



HAL
open science

Comportement d'un thermoplastique renforcé de fibres de verre soumis à des chargements thermo-mécaniques.

Delphine Lopez

► **To cite this version:**

Delphine Lopez. Comportement d'un thermoplastique renforcé de fibres de verre soumis à des chargements thermo-mécaniques.. Matériaux. Université de Bretagne Sud, 2018. Français. NNT : 2018LORIS488 . tel-01977983

HAL Id: tel-01977983

<https://theses.hal.science/tel-01977983>

Submitted on 11 Jan 2019

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

THESE / UNIVERSITE DE BRETAGNE-SUD

sous le sceau de l'Université Bretagne Loire

pour obtenir le titre de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITE DE BRETAGNE-SUD

Mention : Mécanique des Solides, des Matériaux, des Structures et des Surfaces

Ecole doctorale : SPI

Présentée par Delphine Lopez

Préparée à l'IRDL, UMR CNRS 6027

Institut de Recherche Dupuy de Lôme

Comportement d'un thermoplastique renforcé de fibres de verre soumis à des chargements thermo- mécaniques

Thèse soutenue à Lorient le 17 avril 2018

devant le jury composé de :

Laurent Guillaumat

Professeur, Arts et Métiers ParisTech - ENSAM / Président

Noëlle Billon

Professeur, CEMEF, Mines-ParisTech / Rapporteur

Benoît Vieille

Maître de conférences - HDR, INSA Rouen / Rapporteur

Delphine Notta-Cuvier

Maître de conférences, Université de Valenciennes et du Hainaut-Cambrésis LAMIH / Examinateur

Olivier Veillot

Ingénieur – Goupe Renault / Invité

Yves Grohens

Professeur, Université de Bretagne-Sud, IRDL / Co-directeur de thèse

Sandrine Thuillier

Professeur, Université de Bretagne-Sud, IRDL / Directeur de thèse

REMERCIEMENTS

Je souhaiterais remercier les membres du jury, qui ont accepté d'examiner et juger ce travail. Je vous remercie pour le temps consacré à mon travail, pour les commentaires et échanges constructifs lors de la soutenance. Un grand merci pour l'intérêt que vous avez manifesté à mes travaux de thèse.

Je ne saurais assez remercier Sandrine Thuillier pour son exigence et sa bienveillance. Merci pour ton implication et ton intérêt face à mes nombreuses sollicitations. Je garderai un excellent souvenir de nos échanges, en particulier des moments « euphoriques » accompagnants des résultats encourageants.

Je souhaite exprimer ma reconnaissance à Yves Grohens, pour sa confiance et ses conseils, notamment en matière d'essais. Merci d'avoir souligné l'originalité de ce travail au travers de nos discussions.

Je tiens également à exprimer ma gratitude envers Olivier Veillot pour son encadrement. Merci pour ton temps, ton écoute, et pour la visibilité que tu as permis de donner à mon travail au sein de l'entreprise... et aussi merci pour avoir toujours assuré « la bonne ambiance » de l'équipe et pour ton éternelle franchise.

Comme un goût de caramel beurre salé...

Merci à tous mes collègues de l'IRDL : Lydie, Laeticia, Nathan, Théo, Mathieu, Pierre, Mikaël, Hervé, Laeticia, Julien, Lotfi, Thomas, Philippe, Grégory, Jean-Marc, Adrien... Je garderai en mémoire votre bonne humeur et votre accueil tout à fait breton. Chers tous, merci de m'avoir fait me sentir chez moi dans cet autre « sud » où il ne pleut pas, pouvons-nous entendre dire ! Merci à Hervé et à Arnaud pour les essais, à Yann pour les infos pratiques de « grand-frère », et à vous tous pour les échanges de bons conseils et pour m'avoir partagé votre amour de la recherche et votre vision du monde académique.

Je tiens tout particulièrement dans ces quelques lignes, à faire un clin d'œil spécial à Bertille et Antoine, car les mots sont désormais superflus entre nous pour se comprendre. Nous avons presque « tout » partagés dans ce bureau... les tablettes de chocolat et les calculs qui ne convergent pas, et bien plus encore. Je ne doute pas que notre amitié résistera aussi à la distance.

Merci à ceux qui ont organisé les soirées entre doctorants. Merci à mes collègues et amis du RU pour ces moments à penser « à autres choses » et pour nos discussions sans fin : Antoine, Yohann, Florent, Gabi, Stephan, Guillaume, Joao, Cédric, Johann, Maxime, Erwan, Alexandre...

Merci aux membres du Lab-STICC pour m'avoir si souvent accueilli dans votre salle de pause. Vous avez changé ma vision de l'informatique (et de l'électronique) à jamais.

Je tiens également à remercier mes propriétaires Estelle et Alain et leurs enfants, ma nouvelle « famille bretonne »... merci pour votre accueil et votre gentillesse.

Comme un goût de café-crème...

Merci à mes collègues que j'ai eu la chance de côtoyer dans l'équipe d'Olivier chez Renault et qui se reconnaîtront... au plaisir de travailler à nouveau à vos côtés dans le futur. Merci à Camille pour son regard industriel. Merci à Ilhem pour la dernière ligne droite. Merci à mes collègues de chez SEGULA et tout particulièrement à John pour ton aide, ta patience et ta sympathie. Merci à tous ceux qui ont suivi ce travail de près ou de loin, et je ne saurais oublier à quel point vous êtes nombreux : Merci pour votre intérêt.

Mes trois ans de thèse n'auraient pas eu un aussi bon goût « café crème » sans vous, chers collègues et amis : Amanda, Johanne, Loic, Marcelo et Vincent. En particulier, merci Vincent pour ta contribution inestimable et pour ton intérêt pour les fibres, et pas seulement pour les végétales !

Merci à tous ceux que j'ai rencontré au travers de ces trois belles années : Carole, Isa, Laurent, Martin... merci pour votre amitié.

Je tiens également à remercier mes collègues doctorants pour la création de la Communauté des Doctorants chez Renault. Merci à tous ceux qui ont répondu présents, doctorants mais aussi stagiaires et apprentis, et à ceux qui assurent désormais la relève.

Enfin, merci à mes camarades de promenade (à vélo), de course à pied, de danse et de théâtre, grâce à qui ces trois années sont passées bien trop vite : Marylène, Thibault, Erika...

Le meilleur pour la fin... je remercie du fond du cœur ma famille qui a toujours cru en moi et qui n'a jamais manqué une occasion de déguster un plateau de fruits de mer à Lorient ou une balade dans les jardins du château de Versailles... Merci pour vos encouragements, vos conseils et votre amour.

A Andreu.

RESUME

Les composites à matrice polymère sont de plus en plus utilisés dans le secteur automobile. Afin de remplir les conditions exigeantes du cahier des charges vis-à-vis des conditions de mise en service, les pièces en composite doivent maintenir leur forme géométrique sous des conditions thermo-mécaniques parfois extrêmes. Par exemple, un assemblage de hayon composite est soumis à des contraintes mécaniques élevées associées à des variations de température importantes lors des essais de validation du cahier des charges.

Les enjeux de la thèse sont axés sur l'aide à la conception dans le domaine quasi-statique de pièces industrielles injectées en thermoplastique renforcé de fibres discontinues. L'amélioration des outils numériques doit permettre un dimensionnement virtuel optimal de ces pièces en anticipant les variations rencontrées en service et les distorsions résiduelles résultantes de chargements thermo-mécaniques. Cette démarche s'appuie sur la connaissance du comportement thermo-mécanique du matériau de l'étude, celui du renfort de hayon, un polypropylène renforcé à 40 % en masse de fibres de verre discontinues, et sur la modélisation du comportement de ce type de matériau.

Tout d'abord, le comportement thermo-mécanique du matériau est étudié sous différentes conditions de chargement, réduites à la gamme de l'application visée, au travers d'essais de traction sur éprouvettes. Les essais sont réalisés dans des conditions isothermes, pour plusieurs échelles de temps, et à des vitesses de déformation faibles. En particulier, des essais de traction monotone, de charges-décharges-relaxations et de fluage sont considérés. L'influence de l'anisotropie et de la température sur les propriétés élastiques, sur le niveau des déformations résiduelles et sur la dépendance thermique de la contribution visqueuse est étudiée. L'étude de la microstructure a permis d'établir des liens avec des spécificités du comportement mécanique, en particulier vis-à-vis de l'orientation des fibres induite par le procédé d'injection. **Dans un second temps**, la capacité de lois de comportement à simuler le comportement thermo-mécanique des essais de caractérisation de la base expérimentale est étudiée. Une description fiable de l'impact de l'érouissage, de l'anisotropie et de la dépendance au temps et à la température sur le comportement mécanique pour des conditions spécifiques d'utilisation est recherchée. Pour cela, une procédure d'identification de paramètres matériau est adoptée pour différentes lois de comportement, de type élasto-visco-plastique, sélectionnées dans la littérature. Une attention particulière est portée sur la thermo-dépendance des paramètres matériau et sur leur évolution en fonction de l'orientation des fibres. **Finalement**, la représentation du comportement thermo-mécanique est validée sur des essais complémentaires, réalisés sur des éprouvettes normalisées et sur des pièces industrielles. Pour ce dernier cas, des éprouvettes sont découpées dans le hayon et soumises à une flexion. Dans ces deux cas, le chargement imposé est représentatif de celui imposé par le cahier des charges du hayon, et constitué d'étapes de fluage sous différents niveaux de contraintes et avec des mises en charge anisothermes. La capacité des lois de comportement à simuler ces différents essais est comparée et la pertinence de la caractérisation matériau réalisée durant la thèse est discutée. Une conclusion est également apportée sur la nécessité de la prise en compte de

l'orientation des fibres dans l'approche de modélisation du comportement thermo-mécanique du matériau du renfort de hayon.

Mots clefs : thermoplastique renforcé, moulage par injection, orientation de fibres, condition quasi-statique, comportement thermo-mécanique, relaxation, fluage, simulation numérique

ABSTRACT

Discontinuous fibers reinforced thermoplastic materials have been widely used for several years in the automotive industry. These parts must resist demanding service life conditions and must meet thermo-mechanical specifications. Indeed, structural automotive spare parts have to endure high temperatures, like a few tens of degrees Celsius, for a long duration, at least a few hours. As an example, a structural part of tailgate is subject to high mechanical loading, associated to strong temperature variations, during the validation test, regarding specifications.

The purpose of this work is to improve the design of complex industrial parts, like the tailgate in quasi-static domain, by relying on numerical simulation. One of the challenges related to the use of such material, is to have a reliable virtual design of industrial parts by predicting the geometrical variations during service life conditions, and residual strain. Therefore, it is necessary to characterize and to model the thermo-mechanical behavior of the tailgate material, a polypropylene matrix reinforced with discontinuous glass fibers, with a given mass fraction of 40 %.

In the first place, the material thermo-mechanical behavior is studied under several loading conditions, according to the application range, with tensile tests on samples. The tensile tests are performed under isotherm conditions, at several time scales, and at several strain rates. Monotonic ones, up to rupture, or sequential ones, with loading-unloading-relaxation steps, and creep tests are considered. The evolution of the elastic properties and the residual strain with orientation and temperature are analyzed and the viscous, and time-independent contributions are investigated. Anisotropy and temperature effect on elastic properties, on residual strains and on the thermal dependence of the viscous contribution are studied. The microstructure is investigated, and it is shown that mechanical behavior specificities depends on the fiber orientation resulting from injection. **In the second place**, the ability of two models to represent all these tests is compared and the thermal evolution of the material parameters is analysed. A reliable description of the hardening effect, anisotropic effect and time- and temperature-dependent for specific services life conditions are concerned. Considering this, material parameters identification is performed with an inverse approach, over the experimental database for different behavior's laws, selected in the literature and based on an elasto-visco-plastic framework. The material parameters evolution is analysed regarding temperature and anisotropy. **Finally**, the thermo-mechanical behavior description is validated with further tests, performed on normalized samples and on industrial parts. In the latter case, samples are cut out from structural part of tailgate and these parts are submitted to bending test. In both cases, specifications tailgate loadings are considered, and the tests are made of creep steps under several loads with anisotherms conditions. The ability of each model to simulate these tests are compared and the relevance of the material characterization is discussed.

Key words: discontinuous fiber reinforces thermoplastic, injection, fiber orientation, quasi-static conditions, thermo-mechanical behavior, relaxation, creep, numerical simulation

TABLE DES MATIERES

Chapitre 1 : Introduction générale.....	1
I Les composites dans le secteur automobile	1
I.1 Motivations.....	1
I.2 Ouvrants et pièces de carrosserie	2
II Cahier des charges	4
II.1 Sollicitations thermo-mécaniques	4
II.2 Description d'un essai de validation	5
III Aide à la conception.....	10
III.1 Dimensionnement virtuel	10
III.2 Caractérisation thermo-mécanique	11
IV Enjeux et moyens.....	12
IV.1 Problématique de la thèse	12
IV.2 Plan du manuscrit.....	12
Chapitre 2 : Comportement thermo-mécanique des thermoplastiques renforcés de fibres discontinues	15
I Introduction	15
II Injection d'un thermoplastique renforcé de fibres discontinues	16
II.1 Polymères thermoplastiques semi-cristallins	16
II.2 Procédé d'injection	17
II.3 Orientation des fibres	21
II.4 Conclusions	25
III Comportement thermo-mécanique dans des conditions quasi-statiques	25
III.1 Caractérisation du comportement thermo-mécanique	26
III.2 Contributions du comportement thermo-mécanique.....	31
III.3 Conclusions.....	35
IV Modélisation du comportement thermo-mécanique.....	36
IV.1 Modélisation du comportement mécanique par une approche d'homogénéisation	37
IV.3 Modélisation phénoménologique du comportement mécanique	40
IV.4 Prise en compte de l'anisotropie.....	47
IV.5 Conclusions.....	49
V Conclusions	49

Chapitre 3 : Etude de la microstructure et du comportement thermo-mécanique 51

I	Introduction	51
II	Description du matériau.....	52
	II.1 Matériau et constituants	52
	II.2 Fraction massique de fibres.....	53
	II.3 Longueur des fibres	54
	II.4 Calorimétrie à balayage différentielle	56
	II.5 Analyse thermo-mécanique dynamique	57
	II.6 Coefficient de dilatation thermique	59
	II.7 Tomographie à rayons X.....	60
III	Plan de découpe des éprouvettes de traction	64
	III.1 Imagerie Terahertz	64
	III.2 Prédiction numérique de l'orientation des fibres.	65
	III.3 Détermination expérimentale de tenseurs d'orientation de fibres	68
	III.4 Comparaison expérimentale et numérique.....	68
IV	Comportement thermo-mécanique	70
	IV.1 Protocole expérimental.....	70
	IV.2 Essais isothermes jusqu'à rupture.....	73
	IV.3 Essais de charges-décharges-relaxations	79
	IV.4 Essais de fluage	82
	IV.5 Discussion.....	84
V	Conclusions	95

Chapitre 4 : Représentation des contributions du comportement thermo-mécanique non-linéaire..... 97

I	Introduction	97
II	Représentation du comportement thermo-mécanique	98
	II.1 L'outil SiDoLo	98
	II.2 Base de données.....	98
	II.3 Procédure d'identification	99
	II.4 Résultats et discussion.....	101
III	Intégration de l'anisotropie.....	115
	III.1 L'outil Digimat.....	115
	III.2 Prédictions des propriétés élastiques.....	116
	III.3 Procédure d'identification en non-linéaire	117
	III.4 Résultats et discussion.....	119

IV	Conclusions	126
Chapitre 5 : Description du comportement sous chargements thermo-mécaniques complexes		
127		
I	Introduction	127
II	Essais de traction uniaxiale sur éprouvettes normalisées	128
	II.1 Protocole expérimental	128
	II.2 Résultats	130
	II.3 Discussion	132
	II.4 Simulation numérique	135
III	Essais de flexion trois points sur pièces industrielles	143
	III.1 Le choix de la géométrie	143
	III.2 Le protocole expérimental	147
	III.3 Résultats	149
	III.4 Modélisation	156
IV	Conclusions	159
Chapitre 6 : Conclusions et perspectives		
161		
I	Conclusions	161
II	Perspectives	163
Références.....		
167		
Annexes		
I		
Annexe A : Modélisation d'évolution d'une fibre isolée et d'un ensemble de fibres en suspension.....		
II		
Annexe B : Approche d'Elshelby de la modélisation par transition d'échelle.....		
V		
Annexe C : Essais de traction uniaxiale pour différentes configurations et à différentes températures.....		
VIII		
Annexe D : Contrôle par émission acoustique		
XVI		

CHAPITRE 1 : INTRODUCTION GENERALE

I Les composites dans le secteur automobile

I.1 Motivations

Dans une volonté écologique et économique, le secteur automobile favorise depuis plusieurs années l'utilisation des matériaux composites à matrice organique pour les véhicules. L'ajout de charges et/ou de renforts confère au composite des performances intéressantes en matière de résistance mécanique, de résistance chimique ou de tenue thermique selon le type d'applications auxquelles le matériau est destiné. En particulier, les propriétés mécaniques de la matrice sont généralement très faibles devant celles des renforts, et la performance générale du composite est fortement régie par le choix de la matrice.

L'allègement des véhicules est devenu un enjeu majeur pour la croissance verte de l'industrie automobile. En vingt ans, les voitures ont vu leur masse moyenne augmenter de plus de 300 kg notamment avec l'électronique, les éléments de sécurité et de confort (Renault SAS, 2010). L'utilisation des matériaux plastiques et composites a permis de limiter cette augmentation en les substituant aux métaux et aux alliages métalliques. Aujourd'hui, le poids des matériaux composites à matrice polymère dans une voiture de série représente 20 % de la masse globale, comprenant des plastiques chargés, des élastomères et des composites (Fery, 2013). Un hayon de porte de coffre en composite peut faire gagner en moyenne 2,5 kg sur la masse totale par rapport à son équivalent en acier. Cette différence représente un gain de masse important à l'échelle d'un véhicule. Cela peut ainsi permettre de réduire la consommation des véhicules puisque 75 % de la consommation de carburant sont directement liés à la masse de la voiture. Ces progrès sont d'autant plus importants que le secteur s'est fixé pour objectif de réduire le seuil limite des émissions de CO₂, qui doit passer de 135 g/km actuellement à 95 g/km à l'horizon 2020 selon le Parlement européen (Faurecia, 2016). La question de l'allègement est aussi essentielle avec le développement de véhicules électriques. Outre la diminution de l'empreinte environnementale, il est nécessaire d'alléger certaines pièces pour pallier le poids des batteries, et gagner en autonomie.

Le choix de favoriser l'utilisation des composites dans ce secteur a aussi été motivé par des raisons économiques. Ces matériaux sont peu coûteux et la réduction des coûts est une contrainte réelle dans ce secteur toujours plus concurrentiel. De plus, ces matériaux composites peuvent être mis en forme avec des moyens conventionnels tels que le procédé d'injection. Ce type de procédé est particulièrement approprié dans le cas où des pièces de géométrie complexe doivent être fabriquées en grande série et à moindre coût. L'utilisation de ces matériaux facilite aussi le recyclage pour des fractions massiques de charges allant jusqu'à 15 %. De plus, cela permet également de minimiser le nombre de pièces sur un véhicule car ces matériaux permettent d'intégrer plus de fonctions par pièce.

D'autre part, la qualité perçue reste un critère prépondérant dans l'achat d'une voiture. L'utilisation de matériaux composites offre de plus larges possibilités au niveau du design (géométries complexes), d'esthétique (peintures, fibres apparentes...) et au niveau des assemblages (collage, soudage...) qui participent à la différenciation des véhicules entre eux.

La Figure 1.1 montre les différents matériaux utilisés sur la caisse du concept-car Renault Eolab révélé en 2014. Ce prototype de développement intègre près d'une centaine d'avancées technologiques en lien avec l'allègement et qui seront proposées sur les futures voitures. Le prototype dispose d'une caisse multi-matériaux combinant acier, aluminium (superstructure) et un toit en magnésium mais également des pièces d'ouverture (portière, capot, hayon) en thermoplastiques renforcés de fibre continues ou discontinues.

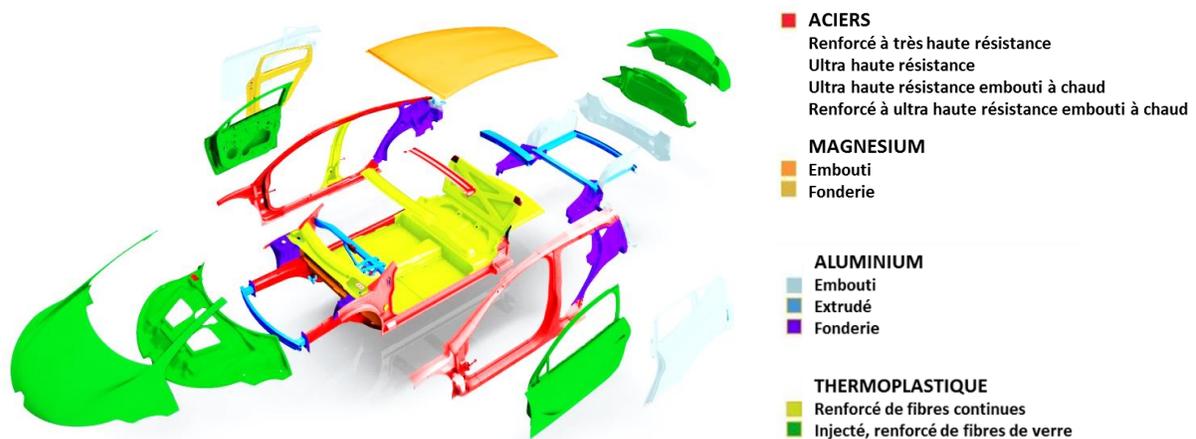


Figure 1.1 : Matériaux de la caisse du concept-car et prototype de développement Eolab – données Renault.

