitation mécanique.

Il est possible de relier la masse des éprouvettes avec le taux d'humidité relative du conditionnement théorique correspondant. La méthode de conversion est présentée dans l'Annexe 2. La Figure 4.3 présente ainsi l'évolution du conditionnement en fonction du nombre de cycles de fatigue appliqué. Le nombre de cycles se déduit directement du suivi gravimétrique : les essais étant réalisés à 1 Hz, une seconde écoulée correspond à un cycle.

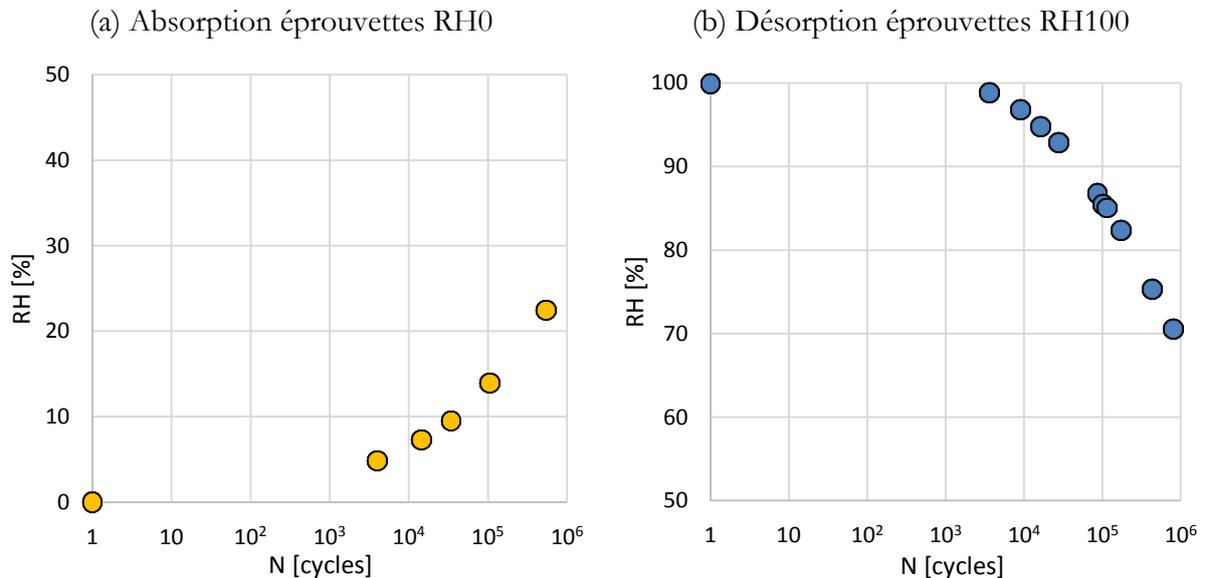


Figure 4.3 : Estimation de l'évolution du taux d'humidité relative des éprouvettes RH0 et RH100 au cours d'un essai de fatigue. Valeurs déterminées par analyse gravimétrique sans sollicitation mécanique.

Cette étude montre qu'une éprouvette initialement conditionnée à RH0 peut évoluer vers un conditionnement équivalent à RH22 après 10⁶ cycles (Figure 4.3a). De la même façon, une éprouvette initialement conditionnée à RH100 peut atteindre un conditionnement équivalent à RH70 après 10⁶ cycles (Figure 4.3b). Il convient de noter que ces valeurs ne sont que des indications basées sur l'évolution du conditionnement d'une éprouvette non-sollicitée mécaniquement. Lors de l'essai de fatigue, d'autres phénomènes comme par exemple l'échauffement peuvent modifier l'évolution du taux d'humidité contenu dans l'éprouvette.

Cette première approximation souligne néanmoins la nécessité de réaliser des essais en enceinte climatique afin de maintenir le conditionnement des éprouvettes dans son état initial.

1.2. Essais en enceinte climatique

Les éprouvettes préalablement conditionnées à RH0 et RH100 ont été testées dans une enceinte climatique respectivement à :

- 20 °C et 15 % d'humidité relative (noté 15 % r.h.) ;
- 20 °C et 95 % r.h.

Les résultats obtenus sont présentés sur la Figure 4.4. Les symboles colorés correspondent aux essais réalisés en enceinte, pour rappel les données obtenues à l'ambiante sont représentées par des symboles gris.

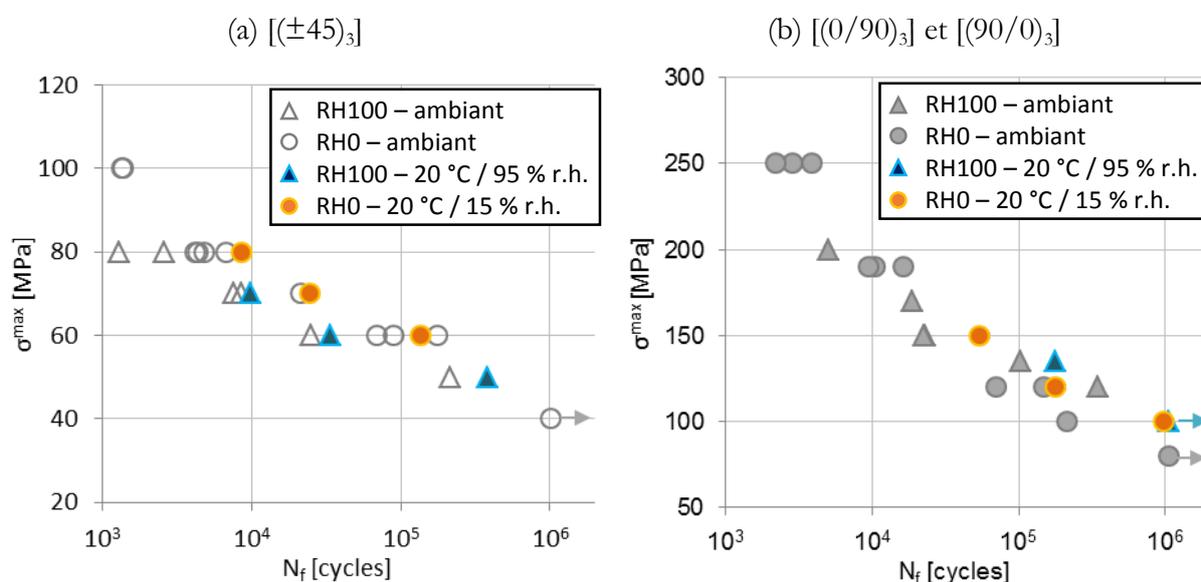


Figure 4.4 : Durées de vie en fatigue du composite GFRPA66 (a) $[(\pm 45)_3]$ et (b) $[(0/90)_3]$ sollicité à $R = 0,1$ et $f = 1$ Hz sous atmosphère contrôlée.

Ces essais montrent que la durée de vie n'est pas modifiée pour les essais réalisés en enceinte climatique, cela quel que soit le conditionnement et la séquence d'empilement considérés. De ce fait, le phénomène observé Figure 4.1 n'est pas dû à une perte du conditionnement au cours de l'essai. Il s'agit alors de déterminer quel mécanisme est à l'origine de ce phénomène.

CHAPITRE 2 : MÉCANISMES D'ENDOMMAGEMENT EN FATIGUE

Ce chapitre propose une étude des mécanismes d'endommagement qui interviennent dans le composite tissé verre / PA66 lors d'une sollicitation cyclique. Dans un premier temps, l'évolution des propriétés mécaniques du matériau au cours de l'essai est étudiée. De plus, l'utilisation de la technique d'émission acoustique et de la thermographie infrarouge permet un suivi en temps réel de l'évolution de l'endommagement et rend également possible sa localisation. Post-mortem, des observations MEB du faciès de rupture apportent des informations complémentaires sur le mode de rupture des fibres, des interfaces et de la matrice.

2.1. Évolution des paramètres mécaniques

Trois paramètres mécaniques ont été étudiés, à savoir : les déformations maximale et minimale et le module sécant. Ces paramètres sont associés aux boucles d'hystérésis obtenues en traçant la valeur de la contrainte de fatigue appliquée en fonction de la déformation de l'éprouvette pour chaque cycle. Le module sécant (E_s^N) est défini comme la pente de la boucle d'hystérésis du $N^{\text{ème}}$ cycle de fatigue. Les déformations minimum (ϵ^{\min}) et maximum (ϵ^{\max}) correspondent aux déformations atteintes pour les niveaux de chargement de fatigue minimum (σ^{\min}) et maximum (σ^{\max}) (Figure 4.5).

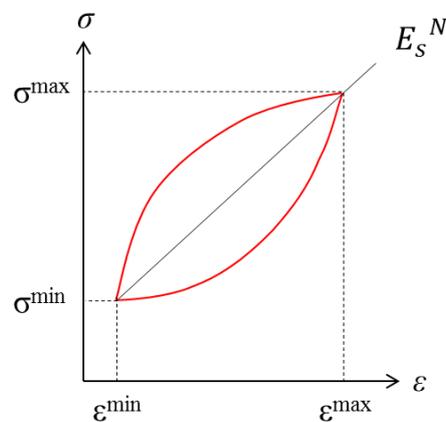


Figure 4.5 : Schématisation d'une boucle d'hystérésis dans le plan contrainte-déformation pour un cycle N et représentation des grandeurs mécaniques associées.

Les variations du module sécant et des déformations minimum et maximum ont été déterminées directement à partir de la position de la traverse de la machine de fatigue à l'aide des équations 4.1 et 4.2 (voir Partie II, section 2.3).

$$\frac{E_s^N}{E_s^0} = \frac{\sigma^{\max} - \sigma^{\min}}{\sigma^{\max,0} - \sigma^{\min,0}} \times \frac{X^{\max,0} - X^{\min,0}}{X^{\max} - X^{\min}} \quad \text{Équation 4.1}$$

$$\Delta \varepsilon_{max}^{min} = \frac{X_{max}^{min,N} - X_{max}^{min,0}}{X_{max}^{min,0}} \quad \text{Équation 4.2}$$

Boucles d'hystérésis

La Figure 4.6 montre l'allure des boucles d'hystérésis pour les séquences d'empilement $[(\pm 45)_3]$ et $[(0/90)_3]$ à RH50. Quatre cycles sont représentés, depuis le début de l'essai (cycle 100) jusqu'au dernier cycle avant la rupture (représenté en rouge).

Pour l'empilement $[(\pm 45)_3]$, les boucles relativement ouvertes (Figure 4.6a) sont caractéristiques du comportement viscoélastique de la résine [Albouy et al., 2014]. Leur allure n'évolue pas au cours de l'essai, traduisant une stabilité de l'énergie mécanique dissipée à chaque cycle.

Concernant la séquence d'empilement $[(0/90)_3]$, les boucles sont très fermées (Figure 4.6b) et prennent presque l'allure d'une droite. Cette forme est la conséquence de la présence de fibres alignées avec la direction de sollicitation. De même que pour le composite $[(\pm 45)_3]$, l'aire des boucles ne varie pas au cours de l'essai.

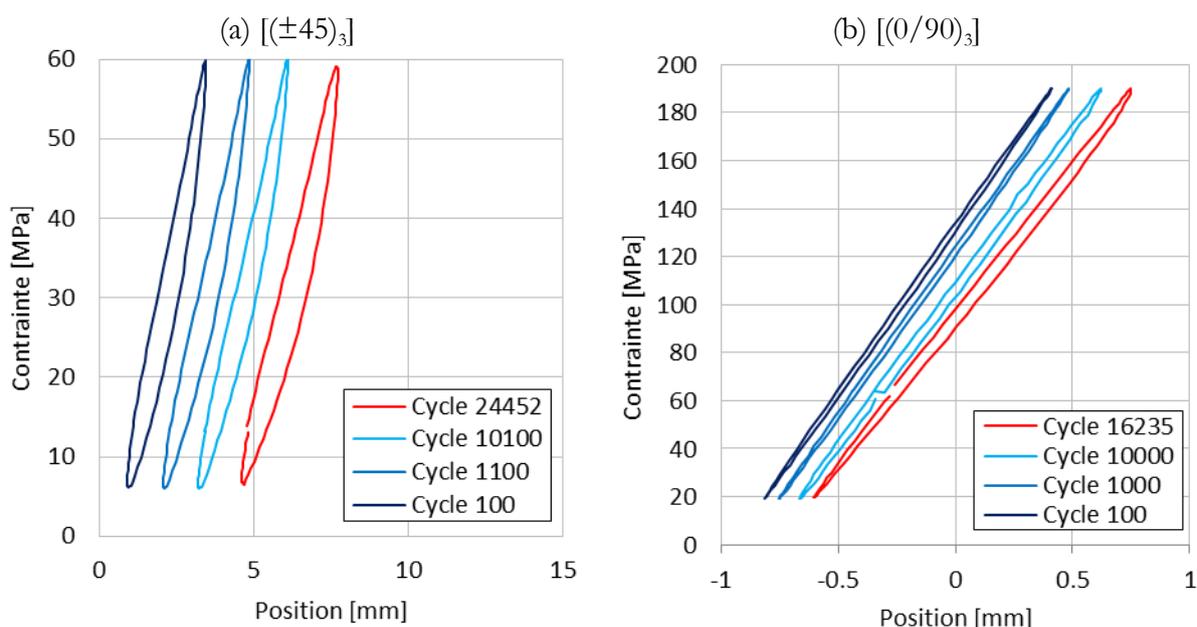


Figure 4.6 : Boucles d'hystérésis pour le composite tissé verre / PA66 conditionné à RH50 et sollicité à $\sigma^{\max} = 50 \% \sigma_u$ pour les séquences d'empilement (a) $[(\pm 45)_3]$ et (b) $[(0/90)_3]$.

Les Figures 4.7 et 4.8 présentent les boucles d'hystérésis obtenues sur le composite conditionné à RH0 et RH100 pour les séquences d'empilement $[(\pm 45)_3]$ et $[(0/90)_3]$. Les résultats montrent que l'augmentation ou la diminution du taux d'humidité n'influence pas l'allure générale des boucles d'hystérésis.

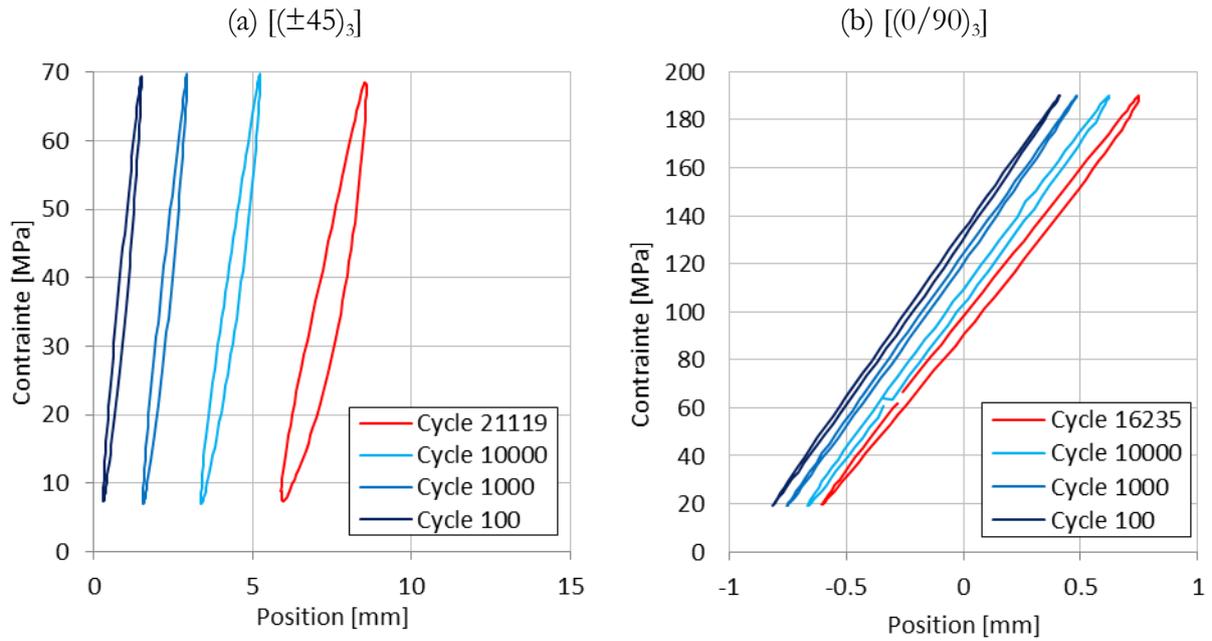


Figure 4.7 : Boucles d'hystérésis pour le composite tissé verre / PA66 conditionné à RH0 et sollicité à $\sigma^{\max} = 50 \% \sigma_u$ pour les séquences d'empilement (a) $[(\pm 45)_3]$ et (b) $[(0/90)_3]$.

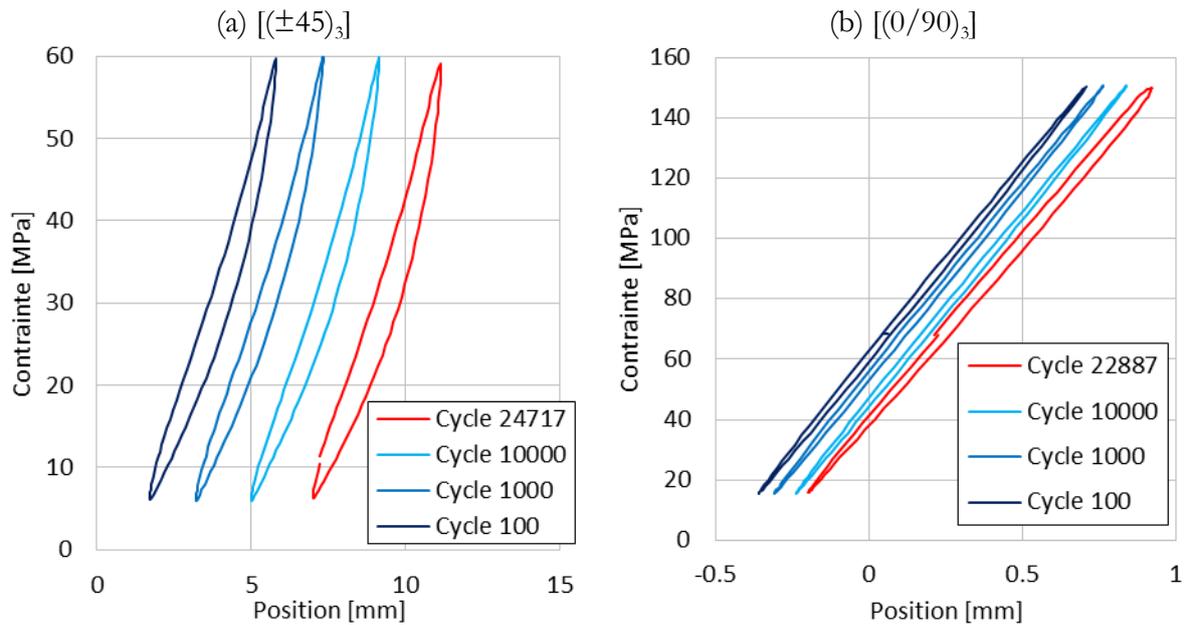


Figure 4.8 : Boucles d'hystérésis pour le composite tissé verre / PA66 conditionné à RH100 et sollicité à $\sigma^{\max} = 50 \% \sigma_u$ pour les séquences d'empilement (a) $[(\pm 45)_3]$ et (b) $[(0/90)_3]$.

Évolution de $\Delta \varepsilon^{\min}$ et $\Delta \varepsilon^{\max}$

Les Figures 4.9 et 4.10 présentent l'évolution de la variation des déformations minimale et maximale pour toutes les configurations de l'étude. Pour chaque configuration, trois niveaux de chargement ont été choisis de façon à étudier des durées de vie proches de 10^3 , 10^4 et 10^5 cycles.

Les résultats montrent une grande similarité entre les évolutions des déformations minimales et maximales. Seuls les résultats concernant la déformation minimale seront donc commentés.

Tout d'abord, on constate sur la Figure 4.9 que les niveaux de déformations atteints dépendent fortement de la séquence d'empilement étudiée. En effet, pour l'empilement $[(\pm 45)_3]$, les variations de déformations sont comprises entre 10 % (RH0) et 40 % (RH100) tandis qu'elles restent inférieures à 1,5 % pour l'empilement $[(0/90)_3]$ quel que soit le conditionnement.

Concernant l'empilement $[(0/90)_3]$, le conditionnement ne semble pas influencer la variation des déformations. À l'inverse, pour l'empilement $[(\pm 45)_3]$, l'augmentation du taux d'humidité contenu dans l'éprouvette induit une augmentation significative de la variation des déformations au cours de l'essai de fatigue.

Quelle que soit la séquence d'empilement considérée, l'augmentation du niveau de chargement a logiquement tendance à augmenter le taux de déformation de l'éprouvette.

Enfin, quelle que soit la configuration considérée, l'évolution de la variation des déformations peut être décomposée en trois phases :

- phase I : D'une durée inférieure à 10 % de la durée de vie du matériau, cette phase se caractérise par une augmentation rapide de la déformation ;
- phase II : Cette étape constitue la majeure partie de la durée de vie du matériau. On observe une augmentation lente mais constante ;
- phase III : Cette phase intervient dans les derniers instants de l'essai et se distingue par une augmentation brutale de la déformation.

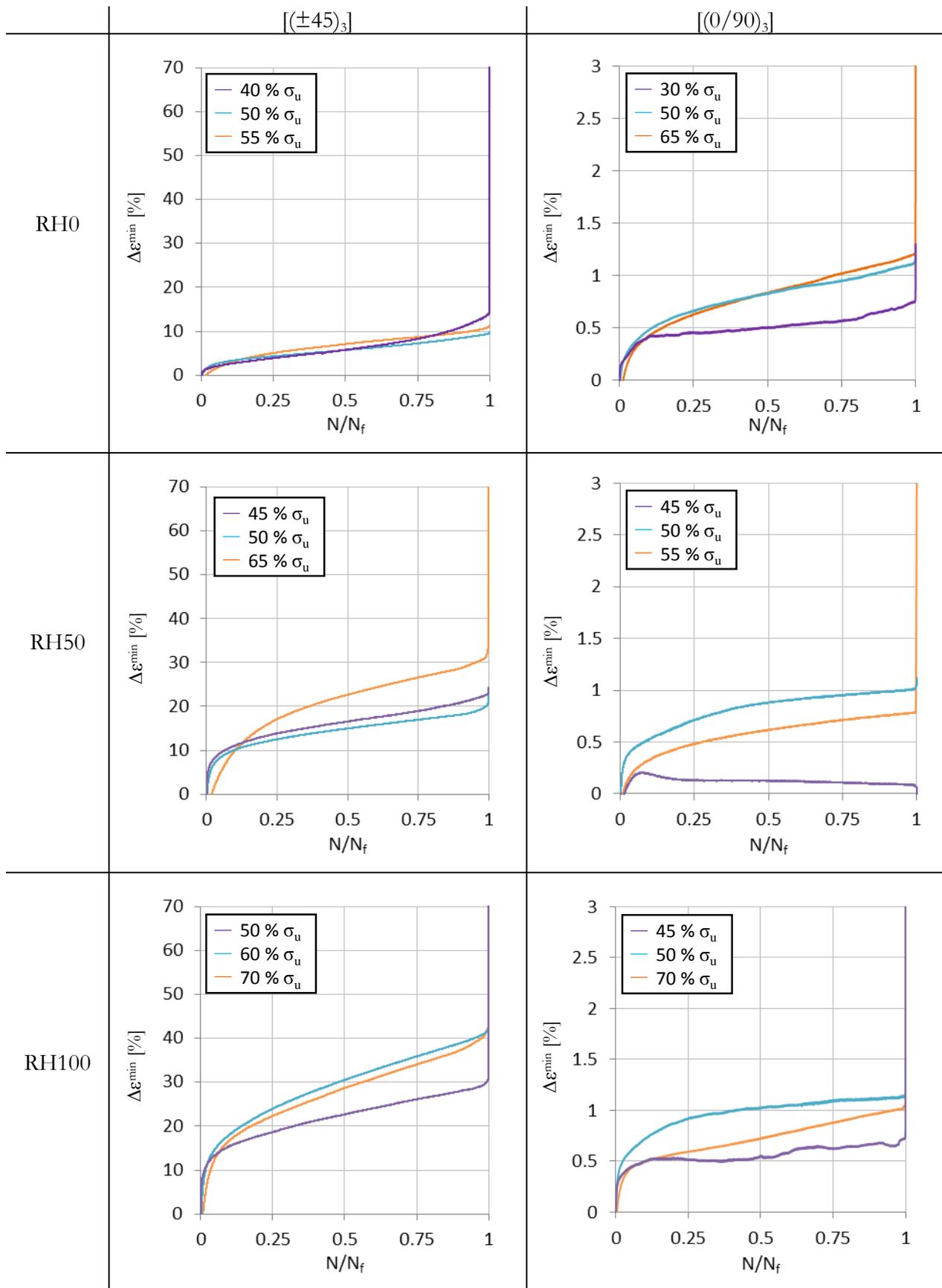


Figure 4.9 : Évolution de la déformation minimale pour le composite tissé verre/PA66 $[(0/90)_3]$ et $[(\pm 45)_3]$ conditionné à RH0, RH50 et RH100 pour trois niveaux de chargement en fatigue.

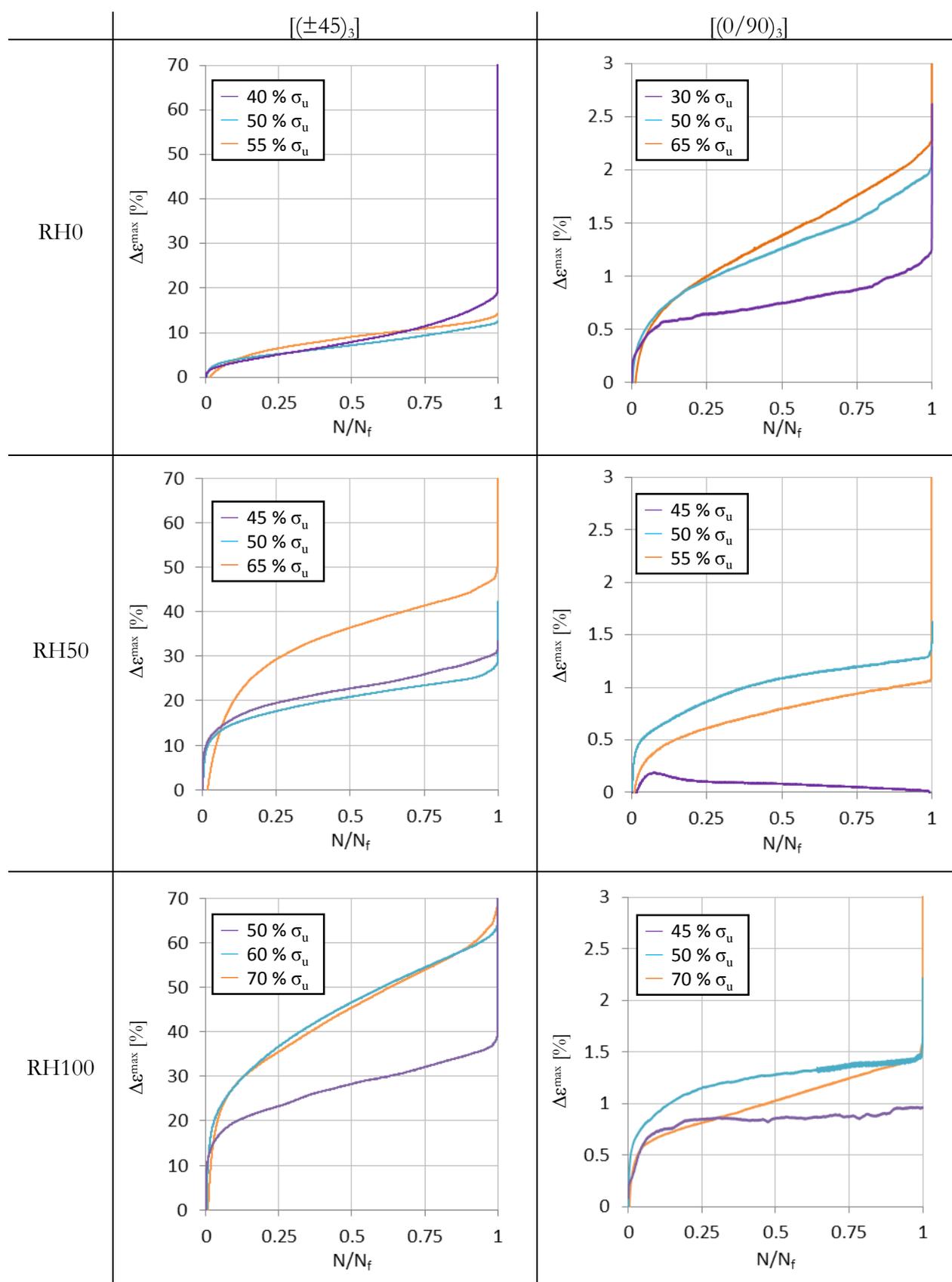


Figure 4.10 : Évolution de la déformation maximale pour le composite tissé verre/PA66 $[(0/90)_3]$ et $[(\pm 45)_3]$ conditionné à RH0, RH50 et RH100 pour trois niveaux de chargement en fatigue.

Évolution de E_s^N/E_s^0

La Figure 4.11 montre l'évolution du rapport E_s^N/E_s^0 au cours d'un essai de fatigue pour les séquences d'empilement $[(0/90)_3]$ et $[(\pm 45)_3]$ à RH0, RH50 et RH100.

Pour toutes les configurations, l'évolution du module sécant peut se décomposer en trois phases correspondant à celles identifiées pour l'évolution de $\Delta\varepsilon^{\min}$ et $\Delta\varepsilon^{\max}$. Les phases I et III sont caractérisées par une chute brutale du module sécant (et par l'augmentation brutale des déformations). La phase II est caractérisée par une évolution plus lente du module. À l'exception du composite $[(\pm 45)_3]$ conditionné à RH100, cette phase correspond à une diminution progressive du module sécant. Pour les éprouvettes $[(\pm 45)_3]$ conditionnées à RH100, le module sécant est pratiquement constant au cours de la phase II, avec même une légère tendance à augmenter au début de cette phase.

Les valeurs du rapport E_s^N/E_s^0 atteintes au moment de la rupture sont bien plus élevées pour l'empilement $[(0/90)_3]$ que celles observées sur l'empilement $[(\pm 45)_3]$. Par exemple, à RH50 et 50 % de σ_u , le rapport E_s^N/E_s^0 est égal à 0,97 pour l'empilement $[(0/90)_3]$ tandis qu'il est égal à 0,75 pour la séquence $[(\pm 45)_3]$. Dans les deux cas, si le niveau de chargement ne semble pas influencer de façon significative l'évolution du module sécant, l'augmentation du taux d'humidité contenu dans les éprouvettes a tendance à diminuer le pourcentage de réduction de ce dernier. Par exemple, pour une contrainte de fatigue appliquée égale à 50 % de σ_u , le rapport E_s^N/E_s^0 pour le composite $[(\pm 45)_3]$ à RH0 est égal à 0,43 tandis qu'il vaut 0,96 à RH100.

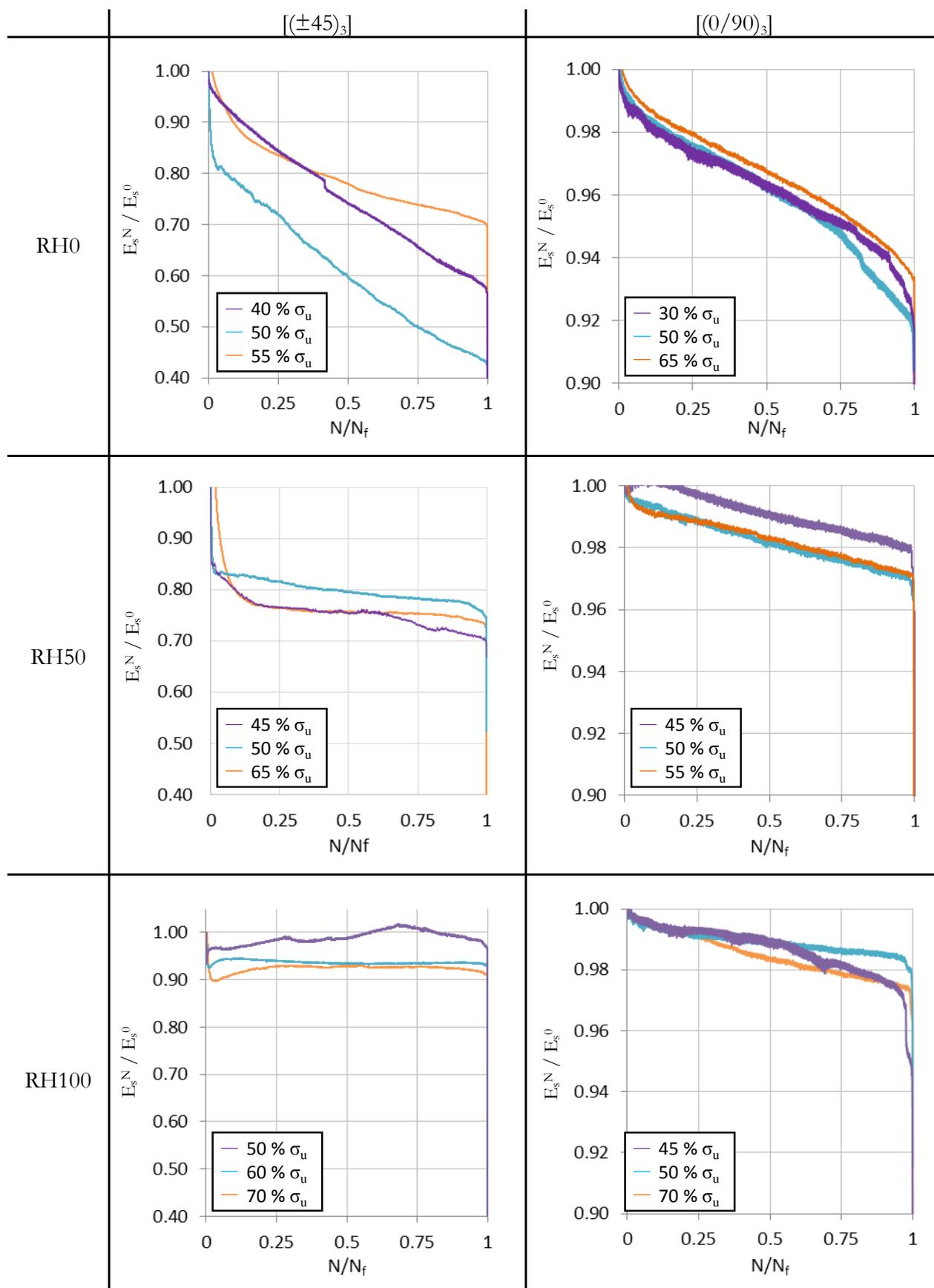


Figure 4.11 : Évolution du rapport E_s^N/E_s^0 au cours d'un essai de fatigue pour trois niveaux de chargement pour le composite tissé verre / PA6,6 $[(\pm 45)_3]$ et $[(0/90)_3]$ à RH0, RH50 et RH100.

2.2. Phénomène d'échauffement

Les variations de température à la surface des échantillons ont été mesurées au cours des essais de fatigue par thermographie infrarouge. La valeur de l'échauffement a été déterminée comme étant la différence entre la valeur maximale de température à un cycle donné et la température moyenne initiale.

Comme précisé dans la Partie II - Chapitre 4, la fréquence d'essai a été fixée à 1 Hz de façon à limiter le phénomène d'échauffement. Ainsi, pour la séquence d'empilement $[(0/90)_3]$, l'élévation de température au cours de l'essai se limite à quelques degrés, indépendamment du niveau de chargement et du conditionnement considéré.

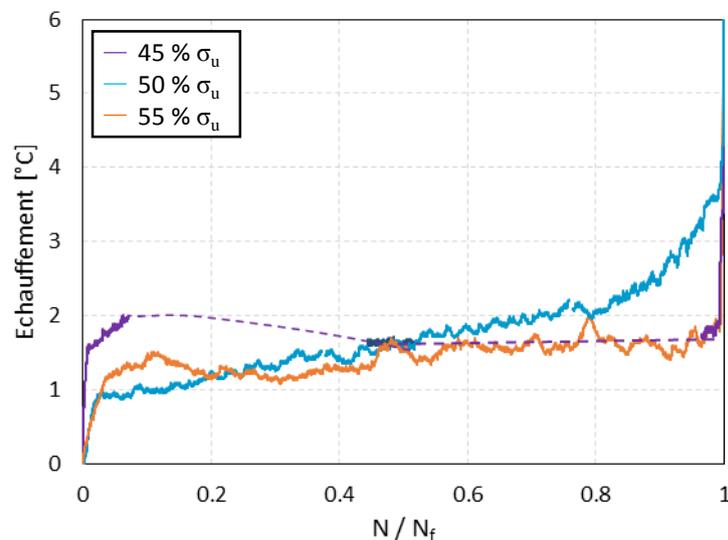


Figure 4.12 : Échauffement d'une éprouvette de composite tissé verre / PA66 $[(0/90)_3]$ conditionnée à RH50 au cours d'un essai de fatigue pour trois niveaux de chargement.

La Figure 4.12 montre par exemple l'évolution de la valeur de l'échauffement enregistrée en surface des éprouvettes de composite $[(0/90)_3]$ dans le cas d'un conditionnement à RH50. Quel que soit le niveau de chargement appliqué, l'élévation de la température reste inférieure à 4 °C. Dans tous les cas, l'échauffement peut se décomposer en trois phases : une première étape d'augmentation rapide de la température de surface, une seconde phase de stabilisation / augmentation lente et enfin une ultime élévation rapide de la température antérieure à la rupture du matériau.

En ce qui concerne la séquence d'empilement $[(\pm 45)_3]$, le phénomène d'échauffement est beaucoup plus marqué. La Figure 4.13 présente l'évolution de l'échauffement des éprouvettes $[(\pm 45)_3]$ pour les trois conditionnements de l'étude, à savoir RH0, RH50 et RH100. La

température en surface de l'éprouvette au moment de la rupture finale est d'autant plus grande que le niveau de chargement est élevé. Les résultats montrent également que la présence d'eau dans le matériau semble limiter son échauffement au cours de l'essai. Par exemple, pour une contrainte de fatigue égale à 50 % de σ_u , l'échauffement au moment de la rupture est égal à 17 °C à RH0 tandis qu'il est égal à 14 °C à RH100.

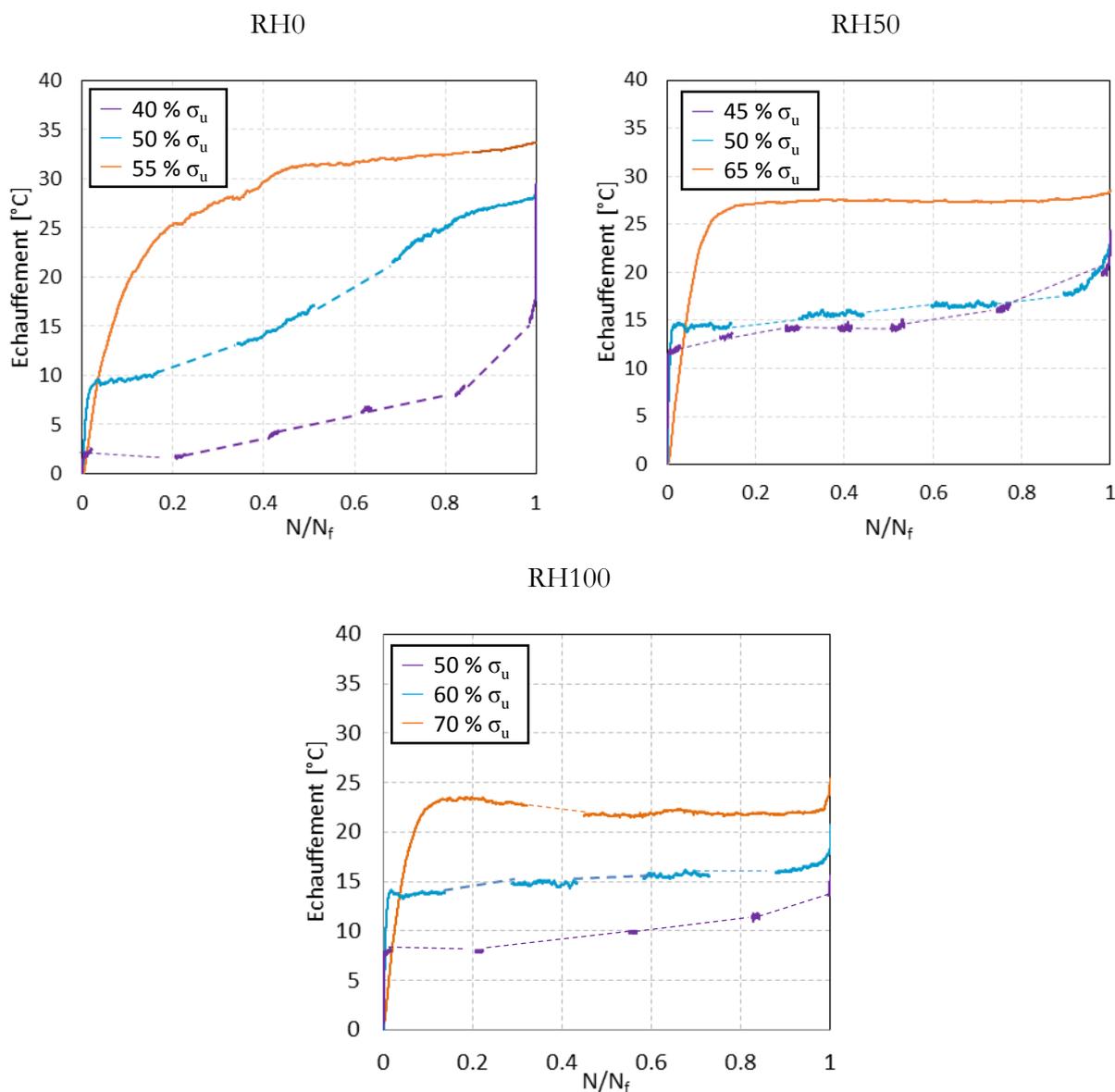


Figure 4.13 : Échauffement pour la séquence d'empilement $[(\pm 45)_3]$ du GFRPA66 au cours d'un essai de fatigue pour trois niveaux de chargement et trois conditionnements.

Le suivi de l'échauffement au cours des essais de fatigue permet également de déterminer dans quel état microstructural se trouve la résine PA66 au moment de l'essai. En effet, la connaissance de la température de transition vitreuse pour les trois conditionnements étudiés permet de conclure quant à l'état de la résine PA66.

	RH0	RH50	RH100
T_g [°C]	$59,7 \pm 0,5$	$25,7 \pm 0,5$	$-24,8 \pm 0,5$
État résine PA66 [(0/90) ₃]	Vitreux	Transition	Caoutchoutique
État résine PA66 [(±45) ₃]	Vitreux	Caoutchoutique (dès les premiers cycles)	Caoutchoutique

Tableau 4.1 : État de la résine PA66 dans le composite [(0/90)₃] et [(±45)₃] sollicité en fatigue en fonction du conditionnement des éprouvettes.

Les résultats donnés dans le Tableau 4.1 montrent que pour les éprouvettes conditionnées à RH0, l'élévation de la température de surface au cours de l'essai ne suffit pas à dépasser la température de transition vitreuse ($T_g = 59,7$ °C). De ce fait, la résine PA66 reste à l'état vitreux dans le composite, quelle que soit la séquence d'empilement considérée. De la même façon, la T_g des éprouvettes conditionnées à RH100 étant égale à $-24,8$ °C, la matrice est à l'état caoutchoutique tout au long de l'essai. Concernant les éprouvettes conditionnées à RH50, la T_g est très proche de la température ambiante ($T_g = 25,7$ °C). De ce fait, la résine PA66 contenue dans les éprouvettes [(0/90)₃] pour lesquelles l'échauffement est très limité (inférieur à 4 °C) est dans un état de transition entre l'état caoutchoutique et l'état vitreux. À l'inverse, pour les éprouvettes [(±45)₃], l'échauffement étant important dès les premiers cycles de l'essai, la matrice évolue vers un état caoutchoutique dès les premiers instants de l'essai de fatigue.

2.3. Localisation de l'endommagement

La localisation de l'endommagement au cours des essais de fatigue a été réalisée par deux techniques complémentaires : la thermographie infrarouge et l'émission acoustique.

En effet, l'instrumentation des essais de fatigue par une caméra infrarouge permet l'obtention de cartographies de variation de température révélant la présence de zones d'échauffement plus ou moins localisées. Ces cartographies représentent, en chaque point de l'éprouvette, la température mesurée en surface moins la température moyenne initiale au début de l'essai.

Dans le cas d'une éprouvette [(0/90)₃] conditionnée à RH50, la Figure 4.14 montre l'apparition d'un point chaud localisé dans les cycles précédents la rupture. Au cours des derniers cycles, la température en ce point continue d'augmenter, jusqu'à mener à la rupture finale du matériau.

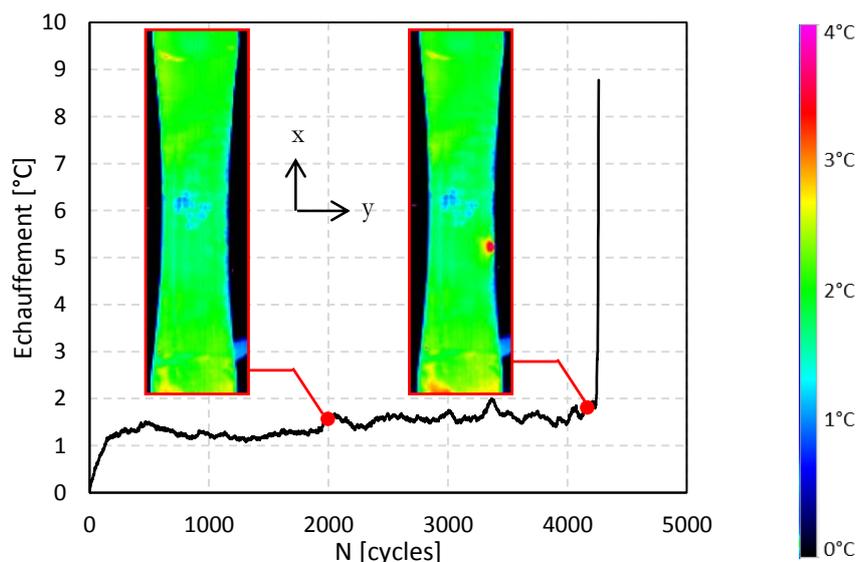


Figure 4.14 : Cartographies de variation de température au cours d'un essai fatigue sur une éprouvette de GFRPA66 [(0/90)₃] à RH50 et sollicitée à $\sigma^{\max} = 55 \% \sigma_u$ ($N_f = 4261$ cycles).

À l'inverse, il apparaît sur la Figure 4.15 que dans le cas d'une éprouvette [(±45)₃], l'élévation de la température de surface survient sur toute la partie centrale de l'éprouvette, dès les premiers instants de l'essai. Cette élévation de la température est en partie due à l'orientation des fibres dans ce type d'empilement. En effet, la présence de fibres à +45° et -45° par rapport à la direction de sollicitation induit une réorientation des fibres à chaque cycle. Ce réalignement est probablement à l'origine de frottements internes induisant cette élévation homogène de la température dans toute la partie centrale de l'éprouvette.

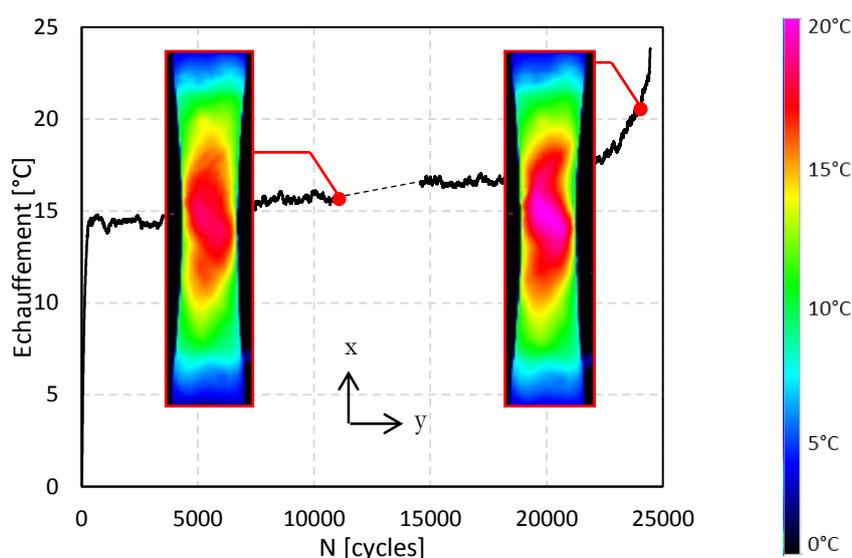


Figure 4.15 : Cartographies de variation de température au cours d'un essai fatigue sur éprouvette GFRPA66 [(±45)₃] à RH50 et sollicitée à $\sigma^{\max} = 50 \% \sigma_u$ ($N_f = 24455$ cycles).

Le suivi des essais de fatigue par thermographie infrarouge montre donc que la rupture finale du matériau est systématiquement précédée d'une élévation de la température, localisée ou non en fonction de la séquence d'empilement considérée.

L'association de la technique d'émission acoustique à la thermographie infrarouge permet en outre de déterminer la nature des endommagements à l'origine de l'échauffement de l'éprouvette. Comme il a été précisé dans la Partie II - Chapitre 4, l'ensemble des événements acoustiques a été partitionné en trois classes par un algorithme des k-moyennes. Chacune d'entre elles a ensuite été associée à un type d'endommagement, à savoir : la fissuration matricielle, l'endommagement des interfaces ou la rupture des fibres.

Par exemple, la Figure 4.16 montre la répartition des événements acoustiques enregistrés au cours d'un essai de fatigue sur éprouvette $[(0/90)_3]$ à RH50 ($\sigma^{\max} = 55 \% \sigma_u$). Les capteurs d'EA sont positionnés aux abscisses 50 mm et 150 mm le long de l'éprouvette. Un échauffement localisé a été enregistré par thermographie IR dans les derniers cycles de l'essai pour $X = 88$ mm. Les résultats d'émission acoustique montrent l'accumulation d'événements associés à des ruptures de fibres pour cette même abscisse. Ceci indique donc que l'échauffement localisé mesuré dans l'éprouvette $[(0/90)_3]$ est dû à des ruptures de fibres qui mèneront à la rupture finale de l'échantillon.

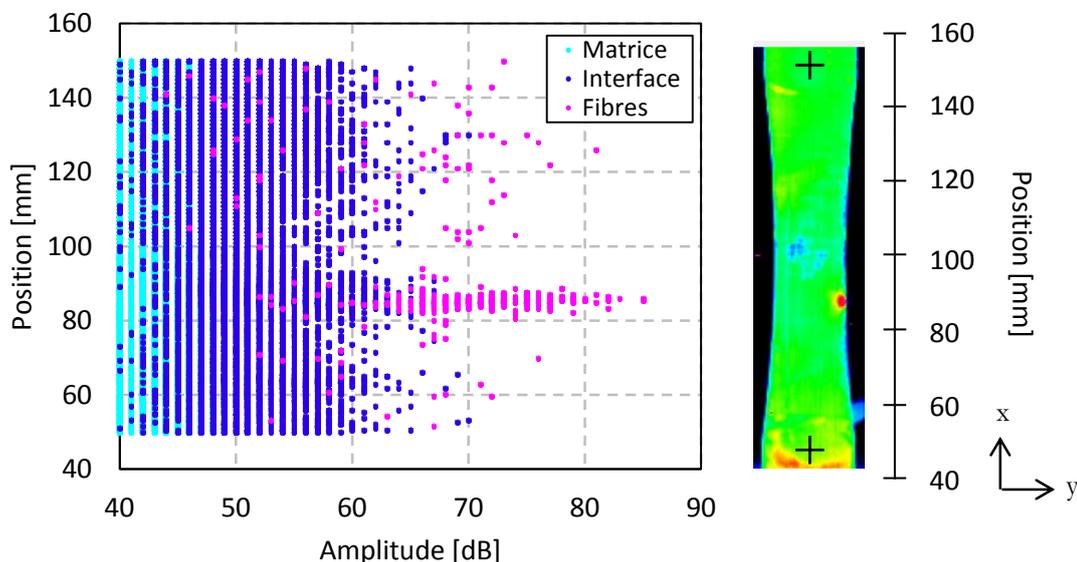


Figure 4.16 : Localisation des événements acoustiques enregistrés au cours d'un essai de fatigue sur une éprouvette $[(0/90)_3]$ conditionnée à RH50 et sollicitée à $\sigma^{\max} = 55 \% \sigma_u$ ($N_f = 4261$). Comparaison avec une cartographie de variation de température obtenue par thermographie IR au 4250^{ème} cycle.

La Figure 4.17 montre la localisation des évènements acoustiques enregistrés au cours d'un essai de fatigue sur une éprouvette $[(\pm 45)_3]$ à RH50 ($\sigma^{\max} = 50 \% \sigma_u$).

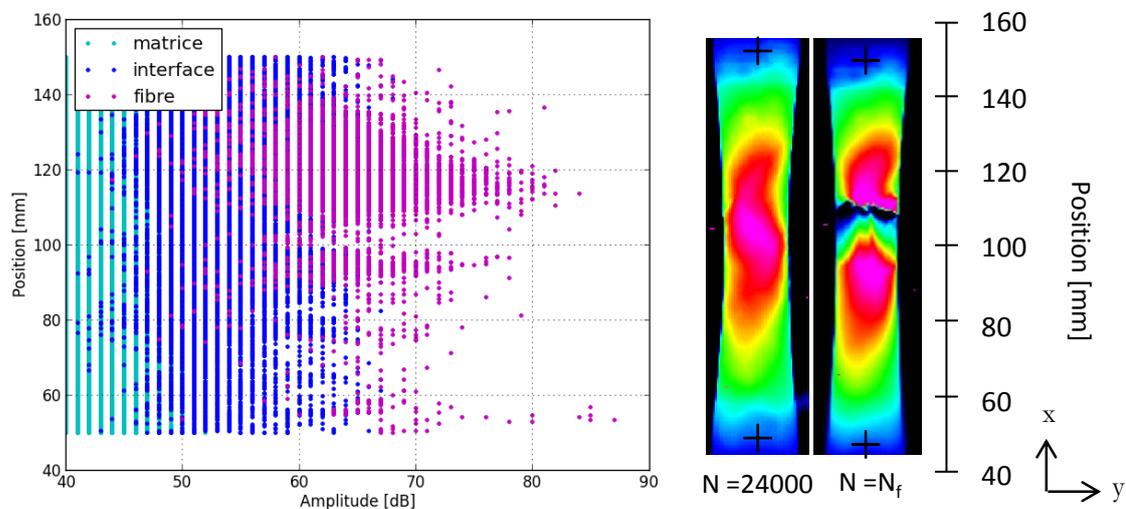


Figure 4.17 : Localisation des évènements acoustiques enregistrés au cours d'un essai de fatigue sur une éprouvette $[(\pm 45)_3]$ conditionnée à RH50 et sollicitée à $\sigma^{\max} = 50 \% \sigma_u$ ($N_f = 24455$). Comparaison avec des cartographies de variation de température obtenue par thermographie IR. Contrairement à la séquence d'empilement $[(0/90)_3]$, les endommagements associés aux ruptures de fibres ne sont pas localisés mais distribués dans toute la partie utile de l'éprouvette. Ce résultat est cohérent avec les cartographies de variation de température enregistrées sur cette séquence d'empilement. On observe néanmoins une accumulation d'évènements acoustiques liés aux fibres à proximité de la zone de rupture de l'éprouvette (Figure 4.17).

Ainsi, l'association des techniques d'émission acoustique et de thermographie infrarouge permet d'affirmer que l'augmentation de la température de surface de l'éprouvette est due à une accumulation de l'endommagement. En particulier, les ruptures de fibres semblent être fortement liées au phénomène d'élévation de la température, et ce sont elles qui mèneront finalement à la rupture de l'échantillon.

2.4. Évolution des différents types d'endommagement

Pour toutes les configurations étudiées et pour chaque niveau de chargement testé, les essais de fatigue ont été suivis par émission acoustique. L'analyse de ces enregistrements permet de suivre l'évolution des différentes classes d'endommagement : matrice, interface et fibres.

La Figure 4.18 présente par exemple l'évolution du nombre cumulé d'évènements acoustiques enregistrés pour chacune des classes d'endommagement pour des éprouvettes $[(\pm 45)_3]$ et

$[(0/90)_3]$ conditionnées à RH0, RH50 et RH100 dans le cas d'une sollicitation à 50 % de la contrainte à rupture.

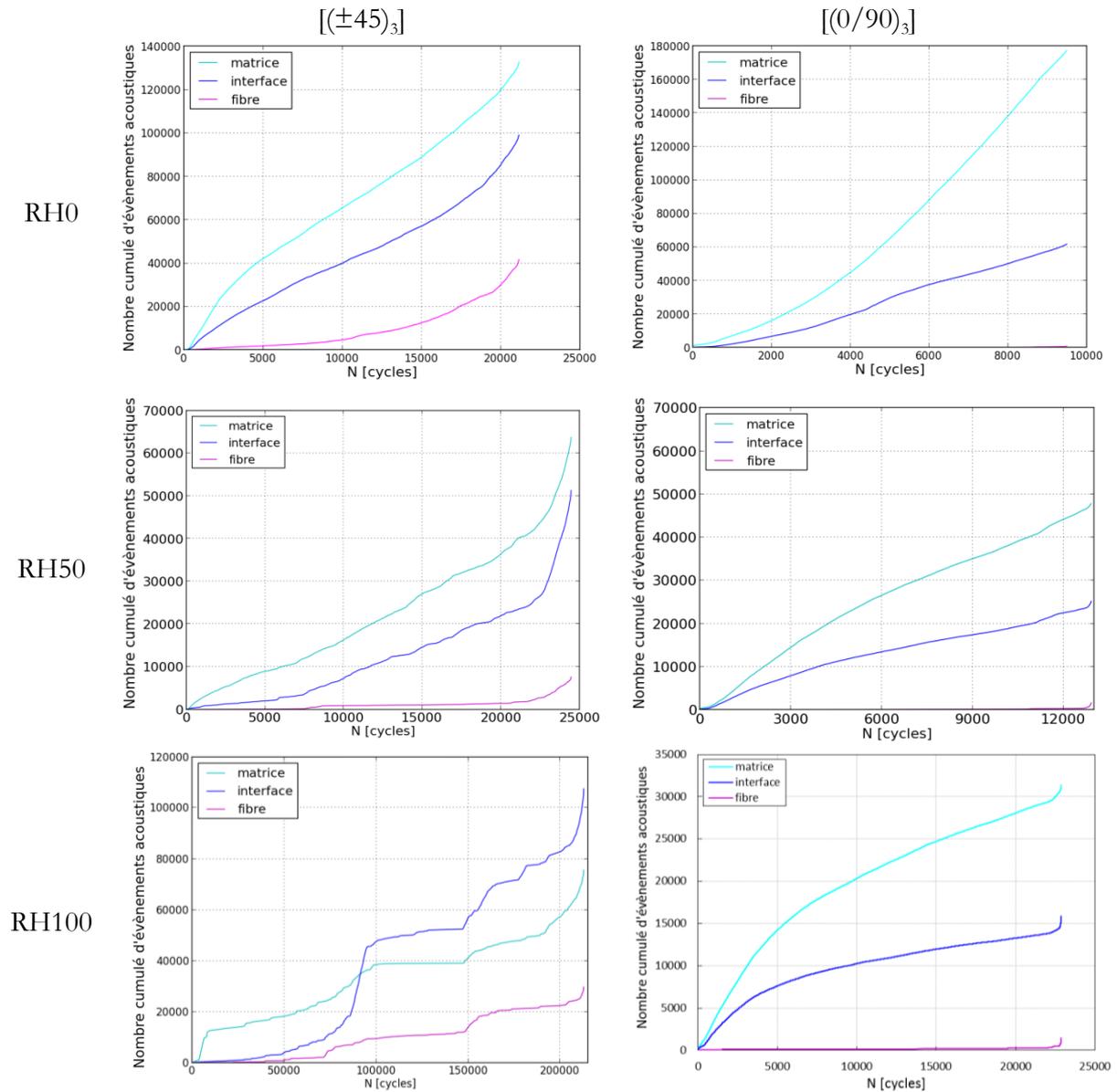


Figure 4.18 : Nombre cumulé d'événements acoustiques des trois classes d'endommagement pour des éprouvettes $[(\pm 45)_3]$ et $[(0/90)_3]$ conditionnées à RH50 et sollicitées en fatigue à

$$\sigma^{\max} = 50 \% \sigma_u.$$

L'ensemble des enregistrements effectués montre que les évolutions du nombre d'événements par classe dépendent fortement de la séquence d'empilement, du conditionnement et du niveau de chargement appliqué. Le seul point commun à toutes les configurations étudiées du point de vue de l'activité acoustique est que le nombre d'événements liés aux fibres est toujours significativement plus faible que celui lié à la matrice ou aux interfaces.

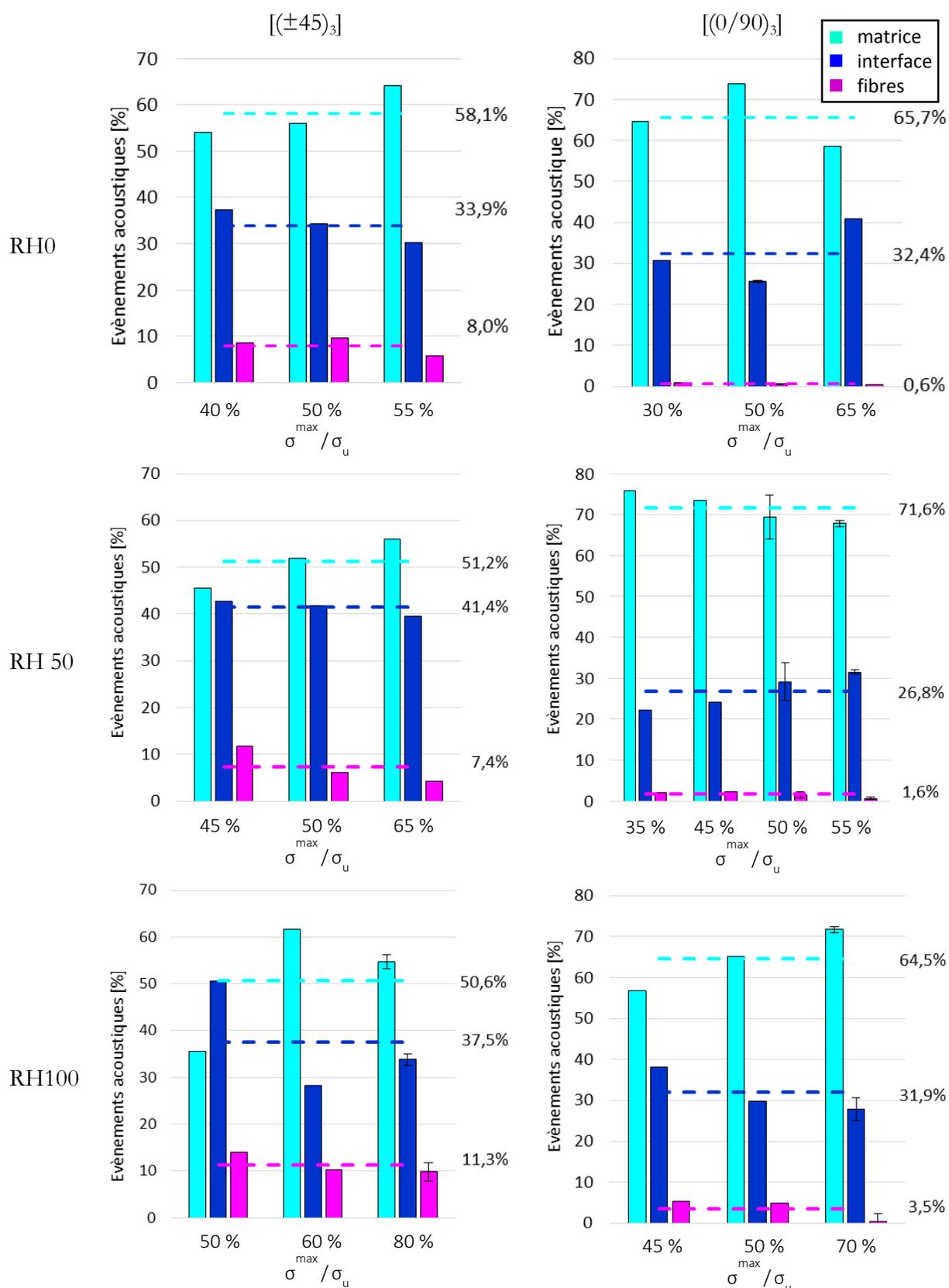


Figure 4.19 : Répartition des événements acoustiques à la rupture par classe d'endommagement pour trois niveaux de chargement à RH0, RH50 et RH100 pour les composites $[(\pm 45)_3]$ et $[(0/90)_3]$.

2.4.1. Répartition des classes à la rupture

Pour faire une comparaison systématique des différentes configurations, on s'intéresse plus particulièrement à la répartition des événements dans chaque catégorie d'endommagement au moment de la rupture. La Figure 4.19 présente le pourcentage de fissuration matricielle, d'endommagement des interfaces et de ruptures de fibres pour les séquences d'empilement $[(0/90)_3]$ et $[(\pm 45)_3]$. Pour chaque configuration, trois à quatre niveaux de chargement sont considérés. Pour chaque classe d'endommagement, les lignes horizontales en pointillés correspondent au pourcentage d'évènements moyenné sur les niveaux de chargement étudiés. Lorsque plusieurs essais sont disponibles pour un même niveau de chargement, la dispersion des résultats est indiquée par une barre d'erreur.

Influence de la séquence d'empilement

Le Tableau 4.2 présente les valeurs moyennées sur tous les conditionnements et tous les niveaux de chargement de la proportion de chaque classe d'évènements acoustiques au moment de la rupture pour les séquences d'empilement $[(\pm 45)_3]$ et $[(0/90)_3]$. On observe que l'endommagement des interfaces et des fibres est plus important pour l'empilement $[(\pm 45)_3]$ que pour le $[(0/90)_3]$, quel que soit le conditionnement. À l'inverse, la proportion d'évènements liés à la matrice est systématiquement moins importante pour l'empilement $[(\pm 45)_3]$ que pour le $[(0/90)_3]$ (Tableau 4.2).

	$[(\pm 45)_3]$	$[(0/90)_3]$
Matrice [%]	$52,5 \pm 2,1$	$67,3 \pm 2,9$
Interface [%]	$37,8 \pm 2,4$	$30,4 \pm 2,4$
Fibres [%]	$9,5 \pm 1,4$	$1,9 \pm 1,4$

Tableau 4.2 : Influence de la séquence d'empilement sur la répartition des évènements acoustiques. Valeurs moyennées sur tous les conditionnements et niveaux de chargement.

Influence du taux d'humidité

On constate sur la Figure 4.19, en considérant les valeurs moyennées sur tous les cas de chargement, que l'augmentation du taux d'humidité a tendance à réduire l'activité acoustique liée à la fissuration matricielle.

Le Tableau 4.3 présente par exemple une comparaison du pourcentage d'évènements liés à la matrice, aux interfaces et aux fibres pour une sollicitation en fatigue telle que $\sigma^{\max} = 50 \% \sigma_u$. Les

résultats montrent que, indépendamment de la séquence d'empilement, l'augmentation du taux d'humidité implique la baisse de l'activité acoustique de la matrice d'une part et la hausse de l'activité acoustique des interfaces d'autre part. Le nombre de ruptures de fibres a également tendance à croître avec l'augmentation du taux d'humidité.

$\sigma^{max}/\sigma_u = 50\%$	[[± 45] ₃]			[(0/90) ₃]		
	RH0	RH50	RH100	RH0	RH50	RH100
Matrice [%]	56,0	52,0	35,5	73,9	69,4	65,2
Interface [%]	34,2	41,8	50,5	25,6	29,1	29,9
Fibres [%]	9,7	6,2	13,9	0,5	1,4	5,0

Tableau 4.3 : Répartition des évènements acoustiques par classe d'endommagement pour un niveau de chargement équivalent. Influence du conditionnement.

Influence du niveau de chargement

La Figure 4.19 montre que, dans quasiment toutes les configurations, le nombre d'évènements relatifs à la rupture des fibres est d'autant plus important que le niveau de chargement appliqué est faible.

En revanche, il est plus difficile de statuer sur l'influence de σ^{max} sur la fissuration matricielle et l'endommagement des interfaces. Pour l'empilement [(0/90)₃], il semblerait que le niveau de chargement n'ait pas d'influence sur l'endommagement matriciel et aux interfaces. Pour le composite [[± 45]₃], l'augmentation de σ^{max} a tendance à augmenter la proportion d'évènements liés à l'endommagement matriciel et à diminuer celle des interfaces.

2.4.2. Seuils d'endommagement

De façon analogue à l'étude réalisée en traction monotone, on considère que le seuil d'endommagement pour le mécanisme considéré est dépassé lorsqu'on atteint 5 % du nombre total d'évènements de la classe considérée. On note alors $N^{5\%}$ le cycle pour lequel ce pourcentage est atteint. Le Tableau 4.4 détaille les valeurs de $N^{5\%}$ normalisées par le nombre de cycles à rupture pour toutes les configurations de l'étude. Pour chacune d'entre elles, trois niveaux de chargement sont étudiés tels que l'on ait un niveau avec σ^{max} inférieur à 50 % de σ_u , un autre avec σ^{max} environ égal à 50 % de σ_u et un dernier avec σ^{max} supérieur à 50 % de σ_u .

$N^{5\%} / N_f$ [%]		[(±45) ₃]			[(0/90) ₃]		
		Matrice	Interfaces	Fibres	Matrice	Interfaces	Fibres
RH0	σ^{\max} / σ_u < 50 %	6	43	72	9	19	76
	σ^{\max} / σ_u = 50 %	4	6	67	13	13	54
	σ^{\max} / σ_u > 50 %	7	8	13	2	11	28
	Moyenne	6	19	51	8	14	53
RH50	σ^{\max} / σ_u < 50 %	1	15	38	2	2	35
	σ^{\max} / σ_u = 50 %	5	24	32	5	5	36
	σ^{\max} / σ_u > 50 %	3	2	2	9	11	28
	Moyenne	3	14	24	6	6	33
RH100	σ^{\max} / σ_u < 50 %	2	27	25	3	5	48
	σ^{\max} / σ_u = 50 %	3	2	3	2	2	4
	σ^{\max} / σ_u > 50 %	4	1	1	8	7	5
	Moyenne	3	10	10	4	5	19

Tableau 4.4 : Seuils d'endommagement pour chacune des classes d'évènements acoustiques enregistrés pour trois niveaux de chargement en fatigue et en moyenne pour les empilements GFRPA66 [(±45)₃] et [(0/90)₃].

L'ordre d'apparition des classes d'endommagement est commun à toutes les configurations étudiées : d'abord la classe « matrice » puis la classe « interface » et enfin la classe « fibres ». Sur

les bases des valeurs indiquées dans le Tableau 4.4 il est possible de calculer les seuils d'apparition pour chaque catégorie d'endommagement, moyennés sur les trois conditionnements, les trois niveaux de chargement et les deux séquences d'empilement. Ainsi, la fissuration de la matrice intervient dès le début de la sollicitation cyclique, à un niveau d'avancement moyen de $5 \% \pm 2 \%$. On observe ensuite l'apparition de l'endommagement des interfaces à un niveau moyen de $11 \% \pm 4 \%$. Enfin, les ruptures de fibres font leur apparition à $32 \% \pm 11 \%$ d'avancement de l'essai.

Influence de la séquence d'empilement

Les valeurs de seuils moyennées sur les trois conditionnements et le niveau de chargement sont regroupées dans le Tableau 4.5.

$N^{5\%} / N_f$ [%]	$[(\pm 45)_3]$	$[(0/90)_3]$
Matrice	4 ± 1	6 ± 1
Interface	14 ± 3	8 ± 4
Fibres	28 ± 15	35 ± 11

Tableau 4.5 : Influence de la séquence d'empilement sur les seuils d'endommagement des trois classes d'évènements acoustiques. Valeurs moyennées sur tous les conditionnements et les niveaux de chargement.

On voit dans le Tableau 4.5 que l'endommagement de la matrice et des fibres survient plus tôt pour l'empilement $[(\pm 45)_3]$ que pour l'empilement $[(0/90)_3]$. L'endommagement des interfaces est quant à lui plus tardif dans le cas de la séquence d'empilement $[(\pm 45)_3]$.

Influence du taux d'humidité

Pour toutes les configurations étudiées, l'augmentation du taux d'humidité précipite l'apparition des trois catégories d'endommagement (Tableau 4.4). Par exemple, si on considère la séquence d'empilement $[(0/90)_3]$ dans le cas d'une sollicitation égale à 50 % de la contrainte à rupture, les seuils d'endommagement de la classe « interfaces » pour les conditionnements RH0, RH50 et RH100 sont respectivement 13 %, 5 % et 2 %.

Influence du niveau de chargement

En règle générale, l'augmentation du niveau de chargement n'influence que très peu le seuil d'endommagement matriciel, ce dernier étant dans tous les cas relativement bas. L'effet est

cependant plus marqué sur l'endommagement des interfaces et des fibres. En effet, l'augmentation de σ^{\max} induit une importante diminution des seuils d'apparition de ces catégories d'endommagement. Par exemple, pour le composite $[(0/90)_3]$ conditionné à RH50, pour une contrainte de fatigue appliquée telle que $\sigma^{\max}/\sigma_u < 50\%$, le seuil d'endommagement des fibres est de 35 % tandis qu'il est de 28 % pour $\sigma^{\max}/\sigma_u > 50\%$ (Tableau 4.4).

2.5. Observations lors d'essais interrompus

Des essais de fatigue interrompus ont été menés à un niveau de chargement tel que σ^{\max} est égal à 50 % de σ_u sur éprouvettes $[(0/90)_3]$ et $[(\pm 45)_3]$, conditionnées à RH50. Trois niveaux d'avancement ont été choisis de façon à étudier les types d'endommagement qui se développent dans le matériau au cours de la sollicitation cyclique : 5 %, 50 % et 85 % du nombre de cycles à rupture.

Les observations sont faites au microscope optique suivant deux plans de coupe définis sur la Figure 4.20. La coupe AA' permet d'observer la tranche de l'éprouvette tandis que la coupe BB' permet d'observer le matériau à cœur.

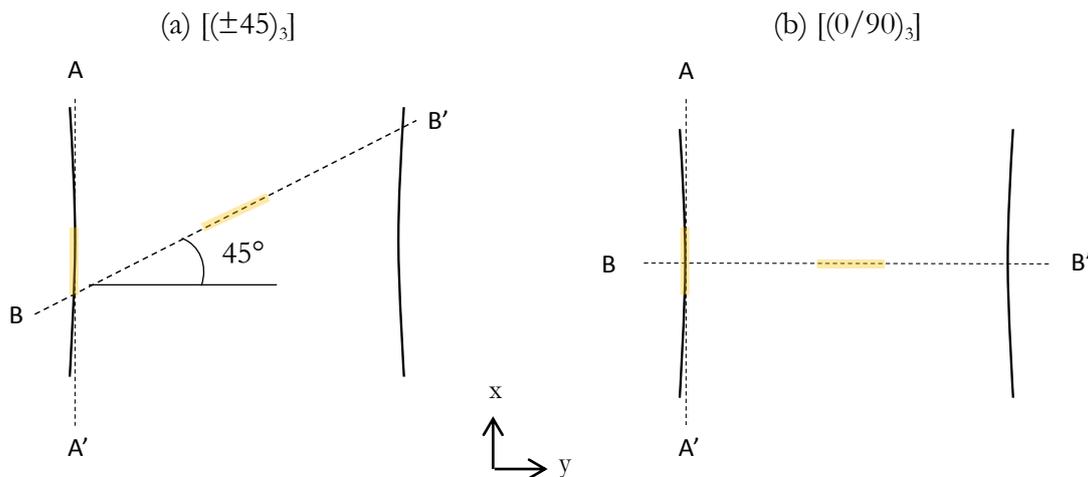


Figure 4.20 : Définition des coupes d'observation longitudinales et transverses pour les séquences d'empilement (a) $[(\pm 45)_3]$ et (b) $[(0/90)_3]$

Les observations faites sur les éprouvettes $[(0/90)_3]$ montrent l'apparition de décohésions fibres / matrice dès 5 % d'avancement de l'essai (Figure 4.21a) dans les deux plans de coupe. Cela montre que les décohésions se développent à la fois dans les torons de chaîne et de trame.

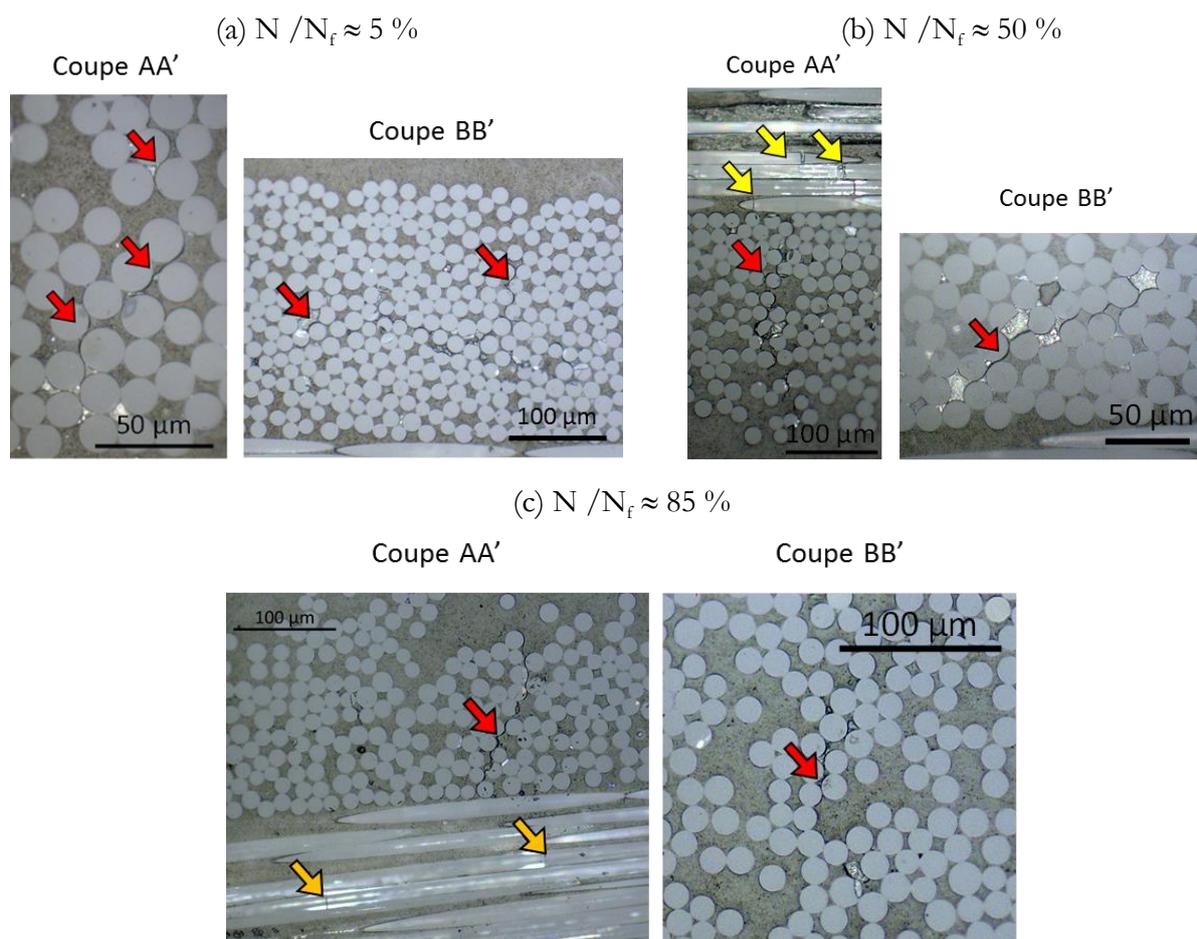


Figure 4.21 : Observations microscopiques en coupe AA' et BB' de trois éprouvettes RH50 $[(0/90)_3]$ pour des essais de fatigue à $\sigma^{\max} = 50 \% \sigma_c$, interrompus à 5 %, 50 % et 85 % d'avancement.

Néanmoins, celles-ci ne se propagent pas dans tout le toron et restent confinées autour de deux ou trois fibres. À 50 % d'avancement de l'essai, les décohésions se sont propagées et occupent maintenant toute la largeur du toron. On observe également l'apparition de ruptures de fibres longitudinales. Les observations faites à 85 % d'avancement de l'essai ne mettent pas en évidence de nouveaux mécanismes d'endommagements.

Les observations faites sur les éprouvettes $[(\pm 45)_3]$ montrent dès 5 % d'avancement la présence de longues fissures au sein des torons de chaîne et de trame (Figure 4.22a). Ces fissures résultent de la coalescence des décohésions fibres / matrice et deviennent de plus en plus nombreuses au cours de l'essai. De façon analogue à la séquence d'empilement $[(0/90)_3]$, les ruptures de fibres sont observées à partir de 50 % d'avancement de l'essai.

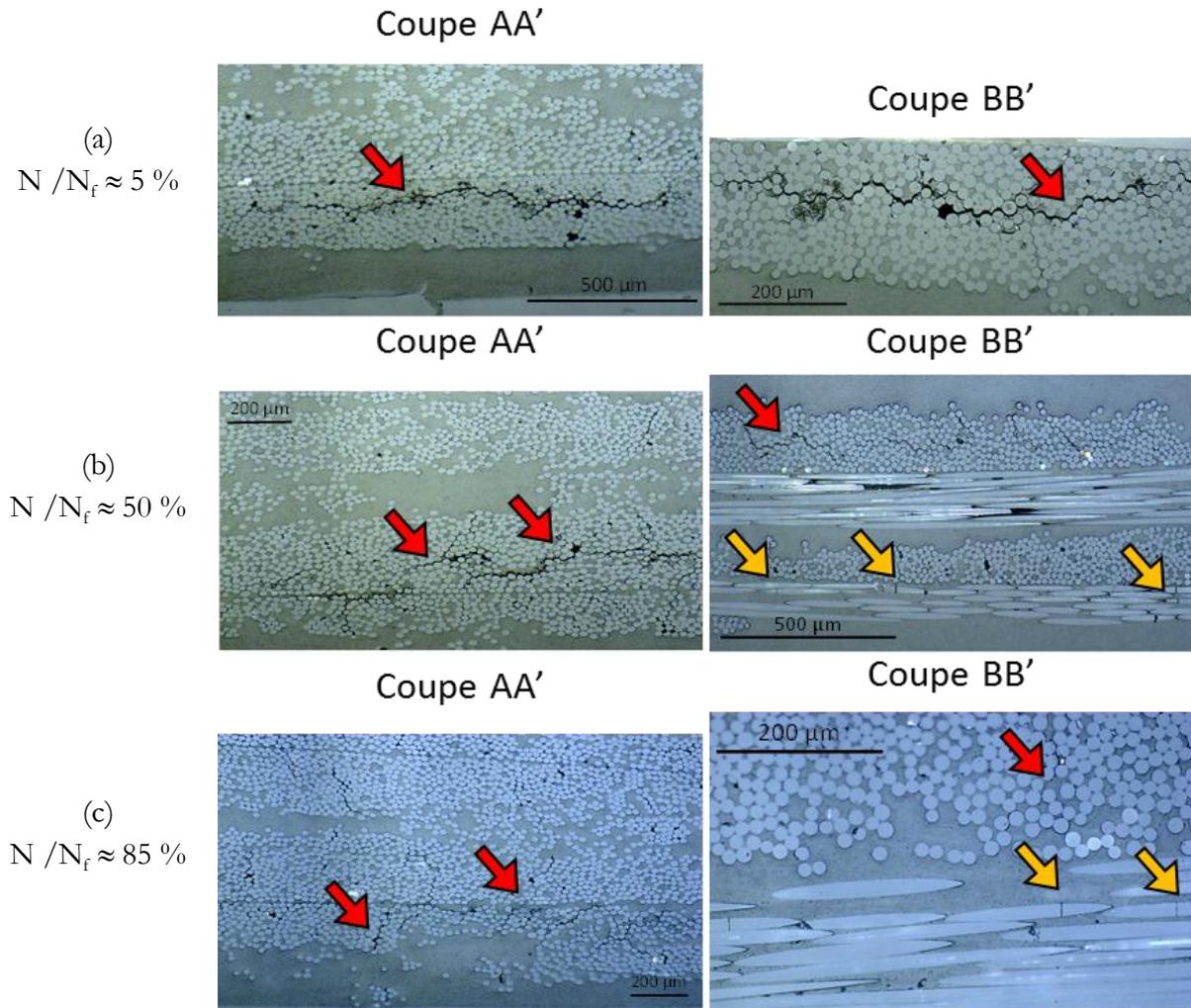


Figure 4.22 : Observations microscopiques en coupe AA' et BB' de trois éprouvettes RH50 $[(\pm 45)_3]$ pour des essais de fatigue à $\sigma^{\max} = 50\% \sigma_u$ interrompus à 5 %, 50 % et 85 % d'avancement.

2.6. Observations des faciès de rupture

Un examen visuel des éprouvettes de composite tissé verre / PA66 sollicitées en fatigue à $\sigma^{\max} = 50\% \sigma_u$, $f = 1$ Hz et $R = 0,1$ permet d'observer la localisation de la rupture pour toutes les configurations étudiées. La Figure 4.23a montre que les éprouvettes $[(\pm 45)_3]$ rompent suivant deux directions préférentielles à $\pm 45^\circ$ par rapport à la direction de sollicitation. On observe également qu'une augmentation du taux d'humidité induit une légère augmentation de l'élongation de l'éprouvette. La Figure 4.23b montre que les éprouvettes $[(0/90)_3]$ présentent une rupture perpendiculaire à la direction de sollicitation. Contrairement à la séquence d'empilement $[(\pm 45)_3]$, l'augmentation du taux d'humidité n'a pas de conséquence visible sur l'élongation de l'éprouvette.

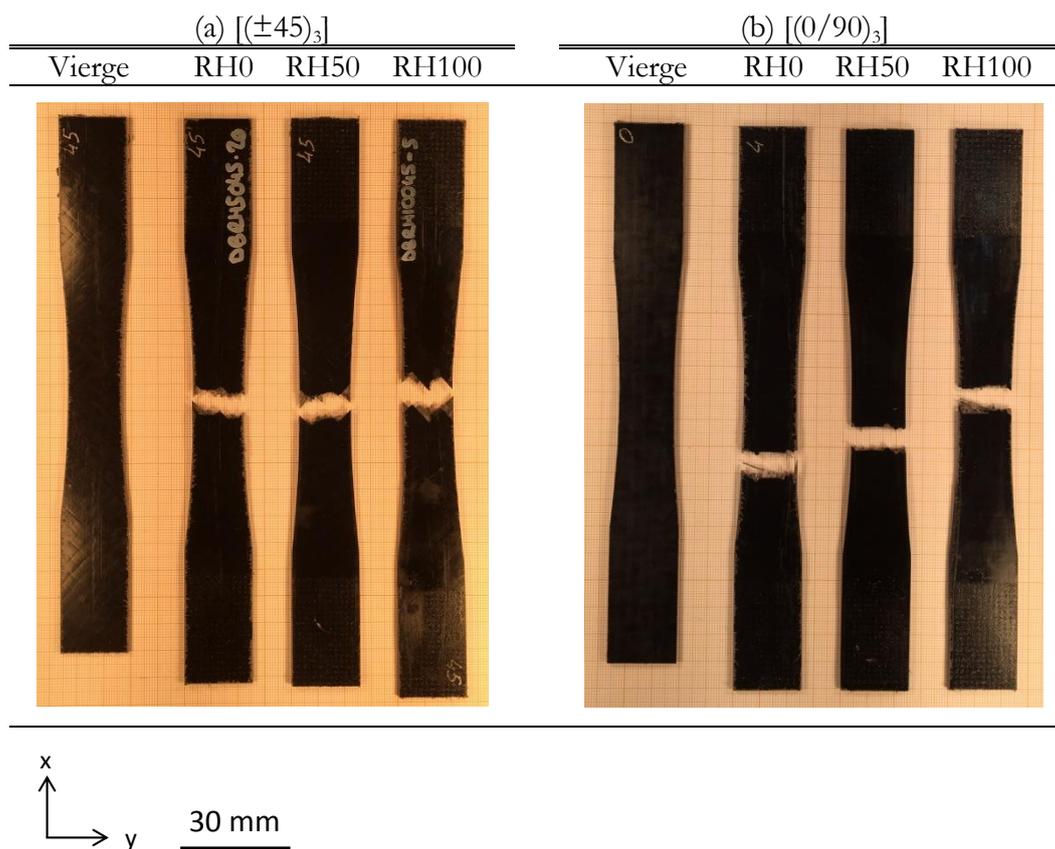


Figure 4.23 : Rupture sous sollicitation cyclique à $\sigma^{\max} = 50 \% \sigma_u$, $f = 1 \text{ Hz}$ et $R = 0,1$ du composite GFRPA66 pour les empilements (a) $[(\pm 45)_3]$ et (b) $[(0/90)_3]$ à RH0, RH50 et RH100.

Les faciès de rupture des éprouvettes $[(0/90)_3]$ et $[(\pm 45)_3]$ conditionnées à RH0, RH50 et RH100 ont été observés au MEB. Ces observations ont permis la mise en évidence des modes de rupture du composite GFRPA66.

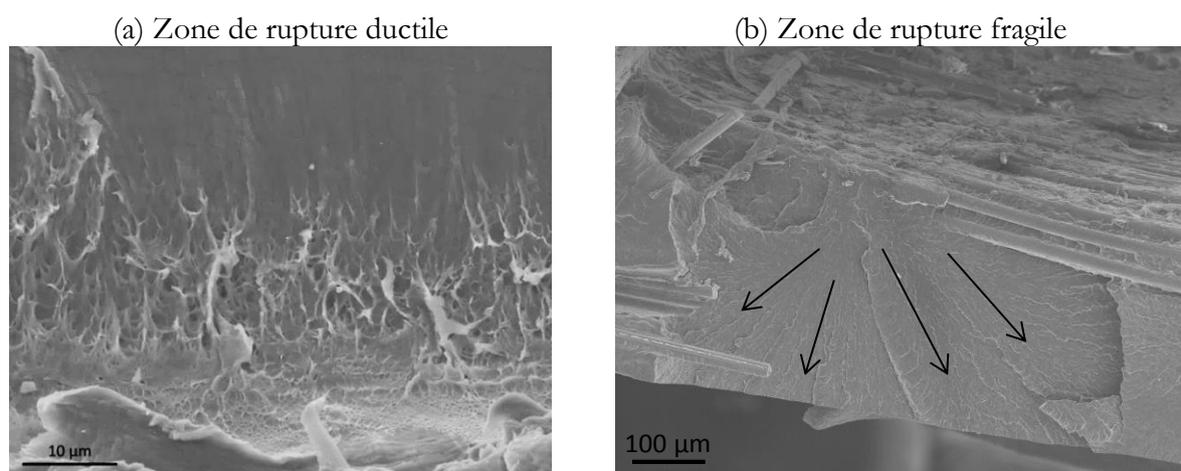


Figure 4.24 : Observations de zones de rupture (a) ductile et (b) fragile dans les zones riches en matrice d'un composite tissé verre / PA66 $[(0/90)_3]$ à RH100 après rupture en fatigue à

$$\sigma^{\max} = 40 \% \sigma_u.$$

Indépendamment du taux d'humidité contenu dans l'éprouvette observée, les zones riches en résine PA66 montrent la coexistence de deux modes de rupture. En effet, certaines zones présentent une rupture très ductile (Figure 4.24a) tandis que d'autres montrent une rupture fragile, caractérisée par des fissures en rivière (Figure 4.24b). Ces fissures se développent dans des plans différents et indiquent la direction de propagation de la fissure.

Dans les zones riches en matrice, on observe également la présence de stries de fatigue (Figure 4.25a). Ce type d'endommagement a précédemment été mis en évidence dans le cas d'un composite à matrice PA66 renforcé de fibres courtes [Karger-Kocsis & Friedrich, 1988].