I.2 Ouvrants et pièces de carrosserie

A moindre coûts, les composites à matrice thermoplastique renforcée par des fibres discontinues sont plus prometteurs que les thermodurcissables car de mise en œuvre plus rapide et moins nocifs d'un point de vue des émissions. Ils sont également plus facilement recyclables, en particulier pour des inclusions sphériques et des taux de charges inférieurs à 15 % en masse. Ils sont particulièrement favorisés par l'industrie française pour les véhicules de petites et moyennes gammes (Fery, 2013). Initialement utilisés pour des pièces de l'habitacle, ils sont dorénavant utilisés pour des ouvrants (portières, hayon, capots) ou des pièces de carrosserie comme montré sur la Figure 1.1. L'usage de composites à la place de l'acier pour ces pièces offre un allègement pouvant atteindre 30 % (On, 2016). Ils sont généralement utilisés avec un pourcentage de fibres compris entre 30 % et 50 % en masse. Ils sont par exemple utilisés pour des barres de toit (Klimkeit et al., 2011, p. 20), une pédale d'embrayage, (Bernasconi et al., 2010), un rail de carburant (Sonsino and Moosbrugger, 2008), une planche de bord (Peng et al., 2015; Sun et al., 2015) ou un hayon de porte de coffre (Bessières, 2017) qui nécessite un moule au design plus complexe.

Les premiers projets véhicules ayant vu l'apparition de hayons en matériaux composites chez Renault remontent seulement à quelques années. La Figure 1.2 montre une vue en éclaté de la porte de coffre de la Clio 4. L'assemblage est constitué d'un renfort et d'une doublure de hayon. Le renfort ne pouvant répondre aux exigences d'une pièce d'aspect, il est recouvert par un bandeau de porte et un becquet pour la qualité perçue. Le bandeau de porte requiert une bonne rigidité associée à un faible coefficient de dilatation thermique. Un collage entre la lunette arrière et le renfort de hayon mais également une soudure laser thermoplastique entre le renfort et la doublure de hayon permettent d'assurer le maintien des pièces entre elles. Des fixations métalliques, de même quantité que pour un hayon tôle, permettent le maintien de l'assemblage du hayon composite sur la caisse en blanc (structure en acier) au niveau des charnières, des rotules et de la serrure. Pour rigidifier ce type de structure, Nissan utilise des fixations imposantes, notamment au travers d'inserts, sur Murano 2. Peugeot 308 a préféré l'option de deux tôles plates autour desquelles le plastique est sur-moulé. En revanche, sur la Clio 4, deux renforts métalliques tubulaires sont utilisés comme montré sur la Figure 1.2. Ce hayon est le premier hayon de série d'une version commerciale (Business Wire, 2012). Il est fabriqué uniquement et entièrement avec des thermoplastiques chargés de talc ou renforcés par des fibres et moulés par injection. Cette association a permis d'obtenir une performance mécanique conforme aux exigences spécifiques de l'application. Le concept novateur du hayon en composite développé pour la Clio 4 a depuis été étendu à d'autres modèles récents tels que la Mégane 4 ou l'Espace 5.



Figure 1.2 : Vue en éclaté du hayon composite de la Clio 4 avec une largeur du renfort de hayon de 1,13 m.

La Figure 1.3 montre une presse d'injection utilisée pour les hayons à l'usine de Douai. Le mélange matrice/fibres se fait à l'aide d'un doseur pondéral et le remplissage est séquencé. Les paramètres du procédé d'injection sont optimisés afin de minimiser les déformations et le retrait en sortie de presse ainsi que le temps de cycle. Les points d'injection sont disposés de telle sorte qu'il y ait différentes séquences de remplissage et un compactage homogène de la pièce. La présence de zones de fragilité est minimisée pour faciliter la soudure avec le caisson. Leurs positions sont éloignées des zones

fortement sollicitées lors de la mise en service. Enfin, le temps de cycle total pour les renforts est compris entre 62 s et 72 s.



Figure 1.3 : Presse d'injection de renforts composites à l'usine de Douai – données Renault.

II Cahier des charges

II.1 Sollicitations thermo-mécaniques

En conception, il n'est pas judicieux de remplacer une pièce métallique par son équivalent en composite. En effet, il est avantageux de limiter le nombre de pièces dans le véhicule, en intégrant à une pièce composite, plus de fonctions comme déjà évoqué précédemment. De plus, les performances ne sont pas encore tout à fait similaires à celles des matériaux métalliques, notamment vis-à-vis de la tenue en service, à la fatigue et au crash. En particulier, les propriétés mécaniques des thermoplastiques usuels sont très sensibles aux variations de température, les cahiers des charges pouvant aller de -30°C à 120°C , voire jusqu'à 190°C selon les pièces. Or, initialement, les cahiers des charges de l'industrie automobile ont été conçus pour des pièces métalliques. Ainsi, pour favoriser l'utilisation d'autres matériaux, il a été nécessaire de faire évoluer ces cahiers des charges et les critères d'acceptation associés en tenant compte de la thermo-dépendance du comportement mécanique des matériaux composites à matrice organique. Les nouveaux cahiers des charges imposent d'assurer la tenue mécanique des véhicules dans des conditions extrêmes de température vis-à-vis des conditions de mise en service potentielles. En effet, les pièces automobiles doivent pouvoir supporter des températures négatives et élevées, de quelques dizaines de degrés, pour des durées de plusieurs heures. Les véhicules sont donc testés (multiples tours de pistes) en conditions réelles au travers d'essais climatiques, en environnements hivernal et désertique extrêmes comme en Laponie (Figure 1.4).

Avant de réaliser ces essais coûteux, des essais sont réalisés en chambre climatique sur des véhicules entiers mais surtout sur des sous-systèmes positionnés sur des bancs d'essais.



Figure 1.4 : Essais climatiques de la Clio 4 sur des pistes d'essais en Laponie où la température hivernale est comprise entre -40°C et 0°C (Chevalier, 2012).

II.2 Description d'un essai de validation

Le hayon en composite doit répondre aux exigences de plusieurs cahiers des charges, concernant la course à la fermeture, l'étanchéité, la serrure... De plus, il représente une combinaison complexe au niveau de sa géométrie, de ses dimensions et des conditions d'assemblage. Il est de ce fait intéressant de le choisir comme pièce de référence.

Parmi les différents essais de validation à réaliser au Centre Technique Renault de Lardy, l'un d'eux permet de valider le comportement en température du véhicule lors des conditions représentatives de sa mise en service. La procédure a pour but de décrire un essai permettant de caractériser la tenue à l'ensoleillement de la carrosserie d'un véhicule exposé au soleil au moyen d'une cabine d'insolation ou d'un simulateur solaire si le vieillissement climatique est aussi étudié. Les pièces montées en configuration véhicule sont soumises à une source d'énergie variable produite par des projecteurs alimentés simultanément, suivant des paliers successifs, par un variateur de puissance qui permet d'avoir la cartographie des températures désirées, proches de celles qui sont mesurées en site naturel ensoleillé, recréant ainsi l'ambiance extérieure d'un véhicule.

Pour s'affranchir des essais sur véhicule, un essai sur un sous-système de hayon placé dans une étuve a finalement été développé. L'assemblage du hayon en composite doit conserver ses dimensions géométriques sous les conditions de température en service. Le principe de cet essai consiste à mesurer l'évolution de la géométrie de l'assemblage pour des états de chargement thermo-mécanique variables. Le facteur température étant accélérateur du phénomène de fluage, l'essai n'est réalisé que dans la gamme de température comprise entre 23°C et 85°C . En effet, lorsque la porte de coffre est en position fermée, le hayon est soumis à un chargement statique constant dont le niveau varie avec la température. Un essai d'une durée significative permet de mesurer la perte de rigidité en fonction du temps sous l'action de charges constantes. Dans la mesure où les propriétés des matériaux viscoélastiques dépendent du temps, de la température et de la vitesse de sollicitation, la pièce doit être testée dans des conditions reproduisant les conditions d'utilisation finales en fonction de l'application considérée. Cet essai est réalisé sur l'assemblage du hayon lorsque la porte de coffre est fermée, ou encore seulement sur le renfort de hayon et la doublure, comme illustré respectivement

sur les Figure 1.5 (a) et (b). Dans les deux cas, les pièces sont fixées sur un bâti rigide au niveau des charnières en haut et de la serrure. Le sous-système est incliné à 45° par rapport à l'axe le long du véhicule.



Figure 1.5 : Hayon composite (a) et renfort de hayon de 1,19 m de large (b) sur bâti rigide au Centre Technique de Lardy.

L'objectif de cet essai est de venir mesurer, par analyse de photogrammétrie, les déplacements locaux survenant après une période significative sous haute température. Le principe de l'analyse par photogrammétrie consiste à mesurer la géométrie d'une pièce sous différents états de chargement. Cette méthode est particulièrement adaptée pour la caractérisation des pièces de grandes tailles ou soumises à un type de chargement incompatible avec l'utilisation de capteurs de déplacement classiques. Les essais d'ensoleillement, d'étuvage ou de mises sous charges complexes sont des exemples d'application faciles à mettre en place avec ce principe de mesure n'exigeant aucun montage particulier. Pour chaque point repéré sur la pièce, le déplacement selon trois axes par rapport à l'état initial est mesuré en exploitant des photos numériques. Le cahier des charges est ainsi suffisamment exigeant pour que les niveaux de déplacement soient facilement observables aux essais. Les déplacements locaux sont obtenus par analyse d'images des différentes prises de vue à l'aide d'un logiciel.

II.2.1 Chargement mécanique

L'ouverture de la porte de coffre et son positionnement sur la caisse sont assurés par la présence d'un joint, de deux équilibreurs et de plusieurs butées (Figure 1.6). Le joint en EPDM permet d'amortir la fermeture de la porte de coffre et assure son étanchéité sur tout son pourtour. Le comportement du joint est caractérisé par sa raideur pour chaque température et sa valeur est divisée par deux en température (Tableau 1.1).

Les deux équilibreurs, ou « ressorts à gaz », servent à maintenir la porte de coffre ouverte ou fermée et permet l'ouverture et la fermeture. Ils sont composés d'une enceinte cylindrique, remplie de gaz (azote) sous pression et d'huile, à l'intérieur de laquelle coulisse un ensemble piston/tige. Le gaz sous

pression communiquée à la tige une poussée, donnant à l'ensemble le comportement d'un ressort de compression. Contrôlée sur toute sa longueur par l'intermédiaire d'un piston, la vitesse de sortie de la tige est ralentie de façon hydraulique en fin de course. Sur des véhicules plus haut de gamme, Renault commence à utiliser des équilibreur électriques sur les hayons composites. Ils présentent un diamètre plus important, contenant un ressort, une vis sans fin et un moteur électrique.



Figure 1.6 : Porte de coffre ouverte de la Clio 4 – données Argus.

En position fermée, les équilibreurs sont comprimés et contrairement au cas du joint, l'effort appliqué sur le hayon augmente avec la température (Tableau 1.1). L'assemblage des pièces entre elles et la vitre génèrent des efforts supplémentaires, le tout pouvant atteindre plusieurs centaines de Newtons localement.

T [°C]	23		60		85	
Véhicules	Clio 4	Scénic 5	Clio 4	Scénic 5	Clio 4	Scénic 5
F _{équilibreur} [N]	540	794	660	1040	706	1113
F _{joint} [N]	8,85	6,00	8,85	6,00	4,42	3,00

Tableau 1.1 : Forces exercées par les équilibreurs et par le joint sur le renfort de hayon de la Clio 4 et du Scénic 5.

II.2.2 Chargement thermique

D'autre part, une sollicitation thermique est ajoutée à l'essai pour représenter les conditions environnementales de mise en service. La température est générée par un flux de chaleur dans une étuve (Figure 1.7). L'essai nécessite que la température soit uniformément répartie sur la pièce contrairement aux essais d'ensoleillement réalisés avec des lampes Infra-Rouge qui permettent de simuler l'ensoleillement que subit un véhicule durant une journée. De ce fait, un système de régulation associé à des thermocouples répartis sur la pièce permet un contrôle optimal des conditions d'essai.



Figure 1.7 : Hayon composite sur bâti dans une étuve du Centre Technique de Lardy.

Des mesures de température ont été réalisées à l'aide d'une caméra infrarouge pour vérifier la répartition de la température lorsque la porte de l'étuve est ouverte pour la prise de photos aux températures élevées. 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 Figure 1.8 montre l'évolution de la température en fonction du temps dès l'ouverture de l'étuve avec une incertitude de mesure sur la température de +/-2°C. Le hayon se refroidit d'environ 10°C en une minute et de façon quasi-uniforme. Cette valeur est prise en compte dans la simulation numérique. Il est donc considéré que les photos sont prises à 60°C à chaud au lieu des 85°C imposés lors de cette étape.

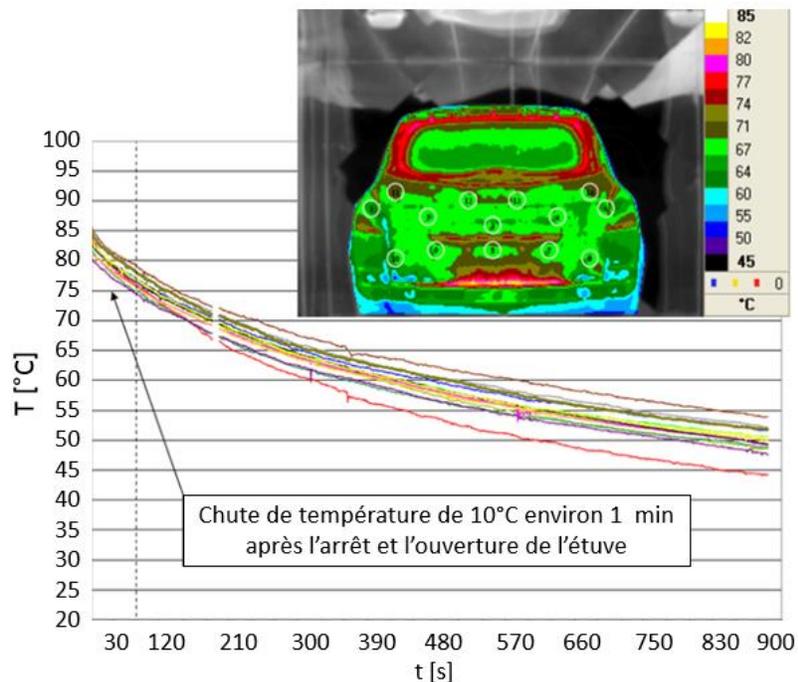


Figure 1.8 : Diminution de la température en fonction du temps après ouverture de l'étuve en différentes positions sur un renfort de hayon (cartographie obtenue avec une analyse de caméra infrarouge).

II.2.3 Etapes de l'essai

Les différentes étapes d'un essai type sont illustrées sur la Figure 1.9. Dans un premier temps, la pièce considérée est soumise à une première période de fluage à température ambiante d'une heure sous un effort maintenu constant induit par la poussée du joint et des équilibres. La température de l'étuve est alors augmentée jusqu'à 85°C et les niveaux d'effort imposés sont modifiés et maintenus également constants durant cette seconde étape. Ce fluage à haute température est limité à 4 h puisque des études ont montré que la majorité des déformations sont atteintes après cette période. Dans un dernier temps, la température est ramenée à sa température initiale de 23°C. Finalement, les vecteurs déplacements sont relevés au bout de 30 min, la durée nécessaire pour que le hayon retrouve la température ambiante de manière homogène.

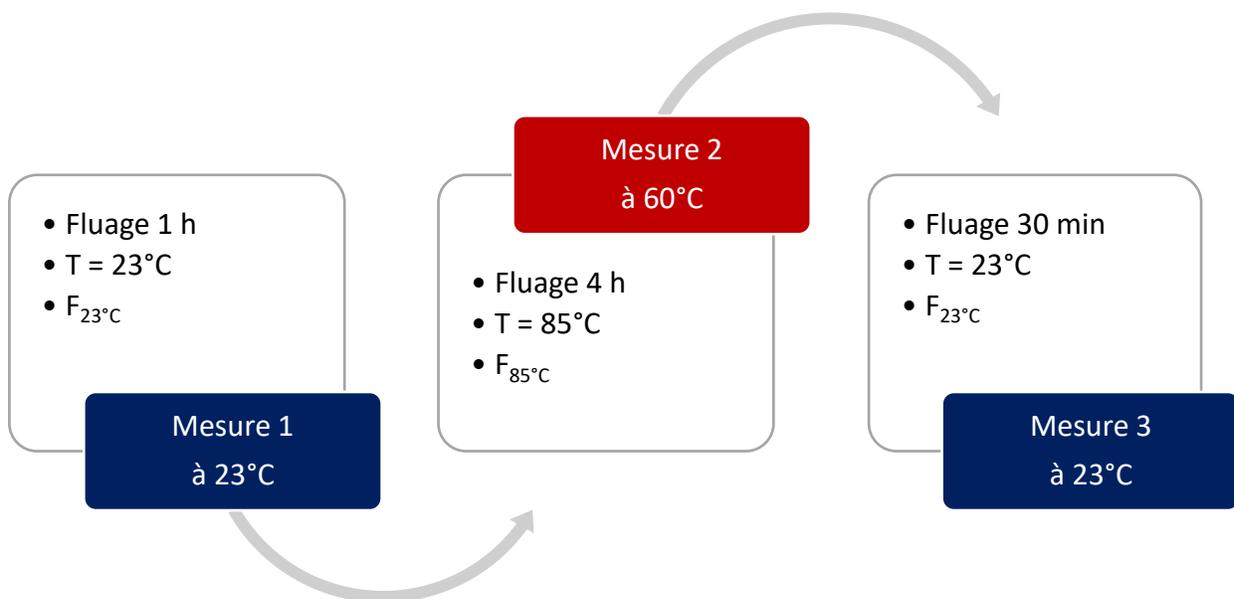


Figure 1.9 : Chargement thermo-mécanique imposé par le cahier des charges.

La Figure 1.9 montre les grandes étapes de la réalisation de l'essai respectant le cahier des charges associé et indique à quel moment les mesures permettant l'analyse par photogrammétrie sont prises. Le modèle numérique reproduit fidèlement les étapes de l'essai et le respect du repère véhicule doit être assuré. Comme déjà mentionné précédemment, des renforcements mécaniques sont aujourd'hui indispensables pour éviter l'effondrement de la pièce sur elle-même après retour à froid. Les vecteurs déplacements sont relevés à l'issue de chaque étape de fluage. Les jeux et affleurements entre les pièces de l'assemblage sont aussi observés. Les vecteurs déplacements montrés sur la Figure 1.10 sont obtenus à la fin d'un essai de validation. Ils sont de l'ordre de quelques millimètres. Proches des fixations de l'assemblage de la porte de coffre, des déplacements d'environ 10 mm peuvent être atteints, mais ces observations restent très localisées. L'allure de la déformée de la pièce à l'issue d'un essai montre que le renfort a tendance à s'affaisser sur lui-même.

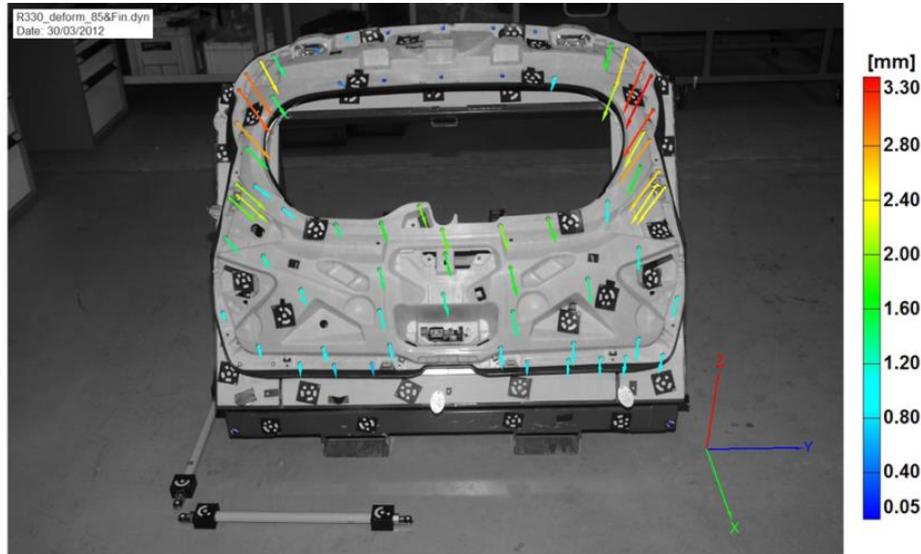


Figure 1.10 : Vecteurs déplacements en fin d'essai de validation sur le renfort de hayon, de 1,13 m de large, de la Clio 4.

III Aide à la conception

III.1 Dimensionnement virtuel

La procédure de dimensionnement des pièces doit garantir la tenue thermo-mécanique du renfort de hayon mais également éviter de sur-dimensionner la géométrie pour minimiser la masse. Elle se fonde sur une approche combinée expérimentale et numérique en plusieurs étapes jusqu'à la validation de la pièce hayon. Des modifications sont apportées à la pièce jusqu'à la validation des exigences du cahier des charges. Or les essais sont relativement longs, difficiles à mettre en œuvre et coûteux. De même, la conception des moules d'injection est longue et coûteuse. Ainsi la simulation numérique est un outil indispensable, qui aide à minimiser les durées de conception des pièces en combinant des études rhéologiques et des calculs de structure par éléments finis. La procédure décrite ci-dessous dans le cas du dimensionnement virtuel du renfort de hayon est similaire dans le cas de dimensionnement d'autres pièces de structure au sein de Renault.