L'observation des torons de fibres a permis de mettre en évidence la coexistence de deux types d'endommagement des fibres de verre au sein du toron (Figure 4.25b).

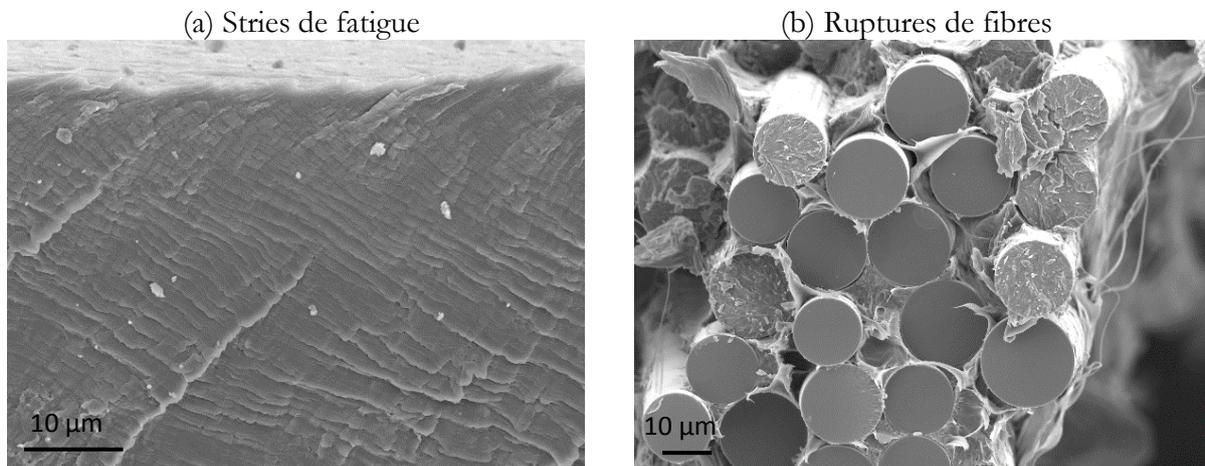


Figure 4.25 : Observations de stries de fatigue dans les zones riches en matrice et du faciès de rupture des fibres du composite tissé verre / PA66 [(0/90)₃] à RH0 après rupture en fatigue à $\sigma^{\max} = 30 \% \sigma_u$.

Certaines fibres présentent un faciès de rupture lisse : il s'agit d'une rupture fragile du verre suivant un seul plan de clivage [Morton & Hearle, 2008]. À l'inverse, on observe des fibres présentant un faciès faisant apparaître deux zones distinctes (Figure 4.26a) : une zone ayant un aspect « miroir » (①) et une zone de propagation de fissures radiales (②). Ce type de rupture a précédemment été étudié par Purslow [Purslow, 1981; Purslow, 1988] pour un composite à matrice PEEK renforcé de fibres de carbone courtes. L'auteur développe le concept de DAFF (*Directly Attributable Fibre Failures*), permettant de déterminer le scénario de rupture des fibres alignées avec la direction de sollicitation (Figure 4.26b). La zone miroir située au bord de la fibre est identifiée comme l'amorce de la rupture. Des fissures radiales se propagent ensuite depuis cette zone vers le pourtour de la fibre. Lorsqu'elles atteignent une fibre adjacente, ces fissures créent une nouvelle zone d'amorce. Dès lors, il est possible de suivre le scénario de rupture des

fibres au sein du toron. Ce type de rupture survient lorsque la fissure se propage préférentiellement d'une fibre à l'autre plutôt qu'à travers la couche de résine située à l'interface.

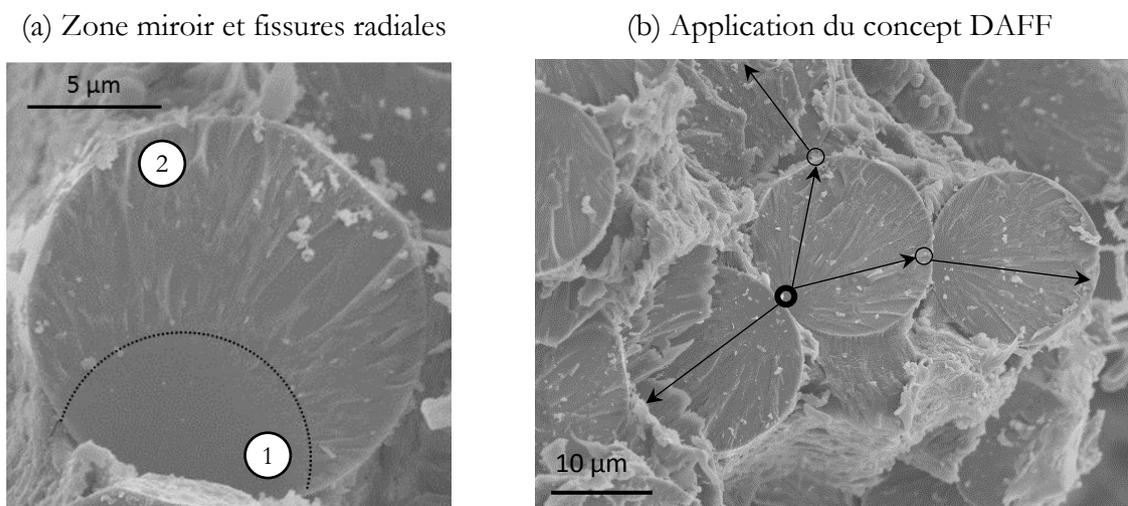


Figure 4.26 : Faciès de rupture des fibres de verre observées sur le composite GFRPA66 $[(0/90)_3]$ à RH100 après rupture en fatigue à $\sigma^{\max} = 40 \% \sigma_u$. (a) Zone miroir et fissures radiales
(b) Application du concept de DAFF.

Si l'influence du conditionnement n'est pas visible sur les zones riches en matrice et les fibres, l'observation des interfaces torons / matrice montre une meilleure adhésion de la résine PA66 aux fibres dans le cas du composite conditionné à RH0 (Figure 4.27a). À RH100 à l'inverse, une grande partie des fibres se retrouve à nu, sans couche de résine résiduelle (Figure 4.27b).

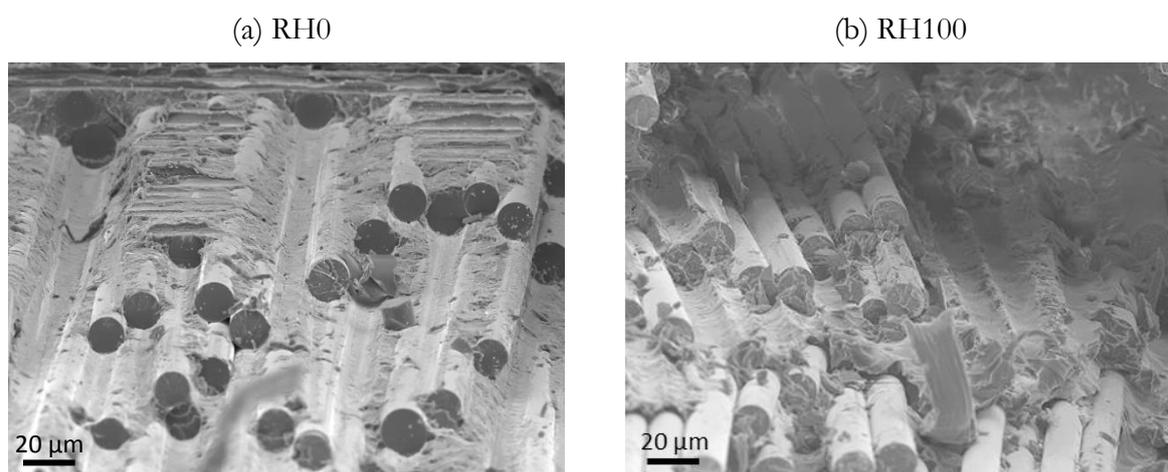


Figure 4.27 : Observation de la dégradation des interfaces due à la présence d'eau dans le composite GFRPA66 $[(0/90)_3]$ (a) conditionné à RH0 et sollicité à $\sigma^{\max} = 30 \% \sigma_u$ et (b) conditionné à RH100 et sollicité à $\sigma^{\max} = 40 \% \sigma_u$.

2.7. Analyse et discussion

Chronologie de l'endommagement

L'ensemble des résultats présentés dans ce chapitre permet de proposer une chronologie de l'endommagement du composite GFRPA66 au cours d'un essai de fatigue. La Figure 4.28 montre la superposition des courbes d'évolution du module sécant, de l'échauffement et du nombre total d'évènements acoustiques pour des éprouvettes $[(0/90)_3]$ et $[(\pm 45)_3]$ conditionnées à RH50 et sollicitées à 50 % de la contrainte à rupture du matériau. On observe alors que la température, le module sécant et l'émission acoustique suivent globalement la même évolution en trois phases.

La phase I est relativement courte puisqu'elle s'achève pour un rapport N/N_f environ égal à 5 %. Elle est caractérisée par une augmentation rapide de la température de surface de l'éprouvette et une chute du module sécant. Les observations sur essai interrompu ont montré que quelques décohésions fibres / matrice se développent dans le matériau sur cette période (Figure 4.21a et 4.22a). Les seuils d'endommagement de la matrice et des interfaces ont été trouvés égaux ou supérieurs à 5 % (Tableau 4.4). Ainsi, cette phase est caractérisée par l'apparition des tout premiers endommagements, à savoir les décohésions fibres / matrice, néanmoins, ces endommagements restent peu nombreux et ne représentent qu'une partie négligeable de l'endommagement global du matériau.

La phase II correspond à une diminution constante du module sécant ainsi qu'une légère augmentation de la température de surface de l'éprouvette. L'activité acoustique augmente elle aussi progressivement sur cette période. Cette phase est attribuée à la propagation des endommagements : les observations faites sur essai interrompu à 50 % d'avancement ont mis en évidence la coalescence des décohésions fibres / matrice au sein des torons et l'apparition des ruptures de fibres (Figure 4.21b et 4.22b). Ces observations sont cohérentes avec les valeurs de seuil d'endommagement déterminées pour les fibres par émission acoustique ($N^{50\%} / N_f = 36\%$ pour le $[(0/90)_3]$ et $N^{50\%} / N_f = 32\%$ pour le $[(\pm 45)_3]$). Concernant l'endommagement matriciel, il convient de souligner que malgré une activité acoustique importante, aucune macro-fissure n'a été observée. Ainsi, les évènements liés à la matrice correspondent plutôt à des micro-endommagements.

La phase III précède la rupture finale du matériau et est caractérisée par une élévation de la température de surface et une chute importante du module sécant. Cette phase correspond à une accélération de l'endommagement, comme en témoigne l'augmentation de l'activité acoustique.

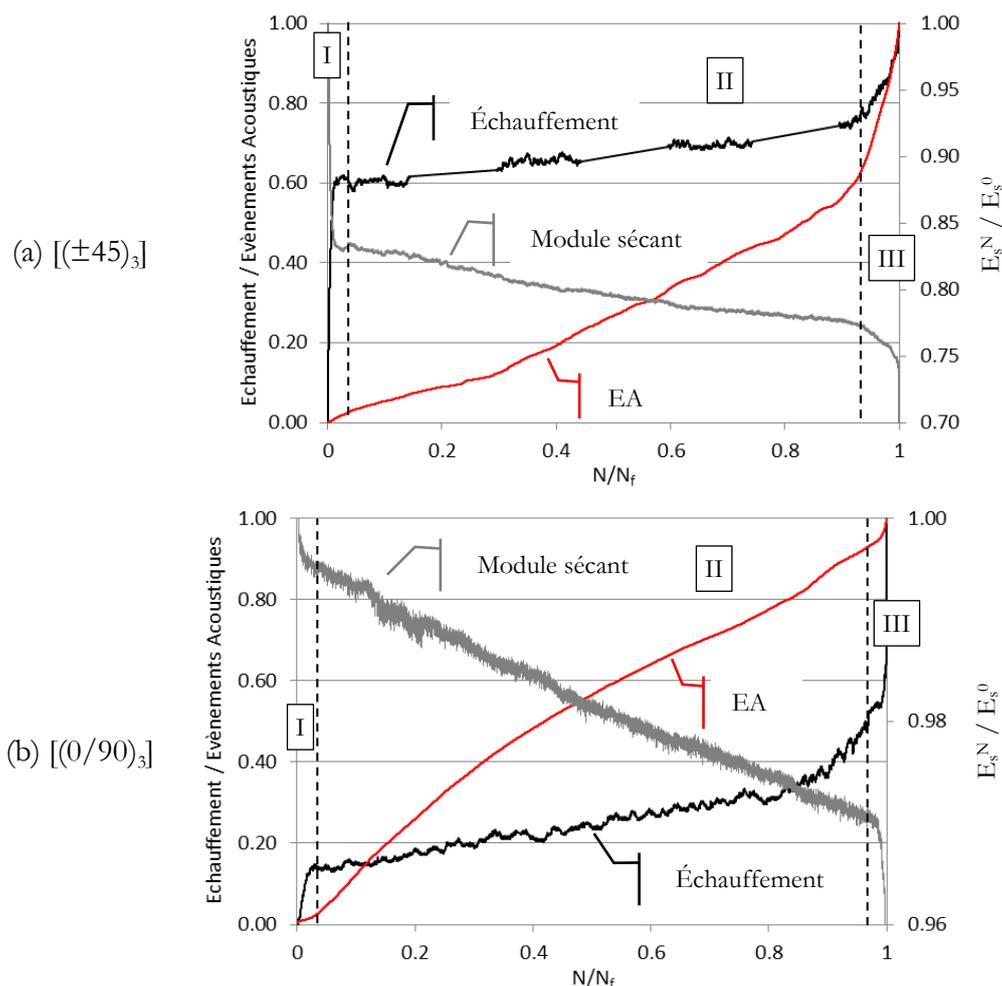


Figure 4.28 : Évolution de l'échauffement, du module sécant et du nombre total d'évènements acoustiques (valeurs normalisées) pour des éprouvettes GFRPA66 $[(\pm 45)_3]$ et $[(0/90)_3]$ conditionnées à RH50 et sollicitées à 50 % de la contrainte à rupture.

Influence du taux d'humidité

En règle générale, l'augmentation du taux d'humidité contenu dans l'éprouvette entraîne une précipitation de l'endommagement (Tableau 4.4).

De plus, à niveau de chargement équivalent, les résultats d'émission acoustique montrent que la présence d'eau diminue l'endommagement matriciel (Tableau 4.3). Ce résultat est à mettre en relation avec l'état microstructural de la matrice PA66 dans le cas d'essais à RH100 (Tableau 4.1). D'une part, à RH100, le polyamide 6,6 est à l'état caoutchoutique, ce qui lui confère une grande capacité de mouvements des segments de chaînes macromoléculaires [Nguyen, 2014]. D'autre part, la présence d'eau induit une plastification de la résine, phénomène qui conduit également à une augmentation de la mobilité des chaînes [Arif et al., 2014; Launay et al., 2013]. Ainsi, lorsque

la matrice est saturée en eau, sa grande capacité à se déformer peut limiter le développement des endommagements matriciels.

La présence d'eau favorise au contraire l'endommagement des interfaces (Tableau 4.3). Ce résultat est confirmé par les observations MEB des faciès de rupture : alors qu'à RH0 on observe la présence de résine autour des fibres après rupture, ce n'est pas le cas à RH100 (Figure 4.27).

Influence de la séquence d'empilement

Les éprouvettes $[(\pm 45)_3]$ se déforment fortement lorsqu'elles sont sollicitées en fatigue (entre 15 % et 70 % en fonction du conditionnement et du niveau de chargement appliqué). Cette déformation est une conséquence de l'orientation des fibres à $\pm 45^\circ$ par rapport à la direction de sollicitation. La désorientation des fibres au cours de chaque cycle favorise également le développement des décohésions fibres / matrice au sein des torons (Figure 4.22). Ainsi, l'endommagement des interfaces occupe une proportion plus importante pour cet empilement que pour les éprouvettes $[(0/90)_3]$ (Figure 4.19). Les frottements issus de la désorientation des fibres associés à un endommagement important des torons induisent une importante élévation de la température de surface des éprouvettes (Figure 4.15).

Les éprouvettes $[(0/90)_3]$ se déforment peu et la perte de rigidité au cours de l'essai est relativement faible (Figure 4.11). En effet, la présence de fibres dans la direction de sollicitation permet de limiter la dégradation des propriétés mécaniques du composite. De ce fait, l'endommagement est très localisé, ce qui se traduit par l'apparition d'un point chaud sur les cartographies de variation de température (Figure 4.14). On observe dans cette zone l'accumulation d'évènements acoustiques et notamment, d'évènements liés à la rupture de fibres (Figure 4.16). L'observation au microscope optique de ces zones d'échauffement local a permis de confirmer la présence de nombreuses fibres longitudinales rompues. De plus, un endommagement important des torons transverses est mis en évidence par l'observation de nombreuses décohésions fibres / matrice (Figure 4.21).

CHAPITRE 3 : MISE EN ÉVIDENCE DU RÔLE PRÉPONDÉRANT DES FIBRES DANS LES ESSAIS À GRAND NOMBRE DE CYCLES

Les essais de fatigue ont souligné l'absence d'influence du conditionnement sur la durée de vie du matériau pour les grands nombres de cycles. En effet, au-delà de 10^4 cycles, on observe un regroupement des courbes de Wöhler des éprouvettes RH0, RH50 et RH100 pour toutes les séquences d'empilement étudiées. Les essais en atmosphère contrôlée ont permis d'éliminer l'hypothèse selon laquelle la perte du conditionnement due à la réalisation des essais de fatigue à température et hygrométrie ambiantes modifierait les durées de vie des éprouvettes RH0 et RH100.

L'analyse de l'endommagement a permis d'étudier l'influence du niveau de chargement sur chacune des configurations. Il apparaît alors que la réduction de la contrainte de fatigue appliquée entraîne une augmentation de la proportion de fibres rompues dans l'éprouvette sollicitée par rapport aux autres types d'endommagement (Tableau 4.4). Ainsi, l'objectif de ce chapitre est d'étudier plus précisément ce phénomène.

3.1. Évolution du nombre d'évènements acoustiques liés aux fibres au cours de l'essai

On s'intéresse à l'évolution du nombre cumulé d'évènements acoustiques liés à la rupture de fibres pour trois niveaux de chargement, répartis de façon à étudier des durées de vie équivalentes à 10^3 , 10^4 et 10^5 cycles.

La Figure 4.29 présente les résultats obtenus pour les trois conditionnements RH0, RH50 et RH100 pour la séquence d'empilement $[(0/90)_3]$. Tout au long de l'essai, on observe un nombre d'évènements liés aux fibres d'autant plus grand que la contrainte de fatigue appliquée est faible. En outre, plus le taux d'humidité contenu dans l'éprouvette est important, plus l'influence du niveau de chargement est marquée. On notera le comportement singulier de l'éprouvette conditionnée à RH100 et sollicitée à 45 % de la contrainte à rupture pour laquelle on observe une très forte augmentation du nombre de ruptures de fibres à la moitié de l'essai.

Les résultats obtenus sur la séquence d'empilement $[(\pm 45)_3]$ sont présentés sur la Figure 4.30. À l'exception des éprouvettes conditionnées à RH0, la réduction de σ^{\max} implique une hausse de l'activité acoustique liée aux fibres. Néanmoins, cette augmentation est surtout visible au-delà du premier tiers de l'essai. Pour les éprouvettes conditionnées à RH0, l'éprouvette sollicitée à 50 % de la contrainte à rupture a une très forte activité acoustique liée aux fibres. Cependant, on

notera qu'une simple réduction de 55 % à 50 % de la contrainte à rupture entraîne une importante différence dans l'allure des courbes d'évolution du nombre d'évènements acoustiques liés aux fibres. Comme pour le $[(0/90)_3]$, on peut noter également une évolution singulière à RH100 pour la contrainte maximum de fatigue la plus faible, avec une augmentation très importante vers la moitié de l'essai.

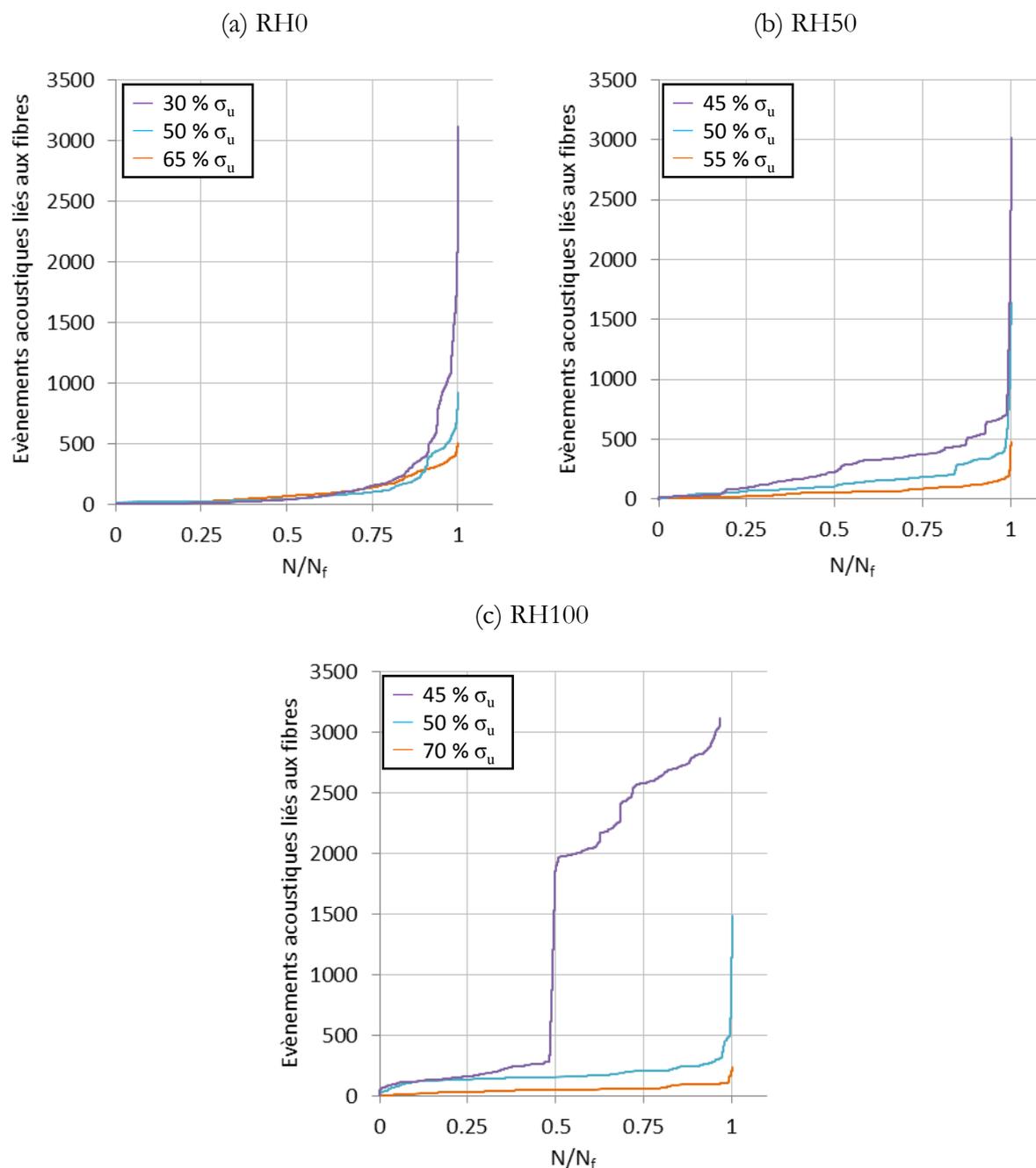


Figure 4.29 : Évolution du nombre cumulé d'évènements acoustiques liés aux fibres en fonction de la contrainte maximum de fatigue appliquée pour des éprouvettes $[(0/90)_3]$ conditionnées à (a) RH0, (b) RH50 et (c) RH100.

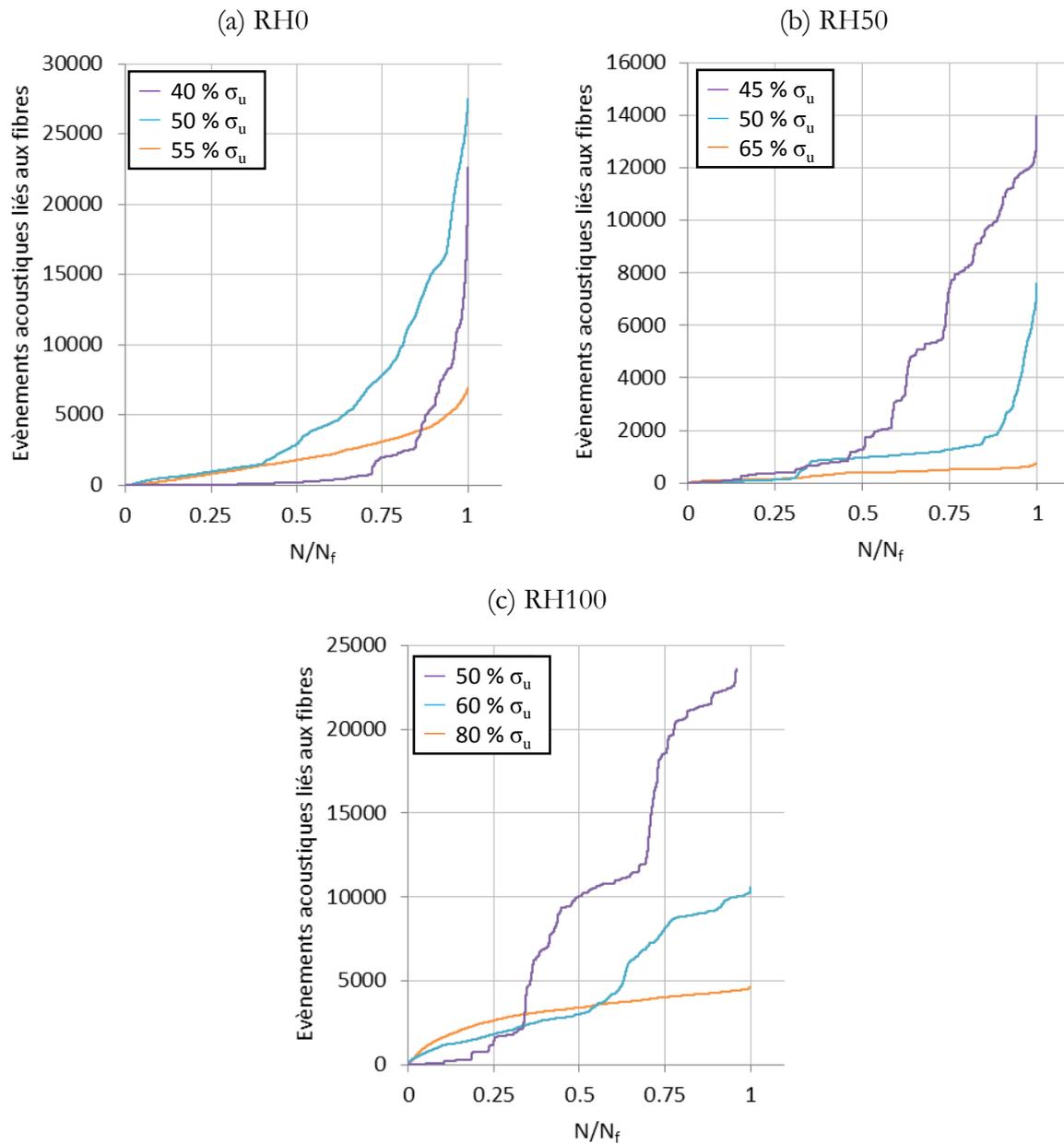


Figure 4.30 : Évolution du nombre cumulé d'évènements acoustiques liés aux fibres en fonction de la contrainte maximum de fatigue appliquée pour des éprouvettes $[(\pm 45)_3]$ conditionnées à (a) RH0, (b) RH50 et (c) RH100.

3.2. Répartition surfacique des ruptures de fibres : observations par microscopie optique

Des essais de fatigue sur éprouvettes conditionnées à RH50 ont été interrompus à la moitié de leur durée de vie. Les séquences d'empilement $[(0/90)_3]$ et $[(\pm 45)_3]$ ont été étudiées pour les trois mêmes niveaux de chargement que précédemment. Après interruption, les éprouvettes sont découpées, polies puis observées au microscope optique de façon à observer à la fois la tranche et le cœur de l'éprouvette (Figure 4.31).

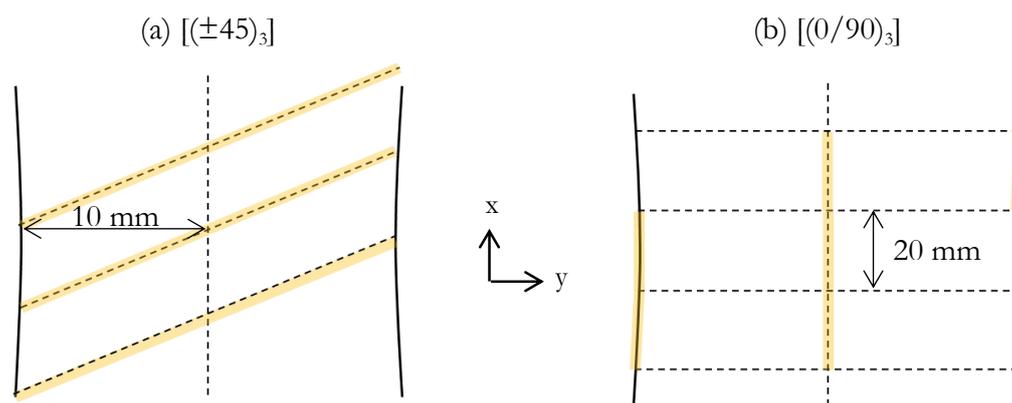


Figure 4.31 : Schéma de découpe des éprouvettes (a) $[(\pm 45)_3]$ et (b) $[(0/90)_3]$. Les zones d'observation au microscope optique sont représentées en jaune.

Le comptage des ruptures de fibres se fait alors en se basant sur ces observations (Figure 4.32). Le nombre de ruptures décomptées est ensuite divisé par la longueur d'éprouvette observée afin de déterminer une densité linéique de ruptures de fibres.

Pour la séquence d'empilement $[(0/90)_3]$, on considère qu'il existe une symétrie de l'endommagement par rapport au plan $(O ; x ; z)$ passant par le centre de l'éprouvette. Ainsi, on considère que la densité linéique de rupture de fibres sur le bord de l'éprouvette qui n'a pas été observé directement est égale à celle du bord opposé.

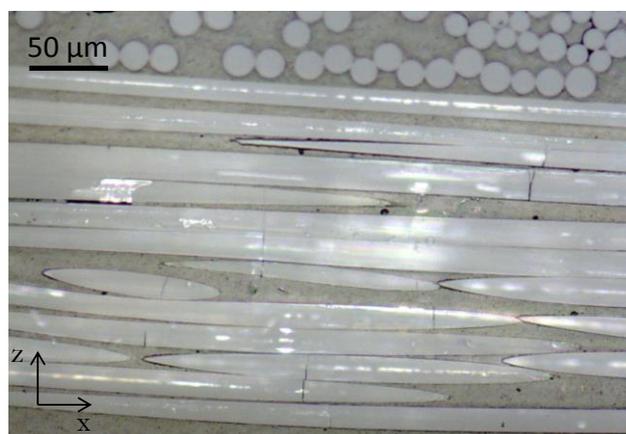


Figure 4.32 : Observation de la rupture des fibres longitudinales pour une éprouvette $[(0/90)_3]$ sollicitée à $\sigma^{\max} = 45 \% \sigma_u$, $R = 0,1$ et $f = 1$ Hz. Essai interrompu après 20000 cycles.

La Figure 4.33 présente les densités linéiques de ruptures de fibres déterminées sur les empilements $[(\pm 45)_3]$ et $[(0/90)_3]$ pour trois niveaux de chargement à une durée de vie équivalente à $N_f/2$.

Concernant la séquence d'empilement $[(\pm 45)_3]$, la densité linéique de ruptures de fibres est doublée lorsque le niveau de chargement passe de 65 % à 50 % de la contrainte à rupture. On

observe ensuite une baisse peu significative lorsque la contrainte maximale de fatigue appliquée diminue de 5 % (Figure 4.33a).

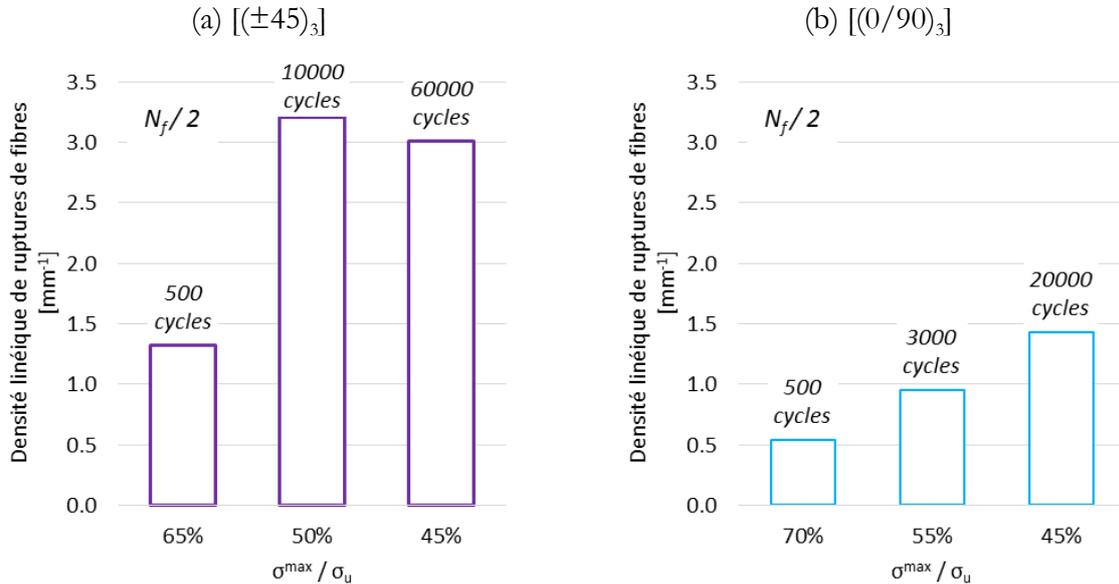


Figure 4.33 : Densité linéique de rupture de fibres pour des éprouvettes sollicitées à $R = 0,1$ et $f = 1$ Hz. Essais interrompus à $N_f/2$.

Pour l'empilement $[(0/90)_3]$ (Figure 4.33b), l'augmentation de la densité linéique de ruptures de fibres est plus progressive lorsque la contrainte maximum de fatigue appliquée diminue. Elle est néanmoins multipliée par un facteur 3 entre 70 % et 45 % de la contrainte à rupture du matériau. La comparaison des deux empilements montre que les ruptures de fibres sont plus nombreuses pour la séquence $[(\pm 45)_3]$.

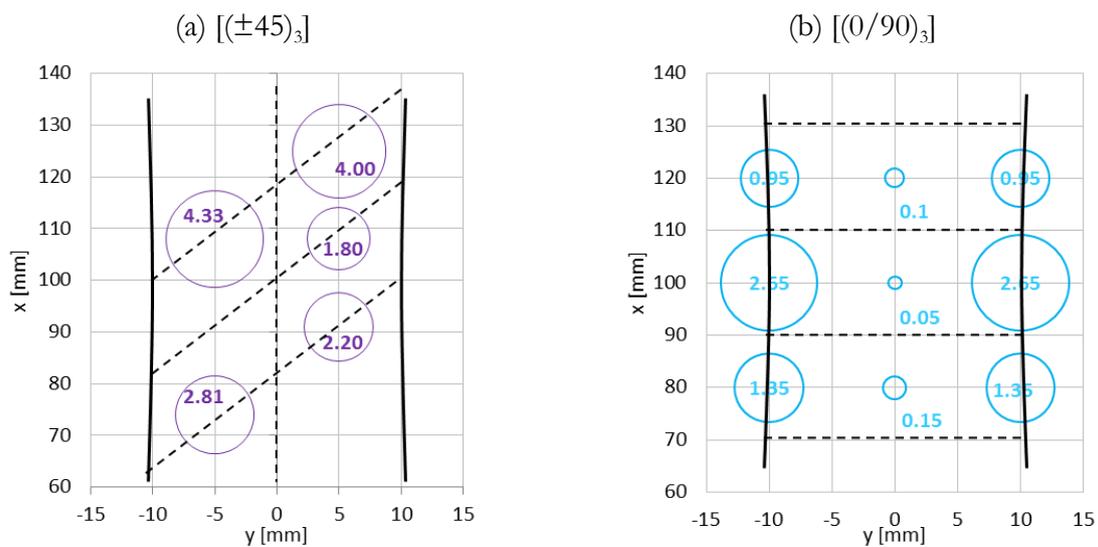


Figure 4.34 : Localisation des ruptures de fibres le long de l'éprouvette sollicitée en fatigue à $\sigma^{\max} = 45 \% \sigma_u$, $R = 0,1$ et $f = 1$ Hz.

La Figure 4.34 détaille les valeurs de densité linéique déterminées sur chaque portion d'éprouvette observée pour les empilements $[(\pm 45)_3]$ et $[(0/90)_3]$ dans le cas où $\sigma^{\max} = 45 \% \sigma_u$. Pour les éprouvettes $[(\pm 45)_3]$, les ruptures de fibres sont plus nombreuses dans la partie située juste au-dessus du centre de l'éprouvette, entre les abscisses 100 mm et 130 mm. Cela correspond à la zone de rupture observée sur l'éprouvette présentée Figure 4.17. Pour les éprouvettes $[(0/90)_3]$, les ruptures de fibres sont logiquement localisées principalement sur les bords, en particulier dans la zone de plus faible section.

3.3. Répartition volumique des ruptures de fibres : tomographie RX

Afin d'obtenir des informations sur la répartition volumique des ruptures de fibres dans les éprouvettes sollicitées en fatigue, des observations par microtomographie 3D ont été sous-traitées au synchrotron de Grenoble.

Deux éprouvettes $[(0/90)_3]$ conditionnées à RH50 ont préalablement été sollicitées respectivement à 70 % et 40 % de la contrainte à rupture, à une fréquence d'essai de 1 Hz et un rapport de charge de 0,1. Les essais étaient instrumentés avec une caméra IR et un système d'émission acoustique afin de localiser l'amorce de l'endommagement. Les essais ont été stoppés après avoir atteint la moitié de la durée de vie pour la contrainte de fatigue considérée.

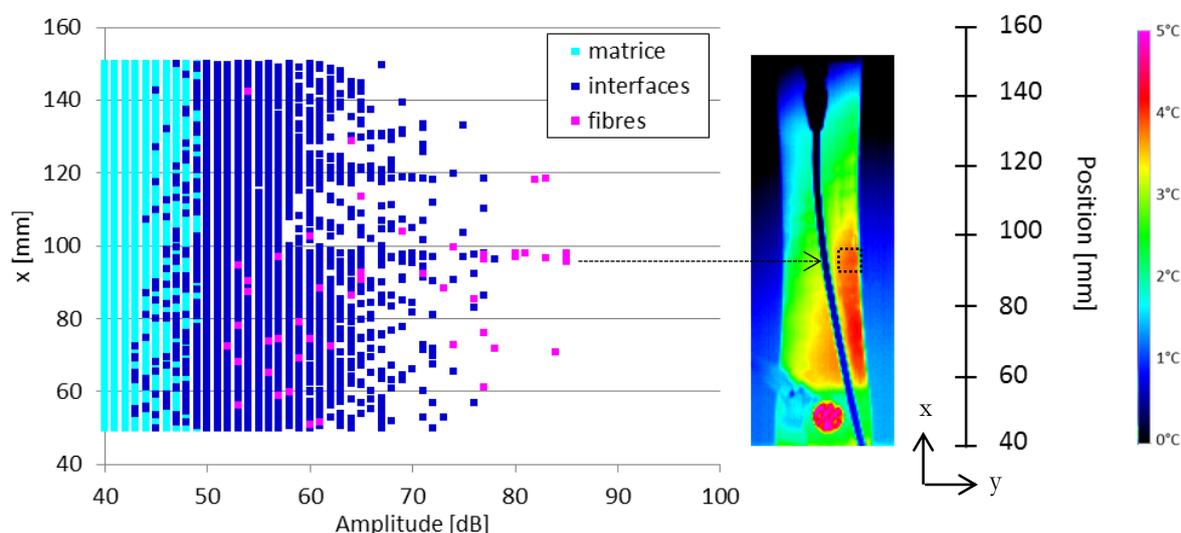


Figure 4.35 : Localisation des évènements acoustiques et cartographie IR de l'éprouvette $[(0/90)_3]$ RH50 sollicitée à 70 % σ_u au moment de l'interruption de l'essai à $N = N_f/2$.

La zone scannée par tomographie RX est choisie en se basant sur les résultats fournis par les techniques de contrôle non destructif utilisées. Par exemple, la Figure 4.35 montre la localisation des évènements acoustiques et la cartographie de variation de température à $N_f / 2$ pour l'éprouvette sollicitée à 70 % de la contrainte à rupture. On observe une zone d'échauffement au

niveau de l'abscisse 98 mm, corrélée avec une légère accumulation d'évènements acoustiques liés aux fibres. Cette région, entourée en pointillés noir sur la Figure 4.35, a donc été sélectionnée pour une étude plus approfondie au tomographe. Les échantillons observés par tomographie RX ont une taille de 12 mm × 20 mm × 1,57 mm soit un volume total de 376,8 mm³.

Les images réalisées au synchrotron ESRF de Grenoble ont ensuite été post-traitées chez Renault avec le logiciel Avizo 7.0.0. Une représentation en 3D de la zone d'étude est alors reconstruite à partir des images générées au tomographe. La résolution de 3,06 μm/pixel associée au rayonnement synchrotron permet de visualiser avec précision les fibres de verre dans l'échantillon de composite (Figure 4.36).

Ainsi, ces observations permettent de visualiser dans le volume de l'échantillon, la localisation et la proportion de fibres cassées après une sollicitation cyclique jusqu'à la moitié de la durée de vie.

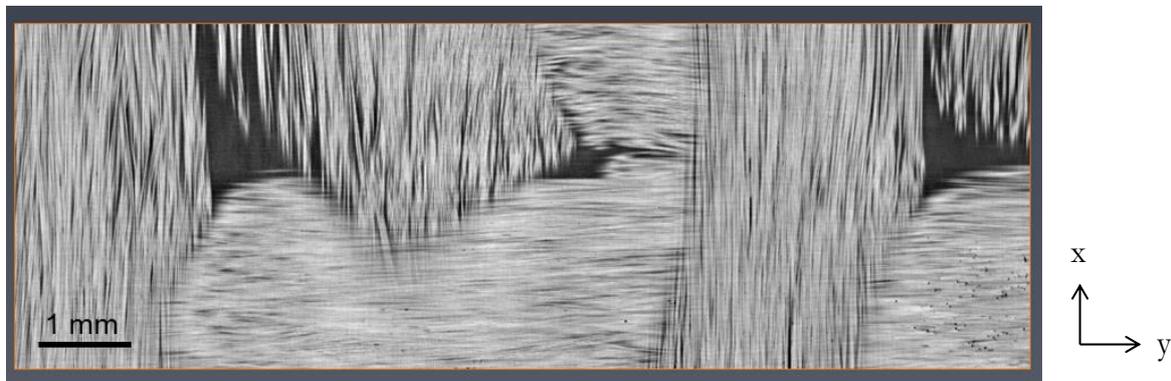


Figure 4.36 : Observation des fibres de verre dans le composite GFRPA66 [(0/90)₃] par microtomographie RX.

Le protocole de traitement d'images utilisé pour isoler et calculer le volume occupé par les fibres rompues est détaillé sur la Figure 4. 37.

À partir d'un sous-volume, on applique un filtre Gaussien afin d'atténuer le bruit (Figure 4.37a). Ensuite, le filtre « gradient d'image » permet de mettre en évidence les ruptures de fibres, tout en lissant le toron dans lequel elles sont contenues (Figure 4.37b). Dès lors, en appliquant un seuillage adéquat, il est possible d'isoler les ruptures de fibres. Néanmoins, ce seuillage prend également en compte certaines fibres des torons transverses (Figure 4.37c). Il est alors nécessaire d'effectuer une analyse granulométrique afin de ne conserver que les particules correspondant effectivement à une fibre rompue (Figure 4.37d). Cette analyse permet également de déterminer le volume occupé par les « trous » laissés par la rupture d'une fibre. C'est cette valeur qui est retenue pour l'étude comparative entre les deux échantillons testés en fatigue.

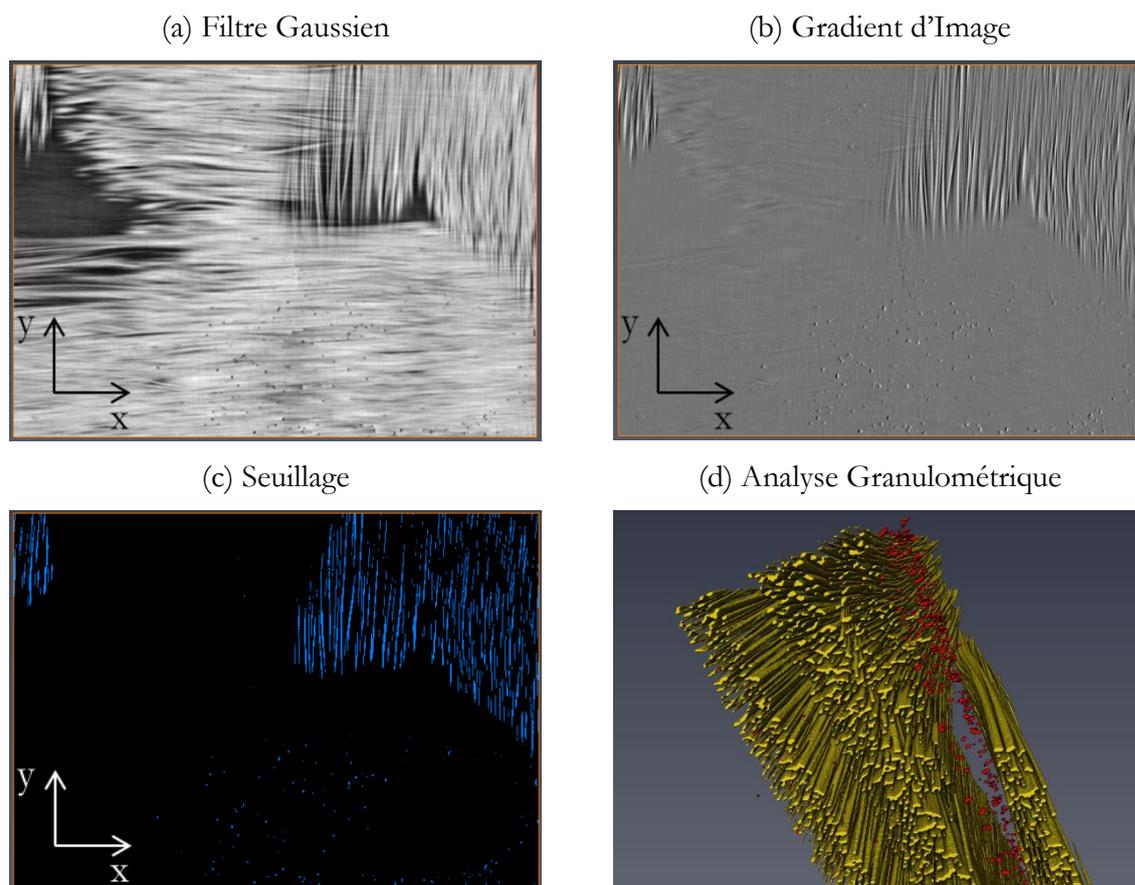


Figure 4.37 : Illustration des différentes étapes du traitement d'image sous Avizo.