L'étude rhéologique permet d'observer les déformations de la pièce après injection et éjection du moule. Elle s'appuie sur le logiciel commercial Moldflow. A la vue des résultats disponibles, des modifications directement liées à la conception sont apportées relativement à la forme et l'emplacement des nervures et sur la position et le nombre de points d'injection, dans l'optique de déplacer les lignes de soudure pour éviter les zones fragiles. Les nervures et les contreforts sont utilisés pour renforcer les pièces sans augmenter l'épaisseur de section, ce qui permet de réaliser des économies de matière. Or, les nervures ont des épaisseurs sensiblement plus fines que le reste de la pièce, qui favorisent des dispersions en générant une certaine hétérogénéité du matériau et de l'anisotropie.

En parallèle, l'essai de fluage longue durée précédemment décrit est simulé numériquement avec le logiciel de calcul de structure Abaqus pour vérifier les niveaux de déformations résiduelles en fin d'essai. En effet, pour étudier des structures plus complexes, autres qu'une éprouvette de traction, il est nécessaire de développer des approches numériques fiables. Cette analyse permet de proposer aussi des modifications à apporter au niveau de la conception, sur la forme et l'emplacement des nervures mais aussi sur la zone de soudure, sur la zone de collage, sur la forme des renforts métalliques tubulaires et sur le dimensionnement des charnières. Le modèle numérique actuellement utilisé par Renault sur le renfort de hayon s'appuie sur une loi de comportement elasto-visco-plastique avec de l'élasticité et un critère de plasticité isotrope et des coefficients correspondant à un comportement moyen sur différentes orientations par rapport à la direction d'injection. Cette hypothèse offre des résultats satisfaisants en phase de chargement mais a tendance à sous-estimer les distorsions résiduelles qui apparaissent après un chargement thermo-mécanique. Les niveaux de contrainte observés sur un renfort de hayon de la Clío 4 lors d'un essai de fluage longue durée sont compris entre -30 MPa et 30 MPa montrant ainsi des zones de compression et de traction. Les niveaux de déformation résiduelles se situent majoritairement entre 0,2 et 1 % sur l'ensemble de ce renfort. Seules quelques zones proches des fixations de l'assemblage atteignent 3 % de déformation. Dans la procédure actuelle, si les déplacements sont inférieurs à 1 mm, sur l'ensemble des zones étudiées, sous la poussée du joint et des équilibreurs à 23 °C, à l'essai et numériquement, la géométrie est validée.

Les modifications et ajustements sont opérés jusqu'à l'obtention de la validation commune entre les résultats de l'étude rhéologique et de ceux obtenus par éléments finis. Enfin, les moules sont produits, et les pièces injectées et testées lors des essais de validation.

III.2 Caractérisation thermo-mécanique

L'approche numérique implique de modéliser le comportement thermo-mécanique de la manière la plus représentative possible de la réalité. Un certain nombre d'hypothèses sont nécessaires mais le modèle numérique doit représenter au plus juste la géométrie, les conditions limites et le comportement matériau pour que la prédiction soit suffisamment robuste. De plus, les modélisations s'appuient sur des lois de comportement des matériaux. Le choix de ces lois est essentiel pour que son utilisation soit appropriée au comportement du matériau étudié. Pour cela, l'approche numérique s'appuie sur une caractérisation thermo-mécanique du comportement du matériau.

Les thermoplastiques renforcés de fibres discontinues présentent des caractéristiques similaires au comportement des matériaux polymères semi-cristallins. Le comportement matériau est certes thermo-dépendant mais il est aussi fortement non-linéaire et diffère selon le mode de sollicitation. Les propriétés mécaniques dépendent du comportement matériau à l'écrouissage et à sa dépendance au temps, mais également de l'anisotropie générée par l'orientation des fibres. Les essais mécaniques servent à identifier ces différentes caractéristiques du comportement et à en déduire les paramètres matériau qui sont des données d'entrée du modèle numérique.

Les propriétés mécaniques sont généralement obtenues chez Renault sur des essais de flexion et/ou de traction à différentes températures. Dans le cas du matériau destiné à une application de type « hayon », des essais de fluage sur éprouvettes sont nécessaires. Or ce phénomène se développe sur

des temps longs (plusieurs heures) et nécessite de vastes campagnes de tests, de surcroît en température et pour différentes orientations de fibres. Or d'un point de vue industriel, le nombre d'essai doit être limité en nombre et en durée. Des essais de relaxation sont alors généralement réalisés pour mettre en évidence le comportement visqueux pour un autre mode de pilotage et pour une durée plus courte. Dans ce sens, les phénomènes de fluage et de relaxation sont souvent étudiés de manière complémentaire. Pour limiter le nombre d'essais, différents modes ; tels des montées en charge, du fluage, de la relaxation, des changements de vitesse ; sont parfois combinés lors d'un même essai. Enfin, le comportement à la décharge est plus rarement étudié, contrairement au comportement cyclique pour l'étude de la fatigue.

IV Enjeux et moyens

IV.1 Problématique de la thèse

De plus en plus de pièces injectées avec le matériau du renfort de hayon équipent les nouveaux projets véhicules. Le sujet de thèse est axé sur le développement de la caractérisation mécanique et sur la validation de procédures numériques permettant d'optimiser la conception de pièces en composites afin d'anticiper leurs variations dimensionnelles en service. Plus largement, l'objectif de ce travail est de prédire la réponse thermo-mécanique d'un polypropylène renforcé de fibres de verre soumis à divers chargements monotones ou complexes dans des conditions quasi-statiques de chargement. Cette démarche doit pouvoir s'étendre à de nouvelles pièces du véhicule tout en s'adaptant aisément à de nouveaux designs. Dans cette optique, elle se fonde dans un premier temps sur une caractérisation thermo-mécanique en traction du matériau du renfort de hayon sur des éprouvettes normalisées. Dans un second temps, le choix des lois de comportement et l'identification des paramètres matériau associés doivent améliorer la prédiction des déformations résiduelles en améliorant la description des différentes contributions caractéristiques du comportement. Dans une approche de validation intermédiaire, un démonstrateur est alors proposé. Ces travaux se restreignent à deux étapes centrales de la démarche de conception d'une pièce, illustrées sur la Figure 1.11.



Figure 1.11 : Démarche industrielle de conception d'une pièce de structure et périmètre de la thèse (en couleur)

IV.2 Plan du manuscrit

Le *chapitre 1* présente le contexte industriel et introduit les enjeux liés au dimensionnement virtuel des pièces en thermoplastique renforcé de fibres discontinues pour une application automobile spécifique.

Le *chapitre 2* présente un état de l'art sur les caractéristiques de la microstructure des thermoplastiques renforcés de fibres discontinues et sur les techniques de caractérisation thermo-mécanique permettant d'identifier les propriétés mécaniques de ces matériaux. Les lois de comportement classiquement utilisées et pressenties pour décrire le comportement du matériau du renfort de hayon sous un chargement thermo-mécanique quasi-statique sont présentées.

Le *chapitre 3* présente tout d'abord le matériau de l'étude, celui du renfort de hayon, en décrivant sa microstructure. Un accent particulier est mis sur l'observation de l'orientation des fibres. Cette analyse préliminaire permet de motiver la prise en compte de l'anisotropie dans les essais thermo-mécaniques réalisés sur éprouvettes afin d'établir des liens entre microstructure et propriétés. De plus, les résultats expérimentaux permettent d'identifier les grandes contributions du comportement thermo-mécanique sous différentes conditions de chargements, réduites à la gamme de l'application visée. Ainsi le comportement est étudié dans des conditions isothermes et quasi-statiques pour plusieurs échelles de temps, et à des vitesses de déformation faibles. Au préalable, la préparation des échantillons est particulièrement détaillée. Ce chapitre se conclut sur une discussion à propos de l'influence de l'anisotropie et de la température sur les propriétés élastiques, sur le niveau des déformations résiduelles et sur la dépendance thermique de la contribution visqueuse.

Le *chapitre 4* présente la démarche d'identification de paramètres matériau adoptée pour différentes lois élasto-visco-plastiques. La première phase consiste à déterminer, pour différentes orientations de fibres définies, un jeu de paramètres matériau à chaque température et pour chacune de ces orientations. La faculté des lois de comportement à représenter les essais de caractérisation de la base expérimentale est discutée. La seconde phase permet d'intégrer l'anisotropie par le biais d'information sur l'orientation locale à l'aide d'un couplage entre plusieurs logiciels pour l'une des lois de comportement.

Le *chapitre 5* se scinde en deux parties. Tous d'abord, les résultats d'essais expérimentaux complexes représentatifs du cas de chargement du hayon en composite sont présentés. L'influence du niveau de sollicitation et d'un double cycle thermique est étudiée. Dans un second temps, le résultat des corrélations calculs-essais de ces essais et simulés avec les deux approches de simulation utilisées dans la thèse sont discutés. Une attention particulière est portée sur la thermo-dépendance des paramètres matériau.

Le *chapitre 6* conclut ce manuscrit en rappelant les principaux résultats de la thèse et les perspectives qu'elle a permis d'ouvrir sur la caractérisation du matériau et la démarche de modélisation.

CHAPITRE 2 : COMPORTEMENT THERMO-MECANIQUE DES THERMOPLASTIQUES RENFORCES DE FIBRES DISCONTINUES

I Introduction

Cette étude bibliographique s'intéresse tout particulièrement à la caractérisation et la prédiction numérique du comportement thermo-mécanique des composites soumis à des chargements représentatifs de ceux appliqués au hayon lors de sa mise en service (cf. *chapitre 1*). Seuls les thermoplastiques renforcés de fibres discontinues sont considérés pour être en adéquation avec le matériau étudié dans le cadre de la thèse. Les différentes phases du procédé d'injection sont ainsi succinctement présentées et les géométries étudiées se limitent à des plaques d'épaisseur constante et inférieure au centimètre. La variation des résultats expérimentaux obtenue pour les thermoplastiques renforcés témoigne de l'hétérogénéité significative de la microstructure de ces matériaux. En effet, une variation de la dimension des fibres, de leur fraction volumique et du degré de cristallinité de la matrice peut fortement impacter les propriétés mécaniques. De plus, lors du procédé d'injection, les fibres discontinues tendent à s'orienter de manière préférentielle dans la pièce, induisant ainsi des propriétés mécaniques très fortement anisotropes.

L'intégration de l'étape d'élaboration du composite, en particulier l'orientation des renforts, semble dorénavant indispensable à la compréhension du comportement mécanique. Ainsi, la prédiction numérique de l'orientation des fibres dans les pièces injectées est également étudiée. La définition d'un tenseur décrivant l'orientation des fibres et introduit dans des modèles mécaniques est présentée. Des progrès conséquents ont été réalisés dans ce domaine mais seule la modélisation utilisée par Renault avec le logiciel Moldflow est présentée.

Le comportement thermo-mécanique des thermoplastiques renforcés est ensuite introduit, en analysant les différentes contributions ainsi que les types d'essais proposés. Finalement, des modèles, phénoménologiques ou micromécaniques, utilisés pour décrire le comportement mécanique de composites, sont présentés dans cette partie. L'utilisation de modèles s'appuie sur une caractérisation thermo-mécanique du comportement du matériau ou de ses constituants permettant ainsi de mettre en évidence les contributions clés pour assurer la fiabilité de sa représentation. En complément, la base expérimentale doit permettre l'identification de paramètres matériau à intégrer dans des lois de comportement.

II Injection d'un thermoplastique renforcé de fibres discontinues

II.1 Polymères thermoplastiques semi-cristallins

II.1.1 Microstructure

Il est intéressant de rappeler quelques généralités sur la microstructure des polymères et plus particulièrement sur celle des thermoplastiques semi-cristallins qui constitue la matrice du composite étudié dans cette étude. Les thermoplastiques se caractérisent par des chaînes macromoléculaires linéaires. Ils ont l'avantage de pouvoir être modifiés réversiblement en changeant la température. Le chauffage progressif d'un thermoplastique donne lieu à un état de fluide visqueux pouvant être injecté dans un moule dédié afin d'en modifier la forme et/ou la rigidité. Ainsi pour un même polymère, la variation de certaines caractéristiques, comme sa formulation ou simplement les conditions d'utilisation, peut donner lieu à différents types de comportement, associé à un certain état de la matière. Les paramètres contrôlant ses propriétés mécaniques ainsi que les processus élémentaires de déformation possibles sont alors nombreux. En conséquence, le dimensionnement de pièces plastiques peut être à la fois riche en solutions et difficile à contrôler avec précision (Billon and Bouvard 2015).

A l'état solide, les interactions moléculaires qui s'exercent entre les macromolécules, s'organisent de telle sorte que l'énergie libre du système soit minimale. De ce fait, deux états de matière se distinguent. Il s'agit de l'état amorphe et de l'état semi-cristallin. Si le refroidissement d'un polymère à l'état fondu est rapide, le polymère reste dans un état amorphe et peut atteindre un état vitreux, qui est également un état amorphe. Si en revanche le refroidissement est lent, la structure est aussi partiellement cristalline (Le Neindre and Cancouët 2009). Lors de la solidification à partir de l'état fondu, des sphérolites se forment, lesquelles sont composées de lamelles cristallines (appelées cristallites) reliées par des chaînes amorphes. Ces sphérolites peuvent varier par leur forme et leur dimension. Les thermoplastiques se caractérisent par le taux de cristallinité, qui est essentiellement fonction de la forme de la chaîne macromoléculaire et varie généralement entre 20 et 80 % (Serrano 2015). Les propriétés mécaniques sont d'autant plus faibles que le taux de cristallinité est bas et que la vitesse de refroidissement est élevée (Le Neindre and Cancouët 2009). La présence de la structure cristalline induit néanmoins un comportement mécanique généralement bien supérieur à celui d'un polymère amorphe. De plus, la microstructure bi-phasique font que les thermoplastiques semi-cristallins présentent des températures remarquables de chaque phase, soit une température de transition vitreuse T_g associée à la zone amorphe et une température de fusion T_f supérieure à la précédente et associée à la fusion des cristallites. Finalement, les propriétés thermo-mécaniques d'une pièce en thermoplastique semi-cristallin dépendent du taux de cristallinité du matériau, mais également de la morphologie des cristaux apparus (Zinet 2011, Luyé 1999).

II.1.2 Mécanismes de déformation

Le comportement d'un thermoplastique semi-cristallin résulte de processus physiques de réorganisation structurale des macromolécules de la matière. Les principaux micromécanismes sont la déformation de la phase amorphe, la déformation des lamelles cristallines et des sphérolites.

Le comportement mécanique des thermoplastiques semi-cristallins soumis à de faibles contraintes est principalement conditionné par les chaînes amorphes qui se réorientent et s'alignent selon la direction de chargement. Lorsque la contrainte augmente, les lamelles cristallines s'alignent à leur tour avec l'axe de sollicitation puis intervient la séparation des lamelles en structures lamellaires individuelles appelées macrofibrilles. Ces mécanismes s'accompagnent enfin d'un étirage et d'une réorganisation de la distribution des macrofibrilles (Viana 2005; Coulon 2008; Serrano 2015). A l'échelle des sphérolites, des mécanismes de déformation homogènes ou inhomogènes peuvent se produire simultanément. Une déformation homogène est caractérisée par une déformation réversible du sphérolite d'une forme approximativement sphérique en un ellipsoïde. Lors d'une déformation inhomogène, les zones sphérolitiques perpendiculaires à la direction de sollicitation sont étirées de manière irréversible (Poncot 2009, Aucher 2011).

II.2 Procédé d'injection

II.2.1 Principe

Le procédé d'injection consiste à mélanger les constituants du matériau, puis à amener ce mélange à l'état visqueux pour qu'il soit injecté dans un moule, mis en forme sous pression et finalement refroidi pour obtenir le durcissement de la pièce. Le procédé utilisé pour les thermoplastiques renforcés par des fibres discontinues est le même que pour celui d'un polymère non chargé.

La Figure 2.1 illustre les différentes étapes du procédé d'injection. Dans un premier temps, les granulés du polymère, les renforts et d'éventuels additifs sont mélangés, et amenés à leur état fondu. Le mélange est alors plastifié à l'aide d'une vis en rotation. En se translatant, la vis pousse ensuite, à vitesse et pression contrôlées, le polymère fondu dans la cavité du moule. Ses parois sont maintenues à une température inférieure à la température de solidification ou à la transition vitreuse du polymère. Dès la phase de plastification, les fibres se cassent et leurs longueurs diffèrent selon leur position dans le moule. Une fois la cavité remplie, une pression élevée est maintenue jusqu'à ce que la matière soit figée. Une quantité supplémentaire de polymère est alors introduite dans la cavité, dans le but de limiter le retrait thermique et d'uniformiser progressivement la pression à l'intérieur du moule. La pièce reste quelques instants dans le moule jusqu'à son refroidissement total. Enfin, le moule s'ouvre et la pièce est éjectée (Le Neindre and Cancouët 2009).

Ce procédé permet la production de pièces de grandes tailles et de géométries complexes, ce qui explique qu'il est largement utilisé dans l'industrie. De plus, son cycle de mise en œuvre est court ce qui permet d'assurer des cadences élevées. En revanche, la réalisation des moules pour l'injection demande un gros investissement financier qui nécessite une prédiction extrêmement fiable de la géométrie finale des pièces injectées. En particulier, la déformation des pièces en sortie de moule est un des problèmes les plus délicats à résoudre pour les concepteurs d'outillage. Ces déformations sont liées aux contraintes résiduelles et affectent entre autres les propriétés mécaniques des pièces moulées. Elles peuvent avoir deux origines : les contraintes dues à l'écoulement pendant le remplissage et le compactage. Elles ne se relaxent pas complètement avant la solidification, du fait du caractère viscoélastique du matériau. La pression ne s'annule pas à la fin de l'écoulement, en raison du confinement du polymère dans la cavité. On parle de contraintes figées, induites par l'écoulement. Le

retrait thermique est associé au refroidissement hétérogène. Il conduit aussi à des contraintes résiduelles appelées contraintes thermiques (Agassant and Vincent 2017).

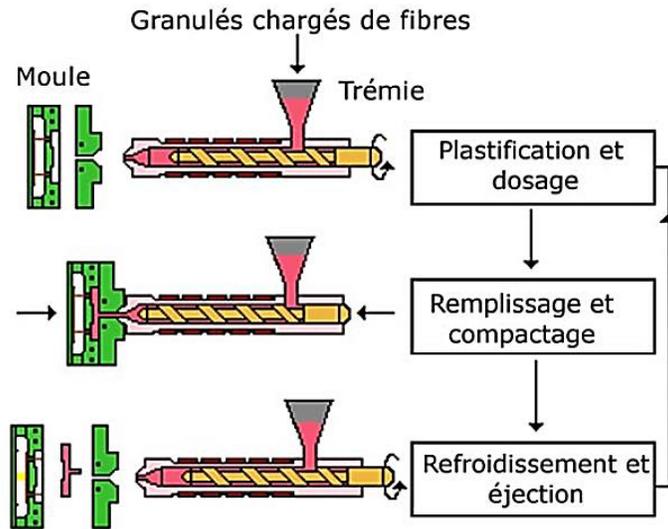


Figure 2.1 : Les différentes phases du procédé d'injection - (Redjeb 2007)

Le comportement thermo-mécanique du matériau est directement régi par la microstructure résultante de l'injection. Selon les paramètres d'injection utilisés, le taux de cristallinité de la matrice ou le facteur de forme des fibres peut fortement varier et des défauts tels que des porosités peuvent apparaître. Ainsi, de nombreux travaux ont montré qu'il était nécessaire de maîtriser le procédé d'injection pour optimiser les performances mécaniques finales de la pièce (Redjeb 2007; Coulon 2008).

II.2.2 Instabilités dimensionnelles d'une pièce injectée

Cette partie a pour objectif de rappeler succinctement les notions liées à l'instabilité géométrique, de pièces injectées en thermoplastique renforcé de fibres, induite par des variations de température. Ces variations génèrent des modifications du volume initial, sa dilatation ou sa contraction. Elles sont plus ou moins importantes selon la nature et à la structure du polymère. Les paramètres géométriques liés à la conception des pièces et outillages, ou technologiques liés aux conditions de transformation, influencent également ces variations (Krawczak 2000).

A l'état solide, un accroissement du volume peut être caractérisé par un coefficient de dilatation thermique, défini dans une gamme de température. Il est impératif de bien connaître l'histoire thermo-mécanique d'un matériau, pour anticiper le dimensionnement de pièces subissant des variations thermiques et contrôler leur stabilité.

D'autre part, la différence entre les dimensions d'une pièce et celle de son moule après injection désigne le retrait. Durant le procédé d'injection, pendant le moulage, le passage à l'état solide s'effectue de l'extérieur vers le centre de la pièce. Des modifications brutales d'épaisseur de paroi empêchent l'écoulement libre de la matière dans l'empreinte du moule et favorisent les retraits différentiels pendant le refroidissement. Les retraits dimensionnels sur une pièce dépendent de plusieurs facteurs liés à l'élaboration du matériau comme la température de la matière, la température

de régulation de l'outillage, le temps de maintien, la position du point d'injection mais aussi la présence de renforts. Le retrait induit par un refroidissement des matières cristallines est plus important que le retrait des matières amorphes. Le retrait des pièces moulées en polypropylène vierge se situe entre 1 et 3 % (Duval 2004).

Si la dilatation thermique est un phénomène essentiellement réversible, en pratique, la courbe de dilatation enregistrée est souvent influencée par des phénomènes secondaires liés à l'état du matériau (variation de la teneur en eau ou du degré de polymérisation, perte de plastifiant, relaxation des contraintes internes, changement de phase...). Ils se traduisent par une dilatation permanente négative. De ce fait, la mesure du coefficient de dilatation et du retrait nécessite plusieurs cycles de chauffage-refroidissement de la pièce jusqu'à sa stabilisation thermique (Krawczak 2000).