Les fractions volumiques correspondant aux ruptures de fibres sont regroupées dans le Tableau 4.5. On observe que la réduction de σ^{\max} induit une forte augmentation de la proportion de ruptures de fibres dans le matériau.

	$\sigma^{\max} = 70 \% \sigma_u$	$\sigma^{\max} = 40 \% \sigma_u$
$V_{\text{fibres}} / V_{\text{total}}$	$15,7 \times 10^{-5}$	$24,4 \times 10^{-5}$

Tableau 4.5 : Fractions volumiques de ruptures de fibres pour deux échantillons de composite GFRPA66 [(0/90)₃] conditionnés à RH50 et sollicités en fatigue à 70 % et 40 % de la contrainte à rupture jusqu'à $N_f/2$.

3.4. Analyse et discussion

Plusieurs paramètres, regroupés dans le Tableau 4.6 dans le cas particulier d'éprouvettes [(0/90)₃] et [(±45)₃] conditionnées à RH50, ont été étudiés afin de comprendre le rôle des fibres dans le processus d'endommagement en fatigue du composite tissé verre / PA66 :

- l'évolution du nombre d'évènements acoustiques liés aux fibres au cours d'un essai de

fatigue jusqu'à rupture ;

- les densités linéiques de fibres rompues dénombrées à partir des observations faites au microscope optique sur des essais interrompus à $N_f/2$;

- les fractions volumiques d'espaces vides consécutifs à la rupture de fibres déterminées grâce à l'analyse par tomographie RX sur des essais interrompus à $N_f/2$;

	σ^{\max} / σ^u [%]	$\log(N_f)$	Densité linéique [mm ⁻¹]	Fraction volumique $\times 10^{-5}$	EA ^{fibres} à $N_f/2$	EA ^{fibres} à N_f
[(0/90) ₃]	70	3,0	0,54	15,7	53	300
	55	3,6	0,95	-	56	480
	40 - 45	4,7	1,43	24,4	228	3012
[(±45) ₃]	65	3,2	1,32	-	387	735
	50	4,4	3,21	-	968	7609
	45	5,1	3,01	-	1281	13981

Tableau 4.6 : Évolution des paramètres relatifs à la proportion de fibres rompues dans des éprouvettes de composite [(0/90)₃] et [(±45)₃] conditionnées à RH50 pour trois niveaux de chargement de fatigue.

Tous ces paramètres indiquent une augmentation du nombre de fibres rompues au cours de l'essai lorsque la contrainte de fatigue appliquée diminue. Si pour l'empilement [(0/90)₃] cette augmentation est progressive (Figure 4.33b), la transition est plus marquée pour la séquence d'empilement [(±45)₃] (Figure 4.33a).

Ainsi, que ce soit en part relative ou en nombre absolu, les ruptures de fibres deviennent d'autant plus importantes que la contrainte de fatigue appliquée est basse. Au vu des résultats, on peut raisonnablement fixer le seuil de transition à une contrainte de fatigue égale à environ 50 % de la contrainte à rupture du matériau, ce qui correspond à une durée de vie d'environ 10⁴ cycles.

On peut alors formuler l'hypothèse selon laquelle, pour des niveaux de chargement suffisamment faibles, la rupture des fibres est le mécanisme le plus endommageant au sein du matériau dans les deux empilements étudiés : [(0/90)₃] et [(±45)₃]. Les fibres étant insensibles à l'humidité, cela pourrait expliquer l'absence d'influence du conditionnement sur les durées de vie en fatigue du composite pour les durées de vie supérieures à 10⁴ cycles (Figure 4.4).

CHAPITRE 4 : PRÉDICTION DES DURÉES DE VIE

L'ensemble des durées de vie obtenues à température et hygrométrie ambiantes a servi à la mise en place et à l'évaluation de deux critères de fatigue : le diagramme de durée de vie constante [Vassilopoulos et al., 2010] et une version améliorée du critère à deux paramètres [Epaarachchi & Clausen, 2003].

4.1. Les diagrammes de durées de vie constantes

4.1.1. Mise en place du modèle

Les diagrammes de durées de vie constantes (CLD) ont initialement été proposés par Vassilopoulos et al. [Vassilopoulos et al., 2010]. Ce critère de fatigue permet d'extrapoler, à partir des données expérimentales obtenues à un rapport de charge donné, la durée de vie du matériau pour d'autres valeurs de R , tous les autres paramètres étant identiques par ailleurs (matériau, fréquence, séquence d'empilement, conditions d'essais, etc.). Dans cette étude, la courbe de Wöhler de référence est celle établie à $R = 0,1$. Ainsi, la construction du diagramme de durée de vie constante se fait sur l'intervalle $R \in [0 ; 1]$. Sur cet intervalle, l'expression du modèle est donnée par l'équation 4.3 :

$$\sigma_a = \frac{1 - R}{A_{III} R^3 + B_{III}} \quad \text{Équation 4.3}$$

[Vassilopoulos et al., 2010]

Avec :

$$A_{III} = \frac{2}{\sigma_u} - \frac{1}{\sigma_a^{R=0}} \quad \text{Équation 4.4}$$

[Vassilopoulos et al., 2010]

$$B_{III} = \frac{1}{\sigma_a^{R=0}} \quad \text{Équation 4.5}$$

[Vassilopoulos et al., 2010]

Où l'amplitude de la contrainte de fatigue appliquée (σ_a) peut être reliée au rapport de charge (R) et à la contrainte moyenne de fatigue (σ_m) par l'équation 4.6.

$$\sigma_a = \left(\frac{1 - R}{1 + R} \right) \sigma_m \quad \text{Équation 4.6}$$

La courbe de Wöhler de référence ayant été déterminée à $R = 0,1$ il est nécessaire de modifier les conditions aux limites de l'équation 4.3 de façon à exprimer les coefficients A_{III} et B_{III} en fonction de $\sigma_a^{R=0,1}$:

$$A_{III} = \frac{2}{\sigma_u} - \left(\frac{1}{0,999} \left(\frac{0,9}{\sigma_a^{R=0,1}} - \frac{2 \times 10^{-3}}{\sigma_u} \right) \right) \quad \text{Équation 4.7}$$

$$B_{III} = \frac{1}{0,999} \left(\frac{0,9}{\sigma_a^{R=0,1}} - \frac{2 \times 10^{-3}}{\sigma_u} \right) \quad \text{Équation 4.8}$$

Ainsi, pour chaque amplitude de fatigue disponible expérimentalement pour le rapport de charge de référence (ici $R = 0,1$), il est possible de calculer les valeurs de A_{III} et B_{III} correspondantes (équations 4.7 et 4.8). L'équation 4.3 permet alors d'exprimer σ_a en fonction de R (ou σ_m , avec l'équation 4.6), sur l'intervalle de validité du modèle, à savoir $R \in [0 ; 1]$. Chaque courbe de durées de vie ainsi construite est alors associée au nombre de cycles à rupture de l'éprouvette sollicitée à $R = 0,1$. Ainsi, le modèle CLD permet de tracer autant de courbes que de points expérimentaux disponibles pour le rapport de charge de référence.

4.1.2. Confrontation modèle / expérience

Ce modèle a été appliqué dans le cas d'éprouvettes $[(0/90)_3]$ conditionnées à RH50. Les essais ont été réalisés par le CETIM à une fréquence de 10 Hz pour les rapports de charge $R = 0,1$, $R = 0,3$ et $R = 0,6$. Afin de limiter le phénomène d'échauffement à cette fréquence d'essais, les éprouvettes sont refroidies par un système de ventilation.

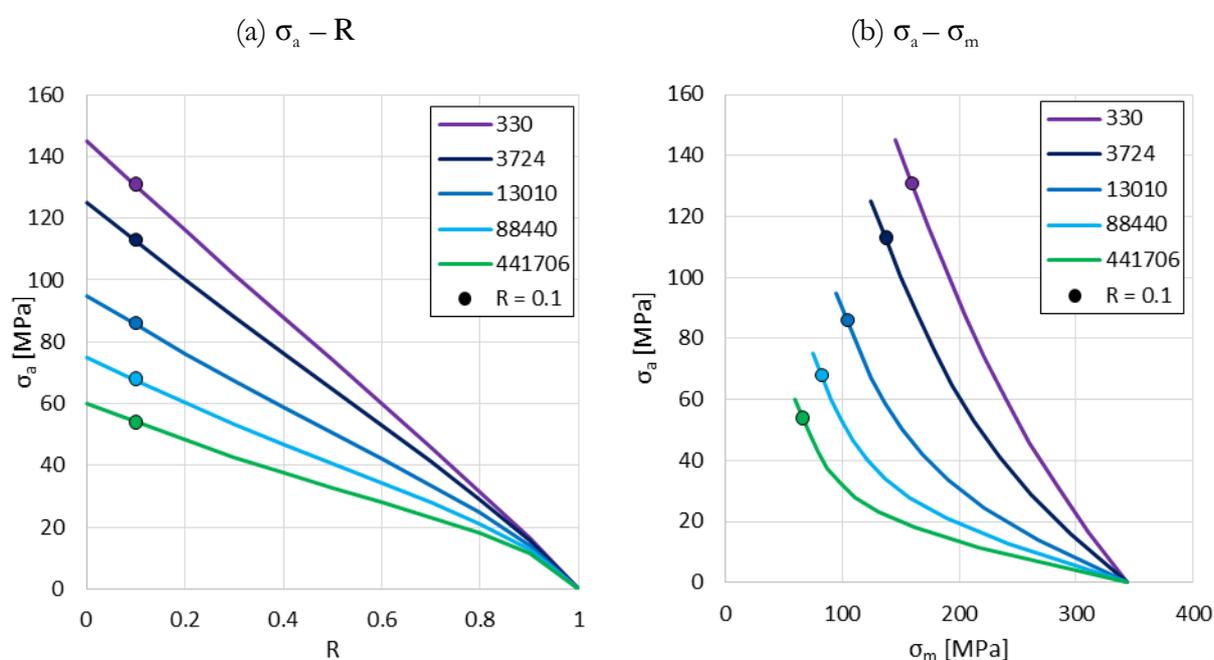


Figure 4.38 : Diagrammes de durées de vie constantes pour le composite GFRPA66 $[(0/90)_3]$ à RH50 représentés dans le plan (a) $\sigma_a - R$ et (b) $\sigma_a - \sigma_m$. Formulation basée sur la courbe de Wöhler à $R = 0,1$ et $f = 10$ Hz.

Les essais réalisés à $R = 0,1$ servent à la mise en place du modèle. La Figure 4.38 montre les CLD dans les deux plans de représentation possibles, à savoir $\sigma_a - R$ et $\sigma_a - \sigma_m$. Avec cette représentation, chaque courbe indique l'ensemble des couples $(\sigma_a ; R)$ ou $(\sigma_a ; \sigma_m)$ conduisant à un même nombre de cycles à rupture pour le matériau considéré.

Les deux autres rapports de charge sont utilisés pour tester les capacités de prédiction du modèle. Les durées de vie obtenues expérimentalement à $R = 0,3$ et $R = 0,6$ sont regroupées dans le Tableau 4.7.

R	σ_a [MPa]	N_f [cycle]
0,3	88	10 940
	67	57 412
	53	281 838

R	σ_a [MPa]	N_f [cycle]
0,6	50	11 429
	38	101 859
	30	1 945 360

Tableau 4.7 : Durées de vie du composite $[(0/90)_3]$ à RH50. Essais de fatigue réalisés à $f = 10$ Hz pour les rapports de charge $R = 0,3$ et $R = 0,6$.

La Figure 4.39 présente une comparaison des durées de vie obtenues expérimentalement et par application du modèle CLD pour le composite GFRPA66 $[(0/90)_3]$ conditionné à RH50 et sollicité à 10 Hz pour deux rapports de charge $R = 0,3$ et $R = 0,6$. Pour chaque essai de fatigue réalisé, le nombre de cycles trouvé expérimentalement est comparé au nombre de cycles prédit par le modèle CLD. Lorsque les points sont situés au-dessous du trait double, le modèle est conservatif. A l'inverse, lorsqu'ils sont situés au-dessus, le modèle est non-conservatif. Les lignes discontinues correspondent à la dispersion du modèle, fixée à $N_f^{\text{modèle}} / 2$ et $N_f^{\text{modèle}} \times 2$.

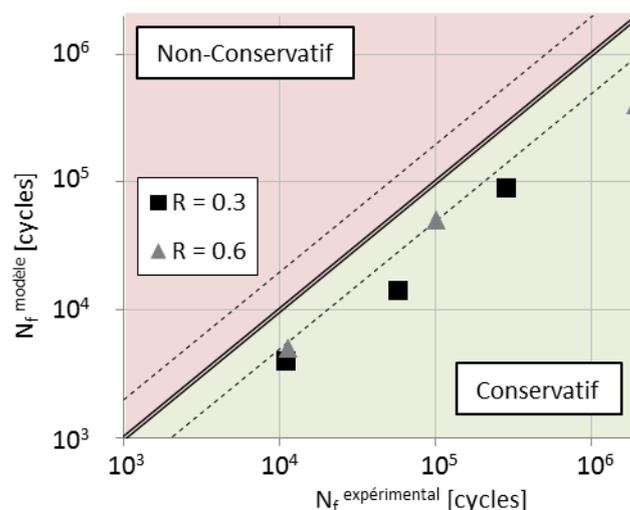


Figure 4.39 : Comparaison des durées de vie expérimentales et déterminées par l'utilisation du diagramme de durées de vie constantes pour le composite GFRPA66 $[(0/90)_3]$ conditionné à RH50 et sollicité à 10 Hz pour deux rapports de charge $R = 0,3$ et $R = 0,6$.

On remarque que le critère de fatigue a tendance à sous-estimer la durée de vie du matériau à $R = 0,3$ et $R = 0,6$. Ainsi, à partir des données expérimentales obtenues pour un rapport de charge de 0,1, le CLD ne parvient pas à modéliser correctement le comportement du matériau pour des rapports de charge plus élevés.

4.2. Le critère de fatigue à deux paramètres

4.2.1. Mise en place et enrichissement du modèle

Epaarachchi et Clausen [Epaarachchi & Clausen, 2003], en se basant sur les travaux de Caprino et d'Amore [Caprino & D'Amore, 1998], ont proposé le modèle donné par l'équation 4.9. Ce critère de fatigue présente deux avantages dans le cadre de ces travaux : seuls deux paramètres doivent être identifiés et les conditions d'essais peuvent être modifiées (fréquence, contrainte maximum de fatigue, rapport de charge, orientation des fibres dans le matériau).

$$N_f = \left[1 + \left(\frac{\sigma_{u,\theta}}{\sigma^{max}} - 1 \right) \frac{f^\beta}{\alpha(1-R)^{\lambda-R|\sin\theta|}} \left(\frac{\sigma_{u,\theta}}{\sigma^{max}} \right)^{\lambda-1-R|\sin\theta|} \right]^{\frac{1}{\beta}} \quad \text{Équation 4.9}$$

Avec :

N_f : nombre de cycles à rupture ;

θ : plus petit angle entre les fibres et la direction de sollicitation ;

$\sigma_{u,\theta}$: contrainte à rupture en traction monotone ;

σ^{max} : contrainte maximale de fatigue appliquée ;

f : fréquence d'essai ;

R : rapport de charge ;

α et β : paramètres du modèle à identifier ;

λ : paramètre fixé à 1,6 par Epaarachchi et Clausen [Epaarachchi & Clausen, 2003].

Dans cette étude, ce modèle a été enrichi de manière à intégrer le taux d'humidité dans la formulation du critère. Pour cela, un modèle empirique reliant le taux d'humidité relative du conditionnement (RH) à la contrainte à rupture en traction monotone a été développé.

La Figure 4.39 montre l'évolution de la contrainte à rupture en traction quasi-statique en fonction du conditionnement appliqué (Tableau 3.4). On observe que $\sigma_{u,\theta}$ décroît linéairement lorsque le taux d'humidité du conditionnement augmente.

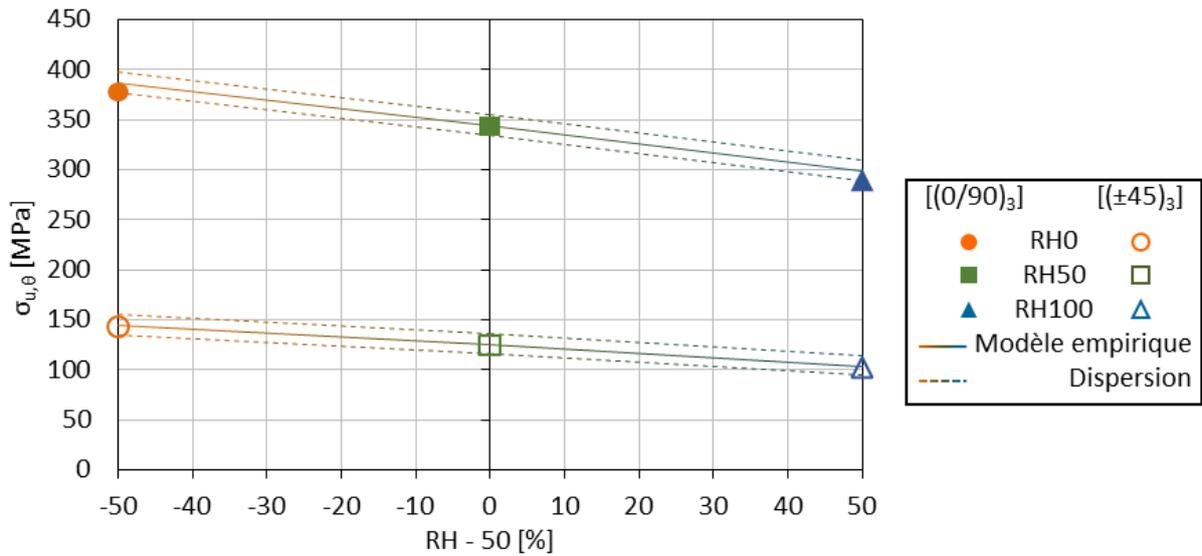


Figure 4.40 : Influence du taux d'humidité sur la contrainte à rupture en traction quasi-statique à 1 mm/min du composite GFRPA66 [(0/90)₃] et [(±45)₃].

Ainsi, on propose un modèle empirique linéaire donné par l'équation 4.10 et représenté sur la Figure 4.40 en trait continu. La dispersion du modèle est fixée à ± 10 MPa (correspondant à la plus grande dispersion observée expérimentalement sur toutes les configurations étudiées) et représentée en pointillés sur la Figure 4.40.

$$\sigma_{u,\theta} = \sigma_{u,\theta}^{RH50} - a_{\theta}(RH - 50) \quad \text{Équation 4.10}$$

Où :

RH : taux d'humidité relative du conditionnement ;

$\sigma_{u,\theta}^{RH50}$: contrainte à rupture en traction monotone pour un conditionnement à RH50 et un angle θ entre les fibres et la direction de sollicitation ;

a_{θ} : paramètre du modèle empirique linéaire.

Ainsi, les valeurs des coefficients de l'équation 4.9 pour les trois orientations de tissu considérées sont données dans le Tableau 4.8.

Séquence d'empilement	θ [°]	$\sigma_u^{\theta,RH50}$ [MPa]	a_{θ}
[(0/90) ₃] et [(90/0) ₃]	0	343,5	0,88
[(±45) ₃]	45	124,4	0,41

Tableau 4.8 : Valeurs de $\sigma_{u,\theta}$ et a_{θ} pour les séquences d'empilement [(0/90)₃], [(90/0)₃] et [(±45)₃].

L'expression finale du critère de fatigue enrichi utilisé dans cette étude est donnée par l'équation 4.11.

$$N_f = \left[1 + \left(\frac{\sigma_{u,\theta}^{RH50} - a_\theta(RH-50)}{\sigma^{max}} - 1 \right) \frac{f^\beta}{\alpha(1-R)^{1,6-R|\sin\theta|}} \left(\frac{\sigma_{u,\theta}^{RH50} - a_\theta(RH-50)}{\sigma^{max}} \right)^{0,6-R|\sin\theta|} \right]^{\frac{1}{\beta}}$$

Équation 4.11

Détermination des paramètres du modèle

Afin de procéder à l'identification de α et β , il est nécessaire de réécrire le modèle sous la forme donnée par l'équation 4.12. Le terme de droite de cette équation est noté « A ».

$$\alpha \cdot (N_f^\beta - 1) = \left(\frac{\sigma_{u,\theta}}{\sigma^{max}} - 1 \right) \frac{f^\beta}{(1-R)^{1,6-R|\sin\theta|}} \left(\frac{\sigma_{u,\theta}}{\sigma^{max}} \right)^{0,6-R|\sin\theta|}$$

Équation 4.12

La courbe de Wöhler de référence choisie pour la détermination de α et β est celle obtenue pour le composite $[(0/90)_3]$ et $[(90/0)_3]$ conditionné à RH50. La Figure 4.41 montre la droite obtenue pour la détermination de α et β .

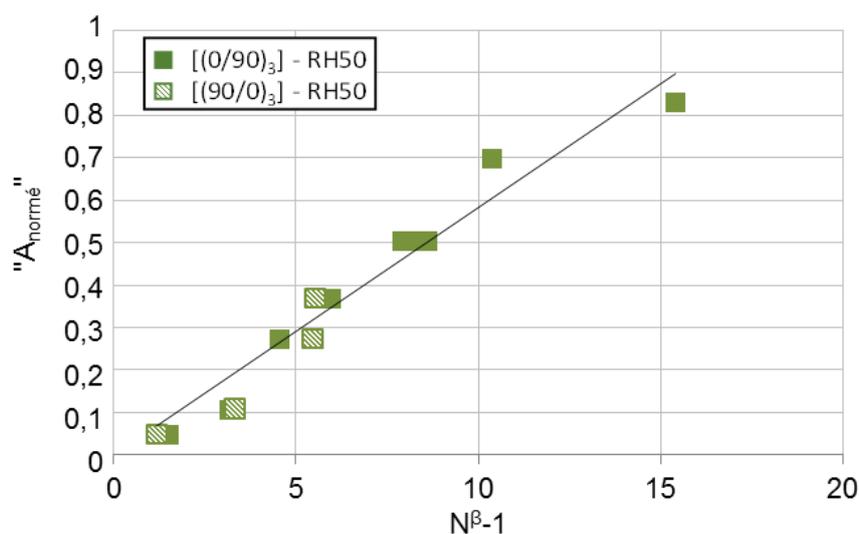


Figure 4.41 : Détermination des paramètres α et β du critère de fatigue enrichi à partir des données expérimentales obtenues sur le composite $[(0/90)_3]$ et $[(90/0)_3]$ à RH50 sollicité à 1 Hz et $R = 0,1$.

Finalement, la mise en place de ce modèle requiert :

- Une courbe de Wöhler de référence pour la détermination des paramètres α et β ;
- La contrainte statique à rupture du matériau pour une orientation de tissu donné, à RH50 ($\sigma_u^{\theta, RH50}$) ;

- La valeur de a_0 pour le modèle linéaire.

Ces prérequis permettent par la suite de prédire la durée de vie en fatigue du matériau pour n'importe quel taux d'humidité relatif, rapport de charge, fréquence, niveau de chargement et orientation de fibres.

4.2.2. Confrontation modèle / expérience

Influence de la séquence d'empilement et du conditionnement

Les durées de vie en fatigue calculées avec le modèle précédent sont données sur la Figure 4.42.

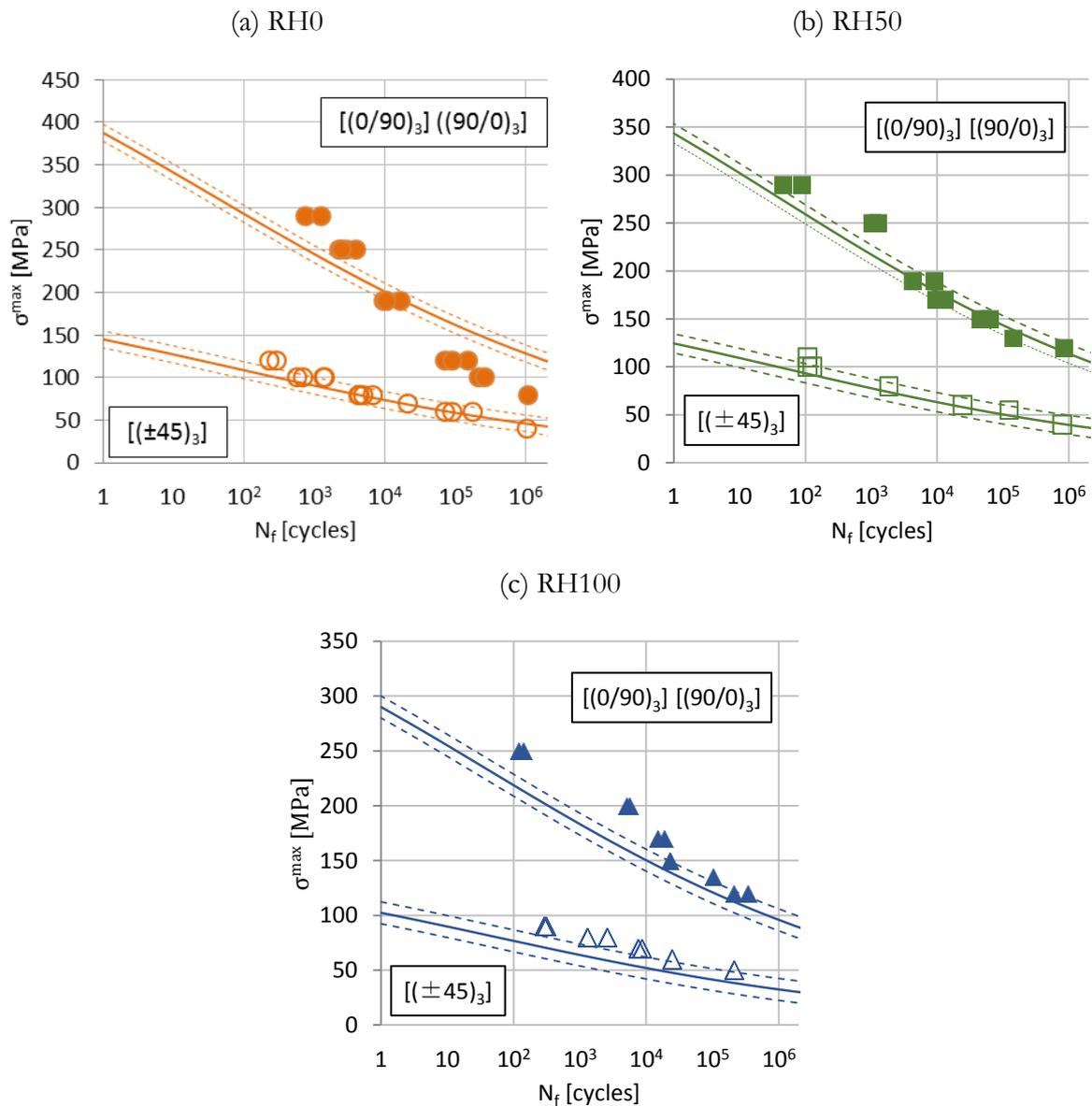


Figure 4.42 : Comparaison critère de fatigue enrichi et données expérimentales en fatigue à $f = 1$ Hz et $R = 0,1$ pour le composite tissé verre / PA66 dans toutes les configurations de l'étude.

Pour rappel, les données expérimentales des empilements $[(0/90)_3]$ et $[(90/0)_3]$ à RH50 ont été utilisées pour déterminer les valeurs de α et β . Ainsi, la courbe de Wöhler calculée dans cette configuration ne peut pas être utilisée comme un indicateur de précision du modèle. Cependant, les cinq autres courbes S-N calculées montrent parfaitement la capacité du modèle à prédire le comportement en fatigue du matériau pour différents taux d'humidité et orientations de fibres.

Le modèle estime correctement la durée de vie du matériau, à l'exception des éprouvettes $[(0/90)_3]$ et $[(90/0)_3]$ conditionnées à RH0 (Figure 4.42a).

Cela pourrait être dû au fait que les paramètres α et β ont été déterminés à RH50 sur le composite $[(0/90)_3]$, lorsque le polyamide est dans un état de transition. À l'inverse, à RH0, la matrice polyamide est à l'état vitreux. Ainsi, α et β étant des paramètres liés au matériau, on pourrait envisager de déterminer un couple (α ; β) pour le composite dans l'état vitreux et un autre couple dans l'état caoutchoutique. Cependant, le bon ajustement du modèle avec les données expérimentales de l'empilement $[(\pm 45)_3]$ à RH0, pour lequel la matrice PA66 est à l'état vitreux, ne confirme pas cette hypothèse.

Afin de tester la robustesse du modèle et sa capacité à évaluer la durée de vie d'un composite tissé pour plusieurs orientations de fibres, des essais complémentaires ont été faits sur un empilement $[(30/120)_3]$. Cet empilement correspond à un angle de 30° entre la direction de sollicitation et les fils de chaîne. Les échantillons ont été découpés au laboratoire et stockés à température et humidité ambiantes de façon à approcher un conditionnement RH50.

Des essais de traction monotone ont permis de déterminer les propriétés en traction quasi-statique de cet empilement (Tableau 4.9).

E_x [GPa]	σ_u [MPa]	ϵ^r [%]
$4,5 \pm 0,8$	151 ± 14	$15,8 \pm 1,2$

Tableau 4.9 : Propriétés en traction quasi-statique du composite GFRPA66 pour l'empilement $[(30/120)_3]$ à RH50.

Des essais de fatigue à $f = 1$ Hz et à $R = 0,1$ ont été menés pour cinq niveaux de chargement. Le modèle enrichi est alors appliqué en utilisant les paramètres donnés dans le Tableau 4.10. Les valeurs de α et β sont celles déterminées précédemment sur l'empilement $[(0/90)_3]$ à RH50.

f [Hz]	R	θ [°]	σ_u [MPa]
1	0,1	30	151

Tableau 4.10 : Paramètres utilisés pour la détermination de la durée de vie du composite [(30/120)₃] à RH50.

L'ensemble des résultats est présenté sur la Figure 4.43. La ligne continue correspond au modèle, les lignes discontinues à sa dispersion et les symboles aux données expérimentales. Le modèle sous-estime légèrement la durée de vie du matériau dans cette configuration, surtout pour les durées de vie courtes. Au-delà de 10^4 cycles, les données expérimentales se trouvent dans la dispersion du modèle.

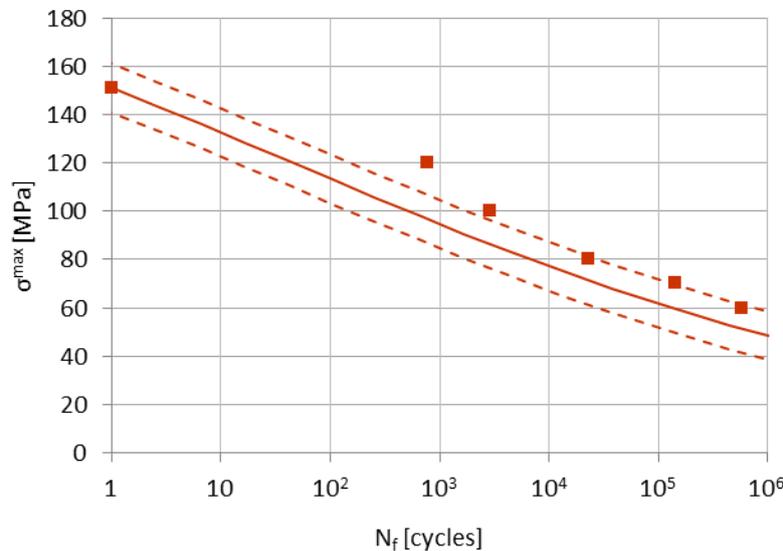


Figure 4.43 : Comparaison critère de fatigue enrichi et données expérimentales des essais de fatigue à $f = 1$ Hz et $R = 0,1$ pour le composite tissé verre / PA66 [(30/120)₃] à RH50.

En règle générale, le modèle enrichi montre une meilleure corrélation avec les données expérimentales obtenues pour des valeurs de σ^{\max} faibles (Figures 4.42 et 4.43). Cette observation est à mettre en regard avec la non prise en compte d'une des hypothèses formulée pour la mise au point de ce modèle. En effet, la contrainte statique à rupture doit théoriquement être déterminée pour une vitesse de déformation équivalente à celle de l'échantillon sollicité en fatigue. Jusqu'ici, cette hypothèse n'a pas été prise en compte puisque les contraintes à rupture utilisées ont été déterminées à une vitesse de 1 mm/min. Cette vitesse est bien plus faible que celle observée pendant les essais de fatigue à 1 Hz.

Or, la vitesse de déformation de l'éprouvette est réduite lorsque la contrainte de fatigue appliquée diminue. Ainsi, plus le niveau de chargement est bas, plus on se rapproche de l'hypothèse de

départ. Cela explique que le modèle enrichi est d'autant plus juste que le niveau de chargement appliqué est faible. Ainsi, il est possible de proposer une voie d'amélioration en tenant compte de la vitesse de déformation des éprouvettes dans chacune des configurations.

Prise en compte de la vitesse de déformation

La vitesse de déformation de l'éprouvette est spécifique à chaque essai de fatigue et dépend de la séquence d'empilement, du taux d'humidité de l'éprouvette et de la contrainte de fatigue appliquée. De plus, comme le montrent les Figures 4.9 et 4.10, les variations de déformations au cours d'un essai de fatigue sont telles que la vitesse de déformation de l'éprouvette varie entre le début et la fin de l'essai. De ce fait, pour chaque niveau de chargement appliqué, la vitesse de déformation de l'éprouvette pour un essai particulier est choisie égale à la vitesse de déformation au cycle $N_f/2$.

Les vitesses de déformation relevées au cours des essais de fatigue à 1 Hz pour les empilements $[(\pm 45)_3]$ et $[(0/90)_3]$ à RH0, RH50 et RH100 pour les valeurs extrêmes de σ^{\max} sont regroupées dans le Tableau 4.11. Les valeurs entre parenthèses correspondent à la contrainte de fatigue maximum appliquée.

	$[(\pm 45)_3]$			$[(0/90)_3]$		
	RH0	RH50	RH100	RH0	RH50	RH100
Vitesse à $N_f / 2$ [mm/min]	373 (120 MPa)	550 (110 MPa)	752 (90 MPa)	233 (290 MPa)	245 (290 MPa)	214 (250 MPa)
	100 (40 MPa)	145 (40 MPa)	354 (50 MPa)	71 (100 MPa)	95 (120 MPa)	101 (120 MPa)

Tableau 4.11 : Vitesses de déformation minimum et maximum des éprouvettes de composite GFRPA66 pour les empilements $[(\pm 45)_3]$ et $[(0/90)_3]$ à RH0, RH50 et RH100 à $f = 1$ Hz et $R = 0,1$.

Des essais de traction monotone « rapide » ont ensuite été menés à ces vitesses afin de déterminer la valeur de la contrainte à rupture du matériau correspondante (Figure 4.44).

La Figure 4.44b montre que pour les éprouvettes $[(0/90)_3]$, si l'augmentation de la vitesse de la traverse de 1 à 100 mm/min se traduit par une élévation de la contrainte à rupture de 15%, cette dernière se stabilise au-delà.

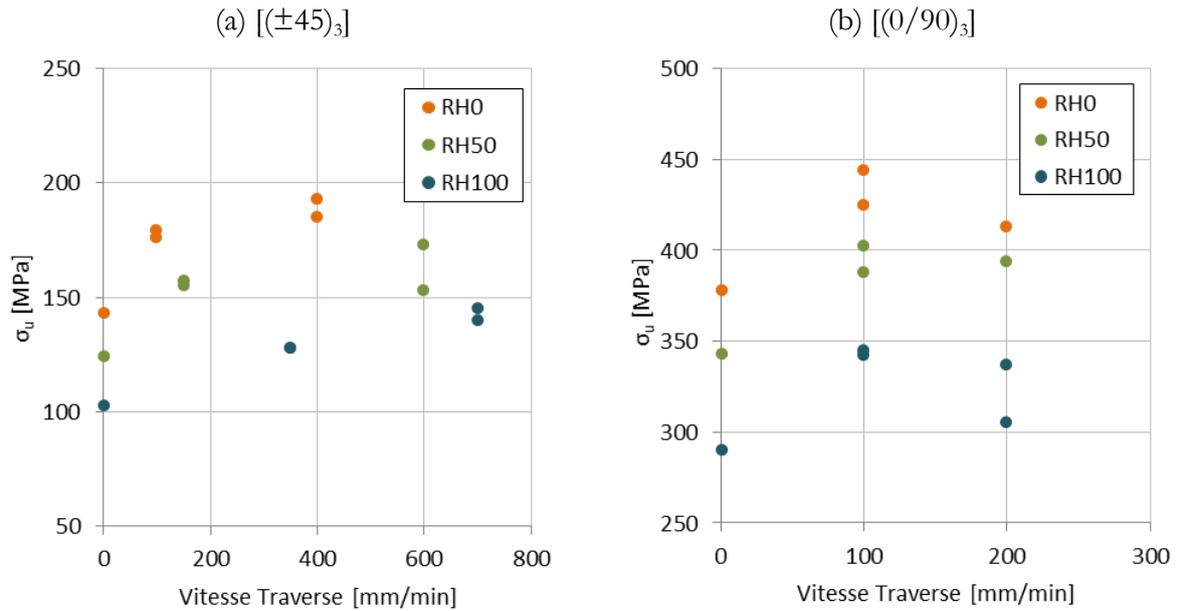


Figure 4.44 : Influence de la vitesse de déplacement de la traverse sur la contrainte à rupture en traction monotone du composite GFRPA66 à RH0, RH50 et RH100 pour les séquences d'empilement (a) $[(\pm 45)_3]$ et (b) $[(0/90)_3]$.

Pour la séquence d'empilement $[(\pm 45)_3]$, les vitesses de déformation atteintes peuvent être très élevées, notamment pour les éprouvettes conditionnées à RH100 (Tableau 4.11). Le comportement de cet empilement en traction monotone étant majoritairement guidé par la matrice, le caractère visqueux du polymère influence fortement la contrainte à rupture du composite : cette dernière est une fonction croissante de la vitesse de la traverse (Figure 4.44a). Néanmoins, le choix arbitraire a été fait de sélectionner la contrainte à rupture obtenue pour la plus petite vitesse dans chaque configuration.

Dans le Tableau 4.12 sont donc présentées les valeurs de σ_u à utiliser dans le critère de fatigue pour chaque configuration étudiée. Ces dernières correspondent à la contrainte à rupture en traction monotone obtenue pour la plus petite vitesse de déformation en fatigue dans chaque configuration (notée v_{\sim}^{\min}).

	σ_u [MPa]	
	$[(\pm 45)_3]$	$[(0/90)_3]$
RH0	178 ± 2	427 ± 11
RH50	156 ± 1	395 ± 5
RH100	128 ± 1	332 ± 14

Tableau 4.12 : Contraintes à rupture du composite GFRPA66 mesurée en traction monotone pour une vitesse traverse égale à v_{\sim}^{\min} .

Dans ces conditions, le modèle empirique donné par l'équation 4.10 est modifié. La Figure 4.45 montre l'évolution de la contrainte à rupture en traction monotone pour une vitesse de traverse égale à v_{\sim}^{\min} . Tout comme les essais réalisés à 1 mm/min, l'évolution de la contrainte à rupture peut être modélisée par une fonction linéaire du taux d'humidité du conditionnement.

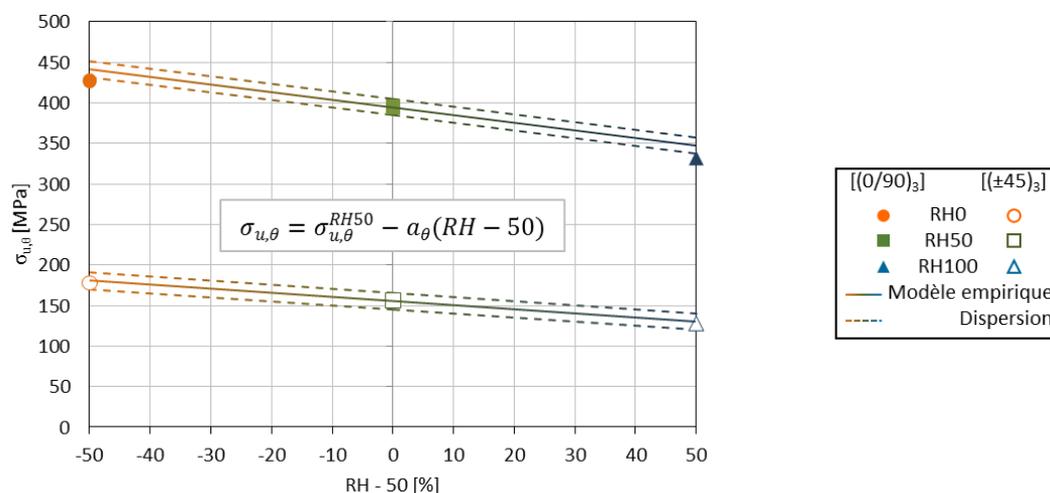


Figure 4.45 : Influence du taux d'humidité sur la contrainte à rupture en traction monotone à v_{\sim}^{\min} du composite tissé verre / PA66 [(0/90)₃] et [(±45)₃].

Les nouveaux paramètres $\sigma_{u,\theta}^{\text{RH50}}$ et a_θ du modèle empirique linéaire ainsi déterminés sont reportés dans le Tableau 4.13. Ces nouvelles valeurs entraînent également une modification des paramètres α et β du critère de fatigue. En effet, la méthode itérative utilisée pour la détermination des paramètres du modèle fait intervenir $\sigma_{u,\theta}$, elle-même dépendante de $\sigma_{u,\theta}^{\text{RH50}}$ et a_θ (Équation 4.12). Finalement, le nouveau couple de paramètres est noté $(\alpha_{(v)}; \beta_{(v)})$.

Séquence d'empilement	θ [°]	$\sigma_{u,\theta}^{\text{RH50}}$ [MPa]	a_θ	$\alpha_{(v)}$	$\beta_{(v)}$
[(0/90) ₃] et [(90/0) ₃]	0	395	0,95	$1,62 \times \alpha$	$0,92 \times \beta$
[(±45) ₃]	45	156	0,50		

Tableau 4.13 : Valeurs de $\sigma_{u,\theta}$ et a_θ , pour les séquences d'empilement [(0/90)₃], [(90/0)₃] et [(±45)₃] dans le cas d'essais de traction monotone à v_{\sim}^{\min} .

La Figure 4.46 montre l'influence de la prise en compte de la vitesse de déformation dans l'application du modèle enrichi pour toutes les configurations de l'étude. Pour chaque essai de fatigue réalisé, le nombre de cycles trouvé expérimentalement est comparé au nombre de cycles prédit par les deux versions du modèle enrichi. Lorsque les points sont situés au-dessous de la courbe noire, le modèle est conservatif. À l'inverse, lorsqu'ils sont situés au-dessus, le modèle est non-conservatif.

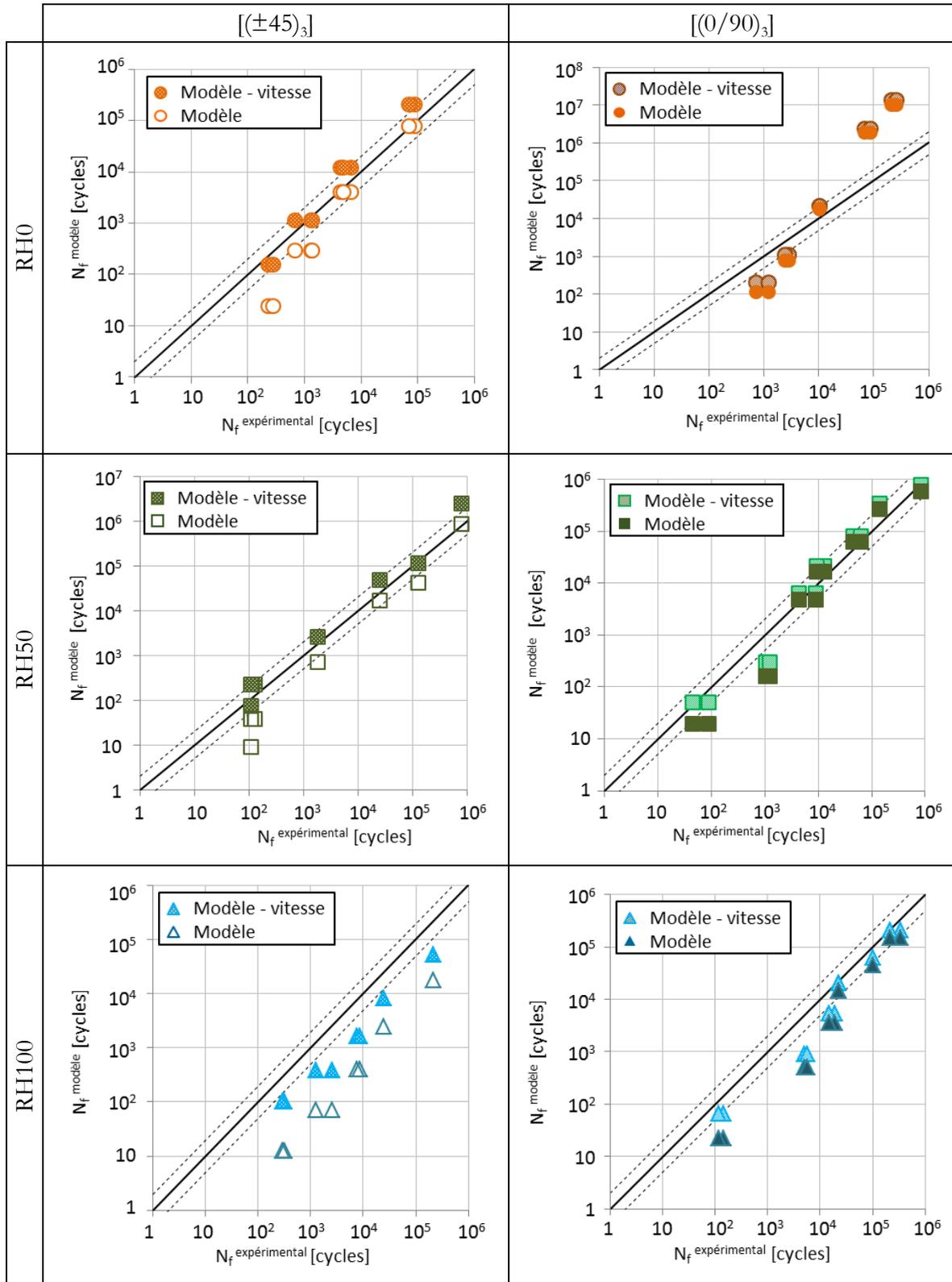


Figure 4.46 : Comparaison de la précision du modèle enrichi dans ses deux versions : avec et sans prise en compte de la vitesse de déformation pour le composite GFRPA66 $[(\pm 45)_3]$ et $[(0/90)_3]$ conditionné à RH0, RH50 et RH100.

Les résultats montrent que pour l'empilement $[(0/90)_3]$, la prise en compte de la vitesse de déformation n'augmente que très légèrement le nombre de cycles à rupture prédit par le modèle. Cela n'est pas suffisant pour améliorer les performances du critère dans le cas du conditionnement à RH0. Les essais à RH50 ayant servi à la mise en place du modèle, les résultats obtenus pour cette configuration ne permettent pas d'en juger la précision. À RH100, les durées de vie données par le modèle avec prise en compte de l'influence de la vitesse de déformation sont légèrement plus proches des résultats expérimentaux. L'amélioration des prédictions est surtout visible pour les courtes durées de vie, correspondant à une contrainte de fatigue appliquée élevée et donc à de plus grandes vitesses de déformations.

Concernant la séquence d'empilement $[(\pm 45)_3]$, l'écart entre les deux versions du modèle est plus marqué. Pour les éprouvettes conditionnées à RH100, l'amélioration permise par la prise en compte de la vitesse de déformation est réelle. Ce résultat est cohérent avec le fait que les vitesses atteintes pour cette configuration sont très élevées (Tableau 4.11). Pour les conditionnements à RH0 et RH50 cependant, le modèle tenant compte de la vitesse de déformation a tendance à basculer légèrement dans le domaine non-conservatif sans pour autant améliorer significativement la prédiction de la durée de vie.

La prise en compte de la vitesse de déformation par le modèle présente deux inconvénients majeurs :

- Il est nécessaire de présupposer de la vitesse de déformation de l'éprouvette sollicitée en fatigue dès l'étape de détermination de la contrainte à rupture du matériau en traction monotone.
- La vitesse de déformation de l'éprouvette est dépendante de la contrainte de fatigue appliquée (Tableau 4.11). Il faut donc potentiellement définir cette vitesse pour chaque niveau de chargement étudié.

Ainsi, la prise en compte de la vitesse de déformation dans le modèle enrichi doit être vue comme une méthode d'amélioration de la prédiction de la durée de vie dans le cas où de très grandes vitesses sont atteintes. Autrement, l'utilisation de la contrainte à rupture déterminée en traction quasi-statique à une vitesse standard (à 1 mm/min par exemple) permet d'atteindre un bon niveau de prédiction sans avoir à multiplier les essais pour la mise en place du modèle.

Influence de la fréquence, du rapport de charge et de la température : essais réalisés par le CETIM

Cette partie s'appuie sur une série d'essais de fatigue réalisée par le CETIM de Senlis. Les éprouvettes testées sont issues du même lot que celles employées au cours de la thèse. Les essais sont menés sur des éprouvettes $[(0/90)_3]$ conditionnées à RH50. Les différents paramètres d'essais utilisés au cours de cette campagne sont regroupés dans le Tableau 4.14.

R	f [Hz]	Température [°C]
0,1	10	-40 // 20 // 90
0,3	10	20
0,6	10	20

Tableau 4.14 : Conditions d'essais pour les éprouvettes $[(0/90)_3]$ conditionnées à RH50 testées en fatigue par le CETIM.

Cette campagne d'essais a permis la construction d'une base de données pour l'évaluation du critère de fatigue enrichi dans différentes conditions d'essais.

Une étude préliminaire a permis d'étudier l'influence de la fréquence d'essai sur la durée de vie en fatigue des éprouvettes $[(0/90)_3]$ conditionnées à RH50. En plus des essais réalisés à 10 Hz par le CETIM, trois autres fréquences ont été utilisées pour cette étude, à savoir : 1 Hz, 3 Hz et 9 Hz. L'ensemble des résultats est regroupé sur la Figure 4.47. On observe que la durée de vie du matériau n'est pas affectée par la fréquence d'essai dans l'intervalle [1 Hz ; 10 Hz].

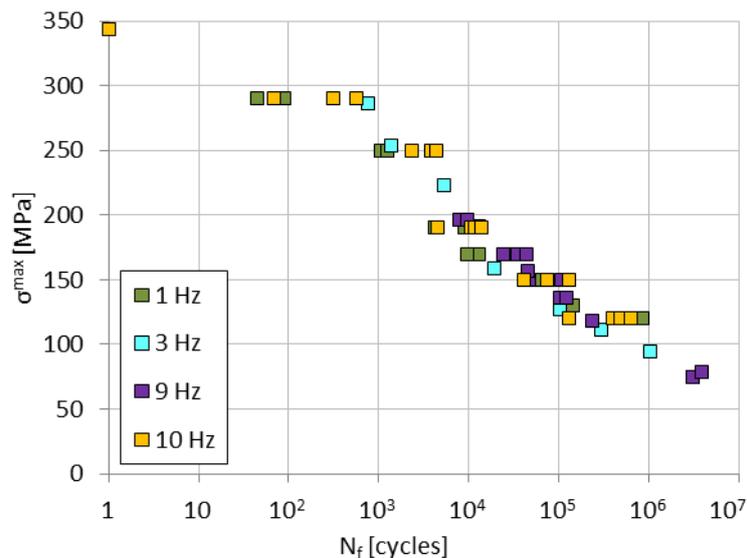


Figure 4.47 : Courbes de Wöhler à différentes fréquences d'essai pour $R = 0,1$ pour le composite verre / PA66 $[(0/90)_3]$ conditionné à RH50.

De ce fait, le critère de fatigue a été adapté en tenant compte de l'absence d'influence de la fréquence sur N_f sur cet intervalle (équation 4.13).

$$\begin{cases} N_f = \left[1 + \left(\frac{\sigma_{u,\beta}^{RH50} - a_\theta(RH - 50)}{\sigma^{max}} - 1 \right) \frac{1^\beta}{\alpha(1-R)^{1.6-R|\sin\theta|}} \left(\frac{\sigma_{u,\beta}^{RH50} - a_\theta(RH - 50)}{\sigma^{max}} \right)^{0.6-R|\sin\theta|} \right]^{\frac{1}{\beta}} & \text{si } f \in [1 \text{ Hz}; 10 \text{ Hz}] \\ N_f = \left[1 + \left(\frac{\sigma_{u,\beta}^{RH50} - a_\theta(RH - 50)}{\sigma^{max}} - 1 \right) \frac{f^\beta}{\alpha(1-R)^{1.6-R|\sin\theta|}} \left(\frac{\sigma_{u,\beta}^{RH50} - a_\theta(RH - 50)}{\sigma^{max}} \right)^{0.6-R|\sin\theta|} \right]^{\frac{1}{\beta}} & \text{si } f \notin [1 \text{ Hz}; 10 \text{ Hz}] \end{cases}$$

Équation 4.13

Dans cette partie, l'influence de la vitesse de déformation n'est pas prise en compte. Les paramètres α et β utilisés sont toujours ceux qui ont été déterminés précédemment sur les éprouvettes $[(0/90)_3]$ conditionnées à RH50, pour une sollicitation à $R = 0,1$ et $f = 1$ Hz.

La Figure 4.48a montre les résultats obtenus pour les trois valeurs de rapports de charge testées. L'augmentation de R induit une augmentation de la durée de vie du matériau. Cette tendance a également été mise en évidence par Mallick et Zhou [Mallick & Zhou, 2004] sur un composite à matrice PA66 renforcé de fibres de verre courtes. Le modèle prédit correctement la durée de vie du matériau pour un rapport de charge $R = 0,3$. Néanmoins, le critère de fatigue surestime fortement la durée de vie du matériau sollicité à $R = 0,6$. Il semble donc que le domaine de variation de R pour une utilisation optimale du critère de fatigue est borné.

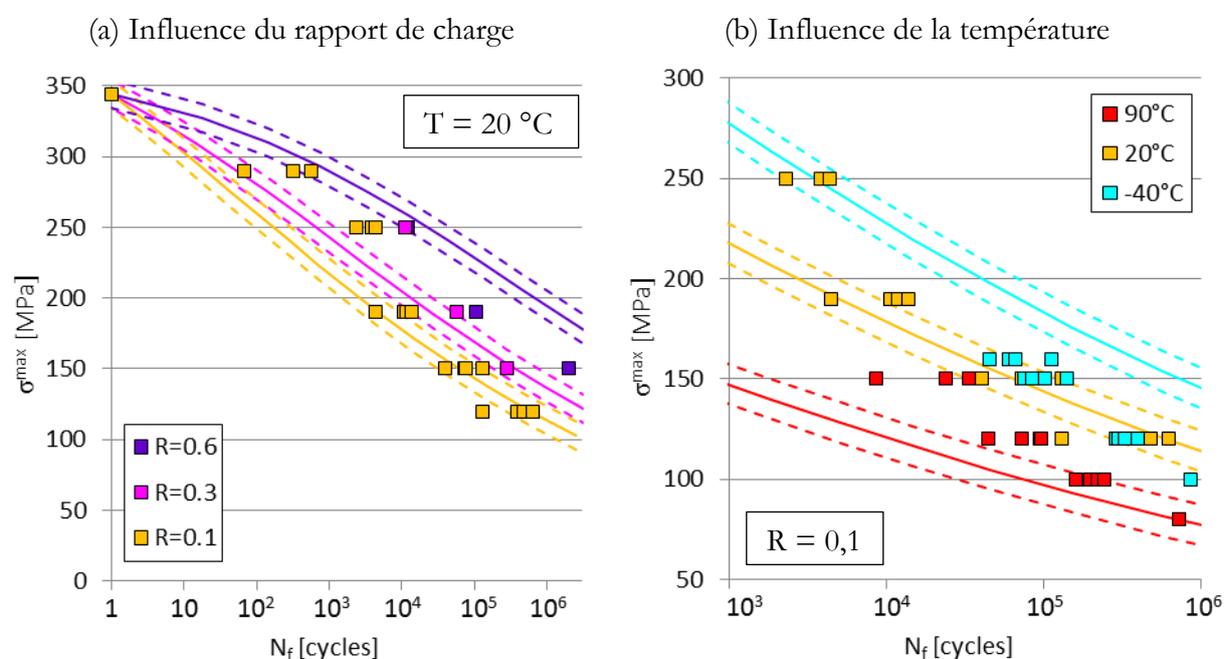


Figure 4.48 : Influence (a) du rapport de charge et (b) de la température sur la durée de vie du composite $[(0/90)_3]$ à RH50. Campagne d'essais réalisée au CETIM avec une fréquence de 10 Hz. Application du critère enrichi.

Des essais de fatigue à -40 °C et 90 °C ont également été menés dans le cadre de cette campagne. Une étude préliminaire a permis de déterminer les propriétés mécaniques du composite en traction monotone à 2 mm/min pour ces deux températures (Tableau 4.15). L'augmentation de la température d'essai entraîne une chute de la contrainte à rupture du matériau.

	σ_u [MPa]	E [GPa]	ϵ^R [%]	ν
-40 °C	439 ± 22	$20,3 \pm 1,8$	$2,27 \pm 0,39$	$0,142 \pm 0,039$
90 °C	233 ± 23	$19,8 \pm 1,1$	$1,12 \pm 0,27$	$0,116 \pm 0,042$

Tableau 4.15 : Propriétés mécaniques en traction monotone à -40 °C et 90 °C du composite $[(0/90)_3]$ conditionné à RH50.

Les nombres de cycles à rupture du composite déterminés expérimentalement à $f = 10\text{ Hz}$ et $R = 0,1$ à 90 °C et -40 °C sont donnés sur la Figure 4.48b. Les essais réalisés à 90 °C ont une durée de vie inférieure à celles observées à 20 °C . Cependant, alors que la contrainte à rupture en traction monotone à -40 °C est bien supérieure à celle mesurée à 20 °C , les durées de vie expérimentales du matériau sont identiques pour ces deux températures.

Dans le critère de fatigue enrichi, la variation de température est intégrée par la valeur de contrainte à rupture du matériau en traction monotone.

Cependant, on peut voir sur la Figure 4.48b que le critère de fatigue ne parvient pas à estimer la durée de vie du composite testé à -40 °C . En effet, le modèle surestime très largement le nombre de cycles à rupture. À 90 °C , le modèle est plus cohérent avec les durées de vie mesurées expérimentalement, surtout pour les contraintes de fatigue faibles. Ces résultats montrent que la capacité du modèle à prédire la durée de vie du composite tissé verre / PA66 reste limitée dans le cas où la température d'essai est modifiée.

L'ensemble de ces résultats montre les limites de ce modèle phénoménologique. En effet, ce type de critère ne tient pas compte des mécanismes physiques qui se développent dans le matériau pour estimer sa durée de vie lors d'une sollicitation cyclique (développement d'endommagements, mécanismes de déformation plastique, etc.). Ainsi, la manipulation des différents paramètres qui le composent doit se faire avec précaution :

- L'influence de certains paramètres est correctement prise en compte : c'est le cas du conditionnement à différents taux d'humidité des éprouvettes, de l'orientation des fibres ou encore du rapport de charge dans une certaine limite ;

- La variation de la fréquence doit être éclairée par des constatations expérimentales : de 1 Hz à 10 Hz, aucune influence de la fréquence n'est observée. Cela doit donc être pris en compte dans l'expression du critère de fatigue ;
- Enfin, certains paramètres comme la température d'essai font varier trop profondément le comportement du matériau pour pouvoir estimer correctement sa durée de vie par ce type de modèle phénoménologique.

Ainsi, ce modèle présente l'avantage de ne nécessiter l'identification que de deux paramètres. Pour cela, une courbe de Wöhler de référence suffit. Cette facilité de mise en place est un atout majeur dans un contexte industriel, notamment au moment de l'utilisation du modèle en bureau d'étude. Néanmoins, la multiplication des conditions d'essais dans le cadre de cette étude a montré que ce type de critère doit être utilisé dans les limites de ses capacités.

BILAN PARTIE IV

Des essais de fatigue à une fréquence de 1 Hz et un rapport de charge de 0,1 ont permis de déterminer la durée de vie du composite tissé verre / PA66 pour les trois séquences d'empilement $[(0/90)_3]$, $[(90/0)_3]$ et $[(\pm 45)_3]$ et les trois conditionnements de l'étude (RH0, RH50 et RH100). Que ce soit en traction monotone ou sous sollicitation cyclique, les directions chaîne et trame (séquences d'empilement $[(0/90)_3]$ et $[(90/0)_3]$) se comportent de façon identique. Les essais réalisés à l'ambiante ont montré que l'influence du conditionnement est peu marquée, notamment pour les durées de vie supérieures à 10^4 cycles. Ce résultat a dans un premier temps fait craindre une perte du conditionnement des éprouvettes au cours de l'essai. Néanmoins, le recours à une enceinte climatique a montré que même lorsque le conditionnement de l'éprouvette est maintenu durant l'essai, les durées de vie des éprouvettes RH0, RH50 et RH100 sont semblables au-delà de 10^4 cycles.

L'analyse de l'endommagement a été opérée en utilisant les techniques d'émission acoustique, de thermographie infrarouge et d'observations microscopiques (MEB et optique). L'orientation des fibres influence fortement le comportement du matériau en fatigue. Lorsque les fibres sont orientées à $\pm 45^\circ$ par rapport à l'axe de sollicitation, les déformations de l'éprouvette atteignent des valeurs supérieures à 15 %. La réorientation des fibres à chaque cycle de fatigue s'accompagne d'un phénomène de frottement qui se traduit par un échauffement très important : la température maximale en surface augmente de plusieurs dizaines de degrés Celsius au cours de l'essai. L'endommagement se développe sous la forme de nombreuses décohésions fibres / matrice au sein des torons et de ruptures de fibres. Ces endommagements se répartissent dans toute la zone utile du matériau. Pour les séquences d'empilement $[(0/90)_3]$ et $[(90/0)_3]$, la présence de fibres dans la direction de sollicitation modifie le comportement du matériau. Tout d'abord, les déformations de l'éprouvette n'excèdent pas les 3 %. Le phénomène d'échauffement reste très limité puisque la température en surface de l'éprouvette n'augmente pas de plus 4 °C. L'endommagement est très localisé et se caractérise par des décohésions fibres / matrice au sein des torons et des ruptures de fibres. L'augmentation du taux d'humidité dans l'éprouvette a pour conséquence de précipiter l'endommagement, quelle que soit la séquence d'empilement considérée. Le phénomène de plastification de la matrice induit une réduction de l'activité acoustique liée à cette dernière. Cependant, la présence d'eau favorise la dégradation des interfaces.

L'analyse de l'endommagement par émission acoustique a permis d'étudier l'influence de la contrainte de fatigue appliquée sur le nombre de ruptures de fibres. En effet, la proportion d'évènements acoustiques liés à la rupture de fibres est d'autant plus grande que la contrainte de fatigue appliquée est faible. Ces résultats ont été confirmés par des observations au microscope optique et une analyse par tomographie RX. Ainsi, il semblerait que pour des niveaux de chargement faibles, le mécanisme le plus endommageant au sein du matériau composite est la rupture des fibres. Les fibres étant insensibles à l'humidité, cela pourrait expliquer l'absence d'influence du conditionnement sur la durée de vie du matériau au-delà de 10^4 cycles.

Enfinement, la capacité de deux critères de fatigue à prévoir la durée de vie du matériau pour diverses conditions d'essais a été évaluée. Dans un premier temps, un diagramme de durées de vie constantes a été mis en place à partir des résultats obtenus à $R = 0,1$. Ses performances sont ensuite évaluées sur des essais de fatigue réalisés au CETIM à $R = 0,3$ et $R = 0,6$. Ce critère a montré une tendance à sous-estimer la durée de vie du matériau lorsque le rapport de charge est modifié. Le deuxième critère mis en place a été initialement proposé par Caprino et d'Amore [Caprino & D'Amore, 1998] puis repris par Epaarachchi et Clausen [Epaarachchi & Clausen, 2003]. Ce modèle permet de tenir compte de la fréquence, du rapport de charge et de l'orientation des fibres dans le composite. Afin de pouvoir prendre en considération l'influence du conditionnement, ces travaux de thèse ont proposé un enrichissement du modèle. Pour cela, un modèle empirique linéaire est proposé pour permettre d'exprimer la contrainte à rupture du matériau en fonction de RH. Les paramètres du modèle ainsi développé ont été évalués sur la courbe de Wöhler des éprouvettes $[(0/90)_3]$ conditionnées à RH50. Le modèle a ensuite été appliqué à toutes les autres configurations de l'étude. À l'exception des éprouvettes $[(0/90)_3]$ à RH0, le modèle a montré qu'il était capable de prédire correctement les durées de vie des échantillons. Enfin, les performances et les limites du modèle ont été évaluées pour différentes valeurs de fréquence, de rapport de charge et de température d'essai.

- PARTIE V -

Vers des Applications Structurelles

Cette partie propose une ouverture vers des applications structurelles. Le premier niveau d'analyse est celui d'une éprouvette trouée. Dans un premier temps, un modèle de calcul par éléments finis est mis au point. Par la suite, le critère de fatigue présenté dans la Partie IV est appliqué au cas des éprouvettes trouées sollicitées en fatigue. Le second niveau d'analyse consiste en l'étude d'une mini-structure. La mini-structure est sollicitée en flexion 3 point monotone et en fatigue. L'objectif de cette partie est d'évaluer la capacité du critère de fatigue étudié précédemment à prédire la durée de vie d'une mini-structure.

Chapitre 1 : Le cas des éprouvettes trouées	199
1.1. Modélisation par éléments finis	199
1.1.1. Géométrie et maillage	199
1.1.2. Schématisation du composite tissé	199
1.1.3. Conditions aux limites	200
1.2. Détermination des paramètres matériaux du modèle	201
1.2.1. Détermination du module de cisaillement G_{LT}	201
1.2.2. Détermination du coefficient de Poisson ν_{LT}	203
1.2.3. Détermination des modules d'élasticité E_L et E_T	204
1.2.4. Validation.....	207
1.3. Validation du modèle éléments finis pour les essais de traction monotone.....	209
1.3.1 Courbe de traction monotone	209
1.3.2. Coefficient de concentration de contraintes (K_t).....	210
1.3.3. Méthode de prédiction de la rupture	212
1.4. Comportement en fatigue des éprouvettes trouées	215
1.4.1. Durée de vie en fatigue.....	215
1.4.2. Évolution de l'endommagement.....	217
Chapitre 2 : Application à une mini-structure.....	223
2.1. Présentation de la mini-structure et du mode de sollicitation	223
2.1.1. La mini-structure	223
2.1.2. Caractérisation en flexion 3 points	223
2.2. Estimation de la durée de vie en fatigue.....	229
2.2.1. Étude préliminaire : Fatigue en flexion 3 points des éprouvettes rectangulaires.....	229
2.2.2. Application du critère de fatigue à deux paramètres à la mini-structure	231
Bilan Partie V.....	233

CHAPITRE 1 : LE CAS DES ÉPROUVETTES TROUÉES

En guise d'introduction à l'étude de mini-structures, des éprouvettes trouées ont été considérées. Il s'agit d'éprouvettes rectangulaires $[(0/90)_3]$, conditionnées à RH50 et percées d'un trou en leur centre. Dans un premier temps, on propose une modélisation par éléments finis (EF) afin de pouvoir déterminer les champs de contraintes et de déformations autour du trou. La validation du modèle est faite par une confrontation avec des essais de traction monotone. Par la suite, des essais de fatigue sont réalisés afin de déterminer la durée de vie des éprouvettes trouées. Enfin, le critère de fatigue à deux paramètres proposé dans la Partie IV - Chapitre 4, est appliqué pour évaluer sa capacité à estimer la durée de vie d'éprouvettes de structure.

1.1. Modélisation par éléments finis

1.1.1. Géométrie et maillage

Pour des raisons de symétrie, seul un quart de l'éprouvette aurait pu être modélisé. Cependant, nous avons choisi de représenter une moitié d'éprouvette, coupée dans la longueur (Figure 5.1). Ainsi, les dimensions globales de la demi-éprouvette sont $200 \text{ mm} \times 10 \text{ mm} \times 1,57 \text{ mm}$. Le trou est centré et a un diamètre de 7 mm. Le modèle est construit avec des éléments de type coque. Le maillage est raffiné autour du trou afin d'avoir une meilleure estimation du champ de contraintes dans cette zone. La taille de maille a été optimisée grâce à une étude de convergence.

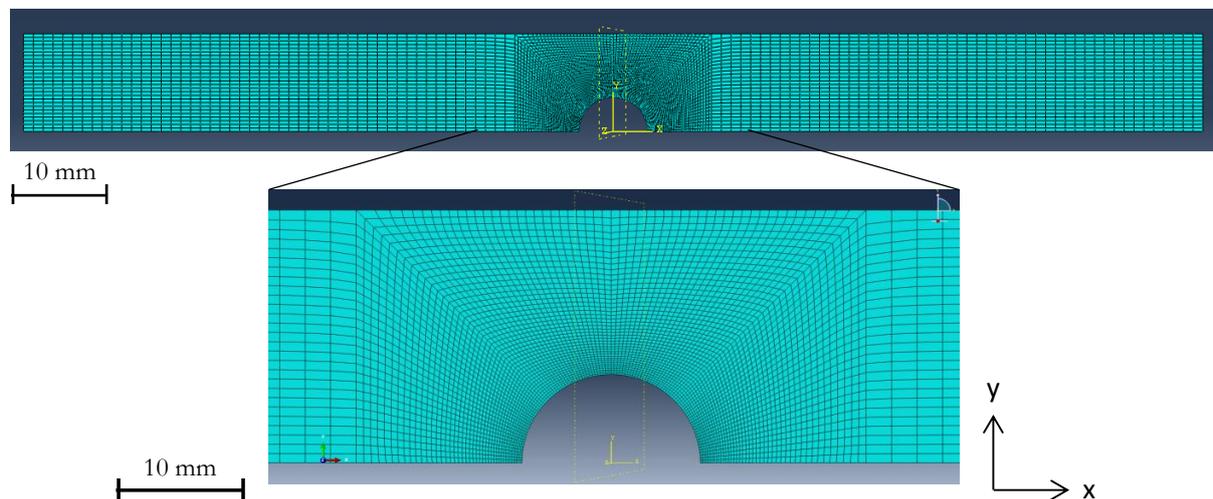


Figure 5.1 : Géométrie de l'éprouvette trouée du modèle éléments finis.

1.1.2. Schématisation du composite tissé

La principale difficulté à la mise en place de ce modèle de calcul par éléments finis est la modélisation du tissu de fibres. Il a été choisi de développer un modèle simplifié en faisant l'hypothèse qu'un pli de tissu peut être représenté par l'empilement de deux plis de composite

unidirectionnel (UD). Ainsi, un pli de tissu (0/90) d'épaisseur e peut être considéré comme la superposition d'un pli UD à 0° d'épaisseur $e/2$ et d'un pli UD à 90° d'épaisseur $e/2$ (Figure 5.2).

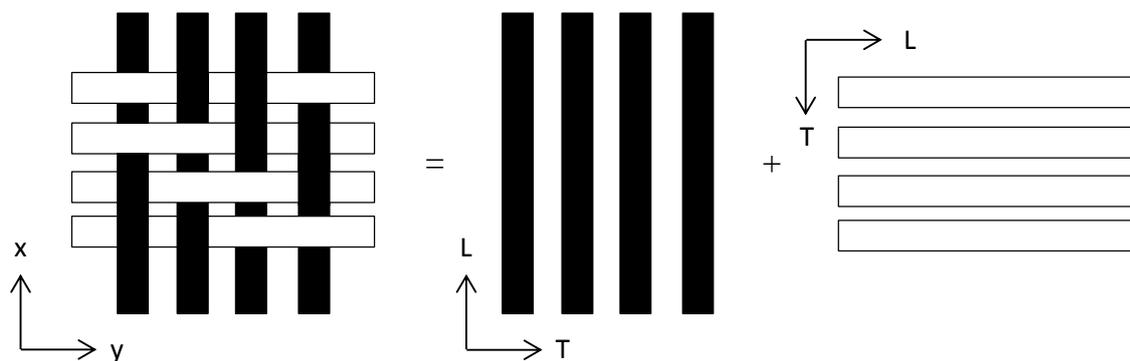


Figure 5.2 : Hypothèse de modélisation d'un pli de tissu (0/90) par l'empilement de deux plis unidirectionnels à 0° et 90° .

On définit deux repères orthonormés pour la modélisation :

- Le repère R_0 (O, x, y, z) : associé à l'éprouvette, x correspond à la direction de sollicitation, y à la largeur et z à l'épaisseur de la plaque de stratifié considérée.
- Le repère R (O, L, T, z) : associé à un pli de tissu, L correspondant à la direction chaîne et T à la direction trame. Lorsqu'on considère un pli UD équivalent, L correspond à la direction des fibres et T à la direction transverse aux fibres.

Afin de proposer un modèle dont l'empilement est symétrique, le pli de tissu central est considéré non pas comme l'empilement de deux plis UD équivalents mais de quatre. Le Tableau 5.1 montre la décomposition du composite tissé [(0/90)₃] en 8 plis UD équivalents.

1.1.3. Conditions aux limites

Le chargement est représenté par un déplacement dans la direction X, appliqué sur une extrémité de l'éprouvette. L'autre extrémité est encastrée. Enfin, on impose une condition de symétrie par rapport à l'axe y sur le plan de coupe de la demi-éprouvette : les déplacements selon l'axe y ainsi que les rotations autour de x et z sont bloqués (Figure 5.3).

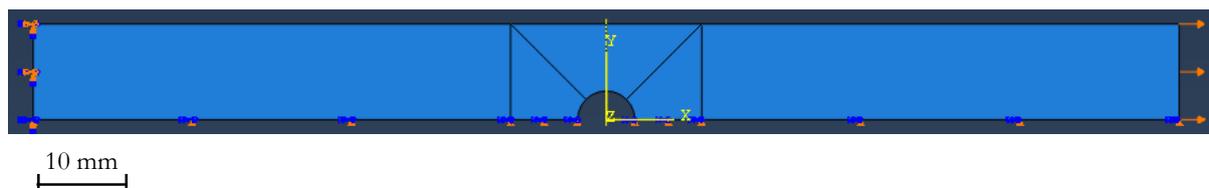


Figure 5.3 : Conditions aux limites appliquées sur la demi-éprouvette du modèle de calcul par éléments finis.

Tissu	Modèle UD équivalent
Pli 1 (0/90) $e_{pli} = 0,523$ mm	Pli 1.1 0° $e_1 = 0,2616$ mm
	Pli 1.2 90° $e_1 = 0,2616$ mm
Pli 2 (0/90) $e_{pli} = 0,523$ mm	Pli 2.1 0° $e_2 = 0,1308$ mm
	Pli 2.2 90° $e_2 = 0,1308$ mm
	Pli 2.3 90° $e_2 = 0,1308$ mm
	Pli 2.4 0° $e_2 = 0,1308$ mm
Pli 3 (0/90) $e_{pli} = 0,523$ mm	Pli 3.1 90° $e_1 = 0,2616$ mm
	Pli 3.2 0° $e_1 = 0,2616$ mm

← Axe de symétrie

Tableau 5.1 : Correspondance entre les trois plis de tissu (0/90) réels et les 8 plis UD équivalents utilisés dans le modèle éléments finis.

1.2. Détermination des paramètres matériaux du modèle

Il est nécessaire de déterminer les coefficients d'élasticité d'un pli UD équivalent de façon à ce que l'empilement de plis UD à 0° et 90° corresponde au composite tissé de l'étude. Le pli UD est caractérisé par quatre coefficients d'élasticité :

- Le module d'élasticité dans la direction des fibres E_L ;
- Le module d'élasticité dans la direction transverse des fibres E_T ;
- Le module de cisaillement G_{LT} ;
- Le coefficient de Poisson ν_{LT} (et $\nu_{TL} = \nu_{LT} \times E_T / E_L$).

Ces coefficients peuvent être déterminés à partir des données expérimentales obtenues par le biais des essais de traction monotone réalisés sur le composite tissé dans la Partie III. Les détails des calculs sont présentés en Annexe 3.

1.2.1. Détermination du module de cisaillement G_{LT}

Le module de cisaillement G_{LT} peut être déduit directement des essais de traction monotone sur l'empilement $[(\pm 45)_3]$. Pour cela, on considère le composite tissé comme l'empilement de 8 plis

de composites unidirectionnels orientés alternativement à $+45^\circ$ et -45° par rapport à la direction de sollicitation. De façon analogue à ce qui est proposé dans le Tableau 5.1 pour le composite tissé $[(0/90)_3]$, le composite stratifié équivalent à l'empilement $[(\pm 45)_3]$ est symétrique, les quatre plis externes ont une épaisseur de $e_1 = 0,2616$ mm et les quatre plis internes ont une épaisseur $e_2 = 0,1308$ mm.

Pour ce composite stratifié équilibré et symétrique équivalent, on a la relation donnée par l'équation 5.1.

$$\frac{1}{2} \sigma_{xx}^{[(\pm 45)_3]} = G_{LT} (\varepsilon_{xx}^{[(\pm 45)_3]} - \varepsilon_{yy}^{[(\pm 45)_3]}) \quad \text{Équation 5.1}$$

Où $\sigma_{xx}^{[(\pm 45)_3]}$, $\varepsilon_{xx}^{[(\pm 45)_3]}$ et $\varepsilon_{yy}^{[(\pm 45)_3]}$ sont respectivement les contraintes et déformations dans le stratifié équivalent au $[(\pm 45)_3]$.

On peut donc déterminer le module de cisaillement G_{LT} à partir de la partie linéaire de la courbe $\sigma_{xx}^{[(\pm 45)_3]} / 2$ en fonction de $\varepsilon_{xx}^{[(\pm 45)_3]} - \varepsilon_{yy}^{[(\pm 45)_3]}$. La Figure 5.4 montre la courbe expérimentale obtenue en traction monotone à 1 mm/min dans le cas du composite tissé $[(\pm 45)_3]$ conditionné à RH50 (essai présenté dans la Partie III – Chapitre 2).

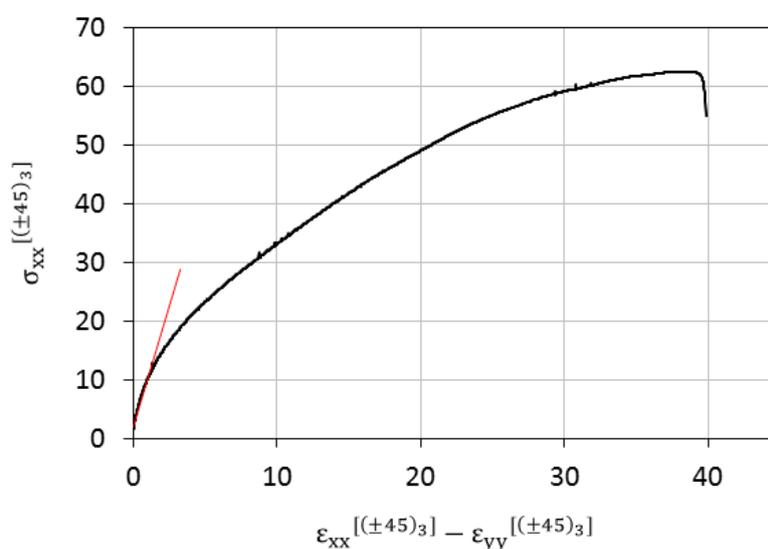


Figure 5.4 : Courbe expérimentale de $\sigma_{xx}^{[(\pm 45)_3]} / 2$ en fonction de $\varepsilon_{xx}^{[(\pm 45)_3]} - \varepsilon_{yy}^{[(\pm 45)_3]}$ pour le composite GFRPA66 pour la séquence d'empilement $[(\pm 45)_3]$ à RH50.

Finalement, les valeurs de G_{LT} pour les trois taux d'humidité étudiés, obtenues à partir des essais de traction monotone, sont regroupées dans le Tableau 5.2.

	RH0	RH50	RH100
G_{LT} [MPa]	$2113,5 \pm 227,5$	$690,0 \pm 34,0$	$336,0 \pm 5,0$

Tableau 5.2 : Valeurs du module de cisaillement G_{LT} pour le pli UD équivalent à RH0, RH50 et RH100 déterminées à partir des essais de traction monotone sur $[(\pm 45)_3]$.

1.2.2. Détermination du coefficient de Poisson ν_{LT}

On considère que la loi des mélanges (équation 5.2) donne une bonne approximation de la valeur du coefficient de Poisson :

$$\nu_{LT} = \nu_f \nu_f + (1 - \nu_f) \nu_m \quad \text{Équation 5.2}$$

Où ν_f correspond à la fraction volumique de fibres, ν_f est le coefficient de Poisson de la fibre et ν_m est le coefficient de Poisson de la matrice.

Le taux volumique de fibres s'obtient à partir de la masse volumique de la fibre, de la matrice et du composite par le biais de l'équation 5.3.

$$\nu_f = \frac{\rho_c - \rho_m}{\rho_f - \rho_m} \quad \text{Équation 5.3}$$

Où ρ désigne une masse volumique et les indices c, m et f désignent respectivement le composite, la matrice et la fibre. La masse volumique du composite est donnée égale à $1,78 \text{ g/cm}^3$ par le fournisseur matière. La masse volumique de la matrice a été mesurée expérimentalement sur les échantillons de matrice pure. Elle est égale à $1,1333 \pm 0,0052 \text{ g/cm}^3$. La masse volumique de la fibre est prise égale à $2,60 \text{ g/cm}^3$, ce qui correspond à la densité moyenne d'une fibre E-glass [Matweb.com, 2014]. Finalement, on trouve un taux volumique de fibres égal à 0,44. Ce résultat est cohérent avec la valeur annoncée par le fournisseur DuPontTM, à savoir 0,43.

Pour appliquer la loi des mélanges, il est nécessaire de connaître les coefficients de Poisson de la matrice et de la fibre. Les valeurs du coefficient de Poisson de la matrice PA66 mesurées dans la Partie III – Chapitre 2 pour les trois conditionnements étudiés sont rappelées dans le Tableau 5.3.

Le coefficient de Poisson de la fibre est choisi égal à 0,2, ce qui correspond au coefficient de Poisson moyen pour une fibre de type E-glass [Matweb.com, 2014]. Ce coefficient est supposé indépendant du taux d'humidité.

	sec (RH0)	référence (RH50)	saturé en eau (RH100)
ν_m	$0,39 \pm 0,01$	$0,44 \pm 0,01$	$0,45 \pm 0,01$

Tableau 5.3 : Coefficient de Poisson mesuré expérimentalement pour la matrice PA66 à l'état sec, de référence et saturé en eau.

Ainsi, les coefficients de Poisson du pli UD équivalent calculés par la loi des mélanges (équation 5.2) sont regroupés dans le Tableau 5.4.

	sec (RH0)	référence (RH50)	saturé en eau (RH100)
ν_{LT}	0,31	0,33	0,34

Tableau 5.4 : Coefficients de Poisson calculés à partir de la loi des mélanges pour le pli UD équivalent à RH0, RH50 et RH100.

1.2.3. Détermination des modules d'élasticité E_L et E_T

Le module d'élasticité dans la direction des fibres E_L est donné par la loi des mélanges (équation 5.4).

$$E_L = \nu_f E_f + (1 - \nu_f) E_m \quad \text{Équation 5.4}$$

Les valeurs du module d'Young de la matrice PA66 (E_m) mesurées dans la Partie III – Chapitre 2 pour les trois conditionnements étudiés sont rappelées dans le Tableau 5.5. Le module d'Young de la fibre (E_f) n'est pas connu.

	sec (RH0)	référence (RH50)	saturé en eau (RH100)
E_m [MPa]	1980 ± 150	779 ± 200	291 ± 90

Tableau 5.5 : Module d'élasticité mesuré expérimentalement pour la matrice PA66 pure à l'état sec, de référence et saturé en eau.

L'expression du module dans la direction transverse E_T aux fibres est donnée par les travaux de Hashin [Hashin, 1983] (équation 5.5).

$$E_T = \frac{2}{\frac{1}{2K_L} + \frac{1}{2G_{TT'}} + \frac{2\nu_{LT}^2}{E_L}} \quad \text{Équation 5.5} \\ \text{[Hashin, 1983]}$$

Où K_L est le module de compression hydrostatique latérale (sans déformation longitudinale) et $G_{TT'}$ est le module de cisaillement transverse.

Le module de compression hydrostatique latérale K_L est donné par l'équation 5.6.

$$K_L = K_m + \frac{v_f}{\frac{1}{K_f - K_m} + \frac{1 - v_f}{K_m + G_m}} \quad \text{Équation 5.6}$$

Les modules de compression latérale (sans déformation longitudinale) K_m et K_f respectivement de la matrice et des fibres, ainsi que le module de cisaillement de la matrice G_m peuvent s'exprimer en fonction des modules d'Young et des coefficients de Poisson de la matrice et des fibres selon les équations 5.7 et 5.8.

$$K_i = \frac{E_i}{2(1 - 2\nu_i)(1 + \nu_i)}, \quad i = m, f \quad \text{Équation 5.7}$$

$$G_i = \frac{E_i}{2(1 + \nu_i)}, \quad i = m, f \quad \text{Équation 5.8}$$

Le module de cisaillement transverse est donné par l'équation 5.9.

$$G_{TT'} = G_m + \frac{v_f}{\frac{1}{G_f - G_m} + (1 - v_f) \frac{K_m + 2G_m}{2G_m(K_m + G_m)}} \quad \text{Équation 5.9}$$

Parmi les équations décrites précédemment, le seul paramètre inconnu est le module d'Young de la fibre (E_f). La connaissance de ce paramètre permet donc de calculer simultanément E_L et E_T .

Considérons alors le composite tissé $[(0/90)_3]$ comme l'empilement de 8 plis UD équivalents orientés alternativement à 0° et 90° par rapport à la direction de sollicitation. Le composite stratifié équivalent qui résulte de cette approximation est symétrique comme indiqué dans le Tableau 5.1.

Dans le cas d'un essai de traction monotone sur un composite tissé avec une séquence d'empilement $[(0/90)_3]$ on a donc l'équation 5.10 :

$$\frac{\sigma_{xx}^{[(0/90)_3]}}{\varepsilon_{xx}^{[(0/90)_3]}} = E_x^{[(0/90)_3]} \approx \frac{1}{2}(E_L + E_T) \quad \text{Équation 5.10}$$

Où $\sigma_{xx}^{[(0/90)_3]}$, $\varepsilon_{xx}^{[(0/90)_3]}$ et $E_x^{[(0/90)_3]}$ sont respectivement les contraintes, déformations et module d'Young du composite tissé de séquence d'empilement $[(0/90)_3]$. E_L et E_T sont les modules du pli UD équivalent dans la direction des fibres et transverse aux fibres.

L'équation 5.10 est utilisée comme critère d'optimisation du module d'Young de la fibre (E_f). Le

protocole suivi pour la détermination des coefficients E_L et E_T est décrit par la Figure 5.5. Les données déterminées expérimentalement à partir d'essais de traction monotone sur PA66 pur ou sur composite tissé $[(0/90)_3]$ à RH50 sont indiquées en rouge.

La détermination de E_L et E_T passe par l'évaluation de la valeur de E_f . Après avoir fixé un E_f arbitraire (choisi proche du module d'Young d'une fibre E-glass), la première étape consiste en l'application de la loi des mélanges pour le calcul de E_L . Puis, le coefficient E_T est calculé à partir de l'équation 5.5 [Hashin, 1983]. Il est alors possible de calculer le terme de droite de l'équation 5.10. Si la valeur trouvée est égale au module d'Young du composite tissé $[(0/90)_3]$ à RH50 mesurée en traction monotone, alors la valeur de E_f initiale est validée. À l'inverse, si le terme de droite de l'équation 5.10 n'est pas égal à $E_{xx}^{[(0/90)_3]}$ alors, la valeur de E_f est modifiée jusqu'à ce que l'équation 5.10 soit vérifiée. Par la suite, le coefficient E_f déterminé est considéré identique pour les trois conditionnements étudiés.

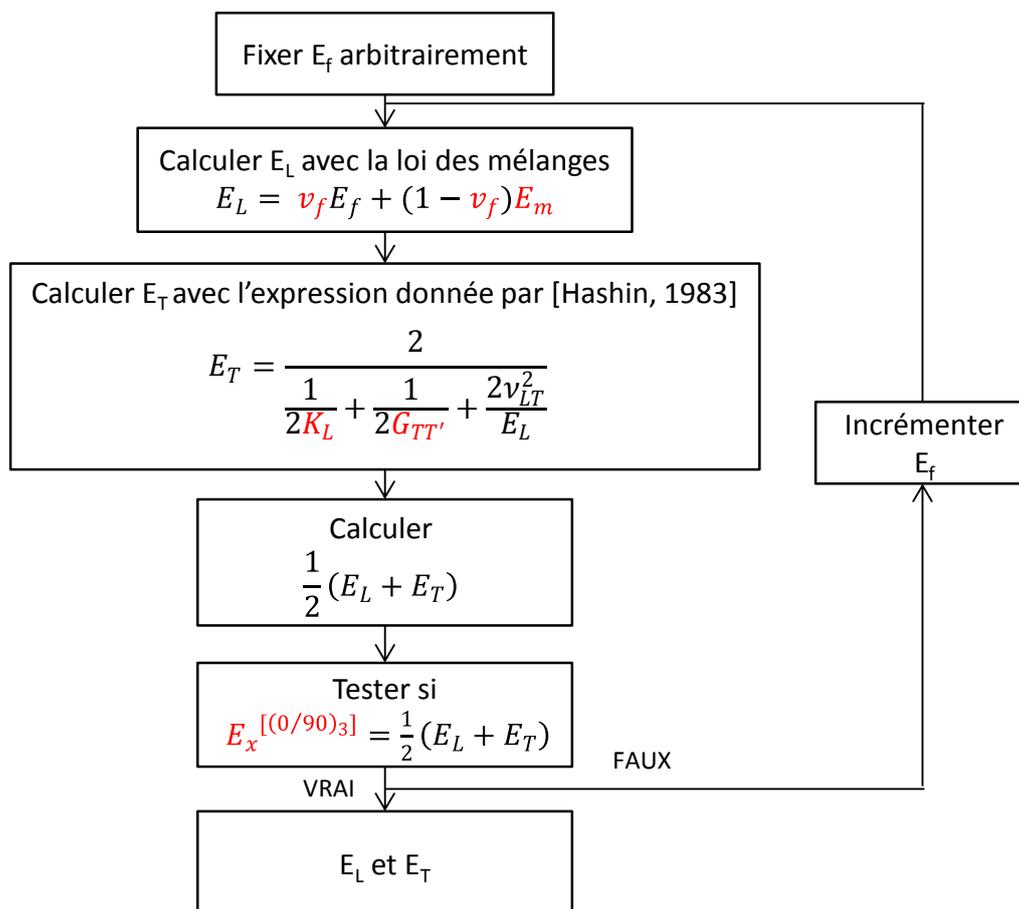


Figure 5.5 : Protocole d'identification des coefficients d'élasticité E_L et E_T du pli UD équivalent au composite tissé de l'étude.