Le post-retrait se définit quant à lui par la différence relative entre les dimensions d'une pièce après son refroidissement à l'issue de sa mise en œuvre et celles obtenues après son recuit, à une température et une durée qui sont définies selon les caractéristiques du matériau. Ce post-retrait est dû à une recristallisation et à un équilibrage des tensions internes qui se traduit par une relaxation des contraintes qui induit une diminution des dimensions de la pièce. Les variations dimensionnelles de certains thermoplastiques, même après des milliers d'heures, sont relativement faibles. Néanmoins, une sollicitation mécanique, thermique ou combinée peut accélérer cet effet.

Finalement, le retrait total d'une pièce correspond à la somme algébrique du retrait et du post-retrait. Par extension, la stabilité dimensionnelle d'une pièce est son aptitude à conserver sa géométrie au cours du temps (Krawczak 2000).

II.2.3 Mécanismes d'orientation des fibres durant le procédé d'injection

L'orientation des fibres au cours de l'injection est gouvernée par plusieurs facteurs (Chung and Know 2002; Vincent 2003; Miled 2012; Ogierman and Kokot 2016; Tseng, Chang, and Hsu 2017). Pour une géométrie donnée, elle est principalement influencée par la position des points d'injection, la température du moule, la vitesse d'injection, la vitesse de plastification, la pression de maintien et la température d'injection. De plus, l'orientation des renforts dépend des interactions hydrodynamiques, des interactions des renforts entre eux et avec les parois du moule. Réciproquement, l'état d'orientation des fibres affecte l'écoulement et influence directement le voilage, le niveau de contraintes résiduelles, et surtout l'intensité de l'anisotropie des propriétés mécaniques de la pièce finale.

(Dray Bensahkoun 2006; Redjeb 2007) ont montré que les fibres ont tendance à s'orienter préférentiellement dans le plan d'injection durant la phase de remplissage. Le plan d'injection se définit suivant deux axes associés aux deux plus grandes dimensions de la pièce injectée. Il est admis que ces deux dimensions sont largement supérieures à celle de l'épaisseur. Néanmoins, l'orientation des fibres se caractérise principalement par une structure cœur-peau dans l'épaisseur (Teixeira et al. 2015) induite par les phénomènes rhéologiques survenant durant l'écoulement du matériau dans le moule. A l'image de ce qui est montré sur la Figure 2.2, les fibres sont orientées perpendiculairement à la direction d'injection à cœur et parallèlement à cette même direction au niveau de la peau. (Arif et al. 2014) distinguent également une couche fine aux extrémités supérieures et inférieures du matériau et

une zone de transition entre le cœur et la peau où les fibres sont plus aléatoirement orientées (Figure 2.2).

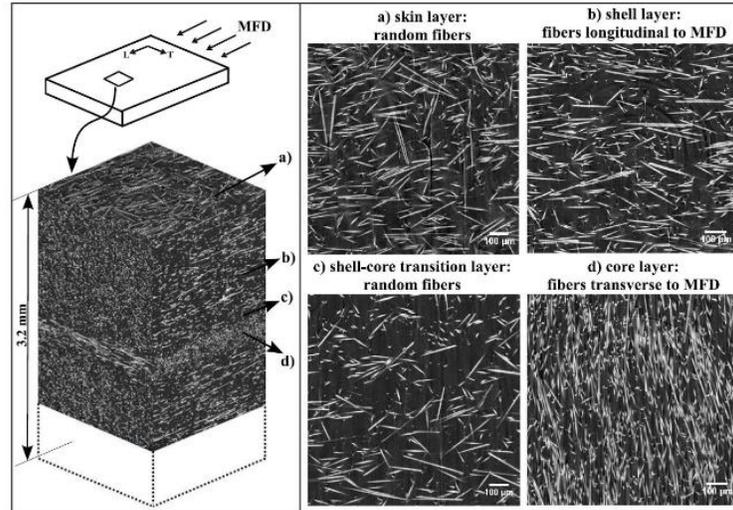


Figure 2.2 : Observations par tomographie à rayons X de la microstructure d'un polyamide 6,6 renforcé de 30 % en masse de fibres de verre (Arif et al. 2014).

Les Figure 2.3 (a) et (b) montre cette structure particulière et la variation de l'épaisseur des couches selon l'épaisseur totale de la pièce considérée. La structure centrale est plus épaisse lorsque l'épaisseur est la plus faible. La Figure 2.4 montre que l'épaisseur des différentes couches de la structure cœur-peau varie selon les différents endroits d'une pièce industrielle. Il s'agit en l'occurrence dans ce cas, d'un tableau de bord injecté en polypropylène renforcé de fibres à 20 % en masse et d'une épaisseur moyenne de 2 mm environ.

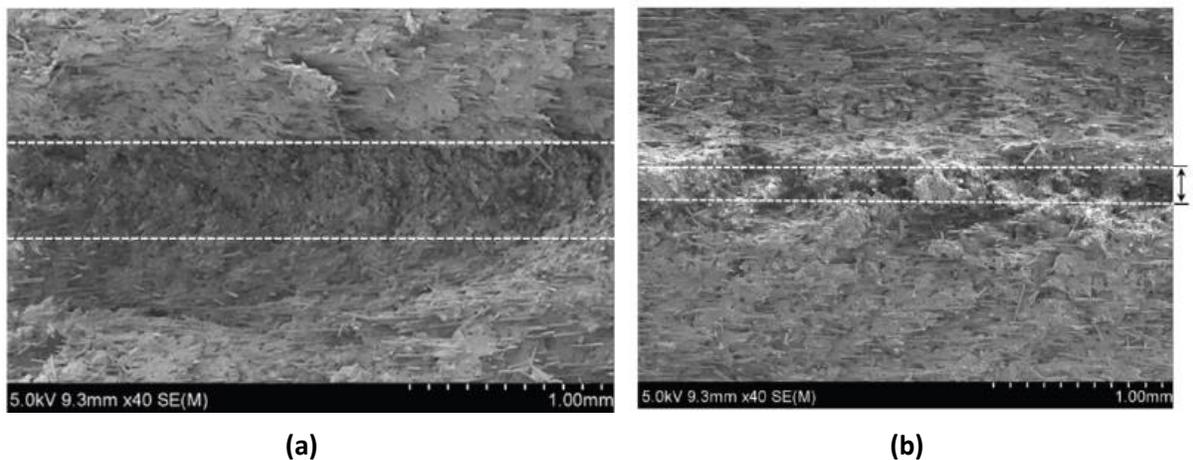


Figure 2.3 : Structure cœur-peau d'un PA6 injecté de fibres, à travers l'épaisseur de 3,0 mm (a) et 3,8 mm (b). Prises de vue observées au SEM parallèlement à la direction de l'écoulement (Mortazavian and Fatemi 2015a).

Cette structure cœur-peau n'est pas négligeable car elle peut engendrer une dispersion des propriétés mécaniques sur une même pièce. En effet, il est admis que l'anisotropie est due majoritairement à la variation de l'orientation des fibres dans une pièce injectée (Horst 1997; Andriyana, Billon, and Silva

2010). Cette structure cœur-peau est cependant souvent négligée dans les approches numériques industrielles afin de simplifier l'étude mécanique et la représentation du comportement matériau qui en découle. Ainsi, un tenseur d'orientation moyenné (Advani and Tucker III 1987) à travers l'épaisseur est parfois introduit dans les modèles et est donc introduit dans la suite de ce chapitre. Cette approche donne de bons résultats pour prédire les propriétés mécaniques des composites à fibres discontinues (Andriyana, Billon, and Silva 2010; Launay, Maitournam, et al. 2013; Ogierman and Kokot 2016).

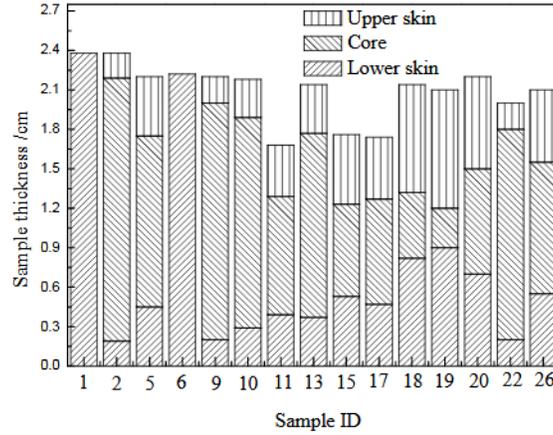


Figure 2.4 : Épaisseur en mm des différentes couches de la structure cœur-peau d'un polypropylène renforcé de 20 % en masse de fibres de verre sur des échantillons prélevés en différentes zones d'un tableau de bord (Peng, Qin, and Jiang 2015).

II.3 Orientation des fibres

II.3.1 Représentation

Soit un repère global de directions \underline{x} , \underline{y} , \underline{z} , ainsi qu'un vecteur unitaire \underline{p} , de coordonnées (p_x, p_y, p_z) , dirigé selon l'axe principal de la fibre et repéré également par deux angles (θ, φ) tels que l'orientation d'une fibre puisse être décrite par la projection du vecteur \underline{p} dans le repère de travail sous la forme de l'équation 1.

$$\underline{p} = (p_x, p_y, p_z)^T = (\sin\theta \cos\varphi, \sin\theta \sin\varphi, \cos\theta)^T \quad (1)$$

Il est supposé que chaque fibre est courte, non courbée, rigide et de forme cylindrique axisymétrique (Figure 2.5 (a)).

(Prager 1957) a été le premier à s'intéresser à la détermination complète de l'orientation de particules d'un point de vue statistique. Pour cela, il a défini une fonction de distribution d'orientation $\psi(\underline{p}, t)$; ou $\psi(\theta, \varphi, t)$, telles que $\psi(\underline{p}, t) d\underline{p}$ ou $\psi(\theta, \varphi, t) \sin\theta d\theta d\varphi$ permet d'exprimer la probabilité d'obtenir une fibre orientée selon le vecteur unitaire \underline{p} à $d\underline{p}$ près (ou avec les angles (θ, φ) à $d\theta d\varphi$ près) à l'instant t .



Figure 2.5 : Définition des angles (θ, ϕ) et du vecteur \underline{p} dans un repère global (Vincent 2003) (a) et ellipse utilisée pour la représentation du tenseur \underline{a}_2 proposé par (Advani and Tucker III 1987) (b).

Cette description de l'orientation des fibres aux différentes étapes du remplissage de pièces injectées est complète mais difficilement utilisable, c'est pourquoi on lui préfère généralement le tenseur d'orientation du second ordre \underline{a} de composantes a_{ij} , qui offre une représentation de l'orientation plus synthétique. Ce tenseur d'orientation a été introduit par (Hand 1962) souhaitant décrire la microstructure d'un fluide chargé (équation 2), puis reprise par (Advani and Tucker III 1987).

$$\underline{a} = \int_{\underline{p}} \underline{p} \otimes \underline{p} \psi(\underline{p}) d\underline{p} \quad (2)$$

L'interprétation physique des tenseurs d'orientation \underline{a} pour des orientations connues en 3D est illustrée avec les exemples de la Figure 2.6. La représentation de la Figure 2.6 (a) correspond à un état d'orientation aligné selon l'axe 1. La Figure 2.6 (b) représente le cas d'une distribution d'orientation isotrope dans le plan $(\underline{1}, \underline{2})$, et la Figure 2.6 (c) correspond à une distribution isotrope dans le volume.

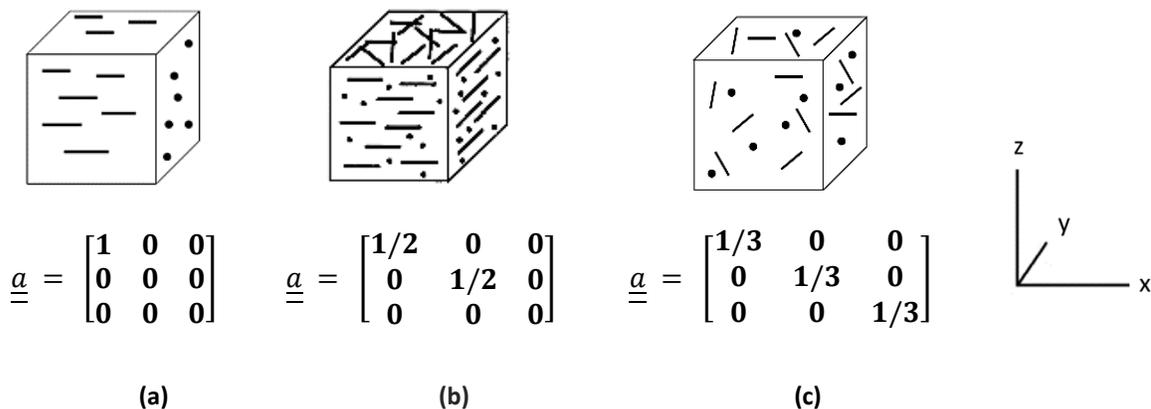


Figure 2.6 : Tenseurs d'orientation \underline{a} pour des cas d'orientation connue (Chung and Know 2002).

(Advani and Tucker III 1987) ont proposé de représenter l'état d'orientation des fibres à l'aide de ce tenseur d'ordre deux, en considérant une ellipse. Les vecteurs propres (λ_i avec $1 \leq i \leq 3$) et les valeurs propres du tenseur d'orientation donnent respectivement la direction et la longueur des axes de l'ellipse (Figure 2.5 (b)). Cette représentation est adoptée dans le logiciel Moldflow.

II.3.2 Détermination expérimentale

Depuis plus d'une dizaine d'années, l'analyse par tomographie à rayons X s'est largement répandue (Redjeb 2007; Nguyen Thi et al. 2015; Notta-Cuvier et al. 2016; Lee and Song 2017) dans l'observation de l'orientation des fibres. Elle permet la reconstruction d'images en coupe d'un objet à trois dimensions. Son principe repose sur l'interaction d'un faisceau de rayons X avec la matière, par enregistrement du rayonnement transmis après traversée d'un objet. Les données acquises lors de la prise de mesure sont collectées suivant plusieurs orientations. La reconstruction de l'image 3D se fait à partir de ces multiples projections (Thiery 2013). L'intérêt de cette technique réside principalement dans le fait que l'orientation des fibres peut être déterminée en tous points de la microstructure en étant couplée à l'analyse d'images grâce à son haut niveau de résolution. En effet, sa résolution spatiale peut atteindre le micromètre. Elle permet d'analyser le taux de porosité, de mettre en évidence les agrégats éventuels de fibres, la distribution de la longueur des fibres et d'observer la distribution de l'orientation, et même de la quantifier à l'aide d'un algorithme dédié. La méthode est non destructive et les limitations concernent principalement la taille des échantillons et la durée des analyses. Cette approche sera utilisée dans la thèse.

A titre d'exemple, (Andriyana, Billon, and Silva 2010) ont caractérisé l'orientation des fibres d'un polyamide chargé à 30 % en masse. Les composantes du tenseur d'orientation $\underline{\underline{a}}$ ont été calculées (équation 3) pour une zone suffisamment éloignée du point d'injection, au centre d'une plaque rectangulaire de 3 mm d'épaisseur. L'opération de moyenne ainsi réalisée sur le tenseur d'orientation, dans l'épaisseur et dans le plan d'injection d'un échantillon, permet de simplifier la lecture de l'orientation des fibres en s'affranchissant de la complexité de la structure cœur-peau. Les trois vecteurs unitaires x , y , z sont orientés respectivement dans la longueur, la largeur et l'épaisseur de l'échantillon. L'échantillon présente une orientation très fortement orientée dans la direction d'injection. L'orientation hors plan a volontairement été négligée par souci de simplification et les composantes correspondantes sont considérées strictement nulles.

$$\underline{\underline{a}} = \begin{bmatrix} 0.83 & -0.12 & 0 \\ -0.12 & 0.17 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix}_{x,y,z} \quad (3)$$

II.3.3 Prédiction numérique

L'utilisation des thermoplastiques renforcés de fibres discontinues étant très répandue dans l'industrie, l'état d'orientation final s'est avéré nécessaire à la prédiction des propriétés thermo-mécaniques de ces matériaux anisotropes dans de nombreux cas (Bour 1999; Coulon 2008). La modélisation du procédé d'injection est fortement utilisée pour adapter les paramètres d'injection à utiliser. En effet, le procédé d'injection est généralement optimisé par simulation numérique comme indiqué dans le *chapitre 1*. En revanche, la prédiction numérique de l'état d'orientation des fibres de composites renforcés est à perfectionner, et de nombreux solveurs universitaires et/ou industriels se développent tels que les logiciels Rem3D (Megally 2005; Redjeb 2007), Moldflow (Wang and Jin 2010) ou Moldex3D (Foss et al. 2014) par exemple. Le logiciel commercial Moldflow est à la disposition de Renault, et de ce fait, cette section se restreint aux modèles qui y sont intégrés et qui sont utilisés avec un maillage 2D.

La modélisation de l'orientation des fibres se fonde sur les travaux de (Folgar and Tucker III 1984) qui eux-mêmes se fondent sur ceux de (Jeffery 1922). Les concepts et relations qu'ils ont proposés sont rappelés dans l'annexe A. Ainsi, à partir du modèle de Folgar-Tucker, l'évolution temporelle de $\underline{\underline{a}}$ dans Moldflow est calculée avec l'équation 4.

$$\frac{D\underline{\underline{a}}}{Dt} = \left(\underline{\underline{\Omega}} \underline{\underline{a}} - \underline{\underline{a}} \underline{\underline{\Omega}} \right) + \lambda \left(\underline{\underline{\dot{\epsilon}}} \underline{\underline{a}} + \underline{\underline{a}} \underline{\underline{\dot{\epsilon}}} - 2 \underline{\underline{a}} : \underline{\underline{\dot{\epsilon}}} \right) + 2C_I \dot{\underline{\underline{\epsilon}}} \left(\underline{\underline{1}} - (2 + D_z) \underline{\underline{a}} \right) \quad (4)$$

avec \underline{v} le vecteur vitesse et $\underline{\underline{\dot{\epsilon}}}$ le tenseur des vitesses de déformation, $\underline{\underline{\Omega}}$ le tenseur de rotation, les autres paramètres étant définis dans l'annexe A. Ce modèle modifié, nommé « Modèle D_z », offre une prédiction correcte de l'orientation des fibres en suspensions concentrées ou semi-concentrées (annexe A). La prédiction de l'orientation des fibres est principalement régie par la pertinence des valeurs de C_I et D_z dépendant du matériau de l'étude et de l'épaisseur de la pièce. Si la valeur de C_I est nulle, les fibres n'interagissent pas entre elles et plus sa valeur augmente, moins les fibres sont alignées. La diminution de D_z implique une diminution de l'orientation dans la direction hors-plan et une augmentation dans l'épaisseur de la couche à cœur.

Une surestimation de l'évolution de l'orientation des fibres à l'injection par le modèle de référence de Folgar-Tucker a été mise en évidence (O'Gara, Wyzgoski, and Novak 2003; Sepehr, Ausias, and Carreau 2004). Ils ont montré que ce modèle prédit avec un temps d'avance l'évolution de l'orientation des fibres vis-à-vis des déformations existantes et qu'ainsi l'alignement des fibres est surévalué. Cette tendance est également observée pour le modèle modifié de Moldflow (Wang and Jin 2010). Le second modèle considéré, essentiellement dédié aux fibres courtes, est le modèle RSC (*Reduce Strain Closure*) traduit par l'équation 5.

$$\frac{D\underline{\underline{a}}}{Dt} = \left(\underline{\underline{\Omega}} \underline{\underline{a}} - \underline{\underline{a}} \underline{\underline{\Omega}} \right) + \lambda \left(\underline{\underline{\dot{\epsilon}}} \underline{\underline{a}} + \underline{\underline{a}} \underline{\underline{\dot{\epsilon}}} - 2 \left[\underline{\underline{a}} + (1 - \kappa) \left(\underline{\underline{l}} - \underline{\underline{m}} : \underline{\underline{a}} \right) \right] : \underline{\underline{\dot{\epsilon}}} \right) + 2\kappa C_I \dot{\underline{\underline{\epsilon}}} \left(\underline{\underline{1}} - 3\underline{\underline{a}} \right) \quad (5)$$

$\underline{\underline{l}}$ et $\underline{\underline{m}}$ représentent les tenseurs d'ordre quatre et sont fonctions des valeurs propres λ_i ($i = 1,2,3$) et des vecteurs propres du tenseur d'orientation $\underline{\underline{a}}$, et définis comme $\underline{\underline{l}} = \sum_{i=1}^3 \lambda_i e_i e_i e_i e_i$ et $\underline{\underline{m}} = \sum_{i=1}^3 e_i e_i e_i e_i$. Le facteur scalaire κ est un paramètre phénoménologique déterminé en corrélant la prédiction rhéologique avec des données expérimentales. Ce paramètre régit la rapidité de l'orientation à l'écoulement. Plus il est faible, plus le développement du tenseur d'orientation sera ralenti avec l'écoulement, et plus la couche orientée est épaisse. (Wang 2007) a obtenu de bonnes corrélations pour une valeur de κ égale à 0,05. Une valeur de κ égale à 1 permet de retrouver le modèle initial de Folgar-Tucker. Le dernier modèle, traduit par l'équation 6, est le modèle combiné RSC-ARD (*Anisotropic Rotary Diffusion*) dédié aux composites renforcés de fibres longues, soit supérieures à 1 mm (Wang and Jin 2010).

$$\begin{aligned}
 \frac{D\underline{\underline{a}}}{Dt} = & \left(\underline{\underline{\Omega}} \underline{\underline{a}} - \underline{\underline{a}} \underline{\underline{\Omega}} \right) + \lambda \left(\underline{\underline{\dot{\varepsilon}}} \underline{\underline{a}} + \underline{\underline{a}} \underline{\underline{\dot{\varepsilon}}} - 2 \left[\underline{\underline{a}} + (1 - \kappa) \left(\underline{\underline{l}} - \underline{\underline{m}} : \underline{\underline{a}} \right) \right] : \underline{\underline{\dot{\varepsilon}}} \right) \\
 & + \underline{\underline{\dot{\varepsilon}}} \left(2 \left[\underline{\underline{c}} - (1 - \kappa) \underline{\underline{m}} : \underline{\underline{c}} \right] - 2\kappa Tr(\underline{\underline{c}}) \underline{\underline{a}} - 5 \left(\underline{\underline{c}} \underline{\underline{a}} + \underline{\underline{a}} \underline{\underline{c}} \right) \right) \\
 & + 10 \left(\underline{\underline{a}} + (1 - k) \left(\underline{\underline{l}} - \underline{\underline{m}} : \underline{\underline{a}} \right) : \underline{\underline{c}} \right)
 \end{aligned} \tag{6}$$

Avec le tenseur $\underline{\underline{c}}$ défini par l'équation 7 en considérant les constantes scalaires $c_i = 1, 5$. Le modèle RSC est ainsi retrouvé en considérant $c_i = C_I$ et $c_{i,i=2,5} = 0$.

$$\underline{\underline{c}} = c_1 \cdot \underline{\underline{I}} + c_2 \cdot \underline{\underline{a}} + c_3 \cdot \underline{\underline{a}}^2 + \frac{c_4}{\underline{\underline{\varepsilon}}} \underline{\underline{\dot{\varepsilon}}} + \frac{c_5}{\underline{\underline{\varepsilon}}} \underline{\underline{\dot{\varepsilon}}}^2 \tag{7}$$

Dans (Wang and Jin 2010), les modèles RSC ou ARD-RSC, dont le choix dépend de la longueur initiale spécifiée dans Moldflow, offrent une meilleure prédiction que le « Modèle D_z » en limitant l'évolution de l'orientation des fibres, ce qui a cependant tendance à engendrer une sous-estimation de la variation de l'orientation des fibres le long de l'écoulement. Tous deux permettent d'apporter une relativement bonne prédiction de l'orientation des fibres en prédisant correctement l'épaisseur des couches de la structure cœur-peau sur des géométries standards.

II.4 Conclusions

Cette partie a permis de montrer l'influence de nombreux facteurs sur la structure des thermoplastiques renforcés de fibres discontinues. Les matériaux composites pour des applications industrielles contiennent une fraction volumique élevée de fibres qui donnent lieu à une anisotropie non négligeable, et ce, malgré l'optimisation des paramètres du procédé d'injection. Ainsi, il est nécessaire d'identifier cette orientation dans des pièces réelles en composite afin d'établir un lien avec les propriétés locales résultantes. L'état d'orientation des fibres peut être exprimé à l'aide d'un tenseur d'orientation d'ordre deux pouvant être calculé expérimentalement et numériquement. D'importantes variations peuvent être observées en fonction de la géométrie du moule ou du taux de fibres, dont les modèles numériques de prédiction de l'orientation des fibres doivent tenir compte avec précision pour fiabiliser leurs résultats. Les corrélations présentées dans la littérature se restreignent essentiellement à des pièces de géométries simples et d'épaisseurs constantes.

III Comportement thermo-mécanique dans des conditions quasi-statiques

Les composites à matrice thermoplastique renforcée de fibres, utilisés en tant que matériau de structure, doivent présenter des caractéristiques mécaniques conformes à un cahier des charges, lui-même défini à partir des conditions de mise en service de la pièce visée. Dans une démarche de conception virtuelle, une loi de comportement doit permettre de représenter, dans le cadre de la mécanique des milieux continus, les relations existantes entre la déformation d'un matériau et la

contrainte engendrée dans ce dernier, en tenant compte du fait qu'elles vont dépendre de la nature du matériau et de sa microstructure. Toutes démarches de modélisation s'appuient sur une caractérisation mécanique du matériau et/ou de ses constituants selon les approches sélectionnées. Ces matériaux se caractérisent généralement par un comportement mécanique non linéaire, anisotrope partiellement réversible et fortement thermo-dépendant. Les différentes contributions au comportement thermo-mécanique (anisotropie, viscosité, écrouissage, hystérésis) peuvent être identifiées avec une caractérisation thermo-mécanique sur éprouvettes. Cette partie présente les différentes caractéristiques du comportement des thermoplastiques renforcés de fibres discontinues identifiées pour différents cas de chargement.

III.1 Caractérisation du comportement thermo-mécanique

III.1.1 Conditions d'essais

Les éprouvettes en composite, contenant des charges ou des additifs qui sont susceptibles d'absorber l'humidité, doivent être conditionnées pendant une période significative qui dépend de la nature du composite dans une atmosphère contrôlée en température et en humidité. Dans le cas du polypropylène, les éprouvettes ne doivent répondre à aucune exigence en matière d'humidité relative de par leur faible taux d'absorption (Duval 2004; Deng et al. 2010), ainsi son influence ne sera pas étudiée par la suite. Concernant les conditions d'essais, les essais de caractérisation sont essentiellement réalisés à une température et une vitesse de déformation constantes (Krawczak 1997).

III.1.2 Prélèvement des éprouvettes sur plaques injectées

La mise en évidence de contributions du comportement mécanique est généralement obtenue sur des éprouvettes. Les dimensions et la forme des éprouvettes diffèrent selon le type d'essai à mener (Jegou 2013). La forme de l'éprouvette est définie de telle manière que les états de contrainte et de déformation soient uniformes dans le volume utile. La géométrie haltère est largement privilégiée dans les études du comportement quasi-statique, dynamique, en fatigue ou de l'endommagement (Gehring 2013; Notta-Cuvier et al. 2016). La longueur totale des éprouvettes peut varier de 50 mm (Andriyana, Billon, and Silva 2010) jusqu'à 170 mm (Launay et al. 2011). L'épaisseur est généralement comprise entre 2 et 4 mm.

Dans une majorité des cas, ces éprouvettes sont issues de plaques injectées, et les éprouvettes sont testées mécaniquement en conservant volontairement l'épaisseur complète de la plaque (Zhou and Mallick 2006; Bernasconi et al. 2007a; Andriyana, Billon, and Silva 2010; Mortazavian and Fatemi 2015b). Or, la microstructure des thermoplastiques renforcés de fibres discontinues est hétérogène et anisotrope, même dans le cas d'une plaque rectangulaire et d'épaisseur constante. Ces différents constats doivent être pris en compte dans la détermination de la forme et de la découpe des éprouvettes. Une attention particulière doit également concerner le moyen de découpe des éprouvettes afin de minimiser son impact éventuel.

Ainsi, un plan de découpe pertinent doit être défini pour prélever des éprouvettes de traction dans les plaques. Dans la littérature, trois approches sont essentiellement proposées. La première méthode consiste à injecter directement les éprouvettes dans leur géométrie finale (Launay et al. 2010; Gehring et al. 2011; Arao et al. 2013) mais dans ce cas, une seule orientation de fibres peut être étudiée.

Cependant, cela permet d'obtenir une orientation préférentielle encore plus forte que celles observées sur des éprouvettes prélevées en bordure de plaques dans la direction d'injection, et une structure cœur-peau moins prononcée (Launay, Maitournam, et al. 2013). La seconde approche, et la plus largement répandue, consiste à considérer seulement la zone centrale de la plaque. Les éprouvettes sont alors prélevées par rotation autour d'un point central et les essais de traction sont réalisés pour différentes directions par rapport à la direction d'injection (Figure 2.7 (a)), et ce, pour une orientation de fibres fixe, en négligeant la dispersion d'une plaque à une autre, (Dray Bensahkoun 2006; De Monte, Moosbrugger, and Quaresimin 2010; Klimkeit et al. 2011; Launay, Maitournam, et al. 2013; Krairi, Doghri, and Robert 2016). Cependant, seule une gamme réduite des propriétés anisotropes, vis-à-vis de celles potentiellement obtenues sur les pièces industrielles, est étudiée. De plus, cette approche présente un second désavantage qui est de ne découper qu'une seule éprouvette par plaque. Il est usuel de s'éloigner le plus possible du seuil d'injection et souvent d'augmenter la longueur des plaques injectées (Figure 2.7 (b)) (Schijve 2002; Bernasconi et al. 2007a; Djebbar and Salviab 2013; Eftekhari and Fatemi 2016a). L'orientation des fibres est alors considérée constante le long de l'axe central dans la longueur de la plaque et aucune conclusion n'est dans cas donnée sur l'effet de la position des éprouvettes.

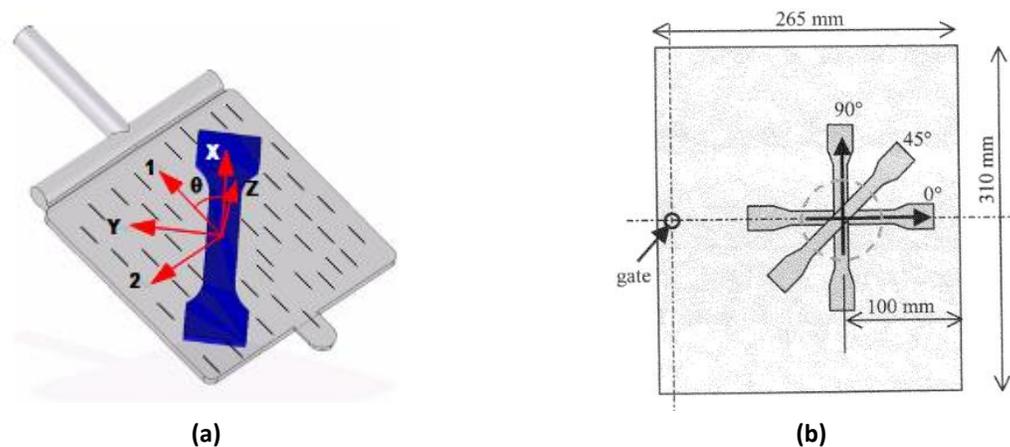


Figure 2.7 : Plaques injectées et représentation des zones de prélèvement des éprouvettes de 80 mm de long en centre de plaque (De Monte, Moosbrugger, and Quaresimin 2010) (a) et éloignées du point d'injection (Schijve 2002) (b).

Pour (Andriyana, Billon, and Silva 2010), plusieurs orientations sont considérées ; 0° , 30° , 60° et 90° par rapport à la direction d'injection sans que le détail du plan de découpe ne soit spécifié. L'épaisseur des éprouvettes correspond à celle des plaques, et les résultats des essais thermo-mécaniques correspondent à des valeurs moyennes à travers la structure cœur-peau du matériau. La prise en compte de cet effet local d'orientation des fibres va donc dépendre de la zone de prélèvement.

Dans une approche similaire, (Bernasconi et al. 2007b; Jain et al. 2016) ont prélevé à différentes orientations des éprouvettes dans une plaque de manière suffisamment proche les unes des autres pour négliger la distribution de l'orientation des fibres et ce, selon plusieurs directions (Figure 2.8 (a) et (b)). En particulier, (Jain et al. 2016) les prélèvent en centre de plaque et ont choisi spécifiquement une plaque d'une épaisseur de seulement 2 mm, choix motivé par une étude numérique préalable, pour assurer une distribution de l'orientation des fibres uniforme, du moins au niveau de la section

utile des éprouvettes. (Bernasconi et al. 2007b; Jain et al. 2016) sont confiants dans une variabilité moindre des propriétés mécaniques mais celle-ci n'est pas discutée.

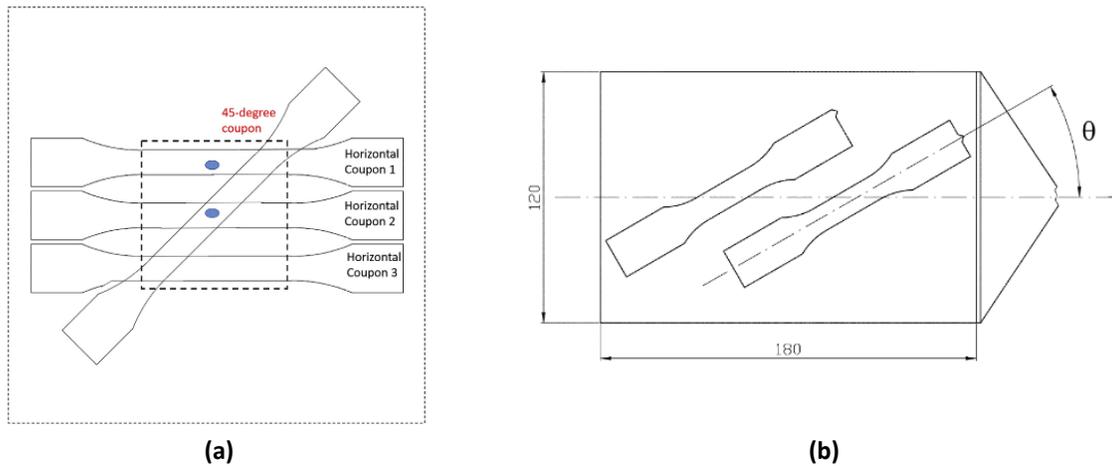


Figure 2.8 : Zones de prélèvement dans différentes directions vis-à-vis de la direction d'injection en haut de la plaque selon (Jain et al. 2016) (a) et (Bernasconi et al. 2007b) (b).

Cependant, en accord avec des prédictions numériques, les analyses de micro-tomographie à rayons X révèlent que la distribution de l'orientation des fibres peut dépendre très fortement de la position de l'éprouvette dans la plaque (Dray Bensahkoun, Gilormini, and Regnier 2013; Notta-Cuvier et al. 2016; Lopez et al. 2016). Néanmoins, seules quelques études tiennent compte de cette distribution. Parmi les premières, l'influence de la position a été mise en évidence sur des courbes de Wöhler (Horst and Spoomaker 1997) et sur les propriétés élastiques (Barbosa and Kenny 1999). Ces résultats montrent qu'une forte variation des propriétés mécaniques peut être obtenue selon la position des éprouvettes dans la plaque, et ainsi l'importance de ne pas négliger la distribution de l'orientation dans les éprouvettes afin de couvrir la majorité de la variabilité du comportement mécanique. Ces résultats questionnent sur la pertinence de caractériser un matériau sur une plaque, de surcroît en son centre uniquement, pour décrire le comportement mécanique d'une pièce industrielle, par exemple d'un hayon. (Peng, Qin, and Jiang 2015) ont montré que les modules d'élasticité déterminés expérimentalement, selon plusieurs directions de sollicitation, sur des éprouvettes issues d'une pièce industrielle sont compris entre 1962MPa et 4683 MPa. Finalement, il semble pertinent de représenter la microstructure en utilisant les tenseurs d'orientation en chaque point pour des géométries de pièces complexes (Klimkeit et al. 2011; Peng, Qin, and Jiang 2015), mais également pour une plaque rectangulaire (Lopez et al. 2016). Ces différents résultats supposent que dans certains cas, il soit préférable de mettre en regard, voire d'ordonner, les propriétés mécaniques en fonction de l'orientation des fibres plutôt qu'en fonction de la direction de sollicitation. Dans cette optique, (Notta-Cuvier et al. 2016) ont étudié l'influence de la position des éprouvettes sur les propriétés mécaniques en faisant le lien avec les tenseurs d'orientation moyenné dans l'épaisseur. Ils ont observé une dispersion très large sur les niveaux de contrainte à rupture en traction pour une même direction de sollicitation, allant de 40 MPa à 57 MPa, pour des composantes de tenseur d'orientation moyen allant de 0,44 à 0,55.

III.1.3 Caractéristiques résultantes de l'injection et propriétés

La maîtrise du procédé d'injection peut conduire à une bonne reproductibilité des propriétés physiques et mécaniques des pièces obtenues. L'inverse peut, au contraire, conduire à de très fortes hétérogénéités.

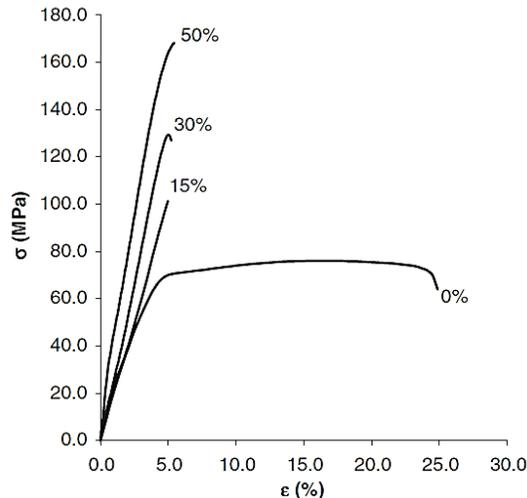


Figure 2.9 : Essais de traction jusqu'à rupture d'un polyamide 6,6 renforcé avec différentes fractions volumiques de fibres de verre (Mouhmid et al. 2006).

Tout d'abord, la forme, mais aussi le type de renforts utilisé, synthétique ou d'origine végétale, peut avoir une influence sur le comportement (Gehring et al. 2011). Les fibres de verre de type E, généralement utilisées pour les composites de grande diffusion, ont un module d'Young de l'ordre de 70 GPa, valeur qui peut atteindre 240 GPa pour les fibres de carbone, voir 600 GPa pour un carbone haut module (Lamanche 1988). Par ailleurs, la fraction volumique de fibres influence fortement le comportement mécanique (Figure 2.9) (Gehring et al. 2011; Mouhmid, Imada, et al. 2006). Dans l'industrie, les concentrations massiques de charges et renforts sont majoritairement compris entre 30 % et 50 %, parvenant ainsi à considérablement augmenter les propriétés mécaniques du matériau initial. En revanche, un taux de fibres élevé peut accélérer la dégradation des moules d'injection et des matériaux très résistants à l'abrasion sont nécessaires pour ces derniers (Munch 2013).

Dans l'industrie automobile, le polypropylène est souvent utilisé avec des fibres de verre (Schijve 2002; Yudhanto et al. 2016). Il allie un bon compromis entre haute performance mécanique et prix. De plus, les températures nécessaires à son élaboration sont assez faibles et la température de transition vitreuse T_g est inférieure à la température ambiante et donc également souvent à celle de sa mise en service (Lopez-Manchado and Arroyo 2000; Ashori, Menbari, and Bahrami 2016). Le polypropylène présente également une faible sensibilité à l'humidité (Deng et al. 2010; Duval 2004; Do, Nguyen-Tran, and Chun 2016). Le Tableau 2.1 donne quelques propriétés d'un polypropylène non chargé, d'un polypropylène renforcé à 40 % en masse de talc et d'un polypropylène renforcé de 30 % en masse de fibres de verre. Les propriétés présentées illustrent l'influence des renforts sur les propriétés physiques et mécaniques, avec l'augmentation de la masse volumique des composites, la diminution de la dilatation thermique et l'augmentation respectivement multipliée par environ deux et quatre de la contrainte à rupture et du module d'Young pour le matériau renforcé par des fibres de verre vis-à-vis

de la matrice seule. Cette dernière augmentation dépend fortement du type de renfort, elle est significativement moins importante pour le talc que pour les fibres de verre. Cependant, ces propriétés sont susceptibles de fortement varier selon la nature de la matrice et de l'épaisseur de la plaque (Mortazavian and Fatemi 2015a).

Propriétés et normes	PP non chargé	PP + 40 % en masse de talc	PP + 30 % en masse de fibres
Masse volumique [kg.m ⁻³] / NF-T 54-063	900 - 910	1210	1140
Température de fusion [°C] / NF EN ISO 3146	160 - 170	158 - 168	168
Température maximale d'utilisation [°C]	100	100	100
Conductivité thermique [W.m ⁻¹ .K ⁻¹] / NF X 10-021	0,22	0,51	0,27
Capacité thermique massique [J. kg ⁻¹ .K ⁻¹]	1700	1340	1340
Coefficient de dilatation thermique [K ⁻¹] / ISO 11359-2	1,1.10 ⁻⁴	0,8.10 ⁻⁴	0,8.10 ⁻⁴
Contrainte à la rupture [MPa] / NF EN ISO 527	31 - 42	29 - 35	70
Allongement à la rupture [%] / NF EN ISO 527	100 à 600	3 à 8	1 - 3
Module d'Young (traction) [MPa] / NF EN ISO 527	1200 - 1700	3150 - 4025	6500 - 7000

Tableau 2.1 : Propriétés d'un homopolymère polypropylène, noté PP, vierge et renforcé avec du talc ou des fibres de verre sur des éprouvettes (Duval 2004).

Une importante distribution de la longueur des fibres est souvent observée après injection (Abdennadher 2016; Albrecht et al. 2017) à cause de la casse des fibres qui survient lors des phases de plastification et d'écoulement. Or une tendance générale montre que les propriétés mécaniques sont augmentées quand la longueur des fibres augmente (Poumadere et al. 2011; Lafranche et al. 2016; Tábi et al. 2014). Il est important de noter que la longueur des fibres dans les pièces industrielles est inférieure à celle obtenue sur des pièces ou éprouvettes normalisées avec une baisse significative pouvant atteindre 15 % (Bernasconi, Davoli, and Armani 2010). Ce phénomène provient probablement de la complexité des géométries industrielles, qui peut augmenter la casse des fibres. Celle-ci s'accroît également avec l'augmentation de la fraction volumique de fibres (Vincent 2003; Nguyen and Paquette 2010). Renforcer un polypropylène de 20 à 30 % en masse de fibres de verre ou de mica induit une augmentation non seulement du module d'Young et de la résistance au choc, très convoitée dans le secteur automobile, mais améliore également la tenue thermique du matériau (Duval 2004).