Les résultats obtenus en suivant cette méthodologie sont regroupés dans le Tableau 5.6.

	E_f [MPa]	E_L [MPa]	E_T [MPa]	ν_{LT}	G_{LT} [MPa]
RH0	73540	33466	4964	0,31	2114
RH50		32794	2206	0,33	690
RH100		32521	857	0,34	336

Tableau 5.6 : Module d'Young des fibres de verre E_f et coefficients d'élasticité du pli UD équivalent au composite tissé de l'étude pour les conditionnements RH0, RH50 et RH100.

1.2.4. Validation

Les travaux de Gay [Gay, 1987] permettent d'obtenir les expressions des modules d'Young (équation 5.11 et équation 5.13) et des coefficients de Poisson (équations 5.12 et équation 5.14) des composites tissés $[(0/90)_3]$ et $[(\pm 45)_3]$ en fonction des coefficients d'élasticité du pli UD équivalent.

$$E_x^{[(0/90)_3]} \approx \frac{1}{2} (\overline{E}_L + \overline{E}_T) \quad \text{Équation 5.11}$$

$$\nu_{xy}^{[(0/90)_3]} = \frac{2\nu_{TL}\overline{E}_L}{(\overline{E}_L + \overline{E}_T)} \quad \text{Équation 5.12}$$

$$E_x^{[(\pm 45)_3]} = \frac{(\overline{E}_L + \overline{E}_T + 2\nu_{TL}\overline{E}_L) \times 4G_{LT}}{\overline{E}_L + \overline{E}_T + 2\nu_{TL}\overline{E}_L + 4G_{LT}} \quad \text{Équation 5.13}$$

$$\nu_{xy}^{[(\pm 45)_3]} = \frac{\overline{E}_L + \overline{E}_T - 4G_{LT} + 2\nu_{TL}\overline{E}_L}{\overline{E}_L + \overline{E}_T + 4G_{LT} + 2\nu_{TL}\overline{E}_L} \quad \text{Équation 5.14}$$

avec $\overline{E}_L = \frac{E_L}{1-\nu_{LT}\nu_{TL}}$ et $\overline{E}_T = \frac{E_T}{1-\nu_{LT}\nu_{TL}}$

Ces équations sont utilisées pour effectuer une première validation des coefficients d'élasticité du pli UD équivalent. Les valeurs calculées à partir des équations 5.11, 5.12, 5.13 et 5.14 et des coefficients donnés dans le Tableau 5.6 ont été comparées aux valeurs expérimentales obtenues sur les composites $[(0/90)_3]$ et $[(\pm 45)_3]$ pour les différents conditionnements (voir Partie III, Tableau 3.5). Le résultat de cette comparaison est donné dans le Tableau 5.7.

On observe que les résultats issus du calcul analytique sont très bien corrélés à ceux obtenus expérimentalement, à l'exception du coefficient de Poisson de l'empilement $[(0/90)_3]$. Cette différence peut être due aux très faibles valeurs de déformations transverses dans cet empilement rendant difficile la mesure de $\nu_{xy}^{[(0/90)_3]}$.

	RH0			RH50			RH100		
	Calcul analytique	Données expérimentales	Erreur	Calcul analytique	Données expérimentales	Erreur	Calcul analytique	Données expérimentales	Erreur
$E_x^{[(0/90)_3]}$ [GPa]	19,5	19,6 $\pm 0,4$	1%	17,6	17,5 $\pm 0,5$	1%	16,7	16,2 $\pm 0,8$	3%
$E_x^{[(\pm 45)_3]}$ [GPa]	7,0	6,8 $\pm 0,8$	4%	2,6	2,6 $\pm 0,1$	1%	1,3	1,3 $\pm 0,1$	1%
$\nu_{xy}^{[(0/90)_3]}$	0,079	0,072 $\pm 0,021$	10%	0,042	0,070 $\pm 0,009$	40%	0,017	0,065 $\pm 0,009$	73%
$\nu_{xy}^{[(\pm 45)_3]}$	0,665	0,625 $\pm 0,045$	6%	0,860	0,885 $\pm 0,002$	3%	0,924	0,907 $\pm 0,032$	2%

Tableau 5.7 : Comparaison calcul analytique / résultats expérimentaux pour les modules d'Young et les coefficients de Poisson des empilements $[(0/90)_3]$ et $[(\pm 45)_3]$.

Une seconde étape de validation a été réalisée à partir des données expérimentales recueillies sur le composite GFRPA66 conditionné à RH50 de séquence d'empilement $[(30/120)_3]$ (présenté dans la Partie IV – Chapitre 4). Les essais de traction ont été instrumentés avec un extensomètre à couteaux. Les déformations transverses n'ont pas été mesurées ce qui ne permet donc pas la détermination du coefficient de Poisson pour cet empilement. Les résultats expérimentaux et analytiques sont regroupés dans le Tableau 5.8

	Calcul analytique	Données expérimentales	Erreur
$E_x^{[(30/120)_3]}$ [GPa]	3,3	4,5 \pm 0,8	27%
$\nu_{xy}^{[(30/120)_3]}$	0,82	-	-

Tableau 5.8 : Comparaison calcul analytique / résultats expérimentaux pour le module de rigidité du composite tissé de séquence d'empilement $[(30/120)_3]$ conditionné à RH50.

On observe une erreur de 27 % sur le module d'Young du composite $[(30/120)_3]$. Cette erreur est plus élevée que celle observée sur les empilements $[(0/90)_3]$ et $[(\pm 45)_3]$. Cependant, le calcul reste conservatif permettant de valider les coefficients du pli UD équivalent déterminés dans cette partie.

1.3. Validation du modèle éléments finis pour les essais de traction monotone

1.3.1 Courbe de traction monotone

La courbe expérimentale de traction monotone pour une éprouvette trouée de composite GFRPA66 [(0/90)₃] est dans un premier temps comparée à celle obtenue avec un calcul par éléments finis. En première approche, on considère les champs de contraintes et de déformations loin du trou. Ainsi, la contrainte « à l'infini » est donnée par l'équation 5.15.

$$\sigma_{\infty} = \frac{F_{\text{appliquée}}}{S_{\infty}} \quad \text{Équation 5.15}$$

où σ_{∞} est la contrainte de traction appliquée, $F_{\text{appliquée}}$ est la force appliquée par la cellule de charge et S_{∞} est la section de l'éprouvette, loin du trou.

De la même façon, on considère la déformation de l'éprouvette loin du trou, notée ε_{∞} . Cette déformation est calculée grâce à la position des mors.

La Figure 5.6 montre la superposition des courbes expérimentales et numériques pour une éprouvette percée d'un trou de 7 mm de diamètre. Le modèle EF tel qu'il a été décrit précédemment ne prévoit pas l'endommagement ni la rupture du matériau. C'est pourquoi on obtient une courbe de traction théorique avec un comportement linéaire élastique.

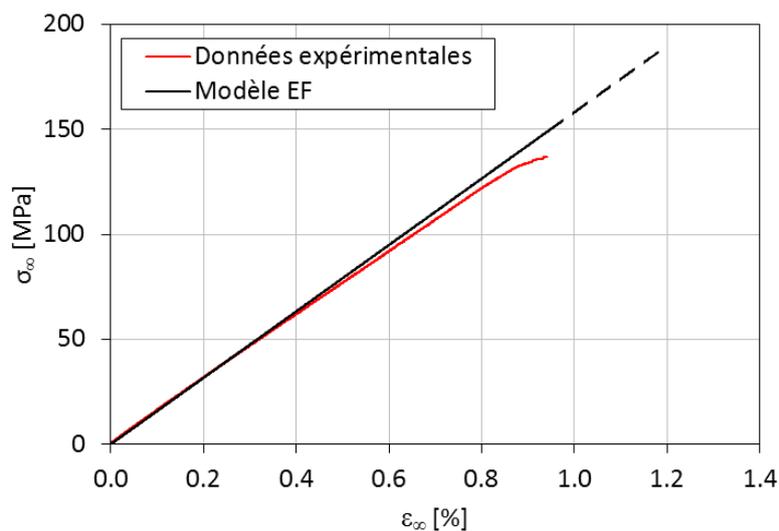


Figure 5.6 : Courbe de traction expérimentale (1 mm/min) et calcul par éléments finis pour une éprouvette de composite GFRPA66 trouée ($\varnothing 7$ mm) [(0/90)₃] à RH50.

Ainsi, sur la partie linéaire de la courbe expérimentale, le modèle EF modélise parfaitement le

comportement du matériau. Cette comparaison permet de vérifier que le modèle EF constitué de 8 plis UD est bien équivalent à un composite tissé $[(0/90)_3]$.

1.3.2. Coefficient de concentration de contraintes (K_t)

La présence d'un trou dans l'éprouvette induit une élévation de la contrainte σ_{xx} sur le ligament (Figure 5.7). Le facteur de concentration de contraintes, noté K_t , est défini comme le rapport de la contrainte le long du ligament sur la contrainte à l'infini (équation 5.16).

$$K_t = \frac{\sigma_{xx}(0, y)}{\sigma_\infty} \quad \text{Équation 5.16}$$

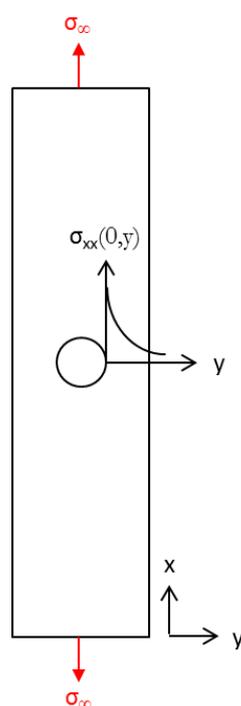


Figure 5.7 : Schématisation de la concentration de contraintes sur le ligament d'une éprouvette trouée soumise à une contrainte de traction monotone σ_∞ .

En supposant que l'on est en présence d'une plaque infinie orthotrope, la théorie de l'élasticité anisotrope en contraintes planes permet de calculer K_t^0 au plus proche du trou (dans ce cas $y = r$, avec r le rayon du trou). K_t^0 peut alors s'exprimer à partir des coefficients d'élasticité du composite tissé GFRPA66 $[(0/90)_3]$ (équation 5.17).

$$K_t^0 = 1 + \sqrt{2 \left(\sqrt{\frac{E_x}{E_y}} - \nu_{xy} \right) + \frac{E_x}{G_{xy}}} \quad \text{Équation 5.17}$$

Analytiquement, l'expression de K_t sur le ligament est donnée par équation 5.18.

$$K_t = \frac{1}{2} \left\{ 2 + \left(\frac{r}{y}\right)^2 + 3 \left(\frac{r}{y}\right)^4 - (K_t^0 - 3) \left[5 \left(\frac{r}{y}\right)^6 - 7 \left(\frac{r}{y}\right)^8 \right] \right\} \quad \text{Équation 5.18}$$

Avec r le rayon du trou et y la distance au centre du trou.

Le modèle numérique de calcul par éléments finis permet également d'avoir accès à la valeur de K_t puisqu'il permet de connaître les contraintes au niveau du ligament (Figure 5.8).

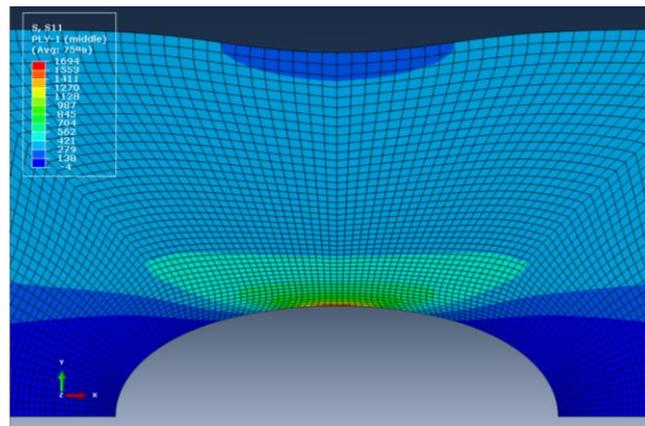


Figure 5.8 : Champ de contraintes σ_{xx} autour du trou dans le premier pli UD (pli 1.1) à 0° du modèle EF équivalent à une éprouvette de composite GFRPA66 trouée ($\varnothing 7\text{mm}$) $[(0/90)_3]$ à RH50.

La comparaison des résultats obtenus numériquement et analytiquement est présentée sur la Figure 5.9.

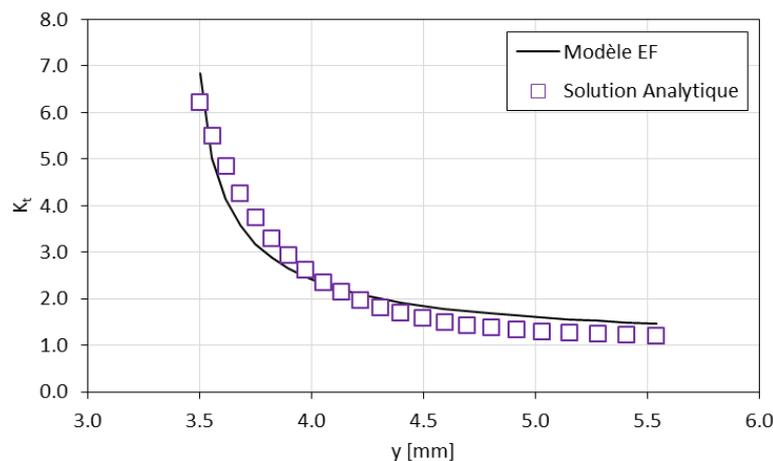


Figure 5.9 : Évolution du facteur de concentration de contraintes pour une éprouvette trouée $\varnothing 7\text{mm}$ $[(0/90)_3]$ à RH50. Comparaison entre une méthode par éléments finis et par calcul analytique.

Le coefficient de concentration de contrainte au bord du trou est trouvé égal à 6,83 par le calcul par éléments finis tandis qu'il est trouvé égal à 6,22 par le calcul analytique. Les deux techniques donnent des résultats comparables, permettant la validation du modèle de calcul par éléments finis.

1.3.3. Méthode de prédiction de la rupture

Il existe principalement deux catégories de méthodes de détermination de la rupture d'une éprouvette trouée : les méthodes basées sur l'accumulation de l'endommagement et les méthodes semi-empiriques. Dans cette partie, on considère deux approches semi-empiriques : le *Point Stress Criterion* (PSC) et l'*Average Stress Criterion* (ASC) (Figure 5.10). Ces deux modèles, proposés par Whitney & Nuismer [Whitney & Nuismer, 1974], permettent de prédire la contrainte à rupture du matériau percé d'un trou. En outre, ils présentent l'avantage de ne nécessiter la connaissance que de la contrainte à rupture du matériau non-troué (σ_u) et d'une longueur caractéristique déterminée empiriquement.

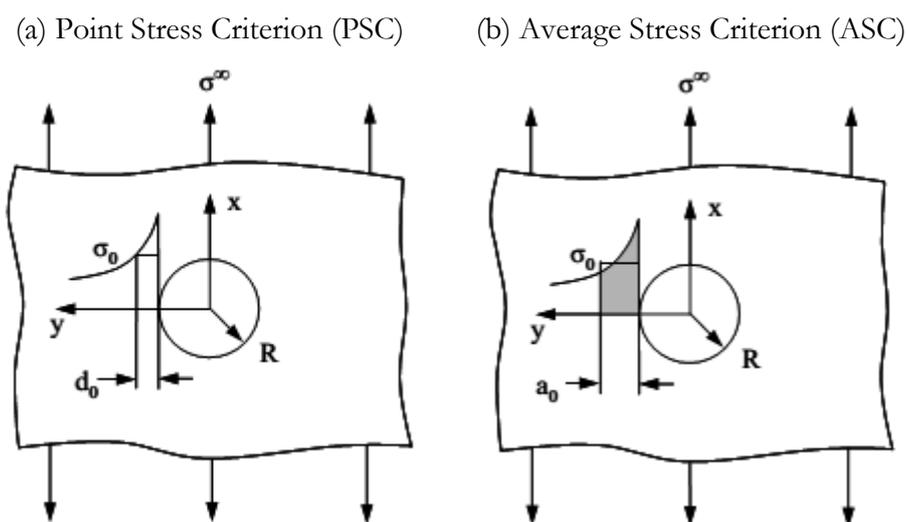


Figure 5.10 : Schématisation des critères semi-empiriques proposés par Whitney et Nuismer
(a) Point Stress Criterion et (b) Average Stress Criterion [Esp, 2007].

Le PSC établit que la rupture du matériau composite est atteinte lorsque la contrainte sur le ligament à une distance caractéristique du trou, notée d_0 , est égale à σ_u (équation 5.19).

$$\sigma_{xx}(0, r + d_0) = \sigma_u \quad \text{Équation 5.19}$$

Le ASC propose un modèle analogue : la rupture survient lorsque la contrainte moyenne le long du ligament entre le bord du trou et une distance caractéristique, notée a_0 , est égale à σ_u (équation 5.20).

$$\frac{1}{a_0} \int_r^{r+a_0} \sigma_{xx}(0, y) dy = \sigma_u \quad \text{Équation 5.20}$$

Les distances caractéristiques doivent être déterminées à partir des données expérimentales obtenues sur une éprouvette trouée. Elles sont ensuite vérifiées pour des éprouvettes percées d'un trou de diamètre différent.

Afin de tester ces critères pour un composite GFRPA66 [(0/90)₃] à RH50, des essais de traction monotone (à 1 mm/min) ont été réalisés sur des éprouvettes trouées, pour des diamètres de trous de 6, 7 et 8 mm. Les valeurs de contrainte à rupture à l'infini sont regroupées dans le Tableau 5.9. Logiquement, l'augmentation du diamètre du trou entraîne une légère baisse de la valeur de $\sigma_{u,\infty}$.

Ø [mm]	$\sigma_{u,\infty}$ [MPa]
6	140 ± 3
7	134 ± 2
8	121 ± 2

Tableau 5.9 : Valeurs expérimentales de contraintes à rupture « à l'infini » pour des éprouvettes trouées de composite GFRPA66 [(0/90)₃] à RH50 pour différents diamètres de trous.

D'autre part, il est nécessaire de calculer les contraintes $\sigma_{xx}(0, y)$ le long du ligament. Pour cela, on utilise le modèle de calcul par éléments finis mis au point dans cette partie avec différents diamètres de trous.

Pour le cas particulier où le diamètre du trou est 7 mm, on applique un cas de chargement tel que la contrainte à l'infini du modèle soit égale à la contrainte à rupture à l'infini obtenue expérimentalement (Tableau 5.9). On modélise donc le cas particulier où l'éprouvette trouée se trouve à la limite de la rupture. La Figure 5.11 montre l'évolution des contraintes correspondant aux critères PSC et ASC en fonction de la distance caractéristique pour un diamètre de trou de 7 mm. La valeur de contrainte à rupture du composite tissé verre/PA66 [(0/90)₃] à RH50 non-troué est représentée en pointillés noirs. Ainsi, les équations 5.19 et 5.20 sont vérifiées aux intersections des courbes PSC et ASC avec cette droite, ce qui permet de déterminer d_0 et a_0 .

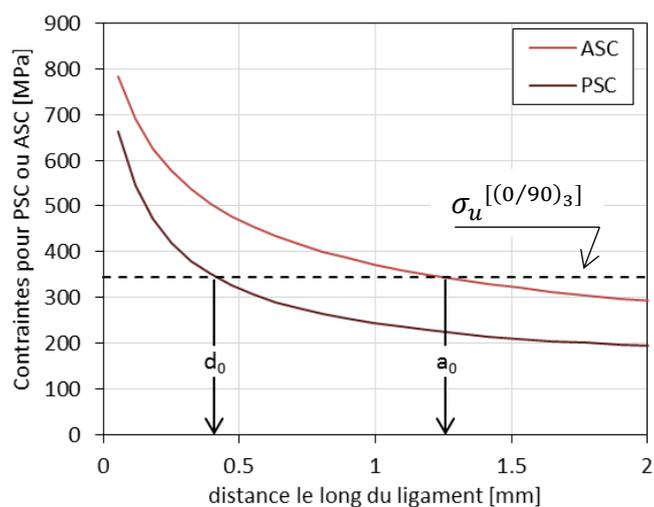


Figure 5.11 : Application des critères PSC et ASC pour différentes valeurs de distances caractéristiques le long du ligament. Détermination de d_0 et a_0 dans le cas d'une éprouvette trouée $\text{Ø}7\text{mm } [(0/90)_3]$ à RH50.

Les valeurs de distances caractéristiques déterminées pour le diamètre du trou de 7 mm sont regroupées dans le Tableau 5.10.

Ø [mm]	d_0 [mm]	a_0 [mm]
7	0,42	1,26

Tableau 5.10 : Valeurs des distances caractéristiques pour les modèles PSC et ASC pour le composite GFRPA66 $[(0/90)_3]$ à RH50.

On applique ensuite les critères PSC et ASC avec les valeurs de d_0 et a_0 déterminées pour l'éprouvette trouée $\text{Ø}7\text{mm}$ (Tableau 5.10) aux éprouvettes trouées $\text{Ø}6\text{mm}$ et $\text{Ø}8\text{mm}$. Pour cela, on utilise les modèles de calcul par éléments finis correspondants. Les valeurs de contraintes « à l'infini » obtenues lorsque les critères PSC et ASC sont validés sont regroupées dans le Tableau 5.11.

	$\sigma_{u,\infty}$ [MPa]		
	Critères		Expérimental
	PSC	ASC	
$\text{Ø}6$ mm	144	143	140 ± 3
$\text{Ø}8$ mm	121	123	121 ± 2

Tableau 5.11 : Contraintes à rupture « à l'infini » calculées par les critères PSC et ASC pour des valeurs de distances caractéristiques déterminées sur éprouvette trouée $\text{Ø}7\text{mm } [(0/90)_3]$ à RH50 et comparaison avec les contraintes à rupture mesurées expérimentalement.

Les valeurs de $\sigma_{u,\infty}$ déterminées en appliquant les critères PSC et ASC sont très proches de celles déterminées expérimentalement (Tableau 5.11). Ces résultats montrent bien la capacité des critères PSC et ASC à prédire la contrainte à rupture du matériau pour la gamme de diamètres de trou étudiée.

1.4. Comportement en fatigue des éprouvettes trouées

1.4.1. Durée de vie en fatigue

Des essais de fatigue ont été menés sur des éprouvettes rectangulaires $[(0/90)_3]$ conditionnées à RH50 et percées d'un trou de 7 mm de diamètre. Le rapport de charge est égal à 0,1 et la fréquence d'essai est fixée à 1 Hz. Certains essais sont instrumentés avec un système d'émission acoustique et une caméra thermique afin de procéder à un suivi de l'endommagement au cours de l'essai.

La Figure 5.12 montre le nombre de cycles à rupture représenté pour des valeurs de contrainte maximum de fatigue normalisée par la contrainte à rupture de l'éprouvette trouée. Toutes les valeurs de contraintes considérées sont celles déterminées « à l'infini », c'est-à-dire loin du trou. La Figure 5.12 rappelle également les résultats obtenus précédemment pour des éprouvettes non-trouées.

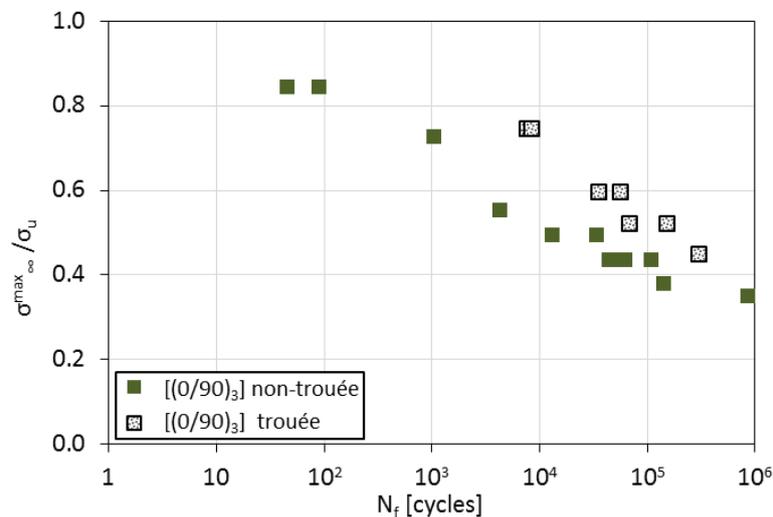


Figure 5.12 : Effet de la présence d'un trou de 7 mm de diamètre sur la tenue en fatigue du composite GFRPA66 $[(0/90)_3]$ à RH50 sollicité à 1 Hz et $R = 0,1$.

Ces résultats montrent que la présence d'un trou dans l'éprouvette ne semble pas augmenter la dispersion des résultats. De plus, pour un niveau de chargement relatif équivalent, on observe que la durée de vie des éprouvettes trouées est supérieure à celle des éprouvettes non-trouées. Ce

résultat est surprenant, puisqu'il témoigne d'une meilleure résistance à la fatigue des éprouvettes trouées.

La durée de vie théorique des éprouvettes trouées peut être déterminée en utilisant le critère de fatigue proposé par Epaarachchi et Clausen [Epaarachchi & Clausen, 2003] et présenté dans la Partie IV – Chapitre 4. Ce modèle est donné par l'équation 5.21.

$$N_f = \left[1 + \left(\frac{\sigma_{u,\theta}}{\sigma^{max}} - 1 \right) \frac{f^\beta}{\alpha(1-R)^{\lambda-R|\sin\theta|}} \left(\frac{\sigma_{u,\theta}}{\sigma^{max}} \right)^{\lambda-1-R|\sin\theta|} \right]^{\frac{1}{\beta}} \quad \text{Équation 5.21}$$

Avec :

N_f : nombre de cycles à rupture ;

θ : plus petit angle entre les fibres et la direction de sollicitation ;

$\sigma_{u,0}$: contrainte à rupture en traction monotone ;

σ^{max} : contrainte maximale de fatigue appliquée ;

f : fréquence d'essai ;

R : rapport de charge ;

α et β : paramètres du modèle à identifier ;

λ : paramètre fixé à 1,6 par Epaarachchi et Clausen [Epaarachchi & Clausen, 2003].

Pour l'application aux éprouvettes trouées, les paramètres du modèle α et β sont pris égaux à ceux déterminés sur les éprouvettes non-trouées (voir Partie IV – Chapitre 4). La contrainte à rupture en traction monotone est celle déterminée « à l'infini ». De la même façon, la contrainte maximale de fatigue appliquée est celle calculée loin du trou. L'ensemble des valeurs utilisées dans le critère de fatigue est donné dans le Tableau 5.12.

θ [°]	$\sigma_{u,\theta}$ [MPa]	f [Hz]	R
0	134	1	0,1

Tableau 5.12 : Valeurs des paramètres intervenant dans le critère de fatigue utilisé pour prédire la durée de vie d'une éprouvette trouée ($\varnothing 7$ mm) de composite GFRPA66 [(0/90)₃] à RH50.

Les durées de vie obtenues expérimentalement et par l'application du critère de fatigue sont montrées sur la Figure 5.13. Pour comparaison, les résultats obtenus sur éprouvettes non-trouées [(0/90)₃] à RH50 sont également reportés sur cette figure.

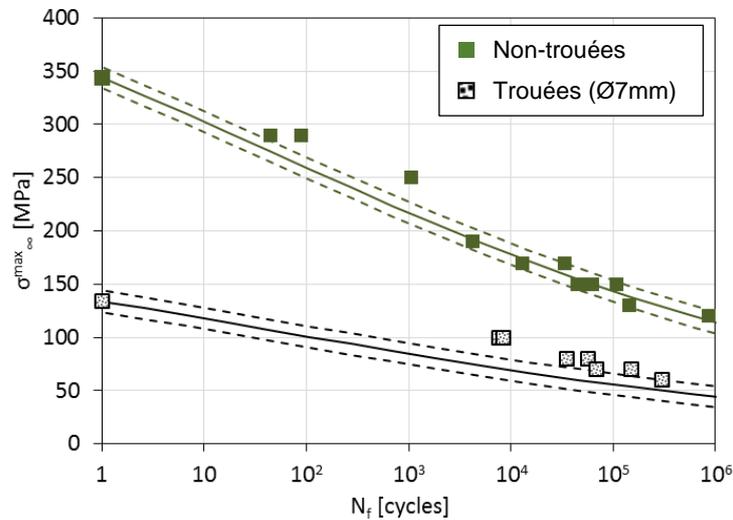


Figure 5.13 : Durées de vie expérimentales et déterminées par le critère de durée de vie pour le composite tissé verre/PA66 [(0/90)₃] à RH50. Comparaison entre les éprouvettes non-trouées et trouées (Ø7mm) pour une sollicitation à 1 Hz et R = 0,1.

Les résultats montrent que malgré une légère sous-estimation de la durée de vie, le modèle estime correctement l'allure de la courbe de Wöhler du matériau troué. Une fois encore, on constate que le modèle est d'autant plus efficace que la durée de vie considérée est grande. Ce résultat est encourageant pour l'utilisation de ce critère de fatigue dans le cadre de la prédiction de la durée de vie de pièces structurelles trouées.

1.4.2. Évolution de l'endommagement

Trois essais de fatigue sur les éprouvettes de composite tissé verre / PA66 [(0/90)₃] à RH50 avec un trou de Ø7mm ont été instrumentés avec un système d'émission acoustique et une caméra thermique afin de suivre l'évolution de l'endommagement.

La Figure 5.14a montre l'évolution de l'échauffement en surface de l'éprouvette. On rappelle que l'échauffement est la valeur de la température maximale en surface de l'éprouvette à laquelle on soustrait la température moyenne initiale. L'allure de la courbe est sensiblement identique à celle que l'on obtient pour le matériau non-troué (Figure 4.14). La valeur de l'échauffement sur la majeure partie de l'essai est de 2 °C. L'élévation finale de température, caractéristique de la fin de vie du matériau, survient néanmoins plus tôt (dès 90 % d'avancement) et est plus marquée que lors des essais sur éprouvettes non-trouées.

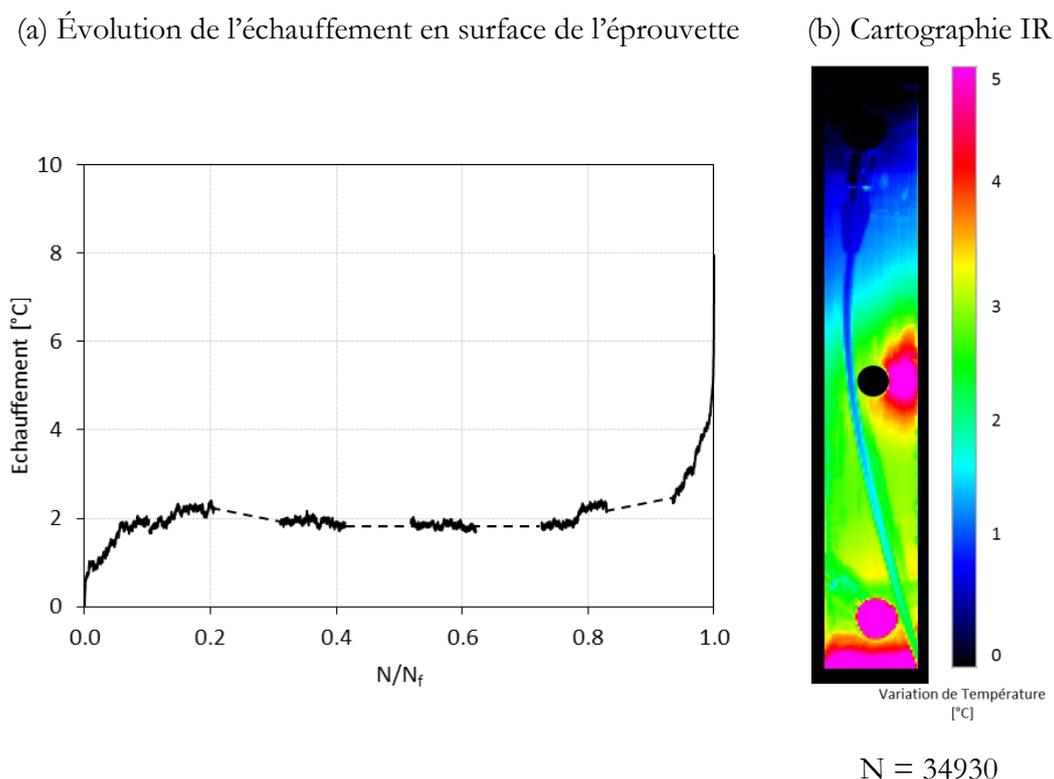


Figure 5.14 : (a) Valeurs d'échauffement et (b) cartographie de variation de température obtenues par thermographie infrarouge pour une éprouvette trouée sollicitée en fatigue à 60 % σ_u .

La Figure 5.14b montre une cartographie de la variation de température en surface de l'éprouvette au 34930^{ème} cycle, c'est-à-dire juste avant la rupture. On observe que l'échauffement est très localisé sur le bord droit du trou. À l'inverse des éprouvettes non-trouées, le point chaud ne s'amorce pas sur le bord de l'éprouvette mais bien sur le bord du trou.

La Figure 5.15 montre la localisation et le nombre cumulé d'évènements acoustiques enregistrés au cours d'un essai de fatigue pour trois niveaux de chargement : 50 % $\sigma_{u,\infty}$, 60 % $\sigma_{u,\infty}$ et 75 % $\sigma_{u,\infty}$. Les résultats montrent une accumulation d'évènements liés aux interfaces et aux fibres autour du trou (d'abscisse 100 mm) quel que soit le niveau de chargement appliqué. À l'inverse, les évènements liés à la matrice sont répartis dans toute l'éprouvette. Ces résultats montrent que les endommagements des éprouvettes trouées, majoritairement des décohésions fibres / matrice et des ruptures de fibres, sont confinés au niveau du trou. L'endommagement de l'éprouvette en-dessous et au-dessus du trou est fortement limité. En effet, l'activité acoustique enregistrée dans ces zones se limite quasiment à celle de la matrice. L'évolution du nombre cumulé d'évènements acoustiques montre que la rupture est précédée d'une accélération de l'activité acoustique des trois classes d'endommagement. Cette accélération est cohérente avec l'élévation de température mise en évidence grâce à la thermographie infrarouge.

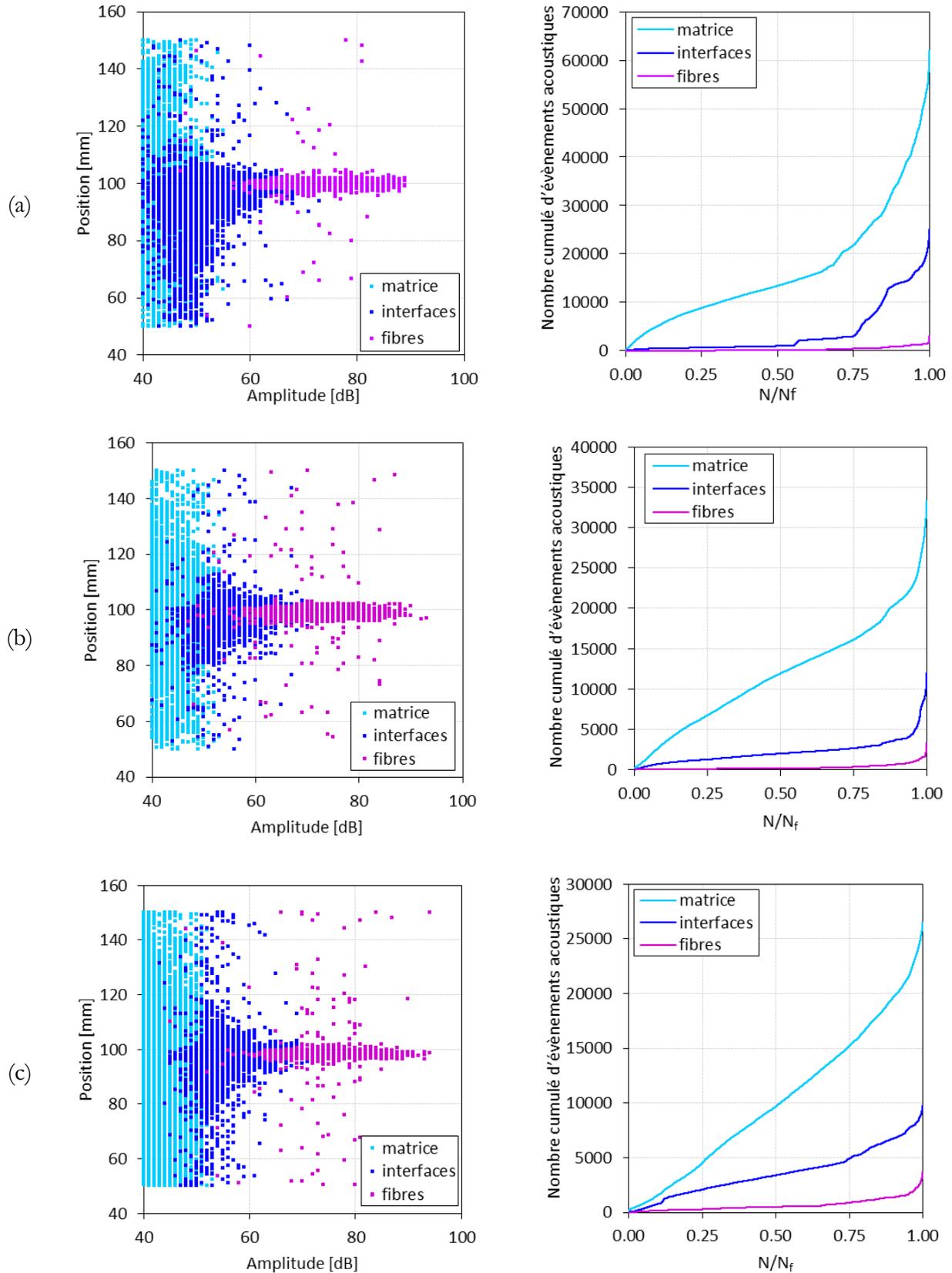


Figure 5.15 : Localisation et nombre cumulé d'événements acoustiques enregistrés au cours d'essais de fatigue sur éprouvettes trouées ($\text{Ø}7 \text{ mm}$) $[(0/90)_3]$ conditionnées à RH50 et sollicitées à (a) $\sigma_\infty^{\max} = 50 \% \sigma_{u,\infty}$ (b) $\sigma_\infty^{\max} = 60 \% \sigma_{u,\infty}$ et (c) $\sigma_\infty^{\max} = 75 \% \sigma_{u,\infty}$.

Le Tableau 5.13 regroupe les proportions d'évènements acoustiques des trois classes au moment de la rupture pour les trois niveaux de chargement étudiés. Les résultats montrent que la proportion d'endommagements liés à la matrice et aux fibres diminue légèrement lorsque le niveau de chargement augmente. À l'inverse, l'augmentation de la contrainte de fatigue induit une légère augmentation du nombre de ruptures de fibres. En effet, on compte 3 % de ruptures de fibres pour $\sigma_{\infty}^{\max} = 50 \% \sigma_{\infty,u}$ et 9 % à $\sigma_{\infty}^{\max} = 75 \% \sigma_{\infty,u}$. Cette tendance est inverse à celle observée sur les éprouvettes non-trouées, indiquant vraisemblablement un scénario et des mécanismes d'endommagement différents en présence d'un trou.

	50 % σ_u	60 % σ_u	75 % σ_u
matrice [%]	69	69	66
interface [%]	28	25	25
fibres [%]	3	7	9

Tableau 5.13 : Répartition des évènements acoustiques enregistrés pour chaque classe au moment de la rupture pour les trois niveaux de chargement considérés.

La Figure 5.16 montre les proportions d'évènements acoustiques pour les classes « matrice », « interface » et « fibres » moyennées sur les différents niveaux de chargement étudiés pour des éprouvettes avec et sans trou. Les résultats montrent que la présence d'un trou réduit légèrement l'activité acoustique de la matrice tandis que le nombre d'évènements liés à la rupture de fibres augmente fortement (de 2 % à 6 % en présence d'un trou). La proportion d'évènements liés aux interfaces ne semble pas être affectée par la présence du trou (26 % pour les éprouvettes trouées contre 27 % pour les éprouvettes non-trouées).

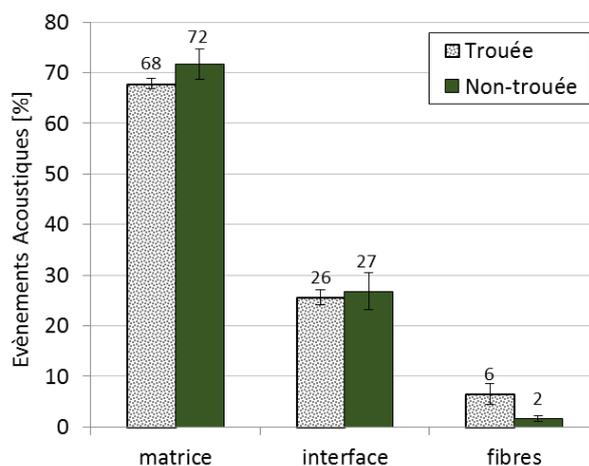


Figure 5.16 : Comparaison de la proportion moyenne d'évènements acoustiques enregistrés pour chaque classe au moment de la rupture avec et sans trou.

De manière analogue à l'étude menée en fatigue sur les éprouvettes non-trouées, on considère que le seuil d'endommagement pour le mécanisme considéré est dépassé lorsqu'on atteint 5 % du nombre total d'évènements de la classe considérée. On note alors $N^{5\%}$ le cycle pour lequel ce pourcentage est atteint. Le Tableau 5.14 regroupe les valeurs de $N^{5\%}/N_f$ pour les trois niveaux de chargement étudiés. Le seuil d'endommagement pour chaque classe est également moyenné sur les trois niveaux de chargement afin de pouvoir les comparer avec ceux obtenus sur les éprouvettes non-trouées. Ainsi, en moyenne, le seuil d'endommagement de la matrice est identique pour les éprouvettes trouées et non-trouées. À l'inverse, l'endommagement des interfaces et des fibres est plus tardif dans le cas des éprouvettes non-trouées.

L'ensemble de ces résultats confirme bien que les mécanismes d'endommagement qui se développent dans une éprouvette trouée sont différents de ceux qui apparaissent dans une éprouvette non-trouée.

	$N^{5\%} / N_f$ [%]	matrice	interface	fibres
Trouée	$\sigma^{\max} / \sigma_u = 50 \%$	5	56	56
	$\sigma^{\max} / \sigma_u = 60 \%$	5	6	50
	$\sigma^{\max} / \sigma_u = 75 \%$	8	7	50
	Moyenne	6	23	52
Non-trouée	Moyenne	6	6	33

Tableau 5.14 : Seuils d'endommagement pour les trois classes d'évènements acoustiques enregistrés pour trois niveaux de chargement en fatigue et en moyenne pour des éprouvettes trouées et non-trouées [(0/90)₃] à RH50.

Cependant, le critère de fatigue à deux paramètres utilisé étant purement phénoménologique, le développement des endommagements n'est pas pris en compte. Ainsi, ce critère permet de prédire assez correctement et avec le même couple de paramètres (α ; β), les durées de vie en fatigue d'éprouvettes ayant des mécanismes d'endommagement différents.

CHAPITRE 2 : APPLICATION À UNE MINI-STRUCTURE

Ce chapitre a pour objectif d'étudier la capacité du critère de fatigue phénoménologique étudié précédemment à prédire la durée de vie d'une mini-structure. La mini-structure est dans un premier temps présentée puis caractérisée dans le cas d'un chargement monotone en flexion 3 points. Afin de déterminer les paramètres α et β du critère de fatigue, une étude préliminaire a été menée sur des éprouvettes rectangulaires sollicitées en fatigue en flexion 3 points. Le critère est ensuite appliqué à la mini-structure et les prédictions sont comparées aux durées de vie obtenues expérimentalement. Ainsi, cette étude permet d'évaluer la possibilité d'identifier le critère de fatigue sur des éprouvettes puis de l'appliquer à une mini-structure.

2.1. Présentation de la mini-structure et du mode de sollicitation

2.1.1. La mini-structure

La mini-structure étudiée dans cette partie est un démonstrateur de pièce automobile. La pièce est mise en forme par DuPontTM par thermoformage d'une plaque de composite tissé GFRPA66 [(0/90)₃]. L'envergure des mini-structures n'a pas permis leur conditionnement, elles sont donc stockées à température et hygrométrie ambiantes.

La Figure 5.17 montre les dimensions globales de la mini-structure étudiée dans cette partie. La pièce fait 730 mm de long pour 140 mm de large et a un profil en forme d'« oméga ».

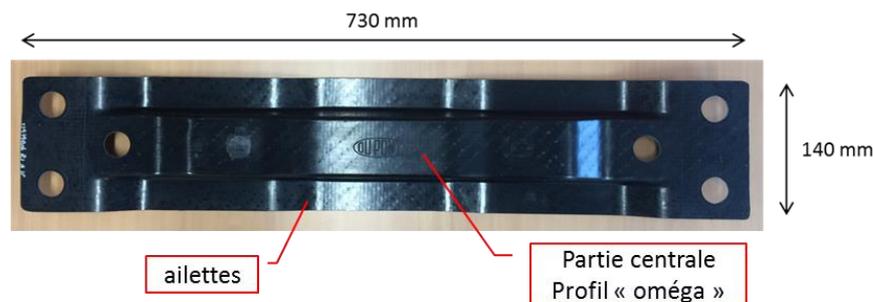


Figure 5.17 : Dimensions globales de la mini-structure en composite tissé verre / PA66 étudiée.

2.1.2. Caractérisation en flexion 3 points

Deux essais de flexion 3 points ont été réalisés au CETIM sur une machine servo-hydraulique MTS équipée d'un capteur d'effort d'une capacité de 100 kN. La charge est appliquée au centre de la mini-structure, sur les ailettes. L'écart entre les appuis est de 480 mm et la vitesse de déplacement du vérin est de 3 mm/min. Une plaque de TeflonTM est positionnée entre les appuis

et la pièce afin de ne pas poinçonner cette dernière lors de l'essai. Le montage final est montré sur la Figure 5.18a.