Le diamètre des fibres est souvent compris entre 5 µm et 30 µm et la longueur initiale des fibres est généralement comprise entre 10 mm et 20 mm avec une moyenne courante de 11 mm (Teixeira et al. 2015; Ashori, Menbari, and Bahrami 2016; Coulon et al. 2016). Mais des valeurs plus petites autour de 4,5 mm (Barbosa and Kenny 1999) et 6 mm (Sun et al. 2015) sont parfois utilisées. Comme les fibres sont cassées pendant le procédé d'injection, (Lafranche et al. 2005) ont montré, pour un polyamide 6,6 renforcé, que l'augmentation de la longueur initiale des fibres, de 10 mm à 25 mm, a peu d'influence sur les propriétés mécaniques devant le faible impact sur les longueurs résiduelles obtenues dans une pièce injectée. Cependant, la longueur résiduelle des fibres a un effet non négligeable sur le comportement mécanique résultant (Coulon 2008). De plus, l'orientation des fibres et en particulier la structure cœur-peau est affectée par cette modification de longueur initiale (Lafranche et al. 2007). Finalement, deux grandes classes de composites peuvent être distinguées. La catégorie principale est celle des matériaux ayant une longueur de fibres moyenne inférieure à 1 mm (Thomason 1999;

Binetruy 2014) ou de manière encore plus restrictive avec un maximum de 0,5 mm (Vincent et al. 2006) ou voire 0,25 mm (Andriyana, Billon, and Silva 2010; Launay et al. 2011). La seconde catégorie concerne les matériaux renforcés de fibres semi-longues, avec une longueur moyenne d'environ 1 mm ; et une forte dispersion avec parfois quelques millimètres pouvant être atteints en valeur moyenne. Dans le cas où des fibres mesurent plus de 1 mm, les matériaux sont aussi qualifiés de "fibres longues" (Nguyen et al. 2008; Hine et al. 2014; Teixeira et al. 2015; Lafranche et al. 2016) mais doivent être distingués des composites à fibres continues (Garesci and Fliegner 2013).

III.2 Contributions du comportement thermo-mécanique

Les pièces de structure doivent supporter des conditions de service thermo-mécaniques très exigeantes et le comportement matériau doit être préalablement étudié dans des conditions similaires. La démarche de caractérisation mécanique se fonde sur des essais classiques de type traction, compression et/ou cisaillement (Fritsch, Hiermaier, and Strobl 2009; Gehring 2013; Kawai et al. 2017). Ces essais peuvent être combinés mais les essais de traction, faciles à mettre en œuvre, sont les plus largement répandus. Ces essais suffisamment simples peuvent être réalisés en quantité importante dans une durée limitée. Ils permettent ainsi de remonter aux grandeurs de la mécanique des milieux continus, précisément les contraintes et les déformations, qui sont nécessaires pour étudier avec précision le comportement mécanique. Les résultats expérimentaux sont obtenus dans des conditions de vitesse et de température contrôlées pour diverses sollicitations. Les thermoplastiques renforcés de fibres discontinues ont un comportement mécanique non-linéaire, partiellement réversible et dépendant du temps, ce qui conduit à le modéliser parfois en viscoélasticité, viscoplasticité, hyperélasticité, mais aussi durcissant, adoucissant ou endommageable (Mouhmid, Imad, et al. 2006; Launay et al. 2010; Andriyana, Billon, and Silva 2010). Sur la base d'exemples de caractérisations expérimentales, cette partie illustre ces contributions. Les essais cycliques et les phénomènes d'endommagement sont volontairement exclus (cf. cahier des charges du renfort de hayon – *chapitre 1*). Un certain nombre d'études concerne des polyamides renforcés avec des fibres de verre (Andriyana, Billon, and Silva 2010; De Monte, Moosbrugger, and Quaresimin 2010; Launay et al. 2011; Mortazavian and Fatemi 2015a) particulièrement pour étudier la comportement en fatigue et aussi pour un polypropylène renforcé avec des fibres de carbone (S.-Y. Fu et al. 2000; Rezaei, Yunus, and Ibrahim 2009; Arao et al. 2013; Bajracharya et al. 2016; Tseng, Chang, and Hsu 2017) ou des fibres naturelles (Albrecht et al. 2017; Ansari et al. 2017). L'essentiel des études concerne des matériaux renforcés de fibres courtes.

III.2.1 Influence de l'anisotropie

Quelles que soient les dimensions des fibres, un renforcement par des fibres discontinues génère, outre l'augmentation des propriétés mécaniques, une anisotropie significative, même dans le cas de géométries simples (Shao-Yun Fu and Lauke 1998; Bernasconi et al. 2007b; Launay, Maitournam, et al. 2013; Mortazavian and Fatemi 2015a; Lopez et al. 2016). (Dunn and Ledbetter 2000; Gabrion, Placet, and Lamine 2013) ont par exemple montré que les coefficients de dilatation thermique ou encore de la conductivité thermique variaient de manière anisotrope dans une pièce.

Par ailleurs, le comportement anisotrope a été mis en évidence très largement pour des thermoplastiques renforcés de fibres courtes (Jain et al. 2016; Andriyana, Billon, and Silva 2010; Launay,

Maitournam, et al. 2013). La Figure 2.10 (a) montre l'influence de l'orientation des fibres lors d'essais de traction jusqu'à rupture réalisés à température ambiante. Le niveau de contrainte maximum est atteint pour l'éprouvette prélevée dans la direction d'injection, signifiant que la majorité des fibres à travers l'épaisseur de l'échantillon est orientée dans le sens de l'injection. Pour chaque angle de découpe par rapport à la direction d'injection, la composante a_{yy} (noté A_{yy} sur la Figure 2.10 (a)) du tenseur d'orientation des fibres d'Advani et Tucker moyenné dans l'épaisseur est donnée en considérant y l'axe dans la longueur des éprouvettes. Cette composante diminue quand l'angle de découpe des éprouvettes augmente (Notta-Cuvier et al. 2014). (Mortazavian and Fatemi 2015a) ont montré l'influence de l'orientation des fibres sur le module d'élasticité (Figure 2.11), mais également sur la contrainte et la déformation à rupture pour deux matrices différentes. La Figure 2.11 illustre le caractère anisotrope de l'effet de renfort, avec une direction privilégiée à 0° (direction d'injection) dans laquelle la valeur du module d'élasticité est clairement plus élevée que pour les autres directions. A 45° et 90° par rapport à la direction d'injection, les modules d'élasticité sont proches alors que les niveaux de déformation atteints en fin d'essais diffèrent parfois de plus de 50 %, particulièrement dans le cas du polyamide 6 (PA6) chargé. Pour ce même composite les niveaux de contraintes obtenus à 90° sont supérieurs à ceux obtenus à 45° .

III.2.2 Influence de la température

La température joue également un rôle prédominant sur le comportement mécanique (Mouhmid, Imad, et al. 2006; De Monte, Moosbrugger, and Quaresimin 2010; Ghering 2013; Mortazavian and Fatemi 2015a; Eftekhari and Fatemi 2015; Dean et al. 2016;), principalement à cause de la viscosité de la matrice vis-à-vis de celle des renforts (Şerban et al. 2013), par exemple le module d'Young d'un polypropylène décroît de 75 % à 90°C par rapport à sa valeur à température ambiante (Zhai, Gröschel, and Drummer 2016). La même diminution est observée pour des composites, comme c'est le cas pour un polyamide 6-6 renforcé de fibres de verre (Mouhmid, Imad, et al. 2006). De plus, les niveaux de contraintes diminuent également avec l'augmentation de la température Figure 2.10 (b) (Kawai et al. 2017). (Mortazavian and Fatemi 2017) a aussi observé l'effet non négligeable de la température sur le comportement mécanique, et ce quelle que soit la direction de prélèvement des éprouvettes (Figure 2.11). Les modules d'élasticité décroissent similairement et dans les mêmes proportions pour chaque matériau considéré.

En particulier dans le secteur automobile, les pièces industrielles sont soumises à de fortes variations de la température du milieu environnant tout au long de leur mise en service, entre -40°C et 130°C . Les polymères semi-cristallins sont essentiellement utilisés dans une gamme qui se situe entre la température de transition vitreuse de leur phase amorphe, et la température de fusion de leur phase cristalline. La caractérisation du comportement mécanique doit donc être considérée dans cette large gamme, parfois au-dessus et/ou en dessous de la température de transition vitreuse (Launay, Marco, et al. 2013) et certains essais de caractérisation sont parfois réalisés après recuit afin, de libérer les contraintes internes générées durant la mise en œuvre du matériau (Parenteau et al. 2014).

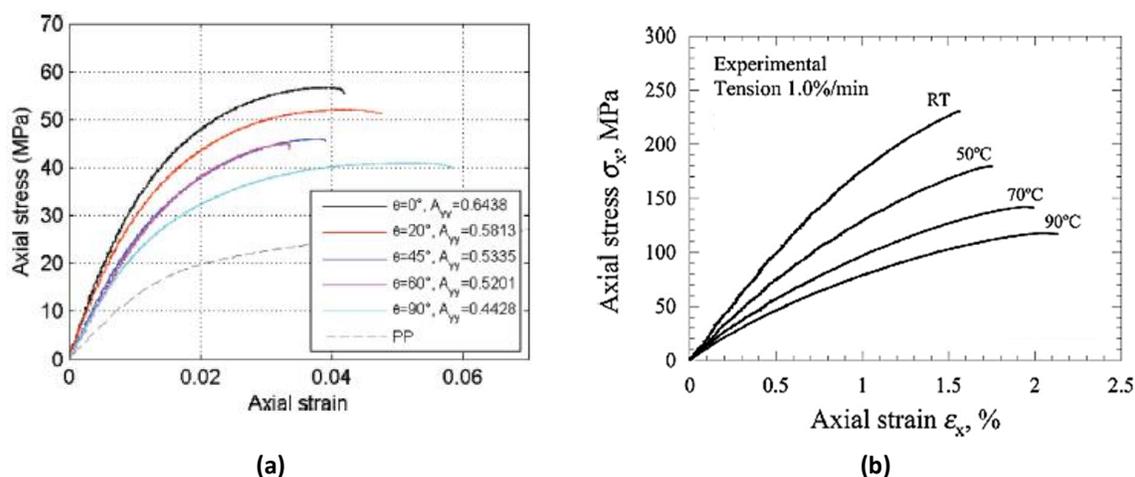


Figure 2.10 : Evolution de la contrainte en fonction de la déformation pour différentes orientations de fibres pour un polypropylène non chargé et renforcé de fibres de verre courtes (Notta-Cuvier et al. 2014) (a) et pour différentes températures sur un polyamide renforcé de fibres de courtes (Kawai et al. 2017) (b).

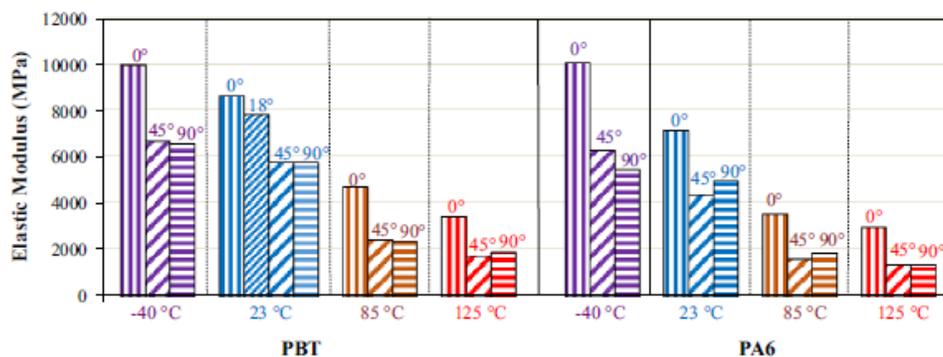


Figure 2.11 : Variation des propriétés élastiques moyennes en traction, conduite à $1 \text{ mm} \cdot \text{min}^{-1}$ à -40°C , 23°C , 85°C et 125°C et selon la direction de prélèvement des éprouvettes pour un polytéréphtalate PBT renforcé à 30 % en masse de fibres de verre et un PA6 renforcé à 35 % en masse de fibres et 10 % de caoutchouc (Mortazavian and Fatemi 2015a).

La température et l'anisotropie ont un effet non négligeable sur le comportement des thermoplastiques renforcés de fibres discontinues quelles que soient la matrice, la fraction volumique ou la longueur des fibres. En particulier, ces deux facteurs modifient fortement les niveaux de contrainte durant l'essai mais aussi les niveaux de déformation obtenus à la fin de l'essai, généralement à la rupture de l'éprouvette.

III.2.3 Dépendance du temps et déformations résiduelles

La dépendance au temps d'un matériau se caractérise par une variation du comportement mécanique au travers de l'évolution de la déformation en fonction de la vitesse de déformation d'un matériau causé par des frottements survenant entre les chaînes macromoléculaires (Etienne and David 2012). Cette dépendance est généralement mise en évidence avec des essais de traction monotone, de fluage et/ou de relaxation (Bles, Nowacki, and Tourabi 2009; Vandenbroucke et al. 2010).

Essais de traction monotone à différentes vitesses de déformation

Les essais de traction uniaxiale monotone jusqu'à rupture sont également conduits quasi-systématiquement à différentes vitesses de déformation. L'influence de la vitesse peut être observée dans des conditions quasi-statiques pour des vitesses généralement comprises entre 10^{-5} s^{-1} et 10^{-2} s^{-1} (Andriyana, Billon, and Silva 2010; Gehring 2013). L'influence de la vitesse de déformation sur le comportement est généralement assez minime, bien que non négligeable, pour de faibles niveaux de déformation, comme montré sur la Figure 2.12 (a) en dessous de 1 %. Le comportement mécanique des thermoplastiques renforcés est fortement non-linéaire. Cependant, il est délicat, contrairement aux matériaux métalliques, de distinguer une limite d'élasticité franche et plus précisément de fixer un seuil entre contribution réversible et irréversible.

Essais de fluage et de relaxation

Les essais de fluage ou de relaxation sont généralement réalisés pour des échelles de temps plus ou moins longues, allant de quelques minutes à plusieurs jours, et choisies selon les conditions de mise en service des pièces (Coulon et al. 2016). Un phénomène de fluage correspond à une évolution de la déformation au cours du temps alors que le matériau est soumis à une force (ou contrainte) maintenue constante (Sullivan, Blais, and Houston 1993; Chevali, Dean, and Janowski 2009). Cette variation indique le caractère visqueux du matériau, et ce phénomène est accentué en augmentant le niveau d'effort imposé au matériau (Fliegenger, Hohe, and Gumbsch 2016). Les différentes contributions à la déformation d'un thermoplastique renforcé de fibres de verre lors d'un essai de fluage sont liées au comportement des différentes phases. Or la sensibilité du verre au fluage étant faible pour les températures envisagées, la déformation est essentiellement induite par la phase polymère et l'interface fibre/matrice. Cela rend le fluage du composite très sensible à la température. En effet, le phénomène de fluage peut être considéré comme négligeable pour des niveaux de chargement faibles, mais augmente au bout d'une durée significative qui dépend du matériau ou peut être fortement augmenté avec l'accroissement de la température qui accélère le phénomène (Eftekhari and Fatemi 2016b). Concernant le phénomène de relaxation, il est également une caractéristique du comportement visqueux des polymères, pour lequel l'évolution de la contrainte est obtenue en maintenant un niveau de déformation constant au cours du temps. Le phénomène induit par un essai de relaxation s'observe pour des durées bien inférieures à celles des essais de fluage, dès quelques minutes. Contrairement au comportement élastique d'un matériau, le comportement visqueux se traduit par un temps caractéristique de déformation supérieur à celui du temps caractéristique du polymère. Ce retard, ou cette relaxation, est associé à la déformation de la phase amorphe (Arieby 2007, Vandenbroucke 2010).

Déformations résiduelles

Le comportement est également caractérisé par une contribution anélastique donnant lieu à des déformations rémanentes. Pour mettre en évidence les déformations résiduelles, des essais de charges-décharges sont réalisés permettant également d'observer le comportement durant les phases de décharges. Ainsi, le comportement à la décharge est également non-linéaire (Figure 2.12 (b)). Les déformations rémanentes diffèrent selon les niveaux de déformation maximums atteints durant l'essai (Figure 2.12 (b)). La déformation se traduit par une évolution microstructurale qui induit une évolution des propriétés mécaniques (Billon and Bouvard 2015). En effet, le polymère subit un durcissement

structural dont vont dépendre les déformations résiduelles (Fritsch, Hiermaier, and Strobl 2009; Launay et al. 2010). De plus, la déformation résiduelle obtenue en fin d'essai à contrainte nulle peut évoluer avec le temps si l'éprouvette est maintenue sous charge nulle (Parenteau 2009).

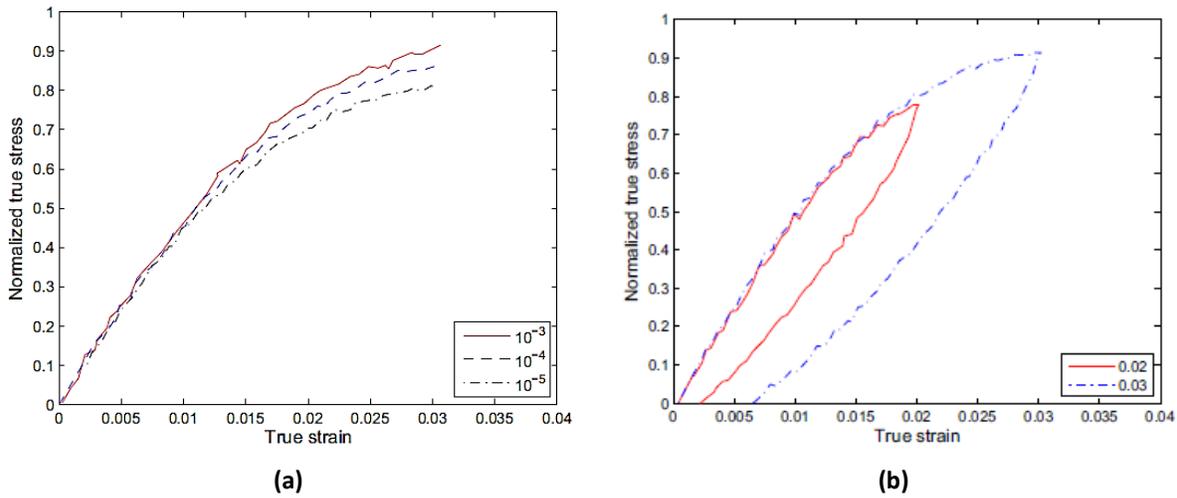


Figure 2.12 : Essais de traction uni-axiale monotone conduits jusqu'à rupture à différentes vitesses de déformation (a) et de charge-décharge (b) à 23°C pour un thermoplastique renforcé de fibres de verre d'après (Andriyana, Billon, and Silva 2010).

Chargements combinés

Des essais de charge-décharge peuvent être associés à des étapes de fluage ou de relaxation pour mettre en évidence la dépendance au temps lors d'histoire de chargements plus complexes et généralement représentatifs des conditions de mises en service des pièces. Les niveaux de déformation imposés ont une influence sur le comportement en relaxation (Figure 2.13 (a) et (b)) et l'intensité de la relaxation évolue dans la gamme de déformation observée. De plus, l'évolution n'est pas la même en charge et décharge. En effet, en charge, cette diminution de contrainte a tendance à augmenter d'un maintien à l'autre alors que l'inverse se produit à la décharge. En particulier sur la Figure 2.13 (a), durant le premier maintien en phase de décharge, le phénomène de relaxation semble négligeable. Ces résultats sont en accord avec d'autres résultats obtenus dans la littérature dans le cadre d'études sur les polymères et les élastomères (Baquet 2012; Bles, Nowacki, and Tourabi 2009; Vandenbroucke et al. 2010) et sur les composites (Andriyana, Billon, and Silva 2010; Launay et al. 2011). Sur la Figure 2.13 (b), une succession de sept étapes de maintien sont imposées, et il est finalement observé que l'intensité de la diminution de la contrainte est la même pour les trois dernières relaxations en charge, mais aussi en décharge. Finalement, il semblerait que la contrainte atteinte en fin de relaxation (indépendante du temps) tende vers un état d'équilibre (Lion 1997; Fritsch, Hiermaier, and Strobl 2009). La courbe discontinue, en rouge sur la Figure 2.13 (a), matérialise cette hystérésis limite.

III.3 Conclusions

Cette partie a permis de rappeler les contributions du comportement du matériau largement identifiées dans la littérature pour les thermoplastiques renforcés de fibres discontinues à l'aide d'essais thermo-mécaniques spécifiques. Le comportement de ces matériaux est fortement non

linéaire et visqueux ou hystérétique, thermo-dépendant et anisotrope. A noter que la dépendance en température du comportement mécanique n'est pas étudiée systématiquement dans les études citées alors que sa prise en compte est nécessaire pour de nombreuses applications.

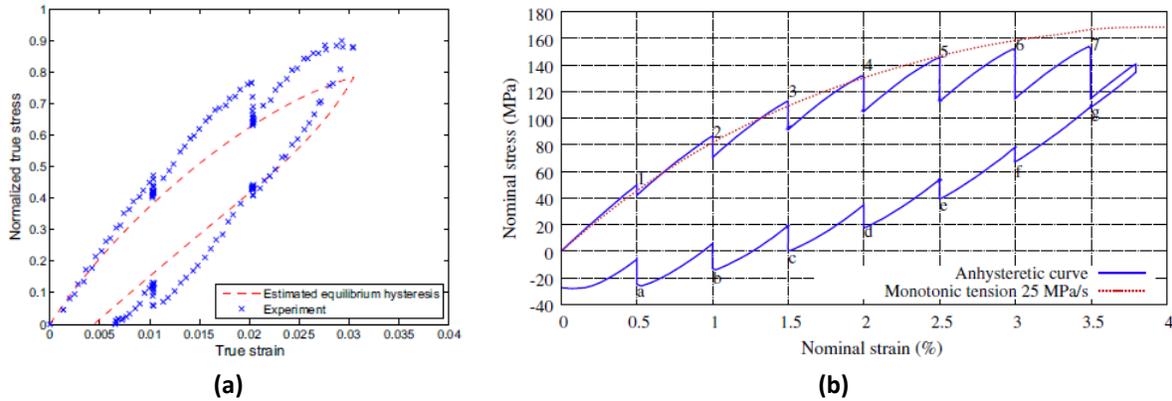


Figure 2.13 : Evolution de la contrainte en fonction de la déformation pour des essais de charges-décharges-relaxations pour des thermoplastiques renforcés de fibres de verre (Andriyana, Billon, and Silva 2010) (a) et aussi pour un essai de traction monotone (Launay et al. 2011) (b).

IV Modélisation du comportement thermo-mécanique

Le dimensionnement virtuel de pièces en thermoplastique renforcé de fibres discontinues est de plus en plus réalisé en milieu industriel et se heurte à la complexité du comportement mécanique. Des essais thermo-mécaniques réalisés sur éprouvettes mettent en évidence les contributions remarquables qui doivent être prises en compte dans la modélisation, en fonction des applications visées. Le caractère visqueux du matériau est étudié pour différentes échelles de temps. De plus, l'influence de la température et de l'anisotropie sur le comportement mécanique est significative. En complément, les essais peuvent servir de base de données pour l'identification de paramètres matériau des lois de comportement. L'étude se limite au comportement mécanique quasi-statique. Le comportement visqueux des thermoplastiques renforcés est fortement dominé par celui de la matrice. De ce fait, la modélisation s'inspire de modèles initialement développés dans le cadre de la représentation du comportement des polymères ou de composites renforcés unidirectionnellement ou supposés homogènes (Andriyana, Billon, and Silva 2010).

Deux approches de modélisation sont essentiellement utilisées pour la prédiction des propriétés thermo-mécaniques de thermoplastiques renforcés de fibres discontinues, essentiellement courtes, l'approche phénoménologique et l'approche micromécanique. Il est à noter que la dépendance à la température est peu prise en compte. De plus, même si certains modèles sont fondés sur une hypothèse d'isotropie, la prise en compte de l'anisotropie permet d'améliorer la prédiction, en particulier pour les résultats obtenus à partir d'éprouvettes découpées dans des plaques injectées. Dans ce cas, le tenseur d'orientation d'ordre deux préalablement introduit est généralement utilisé. Seules les équations constitutives des lois de comportement utilisées dans cette thèse seront présentées en détails. Elles ont été choisies car déjà implémentées dans des logiciels commerciaux ou potentiellement intégrables dans une démarche industrielle d'aide au dimensionnement de pièces en composites.

IV.1 Modélisation du comportement mécanique par une approche d'homogénéisation

IV.1.1 Principe d'homogénéisation

Le comportement macroscopique du composite peut être prédit avec un modèle micromécanique fondé sur les propriétés des constituants, leur interaction, leur distribution et leur fraction volumique, en utilisant une méthode d'homogénéisation (Doghri, and Ouaar 2003). La démarche globale est la suivante. A l'échelle microscopique, le matériau est hétérogène alors qu'il est considéré homogène à l'échelle macroscopique. La première étape est la définition d'un Volume Élémentaire Représentatif (VER) dont la taille doit être pertinente pour reproduire la structure complète par périodicité. La seconde étape, nommée localisation, consiste en l'analyse mécanique du VER pour établir le lien entre l'état de contrainte (ou de la déformation) des phases et l'état de contrainte (ou de la déformation) du milieu effectif. La dernière étape correspond à la détermination du comportement du Milieu Homogène Equivalent (MHE). L'étape d'homogénéisation conduit à l'obtention des propriétés effectives du VER à l'aide des relations de moyennes et des relations de localisation. Le choix d'un schéma d'homogénéisation ainsi que la description du VER permettent d'obtenir l'expression des tenseurs de localisation et donc d'obtenir une approximation des propriétés effectives du milieu considéré.

IV.1.2 Modélisation du comportement linéaire par homogénéisation

Cette partie rappelle le principe de la méthode générale d'homogénéisation en élasticité linéaire pour déterminer le comportement équivalent d'un matériau aux propriétés anisotropes. La démarche de modélisation par changement d'échelles se dissocie en deux étapes. La première étape consiste à déterminer les propriétés unidirectionnelles des fibres supposées être des inclusions ellipsoïdales, considérées parfaitement alignées dans une direction unique, supposant ainsi que le composite est isotrope transverse. L'axe majoritaire est privilégié et tous les plans passant par cet axe est un plan de symétrie. Dans une seconde étape, l'orientation des fibres est prise en compte.

Etape 1 : détermination des propriétés effectives en élasticité linéaire

Contrairement au cas de résolution du problème d'une inclusion isolée, proposé par Eshelby (Eshelby 1957), la multiplicité des inclusions ne permet pas d'obtenir une solution analytique. De ce fait, une hypothèse simplificatrice est nécessaire en s'appuyant sur ce cas préliminaire de résolution. Les modèles se fondent sur le problème de l'inclusion d'Eshelby (Eshelby 1957) dont les équations constitutives du modèle micromécanique sont rappelées dans l'annexe B.

Cette partie se restreint pour un matériau biphasé unidirectionnel de type renforts/matrice selon le schéma de Mori-Tanaka intégré dans le logiciel Digimat (Digimat 2018). (Mori and Tanaka 1973) ont mis en évidence l'importance de prendre en compte les interactions entre les charges, à savoir considérer le volume élémentaire représentatif du matériau comme étant de taille finie, ce que ne considère pas la théorie d'Eshelby. Cette méthode permet de généraliser la précédente dans une certaine mesure à des applications à plus forte fraction volumique de renfort. En effet, le modèle de Mori-Tanaka donne des prédictions satisfaisantes des propriétés élastiques pour des concentrations

volumiques de fibres allant jusqu'à 30 % (Miled 2012). L'approximation de Mori-Tanaka constitue un bon compromis par rapport à d'autres car elle est plus simple et plus rapide à mettre en œuvre mais également plus précise (Binetruy 2014). La Figure 2.14 montre les comparaisons entre des résultats expérimentaux et des prédictions numériques des propriétés mécaniques unidirectionnelles obtenues avec le modèle de Mori-Tanaka, du modèle d'Eshelby et Halpin-Tsai pour différentes fractions volumiques d'inclusions. Au-delà d'une fraction volumique de 10 %, le modèle de Mori-Tanaka présente la meilleure prédiction puisque les autres approximations sous-estiment quasiment pour chaque valeur les résultats expérimentaux.

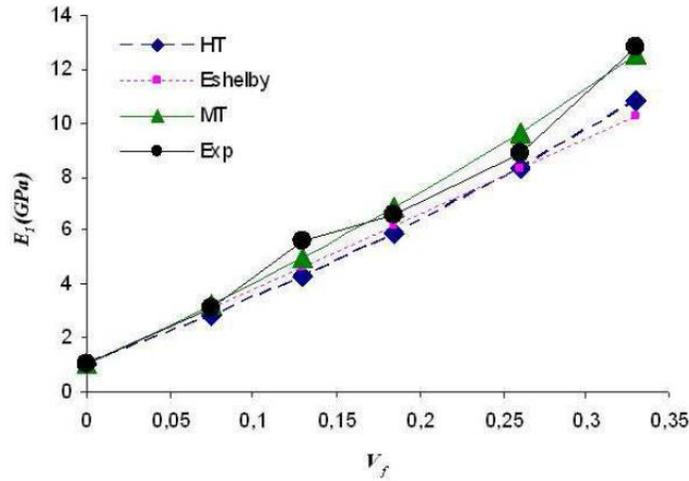


Figure 2.14 : Module d'Young longitudinal d'un polyéthylène haute densité renforcé par des fibres de verre avec $r_e=16$, déterminé expérimentalement et par les modèles d'homogénéisation pour des inclusions ellipsoïdales. HT et MT correspondent aux modèles respectivement de Halpin-Tsai et Mori-Tanaka (Miled 2012).

Soit un composite constitué d'une matrice de rigidité uniforme $\underline{\underline{C}}_m$, renforcée de plusieurs et mêmes fibres de rigidité uniforme $\underline{\underline{C}}_f$. Le modèle se fonde sur l'utilisation de la solution d'Eshelby, en considérant que le tenseur de localisation des déformations équivaut à celui du problème d'une inclusion isolée $\underline{\underline{A}}^{Eshelby}$ dans la matrice, ce qui se traduit par l'équation 8 :

$$\langle \underline{\underline{\varepsilon}}^f \rangle = \underline{\underline{A}}^{Eshelby} \langle \underline{\underline{\varepsilon}}^m \rangle \quad (8)$$

Le modèle de Mori-Tanaka considère que le composite contient un ensemble de fibres identiques et alignées. Le tenseur de localisation des déformations de Mori-Tanaka $\underline{\underline{A}}^{MT}$ s'exprime alors en fonction du tenseur de localisation des déformations d'Eshelby, et est donné par l'équation 9.

$$\underline{\underline{A}}^{MT} = \underline{\underline{A}}^{Eshelby} \left[(1 - v_f) \underline{\underline{I}} + v_f \underline{\underline{A}}^{Eshelby} \right]^{-1} \quad (9)$$

Chaque inclusion dans le VER réel se comporte comme si elle est isolée dans la matrice réelle. Le tenseur de rigidité $\underline{\underline{C}}^{MT}$ du modèle de Mori-Tanaka en élasticité linéaire isotrope s'exprime selon l'équation 10 et l'équation 11.

$$\underline{\underline{C}}^{MT} = \underline{\underline{C}}^m + v_f \left(\underline{\underline{C}}^f - \underline{\underline{C}}^m \right) \underline{\underline{A}}^{MT} \quad (10)$$

$$\underline{\underline{C}}^{MT} = \left[v_f \underline{\underline{C}}^f : \underline{\underline{A}}^{Eshelby} + (1 - v_f) \underline{\underline{C}}^m \right] : \left[v_f \underline{\underline{A}}^{Eshelby} + (1 - v_f) \underline{\underline{I}} \right]^{-1} \quad (11)$$

Etape 2 : détermination des propriétés effectives en élasticité linéaire anisotrope

Pour la prise en compte de l'orientation des fibres, (Advani and Tucker III 1987) ont formulé une relation qui donne directement l'expression du tenseur de raideur en fonction des propriétés unidirectionnelles du composite et du tenseur d'orientation des fibres. Les hypothèses de base sont que les propriétés unidirectionnelles sont connues, par exemple prédites à l'aide du modèle de Mori-Tanaka ainsi que l'orientation du composite. Pour la seconde étape, la carte d'orientation en fin d'injection dans le composite est supposée connue. Pour être applicable, cette méthode nécessite que le comportement du composite unidirectionnel soit isotrope transverse. Cette condition est particulièrement respectée si les deux phases identifiées sont isotropes ou isotropes transverses avec un axe d'isotropie confondu avec l'axe d'alignement des renforts. Soit le tenseur de rigidité homogénéisé $\underline{\underline{C}}^{MT}$ correspondant à un état d'orientation unidirectionnel dans la direction d'injection. Les propriétés unidirectionnelles sont alors calculées pour une direction \underline{p} des fibres en appliquant un opérateur de rotation sur le tenseur $\underline{\underline{C}}^{MT}$. Ensuite, chaque composante du tenseur de rigidité isotrope transverse s'écrit avec l'équation 12 (Advani and Tucker III 1987).

$$C_{ijkl}^{MT}(\underline{p}) = b_1 p_i p_j p_k p_l + b_2 (p_i p_j \delta_{kl} + p_k p_l \delta_{ij}) + b_3 (p_i p_k \delta_{jl} + p_i p_l \delta_{jk} + p_j p_k \delta_{il} + p_j p_l \delta_{ik}) + b_4 (\delta_{ij} \delta_{kl}) + b_5 (\delta_{ik} \delta_{jl} + \delta_{il} \delta_{jk}) \quad (12)$$

avec δ_{ij} le symbole de Kronecker. Les constantes b_1, \dots, b_5 dépendent d'un état isotrope transverse où toutes les fibres sont alignées selon une seule direction, en considérant les relations de l'équation 13 :

$$\begin{aligned} b_1 &= C_{1111}^{MT} - 2C_{1122}^{MT} - 4C_{1212}^{MT} + C_{2222}^{MT} \\ b_2 &= C_{1111}^{MT} - C_{2233}^{MT} ; \quad b_3 = C_{1212}^{MT} - \frac{1}{2}(C_{2222}^{MT} - C_{2233}^{MT}) \\ b_4 &= C_{2233}^{MT} ; \quad b_5 = \frac{1}{2}(C_{2222}^{MT} - C_{2233}^{MT}) \end{aligned} \quad (13)$$

avec C_{ijkl}^{MT} respectivement les composantes du tenseur de rigidité homogénéisé $\underline{\underline{C}}^{MT}$. Une dernière étape consiste à calculer le tenseur de raideur anisotrope à l'aide de la fonction de distribution (équation 14).

$$\underline{\underline{C}} = \int \underline{\underline{C}}^{MT}(\underline{p}) \psi(\underline{p}) d\underline{p} \quad (14)$$

Cette fonction étant difficilement accessible, le tenseur de raideur anisotrope peut finalement être exprimé à partir de l'équation 15 en utilisant le tenseur d'orientation d'Advani et Tucker préalablement défini :

$$C_{ijkl} = b_1 a_{ijkl} + b_2 (a_{ij} \delta_{kl} + a_{kl} \delta_{ij}) + b_3 (a_{ik} \delta_{jl} + a_{il} \delta_{jk} + a_{jk} \delta_{il} + a_{jl} \delta_{ik}) + b_4 (\delta_{ij} \delta_{kl}) + b_5 (\delta_{ik} \delta_{jl} + \delta_{il} \delta_{jk}) \quad (15)$$

Avec a_{ij} et a_{ijkl} respectivement les composantes des tenseurs d'orientation des fibres d'ordre deux et quatre. A l'aide de cette équation, il est possible de prendre en compte l'anisotropie sur les propriétés mécaniques pour calculer les modules d'élasticité à partir du tenseur d'orientation des fibres.

IV.1.3 Comportement non linéaire par homogénéisation

Une extension du modèle micromécanique au comportement non-linéaire, par exemple en élasto-visco-plasticité est proposé dans Digimat (Digimat 2018), fondée sur la linéarisation incrémentale de la relation contrainte-déformation. Cette approche n'a pas été approfondie dans le cadre de la thèse.

IV.3 Modélisation phénoménologique du comportement mécanique

IV.3.1 Principe

L'approche phénoménologique consiste à établir les relations de cause à effet qui existent entre les variables physiques telles que les déformations et les vitesses de déformation, la température ou encore le temps et les contraintes. Ces modèles sont d'autant plus populaires qu'il est relativement facile de les utiliser dans une analyse de calcul de structure (Launay et al. 2011). Cette démarche de modélisation utilisée notamment pour les polymères semi-cristallins (Ausias et al. 2007; Brusselle-Dupend and Cangémi 2008) a pu être étendue aux thermoplastiques renforcés en considérant que les mécanismes de déformation sont similaires (Andriyana, Billon, and Silva 2010). Les propriétés mécaniques des différents constituants diffèrent fortement, néanmoins, le matériau est considéré comme homogène et seul le comportement macroscopique du composite est étudié.

IV.3.2 Prédiction des contributions du comportement

Comme il l'a déjà été évoqué précédemment, le comportement mécanique des thermoplastiques renforcés par des fibres comporte souvent une contribution irréversible qui peut être représentée dans un cadre viscoplastique. Cette section se restreint à quelques résultats concluants présentés dans le cadre de modélisations formulées en grandes transformations du comportement thermo-mécanique

des thermoplastiques renforcés de fibres uniquement pour des fractions massiques de fibres supérieure à 30 %.

Prédiction de la dépendance au temps et de l'anisotropie

La contribution irréversible peut être exprimée à l'aide d'invariants des tenseurs de déformation (Andriyana, Billon, and Silva 2010) ou de variables internes (Launay et al. 2011). La dépendance à la vitesse de déformation dans des conditions quasi-statiques et le caractère anisotrope du matériau sont bien pris en compte par le premier modèle pour un polyamide renforcé de fibres de verre courtes à 30 % en masse sur des essais de traction à rupture conduits à une vitesse de déformation de $10^{-4} s^{-1}$. La prédiction d'un essai de charge-décharge interrompu de relaxations est présentée sur la Figure 2.15 (a). L'hystérésis est bien reproduite ainsi que l'évolution des niveaux de contrainte durant les étapes de relaxations à la charge, comme à la décharge. Cependant, ce modèle intéressant ne tient pas compte de l'influence de la température. Pour aller plus loin, (Launay, Maitournam, et al. 2013) ont présenté des corrélations sur des essais similaires de charges-décharges-relaxations pour différentes orientations de fibres (Figure 2.15 (b)). Les corrélations sont satisfaisantes, cependant le comportement à la décharge n'est pas présenté. Le modèle utilisé avait entre autre parfaitement prédit le comportement pour des essais de traction-relaxation-recouvrance (Launay et al. 2011).

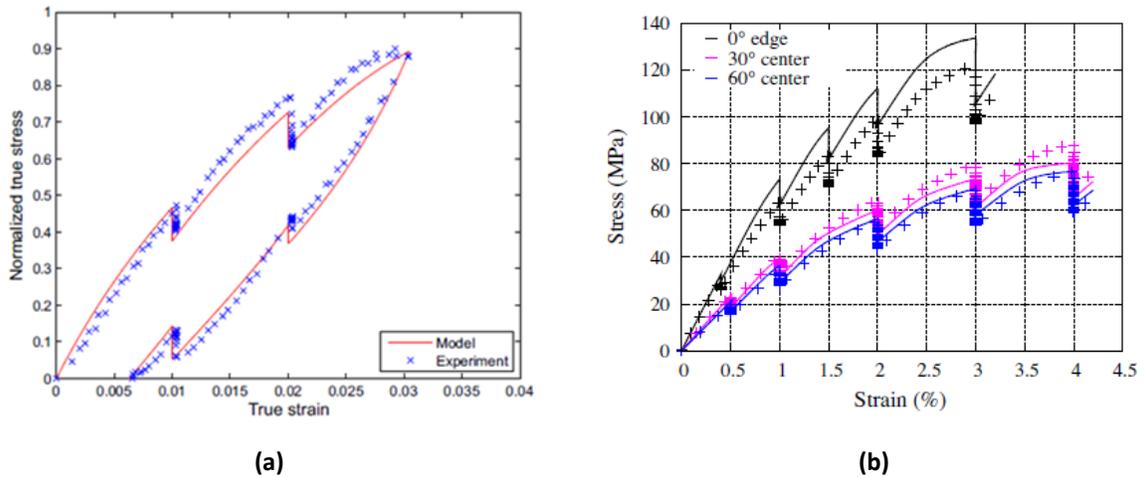


Figure 2.15 : Simulation numérique d'essais de charges-décharges-relaxations dans la direction d'injection (Andriyana, Billon, and Silva 2010) (a) et pour 3 orientations de fibres (Launay, Maitournam, et al. 2013) (b)

(Launay et al. 2011) ont également comparé les prédictions du modèle à d'autres modèles phénoménologiques sur des essais de traction uniaxiale monotone menés à différentes vitesses de déformation (Figure 2.16). Il s'agit du modèle proposé par (Kichenin 1992) et repéré par le nom de l'auteur sur la Figure 2.16 (a) et du modèle élasto-visco-plastique noté « EVP » sur la Figure 2.16 (b). Ces deux modèles ont l'avantage d'être relativement simple et d'avoir un nombre de paramètres matériau limité à identifier. Ces corrélations ont néanmoins mis en évidence quelques limitations. En particulier, la sensibilité à la vitesse de déformation n'est pas bien prise en compte par les deux modèles, et l'incapacité à dissocier le comportement non linéaire pour deux échelles de temps est souligné par les auteurs.