(a) Essai de flexion 3 points



(b) Rupture de la mini-structure

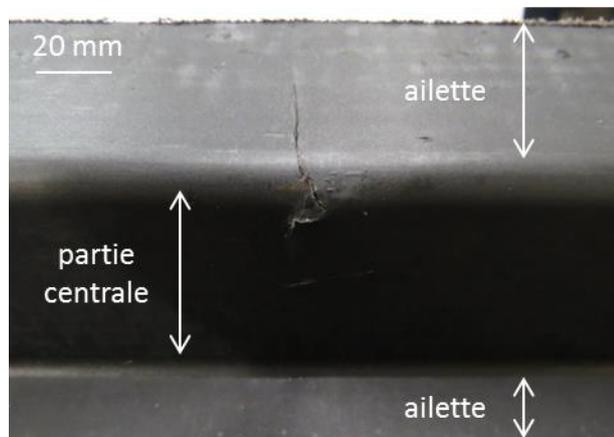


Figure 5.18 : (a) Montage de l'essai de flexion 3 points sur la mini-structure (b) Observation de la rupture de la mini-structure sollicitée en flexion 3 points monotone.

Les courbes force – déplacement obtenues pour ces deux essais sont représentées sur la Figure 5.19. La rupture de la mini-structure est caractérisée par l'apparition d'une fissure sur l'angle entre les ailettes et la partie centrale de la mini-structure (Figure 5.18b) concomitante avec une chute de la force appliquée (Figure 5.19). Les deux essais réalisés montrent une faible dispersion des résultats en flexion monotone. La force maximale à rupture (F_u) est égale à 1494 ± 48 N pour un déplacement à rupture de $18,1 \pm 0,7$ mm.

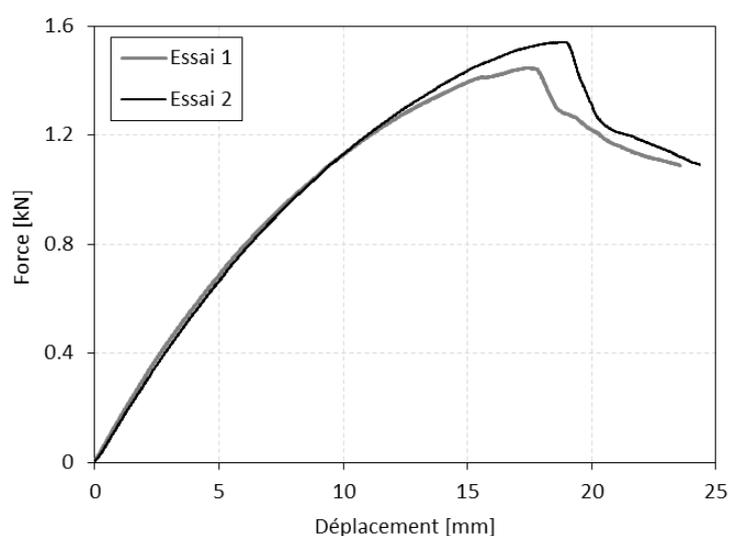


Figure 5.19 : Courbes force – déplacement obtenues au cours de deux essais de flexion 3 points monotone (3 mm/min) sur la mini-structure.

Un modèle de calcul par éléments finis simplifié, mis en place par le CETIM, a permis de visualiser les cartographies du critère de Tsai-Hill (équation 5.22). Le critère de Tsai-Hill est défini de telle sorte que la rupture survient lorsque la valeur du critère est supérieure à 1.

$$\frac{\sigma_L^2}{\sigma_{u,L}^2} + \frac{\sigma_T^2}{\sigma_{u,T}^2} - \frac{\sigma_L \sigma_T}{\sigma_{u,L}^2} + \frac{\tau_{LT}^2}{\tau_{u,LT}^2} \quad \begin{array}{l} \text{Équation 5.22} \\ \text{[Gay, 1987]} \end{array}$$

La Figure 5.20 montre que la zone de rupture identifiée expérimentalement (Figure 5.18b) est cohérente avec la zone où le critère de Tsai-Hill est dépassé.

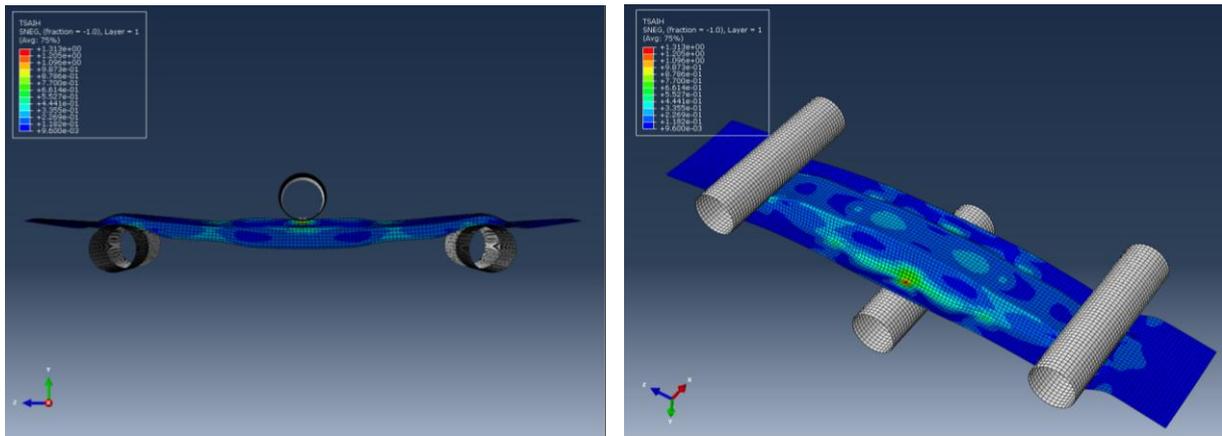


Figure 5.20 : Cartographies du critère de Tsai-Hill dans la mini-structure en composite pour un déplacement du poinçon central de 20 mm.

Dans la suite de cette étude, on définit la contrainte de flexion maximale comme étant la contrainte normale maximale dans le matériau. Au vu de la configuration de l'essai mis en place sur la mini-structure, cette dernière se situe sous la zone d'application de la charge, dans la partie la plus éloignée de la ligne neutre de la section.

Dans l'objectif de déterminer la contrainte de flexion maximale dans la mini-structure, les hypothèses suivantes ont été faites (Figure 5.21) :

- la mini-structure est considérée comme une poutre posée sur deux appuis et soumise à une force en son centre ;
- le mode de sollicitation est la flexion simple ;
- la section de la mini-structure est supposée constante, en forme d'oméga ;

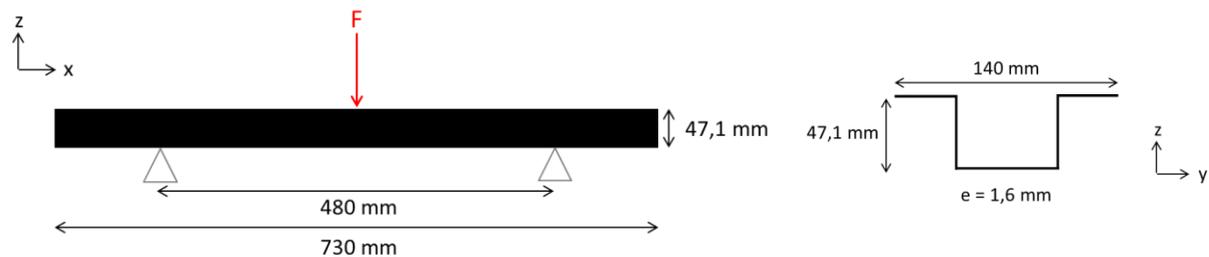


Figure 5.21 : Schéma de la simplification des essais de flexion 3 points sur la mini-structure pour le calcul de la contrainte de flexion maximale.

Avec ces hypothèses, le moment fléchissant induit une contrainte normale dans la section droite donnée par l'équation 5.23 [Berthelot, 1992].

$$\sigma_x(x, z) = \frac{M_{fy}(x)}{I_{Gy}(S)} z \quad \text{Équation 5.23} \quad \text{[Berthelot, 1992]}$$

Avec :

$M_{fy}(x)$: la valeur maximale du moment fléchissant dans la section de la poutre ;

$I_{Gy}(S)$: le moment quadratique de la section par rapport à (G, z) , G étant le centre de gravité de la section de la poutre ;

Dans le cas particulier d'une poutre en appui sur ses deux extrémités, soumise à une force en son centre, le moment fléchissant est maximal au milieu de la poutre et est donné par l'équation 5.24 [Berthelot, 1992].

$$M_{fy}(x) = \frac{F \times L}{4} \quad \text{Équation 5.24} \quad \text{[Berthelot, 1992]}$$

Avec :

F : la charge appliquée au centre de l'éprouvette ;

L : écart entre les appuis.

Le calcul de I_{Gy} est effectué en divisant la section oméga en cinq sous-sections rectangulaires dont le moment quadratique est connu (Figure 5.22).

Il s'agit dans un premier temps de déterminer le centre d'inertie de la section oméga à partir des centres d'inertie des cinq sous-sections. Seule la coordonnée en z nous intéresse ici. De plus, on définit l'axe Oy de façon à ce qu'il coïncide avec la base de la section.

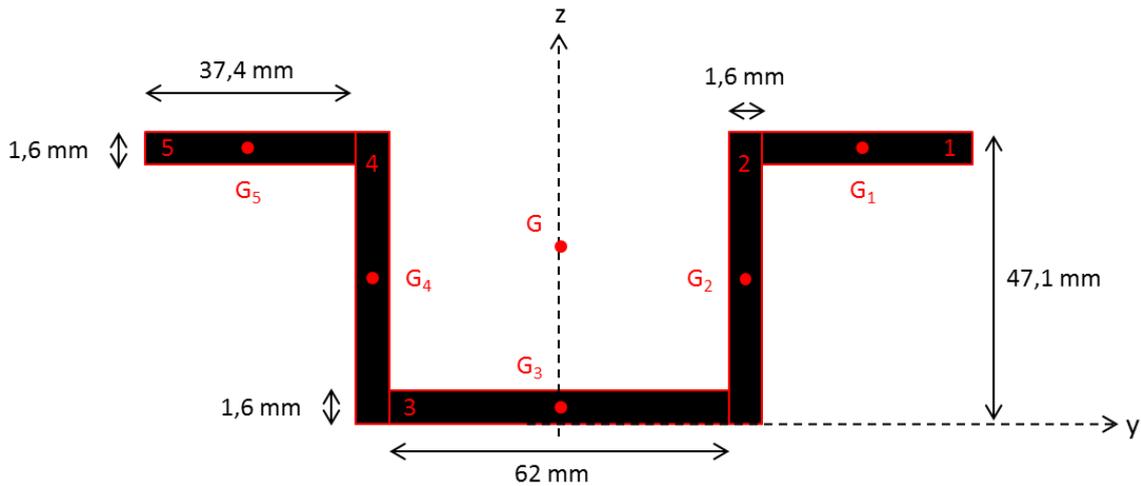


Figure 5.22 : Décomposition de la section oméga en cinq sections rectangulaires et centres d'inertie associés.

Ainsi, le Tableau 5.15 regroupe les valeurs des aires A_i et de z_{G_i} pour chaque sous-section rectangulaire définie sur la Figure 5.22.

	A_i [mm ²]	z_{G_i} [mm]	$S_i = A_i \times z_{G_i}$ [mm ³]
1	59,8	46,3	2768,7
2	75,4	23,6	1779,4
3	99,2	0,8	79,4
4	75,4	23,6	1779,4
5	59,8	46,3	2768,7
Σ	369,6		9175,6

Tableau 5.15 : Valeurs des aires A_i et de la coordonnée « z » des centres d'inertie de chacune des cinq sous-sections rectangulaires.

La coordonnée z_G du centre d'inertie de la section en oméga est donnée par l'équation 5.25.

$$z_G = \frac{\sum_i A_i z_{G,i}}{\sum_i A_i} = \frac{9175,6}{369,6} \quad \text{Équation 5.25}$$

Après calculs, on obtient une valeur de la coordonnée en z du centre d'inertie G de la poutre en oméga de 24,8 mm.

Le moment quadratique de la section oméga est donné par le théorème de Huyghens (Équation 5.26).

$$I_{Gy} = \sum_i I_{Giy} + A_i \times d_i \quad \text{Équation 5.26}$$

Avec :

$$d_i = |z_G - z_{G,i}| \quad \text{Équation 5.27}$$

Les différentes valeurs nécessaires au calcul du moment quadratique de la section en oméga sont regroupées dans le Tableau 5.16.

	A_i [mm ²]	d_i [mm]	I_{Giy} [mm ⁴]	$A_i \times d_i$ [mm ³]
1	59,8	21,5	12,8	1285,7
2	75,4	1,2	13958,3	90,5
3	99,2	24	21,2	2380,8
4	75,4	1,2	13958,3	90,5
5	59,8	21,5	12,8	1285,7
Σ	369,6		27963,4	5133,2

Tableau 5.16 : Valeurs des aires, de la distance d_i et du moment quadratique de chaque sous-section rectangulaire nécessaires au calcul du moment quadratique de la section oméga.

Après calculs, on obtient :

$$I_{Gy} = 27963,4 + 5133,2 = 33096,6 \text{ mm}^4$$

La valeur de la contrainte de flexion maximum calculée sous la zone d'application de la charge, à la plus grande distance de la ligne neutre, est donnée par l'équation 5.28.

$$\sigma_x \left(x = \frac{L}{2}, z = z_{max} \right) = - \frac{F_u \times L}{4} \times \frac{1}{I_{Gy}} \times z_{max} \quad \text{Équation 5.28}$$

Or, on a calculé que $z_G = 24,8$ mm. Ainsi, la distance entre la ligne neutre et la ligne supérieure ($47,1 - 24,8 = 22,3$ mm) est plus petite que la distance entre la ligne neutre et la ligne inférieure ($24,8 - 0 = 24,8$ mm). On choisit donc $z_{max} = 24,8$ mm. Avec les valeurs de I_{Gy} et F_u déterminées dans cette étude, on obtient :

$$\sigma_x \left(x = \frac{L}{2}, z = z_{max} \right) = \frac{1494 \times 480}{4} \times \frac{1}{33096,6} \times 24,8$$

$$\sigma_x \left(x = \frac{L}{2}, z = z_{max} \right) = 134 \text{ MPa}$$

La contrainte de flexion maximale obtenue à la rupture de la mini-structure et dans le cadre des hypothèses de travail énoncées précédemment, est égale à 134 MPa. Cette valeur est à considérer avec beaucoup de précaution, au vue des hypothèses fortes qui ont été faites afin de la déterminer.

2.2. Estimation de la durée de vie en fatigue

2.2.1. Étude préliminaire : Fatigue en flexion 3 points des éprouvettes rectangulaires

Dans ce chapitre, le type de sollicitation appliquée à la mini-structure est différent de celui étudié dans la Partie IV – Chapitre 4. Les paramètres du critère de fatigue étant dépendants du mode de sollicitation, il est nécessaire de déterminer un nouveau couple $(\alpha_{(\text{flexion})} ; \beta_{(\text{flexion})})$ caractéristique de la flexion 3 points. Pour cela, des essais de fatigue en flexion ont été réalisés sur des éprouvettes rectangulaires en composite tissé $[(0/90)_3]$ conditionnées à RH50. Il s'agit donc de déterminer d'une part la contrainte à rupture en flexion 3 points de ces éprouvettes et d'autre part la courbe de Wöhler du matériau pour ce mode de sollicitation.

Deux essais de flexion 3 points monotone ont été menés au CETIM sur une machine servo-hydraulique MTS équipée d'une cellule de charge de 15 kN à une vitesse de déplacement du vérin de 2 mm/min. Les éprouvettes $[(0/90)_3]$ sont rectangulaires de dimensions $100 \times 20 \times 1,57$ mm. La charge est appliquée au centre de l'éprouvette selon la direction z , et l'écart entre les appuis est de 32 mm (Figure 5.23).

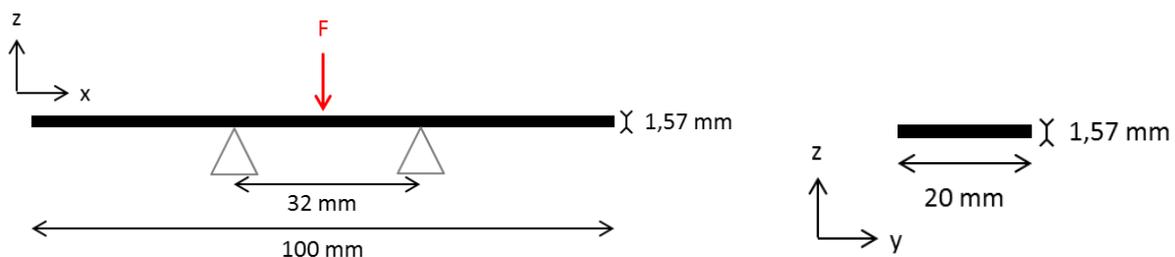


Figure 5.23 : Schéma des essais de flexion 3 points sur éprouvettes rectangulaires.

L'expression de la contrainte normale dans le cas d'une flexion simple ou d'une flexion pure est donnée par l'équation 5.23.

Dans le cas particulier étudié ici, les expressions du moment fléchissant et du moment quadratique sont données respectivement par l'équation 5.29 et l'équation 5.30.

$$M_{fy}(x) = \frac{F \times x}{2} \quad \text{Équation 5.29} \\ \text{[Berthelot, 1992]}$$

$$I_{Gy}(S) = \frac{b \times e^3}{12} \quad \text{Équation 5.30} \quad [\text{Berthelot, 1992}]$$

Avec :

F : la charge appliquée au centre de l'éprouvette ;

b : la largeur de l'éprouvette (ici b = 20 mm) ;

e : l'épaisseur de l'éprouvette (ici e = 1,57 mm).

Finalement, la valeur absolue de la contrainte de flexion maximale au centre de l'éprouvette ($x = L/2$, où L est la distance entre les appuis) est donnée par l'équation 5.31.

$$\sigma_{x,max} = \frac{3 \times F_{max} \times L}{2 \times b \times e^2} \quad \text{Équation 5.31}$$

Cette équation permet de calculer la contrainte de flexion à rupture des éprouvettes rectangulaires $[(0/90)_3]$ en flexion 3 points monotone : on obtient 399 ± 9 MPa.

Sept essais de fatigue en flexion 3 points ont ensuite été réalisés au CETIM sur des éprouvettes rectangulaires $[(0/90)_3]$ conditionnées à RH50 à une fréquence de 3 Hz et un rapport de charge de 0,1. Ces essais ont permis la construction de la courbe de Wöhler du matériau pour ce mode de sollicitation. Les nombres de cycles à rupture obtenus expérimentalement pour les différents niveaux de chargement étudiés sont représentés par des symboles sur la Figure 5.24.

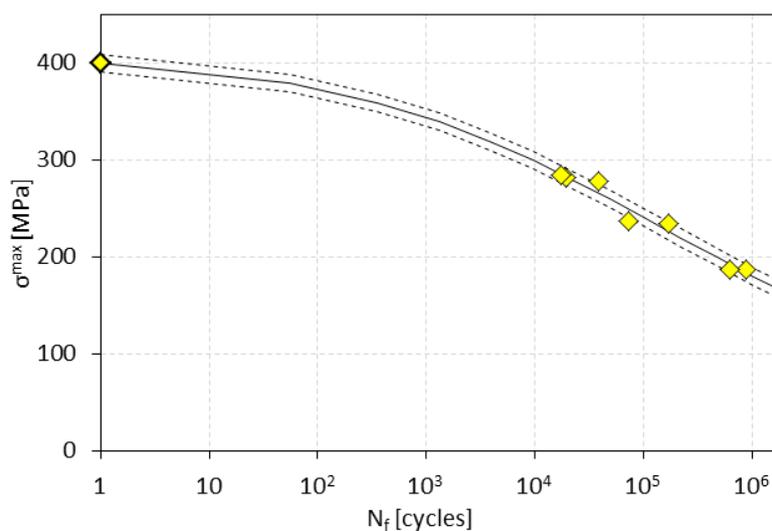


Figure 5.24 : Durées de vie en fatigue à $f = 3$ Hz et $R = 0,1$ pour le composite GFRPA66 $[(0/90)_3]$ à RH50 sollicité en flexion 3 points

Cette courbe de Wöhler est utilisée pour la détermination du nouveau couple de paramètres

$(\alpha_{(\text{flexion})} ; \beta_{(\text{flexion})})$ pour le composite GFRPA66 [(0/90)₃] à RH50, sollicité en flexion 3 points. Les valeurs de ces coefficients déterminées selon la méthode itérative présentée dans la Partie IV – Chapitre 4 sont comparées à celle obtenues dans le cas d'une sollicitation en fatigue traction-traction (voir Partie IV – Chapitre 4) dans le Tableau 5.17.

$\alpha_{(\text{flexion})}$	$\beta_{(\text{flexion})}$
$0,11 \times \alpha$	$1,63 \times \beta$

Tableau 5.17 : Valeurs des coefficients $\alpha_{(\text{flexion})}$ et $\beta_{(\text{flexion})}$ du critère de fatigue à deux paramètres déterminées à partir des données expérimentales obtenues sur les éprouvettes rectangulaires GFRPA66 [(0/90)₃] à RH50 sollicitées en flexion 3 points à 3 Hz et R = 0,1.

Les résultats montrent que les valeurs des coefficients du critère sont très différentes en fatigue traction-traction et en flexion 3 points, ce qui illustre leur dépendance au mode de sollicitation appliqué.

Les durées de vie en flexion 3 point calculées avec le critère de fatigue (équation 5.21) pour les éprouvettes [(0/90)₃] à RH50 sont représentées par un trait continu sur la Figure 5.24. La dispersion du modèle est estimée 9 MPa en se basant sur la dispersion observée en chargement monotone.

Ces valeurs seront celles utilisées pour l'application du critère de fatigue à deux paramètres à la mini-structure. Ceci permettra alors d'évaluer la capacité du modèle à être identifié à l'échelle d'une éprouvette puis appliqué à l'échelle d'une mini-structure. Néanmoins, ce critère étant purement phénoménologique, il est important de gérer la transition de l'éprouvette à la mini-structure avec beaucoup de précaution.

2.2.2. Application du critère de fatigue à deux paramètres à la mini-structure

Sept essais de fatigue en flexion 3 points ont été réalisés au CETIM sur la mini-structure. La fréquence d'essai est fixée à 2,5 Hz et le rapport de charge est égal à 0,1. L'essai est arrêté lorsque le déplacement du vérin atteint 20 mm, ce qui correspond approximativement au déplacement observé au moment de la rupture de la mini-structure sous sollicitation monotone. Il a été vérifié que ce critère d'arrêt est atteint légèrement après l'apparition d'une fissure semblable à celle présentée sur la Figure 5.18b.

Les nombres de cycles à rupture obtenus sur les mini-structures pour les différents niveaux de chargement appliqués sont visibles sur la Figure 5.25. Les résultats sont représentés en fonction de la contrainte de flexion maximale $\sigma_x(x = L/2 ; z = z_{\text{max}})$ calculée avec l'équation 5.28.

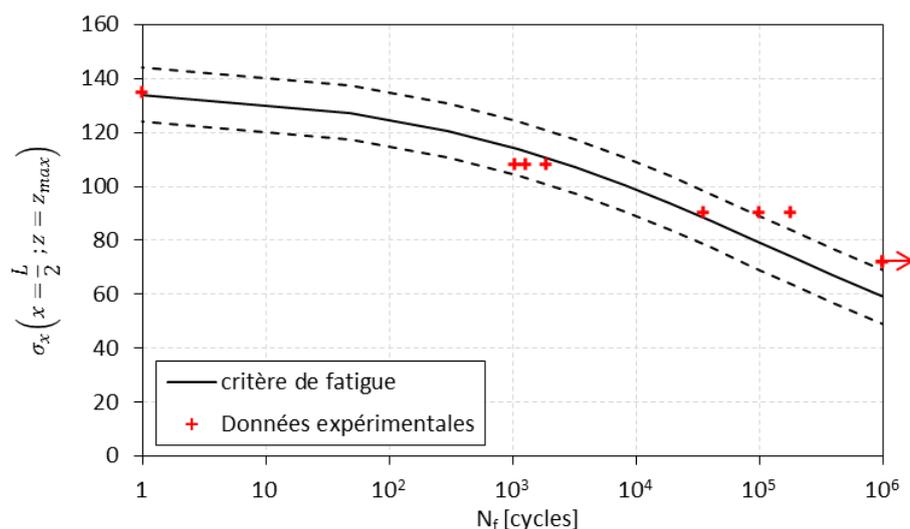


Figure 5.25 : Nombre de cycles à rupture de la mini-structure en composite GFRPA66 pour une sollicitation en fatigue flexion 3 points à $f = 2,5$ Hz et $R = 0,1$. Application du critère de fatigue

avec $\alpha_{(\text{flexion})}$ et $\beta_{(\text{flexion})}$.

Le critère de fatigue utilisé dans ces travaux (équation 5.21) a ensuite été appliqué à la mini-structure. Pour cela, les paramètres $\alpha_{(\text{flexion})}$ et $\beta_{(\text{flexion})}$ utilisés sont ceux déterminés sur les éprouvettes rectangulaires en flexion 3 points (Tableau 5.17). La contrainte à rupture utilisée est celle déterminée au paragraphe 2.1.2, à savoir $\sigma_x(x = L/2 ; z = z_{\max}) = 134$ MPa. Les prédictions du modèle sont représentées sur la Figure 5.25 par un trait continu, les traits en pointillés correspondent à la dispersion du modèle, fixée arbitrairement à 10 MPa. Malgré les hypothèses fortes utilisées pour son application, les résultats montrent que le modèle parvient plutôt bien à prévoir le nombre de cycles à rupture de la mini-structure. Néanmoins, les performances du critère pourraient certainement être améliorées en affinant le choix de la contrainte utilisée.

BILAN PARTIE V

Premièrement, le comportement d'éprouvettes rectangulaires $[(0/90)_3]$ conditionnées à RH50 et percées d'un trou a été étudié. Un modèle de calcul par éléments finis a été mis au point. Pour simplifier ce modèle, un pli de tissu (0/90) a été considéré équivalent à la superposition de deux plis unidirectionnels (UD) à 0° et 90° . Un calcul analytique a été utilisé afin de déterminer les coefficients d'élasticité du pli UD équivalent utilisé. Le modèle ainsi créé a été validé grâce à un essai de traction sur éprouvette trouée. La mise en place de ce modèle a permis d'évaluer les performances de deux critères de rupture semi-empiriques traditionnellement utilisés dans la détermination de la contrainte à rupture de composites troués. Des essais de fatigue traction-traction ont également été réalisés sur les éprouvettes trouées $[(0/90)_3]$ conditionnées à RH50. Ces données expérimentales ont été comparées aux durées de vie calculées par le critère de fatigue à deux paramètres. Les résultats ont montré une assez bonne corrélation entre le critère et les durées de vie déterminées expérimentalement. L'instrumentation des essais de fatigue avec un système d'émission acoustique et une caméra thermique a également permis l'étude de l'endommagement des éprouvettes trouées. Il a été montré que les mécanismes d'endommagement sont différents de ceux observés dans les éprouvettes non-trouées. En effet, dans le cas des éprouvettes trouées, les endommagements des interfaces et des fibres sont principalement localisés autour du trou. De plus, l'activité acoustique liée aux fibres enregistrée au cours de l'essai est plus importante. Il a aussi été mis en évidence que l'endommagement des interfaces et des fibres survient plus tôt que lorsque l'éprouvette n'est pas trouée.

Dans un second chapitre, l'étude s'est focalisée sur le comportement en flexion 3 points d'une mini-structure. Dans le but d'appliquer le critère de fatigue à deux paramètres, cette mini-structure a tout d'abord été sollicitée en flexion 3 points monotone. Puis une étude préliminaire sur éprouvettes rectangulaires sollicitées en flexion 3 points a permis de déterminer les paramètres $\alpha_{(flexion)}$ et $\beta_{(flexion)}$ du critère pour ce mode de sollicitation. Le critère a ensuite pu être appliqué et les durées de vie calculées ont été comparées à celles obtenues expérimentalement au cours d'essais de fatigue en flexion 3 points sur la mini-structure. Les résultats obtenus semblent prometteurs mais pourraient certainement être améliorés par une étude plus approfondie du comportement de la mini-structure.

- CONCLUSION GÉNÉRALE -

Dans une logique d'allègement des véhicules, l'intégration de pièces en composite est une solution intéressante pour les constructeurs automobiles. Les composites à matrice thermoplastique renforcés de fibres de verre sont particulièrement avantageux car ils sont recyclables et permettent d'atteindre de grandes cadences de production. Cette étude a porté sur un composite à matrice PA66 renforcé d'un tissu de fibres de verre. Neuf configurations ont été étudiées, résultant de la combinaison de trois séquences d'empilement ($[(0/90)_3]$, $[(90/0)_3]$ et $[(\pm 45)_3]$), et trois conditionnements (RH0, RH50 et RH100). Ces travaux de thèse se sont attachés à caractériser le comportement mécanique en traction monotone et en fatigue du matériau de l'étude avec une focalisation sur l'influence de l'humidité. Ces analyses ont été réalisées dans l'objectif de mettre au point un critère de fatigue capable de prédire la durée de vie du composite.

Pour répondre à cette problématique, une caractérisation des propriétés microstructurales et mécaniques en traction monotone a tout d'abord été réalisée. Pour cela, deux matériaux ont été utilisés : le PA66 pur et le composite tissé GFRPA66 qui en dérive. Un suivi gravimétrique du polymère pur et du composite immergés dans l'eau a permis de mettre en évidence deux comportements différents. En effet, l'évolution de la masse du PA66 pur suit un comportement non-Fickien et l'absorption d'eau coexiste avec une réaction d'hydrolyse du polyamide. A l'inverse, la prise de masse liée à l'absorption d'eau par le composite GFRPA66 suit un comportement Fickien. Par la suite, le caractère plastifiant de l'eau sur le PA66 et donc sur le composite tissé verre / PA66, a été mis en évidence. En présence d'eau, les liaisons hydrogène des chaînes de polyamides sont détruites, impliquant un changement important des propriétés microstructurales et mécaniques. Ainsi, il a été montré que la température de transition vitreuse diminue fortement lorsque le taux d'humidité contenu dans le matériau augmente. Les propriétés mécaniques en traction monotone des séquences d'empilement $[(0/90)_3]$ et $[(\pm 45)_3]$ sont également influencées par le conditionnement. Au plus le taux d'humidité relative augmente, au plus le module d'Young et la contrainte à rupture sont faibles. L'instrumentation des essais avec un système d'émission acoustique, en association avec des observations microscopiques et MEB, a permis d'identifier les mécanismes d'endommagement qui prédominent dans le composite tissé GFRPA66. Ainsi, les trois mécanismes qui caractérisent l'endommagement sont : la fissuration de la matrice, les décohésions fibres / matrice au sein des torons de fibres transverses à la direction de sollicitation et la rupture de fibres longitudinales.

Par la suite, le comportement du composite soumis à une sollicitation cyclique a été étudié. Les essais ont été réalisés à une fréquence de 1 Hz et un rapport de charge de 0,1 pour les neuf configurations considérées. Dans un premier temps, les durées de vie du matériau ont été

déterminées par des essais réalisés à température et hygrométrie ambiantes. Ces résultats ont montré qu'au-delà de 10^4 cycles, le conditionnement des éprouvettes n'a plus d'influence sur la durée de vie. Ce constat a laissé craindre une perte du conditionnement des éprouvettes au cours de la sollicitation en fatigue. Ainsi, des essais en enceinte climatique ont été réalisés. Pour cela, des éprouvettes initialement conditionnées à RH0 ont été testées dans une enceinte à 20 °C et 15 % d'humidité relative et des éprouvettes RH100 ont été testées à 20 °C et 95 % d'humidité relative. De ce fait, le conditionnement initial de l'éprouvette est conservé pendant toute la durée de l'essai. Ces essais ont confirmé les résultats obtenus à l'ambiante : le conditionnement de l'éprouvette n'a plus d'influence pour des durées de vie supérieures à 10^4 cycles. L'analyse de l'endommagement réalisée par l'association des techniques de thermographie infrarouge, d'émission acoustique, d'observations microscopiques (optique et MEB) et de tomographie RX a permis de mettre en évidence une modification du processus d'endommagement pour les durées de vie élevées. En effet, il a été montré que la proportion de ruptures de fibres longitudinales est d'autant plus grande que la contrainte de fatigue appliquée est faible. Ainsi, il semblerait que pour les durées de vie supérieures à 10^4 cycles, le mécanisme le plus endommageant soit la rupture de fibres. Ces dernières étant insensibles à l'humidité, cela pourrait expliquer en partie l'absence d'influence du conditionnement sur la durée de vie du composite. La base de données créée à partir de l'ensemble des durées de vie déterminées sur le composite GFRPA66 à RH0, RH50 et RH100 a servi à l'évaluation d'un critère de fatigue. Le contexte industriel dans lequel se positionnent ces travaux de thèse a fortement guidé le choix du critère à retenir. En effet, l'objectif est qu'il puisse être facilement utilisé en bureau d'études. Ainsi, le critère phénoménologique à deux paramètres (α et β) a été sélectionné. Ce modèle permet de tenir compte de la fréquence, du rapport de charge, du niveau de chargement et de l'orientation des fibres. Ces travaux de thèse ont proposé l'enrichissement du critère par l'intégration d'une loi empirique permettant de tenir compte du taux d'humidité de l'éprouvette. Le principal atout de ce critère de fatigue est qu'il ne nécessite la détermination que de deux paramètres. Ces derniers peuvent être obtenus en réalisant un essai de traction monotone et une courbe de Wöhler, pour une configuration de base choisie (dans notre cas, $[(0/90)_3]$ à RH50). Le modèle permet alors de prévoir correctement la durée de vie du matériau pour plusieurs autres configurations d'essais.

Enfin, cette étude propose une ouverture à des applications structurelles. Pour cela, des éprouvettes trouées ont tout d'abord été étudiées en traction quasi-statique. Un modèle de calcul par éléments finis a été mis au point, afin de pouvoir tester deux critères de rupture semi-empiriques : le *Point Stress Criterion* et l'*Average Stress Criterion*. Ces deux critères simples se sont montrés efficaces pour l'évaluation de la contrainte à rupture d'éprouvettes trouées, pour des

diamètres de trous compris entre 6 et 8 mm. Des essais de fatigue ont également été menés sur des éprouvettes trouées Ø7 mm de séquence d'empilement $[(0/90)_3]$, conditionnées à RH50. Le critère de fatigue à deux paramètres mis au point précédemment sur des éprouvettes non-trouées a été appliqué. Les durées de vie calculées par le critère ont montré une assez bonne corrélation avec celles obtenues expérimentalement. Un suivi de l'endommagement a également été réalisé, indiquant que le processus menant à la rupture des éprouvettes trouées est différent de celui observé sur les éprouvettes non-trouées. La durée de vie en fatigue d'une mini-structure a également été étudiée dans le cadre d'une collaboration avec le CETIM. Celle-ci peut être assimilée à une poutre avec une section en « oméga ». Le mode de sollicitation choisi pour cette mini-structure est la flexion 3 points. Le critère de fatigue à deux paramètres a été appliqué à la mini-structure. Les paramètres α et β étant dépendants du mode de sollicitation, une étude préliminaire sur des éprouvettes rectangulaires sollicitées en flexion 3 points a été menée. Ainsi, le couple $(\alpha ; \beta)$ est déterminé sur des éprouvettes puis le critère est appliqué à la mini-structure. Malgré les importantes hypothèses de travail faites, le critère de fatigue prévoit plutôt bien la durée de vie de la mini-structure.

Ainsi, l'ensemble de ces résultats constituent une base solide à la compréhension du comportement mécanique en traction monotone et en fatigue du composite tissé verre / PA66. Ces travaux ouvrent plusieurs perspectives de travail. Tout d'abord, la technique d'émission acoustique a été largement utilisée dans ces travaux. Afin de compléter les résultats fournis par cette méthode, il pourrait être intéressant de la coupler avec des observations par tomographie RX. Il serait pertinent par exemple de réaliser des essais de fatigue, instrumentés par EA, interrompus à intervalles réguliers et observés au tomographe. Cela permettrait de relier les événements acoustiques enregistrés au cours de l'essai avec l'observation des endommagements qui en sont à l'origine. Il serait ainsi possible d'affiner le scénario d'endommagement proposé dans ces travaux. D'autre part, l'application d'un critère de fatigue phénoménologique à une mini-structure soulève de nombreuses problématiques. En effet, le critère à deux paramètres nécessite comme donnée d'entrée la contrainte à rupture du matériau ainsi que la contrainte de fatigue appliquée. Dans le cas d'une éprouvette, ces contraintes sont simples à déterminer. A l'inverse, dans le cas d'une mini-structure le choix de la contrainte pose problème. Si un modèle de calcul par éléments finis permet de remonter aux contraintes locales dans chaque pli de la structure, la simple utilisation des contraintes et critères classiques ne semble pas pertinente. Ainsi, une étude plus complète offrirait la possibilité d'affiner le choix de la contrainte à intégrer dans le critère et ainsi d'en améliorer les performances. Enfin, le modèle de calcul par éléments finis présenté dans la Partie V – Chapitre 1 propose de modéliser un pli de tissu comme la

superposition de deux plis unidirectionnels. Si cette première approche permet d'obtenir des résultats corrects, il serait cependant nécessaire de l'améliorer. En effet, cette modélisation ne permet pas de tenir compte de l'ondulation des fibres dans le tissu. De la même façon, la loi de comportement utilisée est une loi linéaire élastique. Ceci est contradictoire avec les observations faites expérimentalement. En effet, les courbes contrainte – déformation des éprouvettes de séquence d'empilement $[(0/90)_3]$ ont permis de mettre en évidence la présence d'un point d'inflexion, le « knee-point ». En outre, les essais de traction sur les éprouvettes $[(\pm 45)_3]$ affiche un comportement fortement non-linéaire. Il serait donc intéressant d'intégrer une loi de comportement plus complète tenant compte des spécificités des composites tissés.

- RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES -

- [Albouy, 2013] Albouy, W. *De la contribution de la visco-élasto-plasticité au comportement en fatigue de composites à matrice thermoplastique et thermodurcissable*. Thèse de l'INSA Rouen, 2013.
- [Albouy et al, 2014] Albouy, W., Vieille, B., & Taleb, L. *Influence of matrix ductility on the high-temperature fatigue behavior of off-axis woven-ply thermoplastic and thermoset laminates*. International Journal of Fatigue, 63, 85–96, 2014.
- [Arif et al, 2014] Arif, M. F., Meraghni, F., Chemisky, Y., Despringre, N., & Robert, G. *In situ damage mechanisms investigation of PA66/GF30 composite: Effect of relative humidity*. Composites Part B: Engineering, 58, 487–495, 2014.
- [Asada & Onogi, 1963] Asada, T., & Onogi, S. *The diffusion coefficient for the nylon 6 and water system*. Journal of Colloid Science, 18, 784–792, 1963.
- [Barré & Benzeggagh, 1994] Barré, S., & Benzeggagh, M. L. *On the use of acoustic emission to investigate damage mechanisms in glass-fibre-reinforced polypropylene*. Composites Science and Technology, 3538(94), 369–376, 1994.
- [Benaarbia et al, 2014] Benaarbia, A., Chrysochoos, A., & Robert, G. *Influence of relative humidity and loading frequency on the PA6.6 thermomechanical cyclic behavior: Part I. mechanical and thermal aspects*. Polymer Testing, 40, 290–298, 2014.
- [Bergeret et al, 2009] Bergeret, A., Ferry, L., & Jenny, P. *Influence of the fibre/matrix interface on ageing mechanisms of glass fibre reinforced thermoplastic composites (PA-6,6, PET, PBT) in a hygrothermal environment*. Polymer Degradation and Stability, 94(9), 1315–1324, 2009.
- [Bergmann & Prinz, 1989] Bergmann, H., & Prinz, R. *Fatigue life estimation of graphite/epoxy laminated under consideration of delamination growth*. International Journal of Numerical Methods in Engineering, 27, 323–341, 1989.
- [Berthelot, 1992] Berthelot, J.M. *Matériaux composites*. Masson, 1992.
- [Bonnafous, 2010] Bonnafous, C. *Analyse multi échelle des mécanismes d'endommagement de composites chanvre/époxy à renforts tissés. Caractérisation de l'interface fibre/matrice*. Thèse de l'ENSMA, 2010.

-
- [Bonniau & Bunsell, 1981] Bonniau, P., & Bunsell, A. R. *A Comparative Study of Water Absorption Theories Applied to Glass Epoxy Composites*. Journal of Composite Materials, 15, 272–293, 1981.
- [Broudin et al., 2015] Broudin, M., Le Saux, V., Le Gac, P. Y., Champy, C., Robert, G., Charrier, P., & Marco, Y. *Moisture sorption in polyamide 6.6: Experimental investigation and comparison to four physical-based models*. Polymer Testing, 43, 10–20, 2015.
- [Caprino & D'Amore, 1998] Caprino, G., & D'Amore, A. *Flexural fatigue behaviour of random continuous-fibre-reinforced thermoplastic composite*. Composite Science and Technology, 58(97), 957–965, 1998.
- [Carter & Kibler, 1978] Carter, H. G., & Kibler, K. G. *Langmuir-type model for anomalous moisture diffusion in composite resins*. Journal of Composite Materials, 12, 118–131, 1978.
- [Chavarria & Paul, 2004] Chavarria, F., & Paul, D. R. *Comparison of nanocomposites based on nylon 6 and nylon 66*. Polymer, 45(25), 8501–8515, 2004.
- [Chevali et al., 2010] Chevali, V. S., Dean, D. R., & Janowski, G. M. *Effect of environmental weathering on flexural creep behavior of long fiber-reinforced thermoplastic composites*. Polymer Degradation and Stability, 95(12), 2628–2640, 2010.
- [Chou & Croman, 1978] Chou, P., & Croman, R. *Residual strength in fatigue based on the strength-life equal rank assumption*. Journal of Composite Materials, 12(2), 177-194, 1978.
- [Chou & Croman, 1979] Chou, P., & Croman, R. *Degradation and sudden-death models of fatigue of graphite/epoxy composites*. Composite Materials: Testing and Design (5th Conf), 1979.
- [Colombo et al., 2011] Colombo, C., Libonati, F., Salerno, A., & Vergani, L. *Fatigue behaviour of a GFRP laminate by thermographic measurements*. Procedia Engineering, 10, 3518–3527, 2011.
- [Cox, 1997] Cox, B. N. *Handbook of Analytical Methods for Textile Composites*. Rapport Technique, NASA, 1997.
- [Crank, 1975] Crank, J. *The mathematics of diffusion*. Brunel University Uxbridge, Oxford University Press, Second Edition, 1975.
- [D'Amore et al., 1996] D'Amore, A., Caprino, G., Stupak, P., Zhou, J., & Nicolais, L. *Effect of stress ratio on the flexural fatigue behavior of continuous strand mat reinforced plastics*. Science and Engineering of Composite Materials, 5(1), 1–8, 1996.
- [Daggumati et al., 2010] Daggumati, S., De Baere, I., Van Paepegem, W., Degrieck, J., Xu, J., Lomov, S. V., & Verpoest, I. *Local damage in a 5-harness satin weave composite under static tension: Part I – Experimental analysis*. Composites Science and Technology, 70(13), 1926–1933, 2010.
- [Daggumati et al., 2013] Daggumati, S., De Baere, I., Van Paepegem, W., Degrieck, J., Xu, J., Lomov, S. V., & Verpoest, I. *Fatigue and post-fatigue stress–strain analysis of a 5-harness satin weave carbon fibre reinforced composite*. Composites Science and Technology, 74, 20–27, 2013.
- [De Baere et al, 2009] De Baere, I., Van Paepegem, W., & Degrieck, J. *On the design of end tabs for quasi-static and fatigue testing of fibre-reinforced composites*. Polymer Composites, 30(4), 381–390, 2009.

- [De Baere et al., 2011a] De Baere, I., Van Paepegem, W., Quaresimin, M., & Degrieck, J. *On the tension–tension fatigue behaviour of a carbon reinforced thermoplastic part I: Limitations of the ASTM D3039/D3479 standard*. *Polymer Testing*, 30(6), 625–632, 2011.
- [De Baere et al., 2011b] De Baere, I., Van Paepegem, W., Hochard, C., & Degrieck, J. *On the tension–tension fatigue behaviour of a carbon reinforced thermoplastic part II: Evaluation of a dumbbell-shaped specimen*. *Polymer Testing*, 30(6), 663–672, 2011.
- [Degrieck & Van Paepegem, 2001] Degrieck, J., & Van Paepegem, W. *Fatigue Damage Modelling of Fibre-reinforced Composite Materials : Review*. *Applied Mechanics Reviews*, 54, 279–300, 2001.
- [Dhakal et al., 2007] Dhakal, H., Zhang, Z., & Richardson, M. *Effect of water absorption on the mechanical properties of hemp fibre reinforced unsaturated polyester composites*. *Composites Science and Technology*, 67(7-8), 1674–1683, 2007.
- [El Mahi et al., 2010] El Mahi, A., Ben Salem, I., Assarar, A., Berbaoui, R., Poilane, C., & El Guerjouma, R. *Analyse par émission acoustique de l'endommagement des matériaux éco-composites*. 10ème Congrès Français d'Acoustique, Lyon, 2010.
- [El Mazry, 2013] El Mazry, C. *Durabilité de produits innovants de robinetterie en polyamide 6,6*. Thèse de l'ENSAM ParisTech, 2013.
- [Epaarachchi & Clausen, 2003] Epaarachchi, J. A., & Clausen, P. D. *An empirical model for fatigue behavior prediction of glass fibre-reinforced plastic composites for various stress ratios and test frequencies*. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 34, 313–326, 2003.
- [Esp, 2007] Esp, B. *Stress distribution and strength prediction of composite laminates with multiple holes*. Thèse de l'UT Arlington (Texas, Etats-Unis), 2007.
- [Ferreira et al., 1999a] Ferreira, J. A. M., Costa, J. D. M., & Reis, P. N. B. *Static and fatigue behaviour of glass- fibre-reinforced polypropylene composites*. *Theoretical and Applied Fracture Mechanics*, 31, 67–74, 1999.
- [Ferreira et al., 1999b] Ferreira, J. A. M., Costa, J. D. M., Reis, P. N. B., & Richardson, M. O. W. *Analysis of fatigue and damage in glass-fibre-reinforced polypropylene composite materials*. *Composites Science and Technology*, 59(10), 1461–1467, 1999.
- [Fick, 1995] Fick, A. *On liquid diffusion*. *Journal of Membrane Science*, 100, 33–38, 1995.
- [Foroutan et al., 2013] Foroutan, R., Nemes, J., Ghiasi, H., & Hubert, P. *Experimental investigation of high strain-rate behaviour of fabric composites*. *Composite Structures*, 106, 264–269, 2013.
- [Franco et al., 2008] Franco, L. A. L., Graça, M. L. A., & Silva, F. S. *Fractography analysis and fatigue of thermoplastic composite laminates at different environmental conditions*. *Materials Science and Engineering*, 488(1), 505–513, 2008.
- [Fruehmann et al., 2010] Fruehmann, R. K., Dulieu-Barton, J. M., & Quinn, S. *Assessment of fatigue damage evolution in woven composite materials using infra-red techniques*. *Composites Science and Technology*, 70(6), 937–946, 2010.

-
- [Fujii et al., 1993] Fujii, T., Amijima, S., & Okubo, K. *Microscopic fatigue processes in a plain-weave glass-fibre composite*. Composites Science and Technology, 49(4), 327–333, 1993.
- [Gao et al., 1999] Gao, F., Boniface, L., Ogin, S. L., Smith, P. A., & Greaves, R. P. *Damage accumulation in woven-fabric CFRP laminates under tensile loading: Part 1. Observations of damage accumulation*. Composite Science and Technology, 59, 123–136, 1999.
- [Gay, 1987] Gay, D. *Matériaux Composites*. Editions Hermès, 5^{ème} Edition révisée, 1987.
- [Godin et al., 2004] Godin, N., Huguet, S., Gaertner, R., & Salmon, L. *Clustering of acoustic emission signals collected during tensile tests on unidirectional glass/polyester composite using supervised and unsupervised classifiers*. NDT and E International, 37(4), 253–264, 2004.
- [Greenhalgh & Hiley, 2003] Greenhalgh, E., & Hiley, M. *The assessment of novel materials and processes for the impact tolerant design of stiffened composite aerospace structures*. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 34(2), 151–161, 2003.
- [Gueribiz et al., 2013] Gueribiz, D., Jacquemin, F., & Fréour, S. *A moisture diffusion coupled model for composite materials*. European Journal of Mechanics / A Solids, 42, 81–89, 2013.
- [Guérin, 1994] Guérin, B. *Polyamides*. Techniques de L'ingénieur. Plastiques et Composites 2, 1–22, 1994.
- [Gutkin et al., 2011] Gutkin, R., Green, C. J., Vangrattanachai, S., Pinho, S. T., Robinson, P., & Curtis, P. T. *On acoustic emission for failure investigation in CFRP: Pattern recognition and peak frequency analyses*. Mechanical Systems and Signal Processing, 25(4), 1393–1407, 2011.
- [Halpin et al., 1973] Halpin, C., Jerina, K., & Johnson, T. *Characterization of composites for the purpose of reliability evaluation*. Analysis of the Test Methods for High Modulus Fibers and Composites, ASTM International, 1973.
- [Hashin, 1983] Hashin, Z. *Analysis of Composite Materials — A Survey*. Journal of Applied Mechanics, 50(3), 481–505, 1983.
- [Hu et al., 2014] Hu, Y., Lang, A. W., Li, X., & Nutt, S. R. *Hygrothermal aging effects on fatigue of glass fiber / polydicyclopentadiene composites*. Polymer Degradation and Stability, 110, 464–472, 2014.
- [Hwang & Han, 1986] Hwang, W., & Han, K. *Cumulative damage models and multi-stress fatigue life prediction*. Journal of Composite Materials, 20(2), 125–153, 1986.
- [Inoue & Hoshino, 1976] Inoue, K., & Hoshino, S. *Swelling of nylon 6 film due to water sorption*. Journal of Polymer Science, 14(8), 1513–1526, 1976.
- [Jen & Lee, 1998] Jen, M. R., & Lee, C. *Strength and life in thermoplastic composite laminates under static and fatigue loads. Part I: Experimental*. International Journal of Fatigue, 20(9), 605–615, 1998.
- [Jia & Kagan, 2001] Jia, N., & Kagan, V. A. *Mechanical Performance of Polyamides with Influence of Moisture and Temperature – Accurate Evaluation and Better Understanding*. Plastics Failure Analysis and Prevention, 95–104, 2001.

- [Joannès et al., 2014] Joannès, S., Mazé, L., & Bunsell, A. R. *A simple method for modeling the concentration-dependent water sorption in reinforced polymeric materials*. Composites Part B: Engineering, 57, 219–227, 2014.
- [Jones et al., 1984] Jones, C. J., Dickson, R. F., Adam, T., Reiter, H., & Harris, B. *The environmental fatigue behaviour of reinforced plastics*. Proceedings of the Royal Society of London. Series A, 396, 315–338, 1984.
- [Joseph et al., 2002] Joseph, P. V., Rabello, M. S., Mattoso, L. H. C., Joseph, K., & Thomas, S. *Environmental effects on the degradation behaviour of sisal fibre reinforced polypropylene composites*. Composite Science and Technology, 62, 1357–1372, 2002.
- [Karger-Kocsis & Friedrich, 1988] Karger-Kocsis, J., & Friedrich, K. *Fatigue crack propagation in short and long fibre-reinforced injection-moulded PA 6.6 composites*. Composites, 19(2), 105–114, 1988.
- [Kawai et al., 1996] Kawai, M., Morishita, M., Fuzi, K., Sakurai, T., & Kemmochi, K. *Effects of matrix ductility and progressive damage on fatigue strengths of unnotched and notched carbon fibre plain woven roving fabric laminates*. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 27(6), 493–502, 1996.
- [Kempf et al., 2014] Kempf, M., Skrabala, O., & Altstädt, V. *Acoustic emission analysis for characterisation of damage mechanisms in fibre reinforced thermosetting polyurethane and epoxy*. Composites Part B: Engineering, 56, 477–483, 2014.
- [Klimkeit, 2009] Klimkeit, B. *Etude expérimentale et modélisation du comportement en fatigue multiaxiale d'un polymère renforcé pour application automobile*. Thèse de l'ENSMA, 2009.
- [Kostopoulos et al., 2003] Kostopoulos, V., Loutas, T., Kontsos, A., Sotiriadis, G., & Pappas, Y. *On the identification of the failure mechanisms in oxide/oxide composites using acoustic emission*. NDT & E International, 36(8), 571–580, 2003.
- [Kotsikos et al., 1999] Kotsikos, G., Evans, J. T., Gibson, A. G., & Hale, J. *Use of acoustic emission to characterize corrosion fatigue damage accumulation in glass fiber reinforced polyester laminates*. Polymer Composites, 20(5), 689–696, 1999.
- [Kumagai et al., 2003] Kumagai, S., Shindo, Y., Horiguchi, K., & Takeda, T. *Mechanical Characterization of CFRP woven laminates between Room Temperature and 4 K*. JSME International Journal, 46(3), 359–364, 2003.
- [Ladevèze, 1992] Ladevèze, P. *A damage computational method for composite structures*. Computers and Structures, 44(1-2), 79–87, 1992.
- [Ladevèze & Lubineau, 2001] Ladevèze, P., & Lubineau, G. *On a damage mesomodel for laminates : micro – meso relationships, possibilities and limits*. Composite Science and Technology, 61, 2149–2158, 2001.
- [Launay et al., 2010] Launay, A., Marco, Y., Maitournam, M. H., Raoult, I., & Szmytka, F. *Cyclic behavior of short glass fiber reinforced polyamide for fatigue life prediction of automotive components*. Procedia Engineering, 2(1), 901–910, 2010.

-
- [Launay et al., 2013] Launay, A., Marco, Y., Maitournam, M. H., & Raoult, I. *Modelling the influence of temperature and relative humidity on the time-dependent mechanical behaviour of a short glass fibre reinforced polyamide*. *Mechanics of Materials*, 56, 1–10, 2013.
- [Le-Magda, 2011] Le-Magda, M. *Influence du vieillissement sur le comportement des matériaux et des interfaces des systèmes mécatroniques*. Thèse de l'Université de Rouen, 2011.
- [Madsen et al., 2012] Madsen, B., Hoffmeyer, P., & Lilholt, H. *Hemp yarn reinforced composites – III. Moisture content and dimensional changes*. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 43(11), 2151–2160, 2012.
- [Mallick & Zhou, 2004] Mallick, P., & Zhou, Y. *Effect of mean stress on the stress-controlled fatigue of a short E-glass fiber reinforced polyamide-6,6*. *International Journal of Fatigue*, 26(9), 941–946, 2004.
- [Marcin, 2010] Marcin, L. *Modélisation du comportement, de l'endommagement et de la rupture de matériaux composites à renforts tissés pour le dimensionnement robuste de structures*. Thèse de l'université Bordeaux 1, 2010.
- [Matweb.com, 2014] Matweb.com, E-Glass Fiber, Generic, 2014.
- [Mcbagonluri et al., 2000] Mcbagonluri, F., Garcia, K., Hayes, M., Verghese, K. N. E., & Lesko, J. J. *Characterization of fatigue and combined environment on durability performance of glass / vinyl ester composite for infrastructure applications*. *International Journal of Fatigue*, 22, 53–64, 2000.
- [Meziere et al., 2005] Meziere, Y., Bunsell, A. R., Favry, Y., Teissedre, J., & Do, A. T. *Large strain cyclic fatigue testing of unidirectional carbon fibre reinforced epoxy resin*. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 36, 1627–1636, 2005.
- [Moevus et al., 2008] Moevus, M., Godin, N., R'Mili, M., Rouby, D., Reynaud, P., Fantozzi, G., & Farizy, G. *Analysis of damage mechanisms and associated acoustic emission in two SiCf/[Si-B-C] composites exhibiting different tensile behaviours. Part II: Unsupervised acoustic emission data clustering*. *Composites Science and Technology*, 68(6), 1258–1265, 2008.
- [Monson et al., 2007] Monson, L., Braunwarth, M., & Extrand, C. W. *Moisture absorption by various polyamides and their associated dimensional changes*. *Journal of Applied Polymer Science*, 107(1), 355–362, 2007.
- [Morton & Hearle, 2008] Morton, W. E., & Hearle, J. W. S. *Physical properties of textile fibres*. Fourth Edition, Elsevier, 2008.
- [Mouhmid et al., 2006] Mouhmid, B., Imad, A., Benseddiq, N., Benmedakhène, S., & Maazouz, A. *A study of the mechanical behaviour of a glass fibre reinforced polyamide 6,6: Experimental investigation*. *Polymer Testing*, 25(4), 544–552, 2006.
- [Nguyen, 2014] Nguyen, T. L. *Approche multi-échelles dans les matériaux polymères : de la caractérisation nanométrique aux effets d'échelles*. Thèse de l'université de technologie de Compiègne, 2014.
- [Osada et al., 2001] Osada, T., Mizoguchi, M., & Kotaki, M. *Initial micro fracture behavior of woven fabric composites*. ICCM13, Beijing (China), 2001.

-
- [Osada et al., 2003] Osada, T., Nakai, A., & Hamada, H. *Initial fracture behavior of satin woven fabric composites*. *Composite Structures*, 61(4), 333–339, 2003.
- [Pandita et al., 2001] Pandita, S. D., Huysmans, G., Wevers, M., & Verpoest, I. *Tensile fatigue behaviour of glass plain-weave fabric composites in on- and off-axis directions*. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 32(10), 1533–1539, 2001.
- [Patel & Case, 2000] Patel, S. R., & Case, S. W. *Durability of a graphite / epoxy woven composite under combined hygrothermal conditions*. *International Journal of Fatigue*, 22, 809–820, 2000.
- [Payan & Hochard, 2002] Payan, J., & Hochard, C. *Damage modelling of laminated carbon / epoxy composites under static and fatigue loadings*. *International Journal of Fatigue*, 24, 299–306, 2002.
- [Peret et al., 2014] Peret, T., Clement, A., Freour, S., & Jacquemin, F. *Numerical transient hygro-elastic analyses of reinforced Fickian and non-Fickian polymers*. *Composite Structures*, 116(1), 395–403, 2014.
- [Piech, 2013] Piech, C. *K Means*. <http://stanford.edu/~cpiech/cs221/handouts/kmeans.html>, 2013
- [Purslow, 1981] Purslow, D. *Some fundamental aspects of composites fractography*. *Composites*, 12(4), 241–247, 1981.
- [Purslow, 1988] Purslow, D. *Fractography of fibre-reinforced thermoplastics, Part 3. Tensile, compressive and flexural failures*. *Composites*, 19(5), 358–366, 1988.
- [Ramirez-Jimenez et al., 2004] Ramirez-Jimenez, C., Papadakis, N., Reynolds, N., Gan, T., Purnell, P., & Pharaoh, M. *Identification of failure modes in glass/polypropylene composites by means of the primary frequency content of the acoustic emission event*. *Composites Science and Technology*, 64(12), 1819–1827, 2004.
- [Ryou et al., 2007] Ryou, H., Chung, K., & Yu, W. *Constitutive modeling of woven composites considering asymmetric/anisotropic, rate dependent, and nonlinear behavior*. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 38, 2500–2510, 2007.
- [Sarfaraz et al., 2012] Sarfaraz, R., Vassilopoulos, A. P., & Keller, T. *A hybrid S – N formulation for fatigue life modeling of composite materials and structures*. *Composites Part A*, 43(3), 445–453, 2012.
- [Satapathy et al., 2013] Satapathy, M. R., Vinayak, B. G., Jayaprakash, K., & Naik, N. K. *Fatigue behavior of laminated composites with a circular hole under in-plane multiaxial loading*. *Materials & Design*, 51, 347–356, 2013.
- [Sause & Horn, 2010] Sause, M. G. R., & Horn, S. *Influence of specimen geometry on acoustic emission signals in fiber reinforced composites: FEM-Simulations and Experiments*. European Working Group on Acoustic Emission, Vienna (Austria), 2010.
- [Scida et al., 2002] Scida, D., Aboura, Z., & Benzeggagh, M. L. *The effect of ageing on the damage events in woven-fibre composite materials under different loading conditions*. *Composites Science and Technology*, 62, 551–557, 2002.
-

-
- [Shen & Springer, 1975] Shen, C.-H., & Springer, G. S. *Moisture Absorption and Desorption of Composite Materials*. *Composite Materials*, 10, 2–20, 1975.
- [Silva et al., 2013] Silva, L., Tognana, S., & Salgueiro, W. *Study of the water absorption and its influence on the Young's modulus in a commercial polyamide*. *Polymer Testing*, 32(1), 158–164, 2013.
- [Silva de Vasconcellos, 2007] Silva de Vasconcellos, D. *Comportement en fatigue avant et après impact de composites tissés chanvre/epoxy*. Thèse de l'ENSMA, 2013.
- [Silva De Vasconcellos et al., 2014] Silva De Vasconcellos, D., Touchard, F., & Chocinski-Arnault, L. *Tension–tension fatigue behaviour of woven hemp fibre reinforced epoxy composite: A multi-instrumented damage analysis*. *International Journal of Fatigue*, 59, 159–169, 2014.
- [Siriruk & Penumadu, 2014] Siriruk, A., & Penumadu, D. *Degradation in fatigue behavior of carbon fiber – vinyl ester based composites due to sea environment*. *Composites Part B*, 61, 94–98, 2014.
- [Taghizadeh & Najafabadi, 2011] Taghizadeh, J., & Najafabadi, M. A. *Classification of acoustic emission signals collected during tensile tests on unidirectional ultra high molecular weight polypropylene fiber reinforced epoxy composites using principal component analysis*. *Russian Journal of Nondestructive Testing*, 47(7), 491–500, 2011.
- [Thionnet & Renard, 1994] Thionnet, A., & Renard, J. *Laminated composites under fatigue loading : A damage development law for transverse cracking*. *Composites Science and Technology*, 52, 173–181, 1994.
- [Thomason & Ali, 2009] Thomason, J. L., & Ali, J. Z. *The dimensional stability of glass-fibre reinforced Polyamide 66 during hydrolysis conditioning*. *Composites Part A*, 40(5), 625–634, 2009.
- [Todo et al., 2000] Todo, M., Takahashi, K., & Be, P. *Strain-rate dependence of the tensile fracture behaviour of woven-cloth reinforced polyamide composites*. *Composites Science and Technology*, 60(5), 763–771, 2000.
- [Toubal et al., 2006] Toubal, L., Karama, M., & Lorrain, B. *Damage evolution and infrared thermography in woven composite laminates under fatigue loading*. *International Journal of Fatigue*, 28(12), 1867–1872, 2006.
- [Toumi et al., 2013] Toumi, R. Ben, Renard, J., Monin, M., & Nimdum, P. *Fatigue Damage Modelling of Continuous E-glass Fibre/Epoxy Composite*. *Procedia Engineering*, 66, 723–736, 2013.
- [Vassilopoulos et al., 2010] Vassilopoulos, A. P., Manshadi, B. D., & Keller, T. *Piecewise non-linear constant life diagram formulation for FRP composite materials*. *International Journal of Fatigue*, 32(10), 1731–1738, 2010.
- [Vauthier, 1998] Vauthier, E. *Interactions between hygrothermal ageing and fatigue damage in unidirectional glass / epoxy composites*. *Composite Science and Technology*, 58, 687–692, 1998.
- [Verdu, 2000] Verdu, J. *Action de l'eau sur les plastiques*. *Techniques de L'ingénieur. Plastiques et Composites 1*, 1–8, 2000.

- [Vieille & Taleb, 2011] Vieille, B., & Taleb, L. *About the influence of temperature and matrix ductility on the behavior of carbon woven-ply PPS or epoxy laminates : Notched and unnotched laminates*. Composites Science and Technology, 71(7), 998–1007, 2011.
- [Wajsfelner, 1999] Wajsfelner, O. *Les Polymères*.
<http://physique.vije.net/1STI2D/index.php?page=polymeres>, 1999
- [Whitney & Nuismer, 1974] Whitney, J. M., & Nuismer, R. J. *Stress fracture criteria for laminated composites containing stress concentrations*. Journal of Composite Materials, 8(3), 253–265, 1974.
- [Whitworth, 1987] Whitworth, H. *Modelling stiffness reduction of graphite epoxy composite laminates*. Journal of Composite Materials, 21, 362–372, 1987.
- [Xiao & Bathias, 1994] Xiao, J., & Bathias, C. *Fatigue behaviour of unnotched and notched woven glass/epoxy laminates*. Composites Science and Technology, 50, 141–148, 1994.
- [Zhang et al., 2011] Zhang, A., Li, D., Lu, H., & Zhang, D. *Qualitative separation of the effect of voids on the bending fatigue performance of hygrothermal conditioned carbon / epoxy composites*. Materials and Design, 32(10), 4803–4809, 2011.

- ANNEXES -

Annexe 1 : Nombre total cumulé d'évènements acoustiques	253
Annexe 2 : Détermination du taux d'humidité relative à partir de la masse des éprouvettes	255
Annexe 3 : Calcul analytique des paramètres d'élasticité d'un pli UD équivalent	259

ANNEXE 1 : NOMBRE TOTAL CUMULÉ D'ÉVÈNEMENTS ACOUSTIQUES

Cette annexe présente les courbes du nombre total cumulé d'évènements acoustiques enregistrés lors des essais de traction sur les éprouvettes $[(\pm 45)_3]$ et $[(0/90)_3]$ à RH0 et RH100.

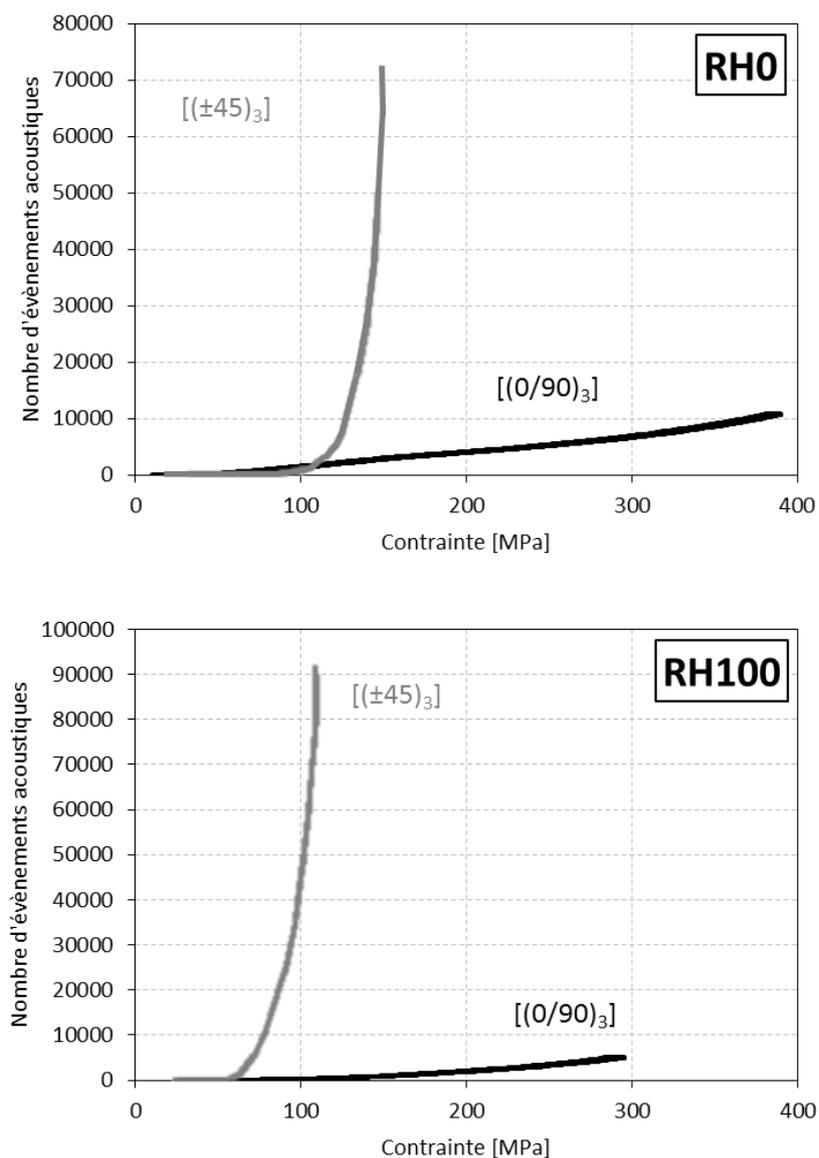


Figure A1-1 : Nombre total d'évènements acoustiques pour deux éprouvettes $[(0/90)_3]$ et $[(\pm 45)_3]$ conditionnées à RH0 et RH100.

ANNEXE 2 : DÉTERMINATION DU TAUX D'HUMIDITÉ RELATIVE À PARTIR DE LA MASSE DES ÉPROUVETTES

Cette annexe détaille la méthode utilisée pour déterminer le taux d'humidité relative d'une éprouvette à partir de son suivi gravimétrique. En effet, on observe une variation de la masse des éprouvettes lorsqu'elles sont sorties de leur sachet hermétique. Il est alors intéressant de pouvoir relier cette variation de masse au taux d'humidité relative du conditionnement théorique correspondant.

Considérons une éprouvette conditionnée à RH100, l'évolution de sa masse peut être schématisée par la Figure A2-1. On définit alors les trois masses suivantes :

- w^0 : masse de l'éprouvette après fabrication, avant conditionnement.
- w^i : masse de l'éprouvette après conditionnement, mesurée à l'ouverture du sachet.
- w^f : masse de l'éprouvette au moment de l'essai.

La phase I correspond donc au conditionnement, pris en charge par le fournisseur. La phase II correspond à la perte progressive du conditionnement après ouverture d'un sachet.

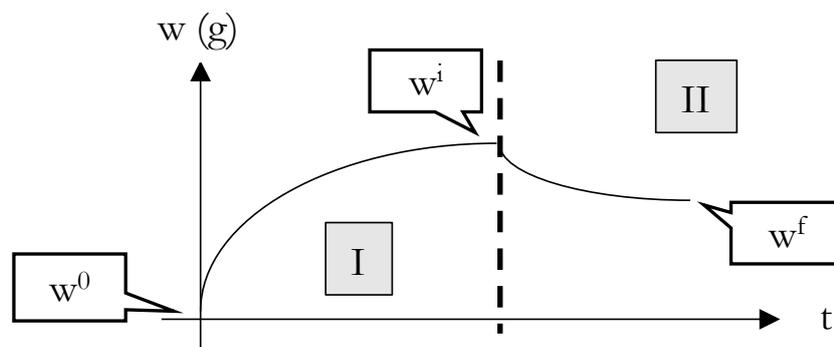


Figure A2-1 : Evolution de la masse d'une éprouvette RH100 depuis sa fabrication jusqu'au moment de l'essai

Les valeurs de w^i et w^f sont mesurées expérimentalement, la valeur de w^0 est inconnue. On peut exprimer les gains de masse relatifs pour les phases I et II par la relation (2-1) :

$$M_I = \frac{w^i - w^0}{w^0} * 100 \quad \text{et} \quad M_{II} = \frac{w^f - w^i}{w^i} * 100 \quad (2-1)$$

La valeur de M_I est connue et donnée par le fournisseur matière. On peut donc exprimer la

variation relative de masse globale (c'est-à-dire, entre les instants $t = 0$ et $t = f$) en fonction de paramètres connus (2-II).

$$M = \frac{w^f - w^0}{w^0} * 100 = \frac{w^f \left(\frac{M_I}{100} + 1 \right) - w^i}{w^i} \quad (2-II)$$

L'étape suivante consiste alors à relier le gain de masse global au taux d'humidité relatif (RH). Pour cela, on s'appuie sur les travaux de Launay et al. [Launay et al., 2013]. Dans leur étude, les auteurs étudient un composite à matrice PA66 renforcé de fibres de verre courtes à 35 wt%. Les auteurs ont mesuré la variation relative de masse de l'éprouvette pour plusieurs taux d'humidité relative compris entre 0 % et 75 % (Tableau A2-1). Ces données sont également représentées sur la Figure A2-2 par des symboles. Sur cette figure, nous avons fait le choix de normaliser la variation relative de masse par le taux massique de matrice. Cela suppose que seule la matrice PA66 participe au phénomène d'absorption d'eau.

Equilibrium water content w as a function of relative humidity \mathcal{H} for the studied material. No significant sensitivity to the temperature has been observed.

PA66-GF35 (23°C)							
\mathcal{H} (%)	0	20	27	33	50	72	75
w (%)	0.00	0.40	0.65	0.89	1.74	3.14	3.35

Tableau A2-1 : Gain de masse à l'équilibre en fonction du taux d'humidité relatif.

Extrait de [Launay et al., 2013].

Dès lors, il est possible d'établir une relation entre le taux d'humidité relative et la variation relative de masse de l'éprouvette. Cette relation est représentée sur la Figure A2-2 par un trait continu, et peut être exprimée par la relation (2-III) :

$$\frac{M}{(1-m_f)} = 0.005 \times RH^{1.6078} \text{ ou } RH = \left(200 * \frac{M}{1-m_f} \right)^{0,6220} \quad (2-III)$$

Les données obtenues par Launay et al. [Launay et al., 2013] ont été comparées à celles disponibles dans le cadre de ces travaux de thèse (Figure A2-2).

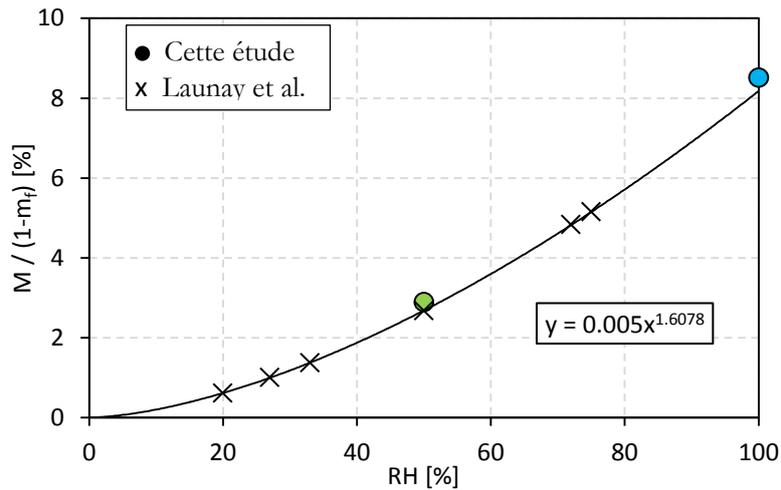


Figure A2-2 : Relation entre le gain relatif de masse normalisé par le taux massique de matrice et le taux d'humidité relatif.

Les résultats montrent que les points correspondant au composite GFRPA66 de l'étude sont cohérents avec ceux obtenus sur composite à fibres courtes, validant ainsi la méthode de calcul proposée.

Ainsi, en combinant les équations (2-II) et (2-III), on obtient :

$$RH = \left(200 * \frac{w^f \left(\frac{M_I}{100} + 1 \right) - w^i}{1 - m_f} * 100 \right)^{0,6220}$$

Cette expression permet de déterminer le taux d'humidité contenu dans l'éprouvette à partir du suivi gravimétrique.

ANNEXE 3 : CALCUL ANALYTIQUE DES PARAMÈTRES D'ÉLASTICITÉ D'UN PLI UD ÉQUIVALENT

L'ensemble des équations proposées dans cette annexe sont issues ou déduites des travaux de Gay [Gay, 1987].

La loi de comportement d'un composite stratifié équilibré et symétrique est donnée par (3-I) :

$$\begin{pmatrix} N_x \\ N_y \\ N_{xy} \\ M_x \\ M_y \\ M_{xy} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} A_{11} & A_{12} & 0 & 0 & 0 & 0 \\ A_{12} & A_{22} & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & A_{33} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & D_{11} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & D_{22} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & D_{33} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \varepsilon_{xx} \\ \varepsilon_{yy} \\ \gamma_{xy} \\ \kappa_x \\ \kappa_y \\ \kappa_{xy} \end{pmatrix} \quad (3-I)$$

Où N_i et M_i correspondent respectivement à la résultante en membrane et à celle des moments dans la direction i . Les ε_{ij} correspondent aux déformations en membrane et les κ_{ij} sont les déformations en courbure. Les coefficients de la matrice (A_{ij}) sont donnés par (3-II) :

$$A_{ij} = \sum_{k=1}^{n^{\text{ième pli}}} Q_{ij}^k \times e_k \quad (3-II)$$

Où Q_{ij} est le coefficient de la matrice de raideur de la loi de comportement d'un pli UD orthotrope dans l'hypothèse des petites déformations, d'élasticité linéaire et d'un cas de contraintes planes et e_k correspond à l'épaisseur du pli UD considéré. On rappelle que cette loi de comportement s'écrit sous la forme (3-III) :

$$\begin{pmatrix} \sigma_x \\ \sigma_y \\ \tau_{xy} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} Q_{11} & Q_{12} & Q_{13} \\ Q_{21} & Q_{22} & Q_{23} \\ Q_{31} & Q_{32} & Q_{33} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \varepsilon_x \\ \varepsilon_y \\ \gamma_{xy} \end{pmatrix} \quad (3-III)$$

Les coefficients Q_{11} , Q_{22} et Q_{12} dans une direction de sollicitation quelconque θ (on note $c = \cos(\theta)$ et $s = \sin(\theta)$) sont donnés par (3-IV), (3-V) et (3-VI) :

$$Q_{11} = c^4 \overline{E}_L + s^4 \overline{E}_T + 2c^2 s^2 (v_{TL} \overline{E}_L + 2G_{LT}) \quad (3-IV)$$

$$Q_{22} = s^4 \overline{E}_L + c^4 \overline{E}_T + 2c^2 s^2 (v_{TL} \overline{E}_L + 2G_{LT}) \quad (3-V)$$

$$Q_{12} = c^2 s^2 (\overline{E}_L + \overline{E}_T - 4G_{LT}) + (c^4 + s^4) v_{TL} \overline{E}_L \quad (3-VI)$$

Où $\overline{E}_L = E_L / (1 - \nu_{LT} \nu_{TL})$ et $\overline{E}_T = E_T / (1 - \nu_{LT} \nu_{TL})$.

De plus, les résultantes en membranes peuvent s'exprimer en fonction de l'état de contrainte correspondant au chargement appliqué (3-VII) :

$$N_i = \sum_{k=1}^{n^{ième} pli} (\sigma_{ii})_k \times e_k \quad (3-VII)$$

→ Dans le cas d'un essai de traction monotone sur un composite tissé avec une séquence d'empilement $[(\pm 45)_3]$ on a donc d'après (3-I) :

$$N_x = A_{11} \varepsilon_{xx} + A_{12} \varepsilon_{yy}$$

D'après (3-II) on a pour le calcul de A_{11} :

$$A_{11} = 2e_1 Q_{11}^{45^\circ} + 2e_1 Q_{11}^{-45^\circ} + 2e_2 Q_{11}^{45^\circ} + 2e_2 Q_{11}^{-45^\circ}$$

De plus, comme $\cos^2(45) = \cos^2(-45) = \sin^2(45) = \sin^2(-45) = 1/2$, (3-IV) donne :

$$Q_{11}^{45^\circ} = Q_{11}^{-45^\circ} = \frac{1}{4} (\overline{E}_L + \overline{E}_T) + \frac{1}{2} (v_{TL} \overline{E}_L + 2G_{LT})$$

$$\text{Soit } A_{11} = 4(e_1 + e_2) Q_{11}^{45^\circ} = 4(e_1 + e_2) \left[\frac{1}{4} (\overline{E}_L + \overline{E}_T) + \frac{1}{2} (v_{TL} \overline{E}_L + 2G_{LT}) \right]$$

D'après (3-II) on a pour le calcul de A_{12} :

$$A_{12} = 2e_1 Q_{12}^{45^\circ} + 2e_1 Q_{12}^{-45^\circ} + 2e_2 Q_{12}^{45^\circ} + 2e_2 Q_{12}^{-45^\circ}$$

De plus, comme $\cos^2(45) = \cos^2(-45) = \sin^2(45) = \sin^2(-45) = 1/2$, (3-VI) donne :

$$Q_{12}^{45^\circ} = Q_{12}^{-45^\circ} = \frac{1}{4} (\overline{E}_L + \overline{E}_T) + \frac{1}{2} (v_{TL} \overline{E}_L - 2G_{LT})$$

$$\text{On a : } A_{12} = 4(e_1 + e_2) Q_{12}^{45^\circ} = 4(e_1 + e_2) \left[\frac{1}{4} (\overline{E}_L + \overline{E}_T) + \frac{1}{2} (v_{TL} \overline{E}_L - 2G_{LT}) \right]$$

Finalement :

$$N_x = 4(e_1 + e_2) \left[\frac{1}{4} (\overline{E}_L + \overline{E}_T) + \frac{1}{2} (v_{TL} \overline{E}_L + 2G_{LT}) \right] \varepsilon_{xx} \\ + 4(e_1 + e_2) \left[\frac{1}{4} (\overline{E}_L + \overline{E}_T) + \frac{1}{2} (v_{TL} \overline{E}_L - 2G_{LT}) \right] \varepsilon_{yy}$$

De plus, dans le cas d'un chargement de traction, avec application de la charge selon l'axe x, (3-VII) donne :

$$N_x = 4(e_1 + e_2) \sigma_{xx}$$

Soit :

$$\sigma_{xx} = \left[\frac{1}{4}(\overline{E}_L + \overline{E}_T) + \frac{1}{2}(v_{TL}\overline{E}_L + 2G_{LT}) \right] \varepsilon_{xx} + \left[\frac{1}{4}(\overline{E}_L + \overline{E}_T) + \frac{1}{2}(v_{TL}\overline{E}_L - 2G_{LT}) \right] \varepsilon_{yy}$$

$$\sigma_{xx} = \left[\frac{1}{4}(\overline{E}_L + \overline{E}_T) + \frac{1}{2}(v_{TL}\overline{E}_L) \right] (\varepsilon_{xx} + \varepsilon_{yy}) + G_{LT}(\varepsilon_{xx} - \varepsilon_{yy})$$

De même, le cas de chargement étant tel que $\sigma_{yy} = 0$, on a d'après (3-I) et (3-VII) :

$$N_y = A_{12}\varepsilon_{xx} + A_{22}\varepsilon_{yy} = 0$$

Le composite stratifié équivalent considéré résultant de l'empilement de plis à $+45^\circ$ et -45° , on a $c^2 = s^2$ et on obtient alors $A_{22} = A_{11}$ d'après (3-IV) et (3-V).

On en déduit :

$$0 = \left[\frac{1}{4}(\overline{E}_L + \overline{E}_T) + \frac{1}{2}(v_{TL}\overline{E}_L) \right] (\varepsilon_{xx} + \varepsilon_{yy}) + G_{LT}(\varepsilon_{yy} - \varepsilon_{xx})$$

Soit :

$$\left[\frac{1}{4}(\overline{E}_L + \overline{E}_T) + \frac{1}{2}(v_{TL}\overline{E}_L) \right] (\varepsilon_{xx} + \varepsilon_{yy}) = G_{LT}(\varepsilon_{xx} - \varepsilon_{yy})$$

Ainsi :

$$\sigma_{xx} = G_{LT}(\varepsilon_{xx} - \varepsilon_{yy}) + G_{LT}(\varepsilon_{xx} - \varepsilon_{yy}) = 2G_{LT}(\varepsilon_{xx} - \varepsilon_{yy})$$

On en déduit la relation donnée par (3-VIII):

$$\frac{1}{2}\sigma_{xx}^{[(\pm 45)_3]} = G_{LT}(\varepsilon_{xx}^{[(\pm 45)_3]} - \varepsilon_{yy}^{[(\pm 45)_3]}) \quad (3-VIII)$$

→ Dans le cas d'un essai de traction monotone sur un composite tissé avec une séquence d'empilement $[(0/90)_3]$ on a donc d'après (3-I):

$$N_x = A_{11}\varepsilon_{xx} + A_{12}\varepsilon_{yy}$$

D'après (3-II) on a pour le calcul de A_{11} :

$$A_{11} = 2e_1Q_{11}^{0^\circ} + 2e_1Q_{11}^{90^\circ} + 2e_2Q_{11}^{0^\circ} + 2e_2Q_{11}^{90^\circ}$$

De plus, comme $\cos^2(0) = \sin^2(90) = 1$ et $\sin^2(0) = \cos^2(90) = 0$, (3-IV) donne :

$$Q_{11}^{0^\circ} = \overline{E}_L \text{ et } Q_{11}^{90^\circ} = \overline{E}_T$$

$$\text{Soit } A_{11} = 2(e_1 + e_2)(\overline{E}_L + \overline{E}_T)$$

D'après (3-II) on a pour le calcul de A_{12} :

$$A_{12} = 2e_1 Q_{12}^{0^\circ} + 2e_1 Q_{12}^{90^\circ} + 2e_2 Q_{12}^{0^\circ} + 2e_2 Q_{12}^{90^\circ}$$

Ainsi, avec $\cos^2(0) = \sin^2(90) = 1$ et $\sin^2(0) = \cos^2(90) = 0$, (3-VI) donne :

$$Q_{12}^{0^\circ} = Q_{12}^{90^\circ} = \nu_{TL} \overline{E}_L$$

$$\text{On a : } A_{12} = 4(e_1 + e_2) Q_{12}^{0^\circ} = 4(e_1 + e_2) \nu_{TL} \overline{E}_L$$

Finalement :

$$N_x = 2(e_1 + e_2)(\overline{E}_L + \overline{E}_T) \varepsilon_{xx} + 4(e_1 + e_2)(\nu_{TL} \overline{E}_L) \varepsilon_{yy}$$

De plus, dans le cas d'un chargement de traction, avec application de la charge selon l'axe x, (3-VII) donne :

$$N_x = 4(e_1 + e_2) \sigma_{xx}$$

Soit :

$$\sigma_{xx} = \left[\frac{1}{2} (\overline{E}_L + \overline{E}_T) \right] \varepsilon_{xx} + (\nu_{TL} \overline{E}_L) \varepsilon_{yy}$$

De même, le cas de chargement étant tel que $\sigma_{yy} = 0$, on a d'après (3-I) et (3-VII) :

$$N_y = A_{12} \varepsilon_{xx} + A_{22} \varepsilon_{yy} = 0$$

D'après (3-II) on a pour le calcul de A_{22} :

$$A_{22} = 2e_1 Q_{22}^{0^\circ} + 2e_1 Q_{22}^{90^\circ} + 2e_2 Q_{22}^{0^\circ} + 2e_2 Q_{22}^{90^\circ}$$

De plus, comme $\cos^2(0) = \sin^2(90) = 1$ et $\sin^2(0) = \cos^2(90) = 0$, (3-V) donne :

$$Q_{22}^{0^\circ} = \overline{E}_T \text{ et } Q_{22}^{90^\circ} = \overline{E}_L$$

$$\text{Soit } A_{22} = 2(e_1 + e_2)(\overline{E}_L + \overline{E}_T)$$

Finalement :

$$N_y = 4(e_1 + e_2) \nu_{TL} \overline{E}_L \varepsilon_{xx} + 2(e_1 + e_2)(\overline{E}_L + \overline{E}_T) \varepsilon_{yy} = 0$$

Soit :

$$\varepsilon_{yy} = -\frac{2\nu_{TL}\overline{E}_L\varepsilon_{xx}}{(\overline{E}_L + \overline{E}_T)}$$

On obtient alors (3-IX) :

$$\sigma_{xx}^{[(0/90)_3]} = \left[\frac{1}{2}(\overline{E}_L + \overline{E}_T) - \frac{2\nu_{TL}^2\overline{E}_L^2}{\overline{E}_L + \overline{E}_T} \right] \varepsilon_{xx}^{[(0/90)_3]} \quad (3-IX)$$

En négligeant le terme en ν_{TL}^2 , on obtient (3-X).

$$\frac{\sigma_{xx}^{[(0/90)_3]}}{\varepsilon_{xx}^{[(0/90)_3]}} = E_x^{[(0/90)_3]} \approx \frac{1}{2}(E_L + E_T) \quad (3-X)$$

ÉTUDE DU COMPORTEMENT EN FATIGUE D'UN COMPOSITE À MATRICE POLYAMIDE RENFORCÉ D'UN TISSU DE FIBRES DE VERRE POUR APPLICATION AUTOMOBILE

Résumé : Ces travaux de thèse portent sur un composite à matrice polyamide 6,6 (PA66) renforcé d'un tissu de fibres de verre (Sergé 2/2). Dans le but d'une intégration dans des pièces automobiles, on s'intéresse au comportement de ce matériau sous sollicitation cyclique. L'objectif est de mettre au point un critère de fatigue permettant de prédire la durée de vie du composite étudié. Le PA66 étant sensible à l'humidité, il est nécessaire de prendre en compte ce paramètre dans notre étude. Pour cela, le matériau est conditionné selon trois états : un état sec (RH0), un état ambiant (RH50) et un état saturé en eau (RH100). Trois séquences d'empilement sont également considérées afin de tenir compte de l'orientation des fibres dans le matériau : $[(0/90)_3]$, $[(90/0)_3]$ et $[(\pm 45)_3]$. Dans un premier temps, l'influence du conditionnement sur les propriétés microstructurales et mécaniques en traction monotone est étudiée. Le rôle plastifiant de l'eau sur le PA66 a été mis en évidence. L'instrumentation des essais de traction monotone avec un système d'émission acoustique associée à l'observation post-mortem par MEB des éprouvettes permet de proposer un scénario d'endommagement en traction quasi-statique pour chaque configuration étudiée. Dans un deuxième temps, une campagne d'essais en fatigue traction-traction est menée sur les neuf configurations de l'étude. Ces essais ont permis la mise en place et l'évaluation de deux critères de fatigue phénoménologiques : les diagrammes de durées de vie constantes et le critère de fatigue à deux paramètres basé sur les courbes S-N. Ce dernier a été enrichi afin de pouvoir prédire la durée de vie du matériau pour différents conditionnements. De manière générale, le modèle montre une bonne capacité à prédire la durée de vie du matériau pour des conditions d'essais variées. Afin de cerner la capacité du modèle à être utilisé en bureau d'études, celui-ci a été appliqué dans le cas d'essais de fatigue menés sur une mini-structure sollicitée en flexion 3 points.

Mots-clés : Polyamides ; Tissus de verre ; Humidité ; Endommagement, Mécanique de l' ; Durée de vie (ingénierie) ; Emission Acoustique ; Contrôle non destructif par thermographie infrarouge

FATIGUE BEHAVIOUR OF A WOVEN GLASS-FIBRE-REINFORCED POLYAMIDE COMPOSITE FOR AUTOMOTIVE APPLICATION

Abstract : This study is focused on a woven glass-fibre-reinforced composite (2/2 twill) with a polyamide 6,6 matrix. From the perspective of its future integration in automotive parts, the fatigue behavior of this material is investigated. The aim is to develop a fatigue model able to predict the fatigue life of the composite studied. The PA66 behaviour is highly influenced by the moisture content, thus, it is necessary to take this parameter into account. Hence, three conditionings are studied: RH0, RH50 and RH100 which correspond respectively to the dry-as-moulded, the ambient and the water-saturated state. Three different stacking sequences are used in order to study the influence of fibre orientation: $[(0/90)_3]$, $[(90/0)_3]$ and $[(\pm 45)_3]$. First, the influence of moisture on microstructural and mechanical properties for monotonic tensile tests is studied. The plasticizing effect of water on PA66 has been highlighted. A damage scenario has been determined for every configuration studied by using acoustic emission technique during monotonic tensile tests and post-mortem SEM observations. Then, tension-tension fatigue tests are performed for all sample configurations. The results have been used to set up two phenomenological fatigue life models: the constant life diagrams and the two-parameter model based on S-N curves. The latter has been enhanced by including the relative humidity in order to be able to predict the fatigue life of the material for any conditioning. In general, this model estimates quite well the fatigue life of the material for different testing conditions. Finally, the two-parameter model has been used for fatigue life prediction of both open-hole samples and a mini-structure in order to evaluate its capability to be used in an industrial context.

Keywords : Polyamids ; Glass cloth ; Humidity ; Continuum damage mechanics ; Service life (Engineering) ; Acoustic emission ; Infrared testing