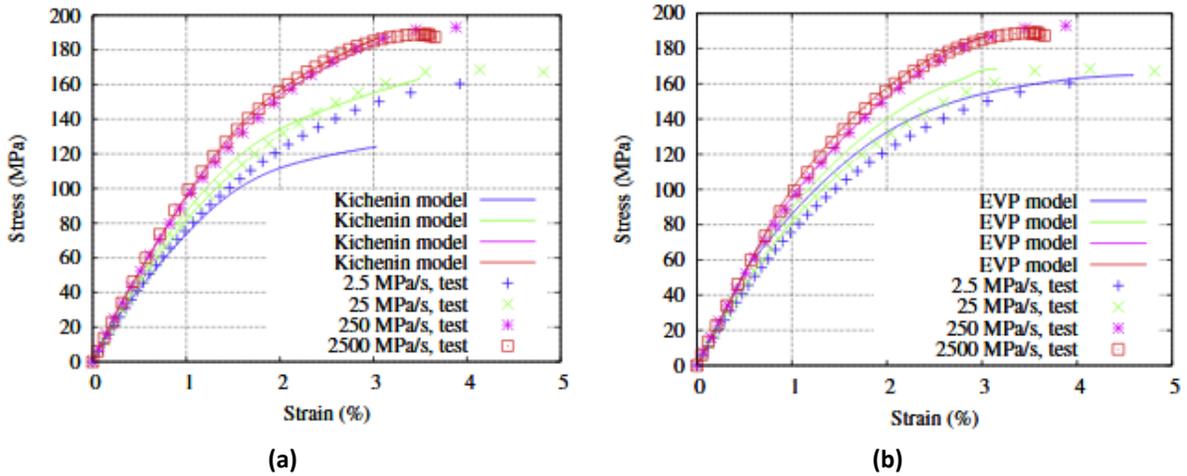


Figure 2.16 : Prédiction du comportement en traction monotone jusqu'à rupture pour différentes vitesses de déformation avec le modèle « Kichenin » ou «Two layer plasticity model » proposé par (Kichenin 1992) (a) et le modèle élasto-visco-plastique « EVP » (b)

(Launay et al. 2011) ont ajouté aux précédentes modèles un modèle de Kelvin-Voigt de second ordre. Dans le cas du modèle EVP, alors noté EVP-KV2, des difficultés à reproduire les relaxations au bout de plusieurs successions de charges-relaxations sont présentées contrairement au modèle de Launay. Par contre, la prédiction à la décharge s'éloigne de la courbe expérimentale pour les deux modèles et l'augmentation de l'évolution de la contrainte au fur et à mesure des relaxations ne croît pas.

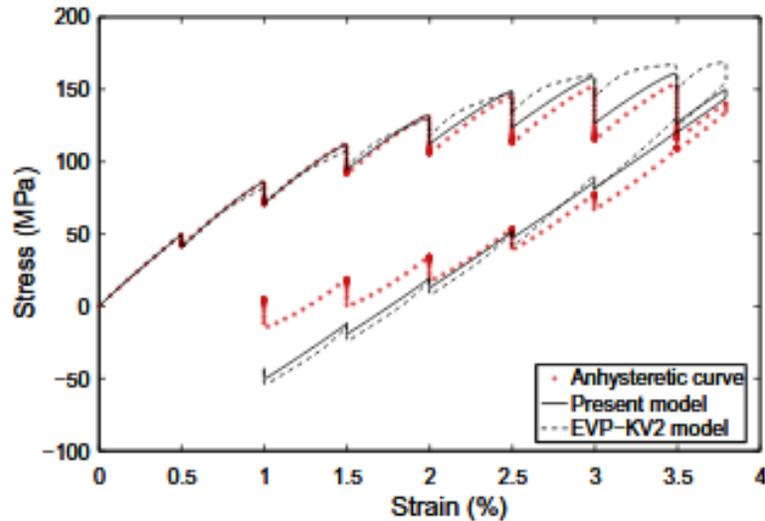


Figure 2.17 : Prédiction du comportement d'un essai de charge-décharges-relaxations prédit avec le modèle proposé par (Launay et al. 2011) et le modèle modifié EVP-KV2.

Prédiction de la thermo-dépendance

Certaines études sont dédiées à la prédiction du comportement thermo-mécanique de ces matériaux. (Zhai, Gröschel, and Drummer 2016) étudient la thermo-élasticité du comportement au travers de la diminution du module d'Young avec l'augmentation de la température. Un polypropylène renforcé de fibres de verre unidirectionnelles est considéré. Une loi de dépendance en puissance est présentée. Elle se fonde sur la température de fusion de la matrice, et l'équation proposée reproduit bien la

décroissance du module. Concernant la prédiction du comportement non-linéaire ou visqueux, (Launay, Marco, et al. 2013) propose le principe d'équivalence entre la température et le taux d'hygrométrie en considérant une fonction de la différence entre la température de l'essai et celle de la transition vitreuse du matériau. Ce principe permet de tenir compte de la dépendance au temps sur le comportement mécanique dans la gamme considérée. Les paramètres matériaux du modèle sont identifiés à différentes températures dans une gamme comprise entre -40°C et 80°C. La grande majorité des paramètres ont une thermo-dépendance linéaire monotone avec l'augmentation de la température à partir de la température ambiante. (Mortazavian and Fatemi 2017) ont corrélé le comportement en fatigue à différentes températures en intégrant un facteur correcteur avec une équation d'Arrhenius. Dans une approche plus complexe, mais seulement élasto-plastique, (Dean et al. 2016) proposent un modèle thermo-mécanique couplé fondé sur les invariants du tenseurs de déformation et sur la plasticité non associée donnant lieu à des prédictions du comportement très satisfaisantes à 23°C et 130°C. Une bonne prise en compte de l'anisotropie dans cette étude a aussi été observée mais les corrélations se limitent à des essais de traction uniaxiale.

Ainsi parmi les différents modèles mécaniques mentionnés, deux lois de comportement ont été retenues dans le cadre de cette thèse. Les raisons qui ont motivées ce choix seront évoquées par la suite pour chacune d'elles et les équations constitutives relatives à chaque loi sont données ci-dessous.

IV.3.3 Modèle élasto-visco-plastique

Une loi de comportement élasto-visco-plastique (EVP) thermo-dépendante isotrope (Perzyna 1966) initialement développée pour les matériaux métalliques et est, de façon exploratoire, utilisée pour les composites. De plus, le modèle est connu pour être intégré en standard dans le code éléments finis Abaqus (Abaqus 2014). Le principal avantage de ce modèle réside dans le fait qu'il a un nombre de paramètres réduits, en ne considérant que trois caractéristiques du comportement mécanique. Il admet un seuil d'élasticité, à partir duquel une déformation irréversible apparaît. De plus, le comportement dépend de la vitesse de déformation.

Le tenseur des déformations $\underline{\underline{\varepsilon}}$ se décompose en quatre contributions additives : une partie élastique, notée $\underline{\underline{\varepsilon}}^e$ fonction du tenseur de contrainte $\underline{\underline{\sigma}}$, une partie non élastique $\underline{\underline{\varepsilon}}^{ne}$, elle-même décomposée en une partie plastique $\underline{\underline{\varepsilon}}^p$ et une partie viscoplastique $\underline{\underline{\varepsilon}}^{vp}$. La composante thermique est également à prendre en compte. De cette manière, le tenseur de déformation peut s'écrire selon l'équation 16.

$$\underline{\underline{\varepsilon}} = \underline{\underline{\varepsilon}}^e + \underline{\underline{\varepsilon}}^p + \underline{\underline{\varepsilon}}^{vp} + \underline{\underline{\varepsilon}}^{th} \quad (16)$$

La relation linéaire entre les tenseurs des contraintes $\underline{\underline{\sigma}}$ et de la déformation élastique s'exprime avec l'équation 17:

$$\underline{\underline{\sigma}} = \underline{\underline{C}} : \underline{\underline{\varepsilon}}^e \quad (17)$$

avec $\underline{\underline{C}}$ le tenseur de rigidité. La loi de Hooke généralisée dans le cas de l'élasticité isotrope s'exprime selon l'équation 18 :

$$\underline{\underline{\sigma}} = 2\mu \underline{\underline{\varepsilon}}^e + \lambda \text{tr}(\underline{\underline{\varepsilon}}^e) \cdot \underline{\underline{I}} \quad (18)$$

L'élasticité isotrope peut être intégralement décrite à partir du module d'Young E et du coefficient de Poisson ν ou bien à l'aide des coefficients de Lamé donnés par les équations 19 et 20.

$$\mu = \frac{E}{2(1 + \nu)} \quad (19)$$

$$\lambda = \frac{E\nu}{(1 + \nu)(1 - 2\nu)} \quad (20)$$

En thermo-élasticité isotrope, le tenseur de déformation thermique dépend de la variation de température qui s'exprime dans l'équation 21 au travers du coefficient de dilatation thermique $\alpha(T)$, qui peut être dépendant de la température, de la température de référence T_{ref} , la température initiale de l'essai T_0 et la température actuelle durant l'essai T :

$$\underline{\underline{\varepsilon}}^{th} = \left(\alpha(T)(T - T_{ref}) - \alpha(T_0)(T_0 - T_{ref}) \right) \cdot \underline{\underline{I}} \quad (21)$$

En plasticité, la contrainte équivalente $\bar{\sigma}$ est fonction de la déformation plastique équivalente $\bar{\varepsilon}^p$ et de la température, comme le traduit l'équation 22.

$$f(\underline{\underline{\sigma}}) = \bar{\sigma} = g(\bar{\varepsilon}^p, T) \quad (22)$$

Le critère de plasticité isotrope, qui détermine le seuil à partir duquel le matériau se déforme de façon irréversible, est le critère de von Mises. La condition de normalité permet de définir le tenseur de déformation plastique (équation 23). La contrainte équivalente de von Mises $\bar{\sigma}$ est définie par l'équation 24, avec $\underline{\underline{\sigma}}^d$ le tenseur déviateur des contraintes.

$$\underline{\underline{\varepsilon}}^p = \frac{3}{2} \frac{\bar{\varepsilon}^p}{\bar{\sigma}} \underline{\underline{\sigma}}^d \quad (23)$$

$$\bar{\sigma} = \sqrt{\frac{3}{2} \underline{\underline{\sigma}}^d : \underline{\underline{\sigma}}^d} \quad (24)$$

Dans une approche 1D, la loi d'érouissage isotrope, ou loi de Voce, de l'équation 25 est classiquement utilisée dans le cadre des matériaux métalliques. Elle permet de décrire facilement la non-linéarité du comportement mécanique avec deux paramètres matériau à identifier.

$$\sigma_Y = \sigma_0 + Q(1 - e^{-b \cdot \varepsilon_p}) \quad (25)$$

avec Q le module d'érouissage et b l'exposant d'érouissage. Une autre contribution à la partie irréversible est due à la viscosité du matériau et prise en compte dans le formalisme de la viscoplasticité, également écrite avec le critère de von Mises. L'équation 23 permet de calculer le tenseur de déformation viscoplastique, en introduisant la vitesse de déformation viscoplastique

équivalente $\dot{\varepsilon}^{vp}$ qui dépend du temps t et de la contrainte équivalente $\bar{\sigma}$ dans une hypothèse d'écouissage par le temps (équation 26). soit de la déformation plastique équivalente et de la contrainte équivalente (équation 28) dans une hypothèse d'écouissage par la déformation, pour une température donnée.

$$\dot{\varepsilon}^{vp} = A\bar{\sigma}^n t^m \quad (26)$$

$$\dot{\varepsilon}^{vp} = (A\bar{\sigma}^n [(m+1)\varepsilon^{vp}]^m)^{\frac{1}{m+1}} \quad (27)$$

avec A, n et m les paramètres matériau. Le paramètre m est strictement négatif et supérieur à -1. En considérant $\dot{\varepsilon}_v \sim \dot{\varepsilon}_0$ avec $\varepsilon_v = \dot{\varepsilon}_0 t$, la contrainte s'exprime à l'aide de l'équation 27 (à partir de l'équation 26). Dans ce cas, le facteur $-m/n$ doit être non nul et strictement inférieur à un pour que l'allure de la courbe soit concave, et non convexe.

$$\sigma = \left(\frac{\dot{\varepsilon}_0}{A}\right)^{1/n} \left(\frac{\varepsilon_v}{\dot{\varepsilon}_0}\right)^{-m/n} \quad (28)$$

La Figure 2.18 (b) illustre la réponse en fluage à une sollicitation uniaxiale après une recharge à t_r passant de σ_1 à σ_2 dont le trajet est illustré sur la Figure 2.18 (a).

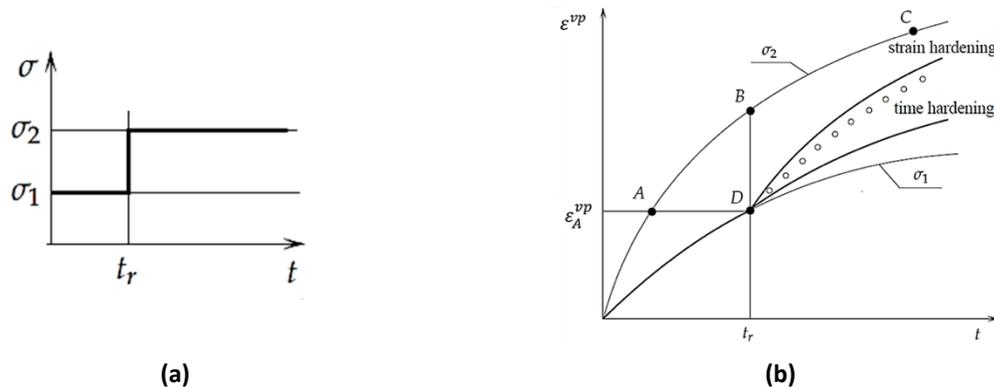


Figure 2.18 : Evolution de la contrainte en fonction du temps lors d'un essai de fluage avec variation de la contrainte (rechargement à t_r) et réponses au fluage inspirées de résultats expérimentaux pour les deux modèles (Abaqus 2014).

Dans le cas d'un écouissage par le temps (noté « time hardening » sur la Figure 2.18, la vitesse de déformation viscoplastique à $t \geq t_r$ est déterminée à partir de σ_2 au temps t_r . La courbe de fluage pour $t \geq t_r$ peut alors être obtenue par translation de la courbe BC au point D. Dans le cas d'un écouissage en déformation (noté « strain hardening » sur la Figure 2.18), la vitesse de déformation viscoplastique dépend de la contrainte et de la déformation plastique équivalente. La courbe de fluage après le saut en contrainte peut être déterminée en translatant la courbe AC, soit la courbe de fluage correspondant à la contrainte imposée σ_2 partant de la déformation accumulée au temps t_r , le long du même axe. Dans le cas d'une application 1D, à contrainte et température constantes, les deux hypothèses d'écouissage par la déformation et le temps, donnent une même description de la réponse en fluage, telle qu'exprimée par l'équation 29.

$$\bar{\varepsilon}^{vp} = \frac{A}{m+1} \bar{\sigma}^n t^{m+1} \quad (29)$$

Lors d'un essai de relaxation, la déformation totale (ici élastique et viscoplastique uniquement) est constante, donnant lieu à l'équation 30.

$$\dot{\bar{\varepsilon}}^{vp} = -\frac{\dot{\bar{\sigma}}}{E} \quad (30)$$

Ainsi, dans le cas de l'écroutissage en temps, l'intégration donne l'équation 31.

$$\bar{\sigma} = \left(\sigma_0^{1-n} + \frac{A}{m+1} E(n-1)t^{m+1} \right)^{\frac{1}{1-n}} \quad (31)$$

avec σ_0 la contrainte initiale en début de relaxation. En conclusion, ce modèle élasto-visco-plastique minimise le nombre de paramètres à renseigner à sept : $E, \sigma_0, Q, b, A, n, m$. Il est utilisé par Renault pour la prédiction du comportement mécanique du renfort de hayon lors d'un essai de validation. Les limitations du modèle résident dans la prédiction du retour à température ambiante après une période significative de fluage à haute température, puisque le comportement est modélisé par un retour purement élastique linéaire.

D'autre part, une loi de comportement élasto-visco-plastique thermo-dépendante similaire à celle intégrée dans Abaqus est introduite dans le logiciel Digimat pour la matrice. La loi d'écroutissage est donnée par l'équation 32 et considère un terme linéaire additionnel à celle de l'équation 25.

$$\sigma_Y = \sigma_0 + k \cdot \varepsilon_p + Q \cdot (1 - e^{-b \cdot \varepsilon_p}) \quad (32)$$

avec σ_0 la limite d'élasticité et k le module d'écroutissage linéaire. La loi de fluage de l'équation 33 est une loi en sinus hyperbolique généralement connue sous le nom de loi de Prandtl.

$$\dot{\bar{\varepsilon}}^{vp} = \frac{\sigma_0}{\eta} \left(\sinh \left(\frac{\bar{\sigma}}{\beta} \right) \right)^m \quad (33)$$

avec η le coefficient de fluage, β le second coefficient de fluage, m l'exposant de fluage.

IV.3.4 Modèle de Launay

Le compromis entre le nombre de paramètres et les possibilités du modèle mis en évidence au travers d'une base expérimentale extrêmement riche, a motivé le choix du second modèle qui est le modèle de Launay. Il est aussi sélectionné pour sa forte capacité à décrire le comportement mécanique dans des gammes de déformation en adéquation avec celles étudiées dans la thèse.

Les formulations 3D et 1D sont détaillées dans (Launay et al. 2011), et seule la seconde est rappelée ci-dessous sans considérer l'adoucissement cyclique. La déformation totale est partagée en plusieurs contributions : élastique, viscoélastique pour deux échelles de temps et viscoplastique. Ainsi, il dépend

de quatre variables internes ε^{vp} , ε^{v1} , ε^{v2} et α avec une déformation totale calculée à partir de l'équation 34.

$$\varepsilon = \varepsilon^e + \varepsilon^{v1} + \varepsilon^{v2} + \varepsilon^{vp} \quad (34)$$

L'évolution de la contrainte de rappel X suit une loi de type Armstrong-Frederick avec les paramètres C et γ exprimé dans les équations 35 et 36.

$$X = -\frac{2 C \alpha}{3} \quad (35)$$

$$\dot{\alpha} = -A_L \left[\sinh \left(\frac{|\sigma - \frac{3X}{2}|}{H} \right) \right]^{m_L} \left(\text{sign} \left(\sigma - \frac{3X}{2} \right) + \gamma \alpha \right) \quad (36)$$

Les contributions viscoélastiques s'expriment avec l'équation 37, avec, $i = 1,2$ pour deux échelles de temps dissociées.

$$\dot{\varepsilon}_{vi} = \frac{\sigma}{\eta_i} - \frac{E_i \varepsilon_{vi}}{\eta_i}, i = 1,2 \quad (37)$$

La contribution viscoplastique intervient par l'intermédiaire d'un écrouissage non linéaire, sans seuil de plasticité, et la dépendance à la vitesse de déformation par un sinus hyperbolique donné dans l'équation 38.

$$\dot{\varepsilon}_{vp} = A_L \left[\sinh \left(\frac{|\sigma - \frac{3X}{2}|}{H} \right) \right]^{m_L} \text{sign} \left(\sigma - \frac{3X}{2} \right) \quad (38)$$

Il y a au total dix paramètres à identifier : $E_L, C, \gamma, \eta_1, E_1, \eta_2, E_2, A_L, H, m_L$. Ce modèle de comportement permet de décrire les mécanismes non-linéaires intervenant lors du chargement cyclique de structures en thermoplastiques renforcés. Néanmoins, ce modèle a été introduit dans le cas d'une microstructure considérée isotrope transverse. Pour une autre microstructure, il est nécessaire de proposer une relation entre le tenseur d'orientation deux moyenné dans l'épaisseur et les propriétés mécaniques.

IV.4 Prise en compte de l'anisotropie

La prise en compte de l'anisotropie dans les modèles non linéaires phénoménologiques est souvent une composante nécessaire pour améliorer la description du comportement mécanique des thermoplastiques renforcés. Ainsi, une relation entre la microstructure et les propriétés mécaniques doit être considérée. Dans l'approche phénoménologique, ce lien est essentiellement réalisé avec l'introduction du tenseur d'orientation d'Advani et Tucker.

Dans le modèle de (Launay et al. 2011), l'influence de l'anisotropie est considérée uniquement sur les contributions élastique et viscoplastique. Le tenseur des rigidités est obtenu à partir d'une procédure

d'homogénéisation en deux étapes avec un schéma de Mori-Tanaka, à l'aide du logiciel Digimat. La loi d'évolution viscoplastique dépend également de l'orientation des fibres car elle est exprimée en utilisant une contrainte équivalente viscoplastique anisotrope. Concernant les propriétés viscoélastiques, elles sont supposées isotropes. Launay et al se questionnent quant à la pertinence de conserver des paramètres d'écroutissage scalaires C et γ , ou bien de les remplacer par des grandeurs tensorielles (anisotropes).

(Andriyana, Billon, and Silva 2010) proposent un modèle phénoménologique 3D tenant compte de l'anisotropie et du comportement non linéaire à la décharge. La description du comportement est dissociée entre celui de la matrice, considéré visco-élastique isotrope, et celui des fibres et de l'interface fibre-matrice, supposé élasto-plastique anisotrope. Les différentes variables internes dépendent de la fraction volumique de fibres et d'un tenseur d'orientation de référence moyenné dans l'épaisseur de la plaque considérée.

Une autre approche, micromécanique, consiste à reconstruire numériquement la microstructure. (Miled 2012) a conçu un outil numérique capable de prédire le comportement thermo-mécanique anisotrope d'un polyacrylamide renforcé à 50 % en masse de des fibres de verre. Les tenseurs de raideur et de dilatation thermique sont directement liés aux tenseurs d'orientation du modèle d'Advani et Tucker. L'approche numérique de détermination des propriétés thermo-élastiques anisotropes se fonde sur une description discrète de la microstructure par la génération automatisée d'un VER optimal. La connaissance des lois de comportements des fibres et de la matrice du VER et les sollicitations thermomécaniques numériques du VER permettent de déterminer directement les paramètres thermo-mécaniques anisotropes du matériau. (Gehring 2013) a étudié un polypropylène renforcé par des fibres courtes d'origine végétale. La double homogénéisation numérique proposée permet d'obtenir le comportement effectif d'un milieu isotrope affaibli par une famille de microfissures en tenant compte de la microstructure, de la répartition et de l'orientation des fibres, et de leurs interactions. L'évaluation des propriétés effectives de la matrice multi-fissurée est obtenue suivant un schéma de Mori-Tanaka. Les paramètres du modèle ont été identifiés à partir d'essais de traction réalisés sur la matrice. La comparaison entre les courbes expérimentales et les résultats numériques pour deux vitesses de déformation ont montré des corrélations satisfaisantes pour les déformations inférieures à 2 %.

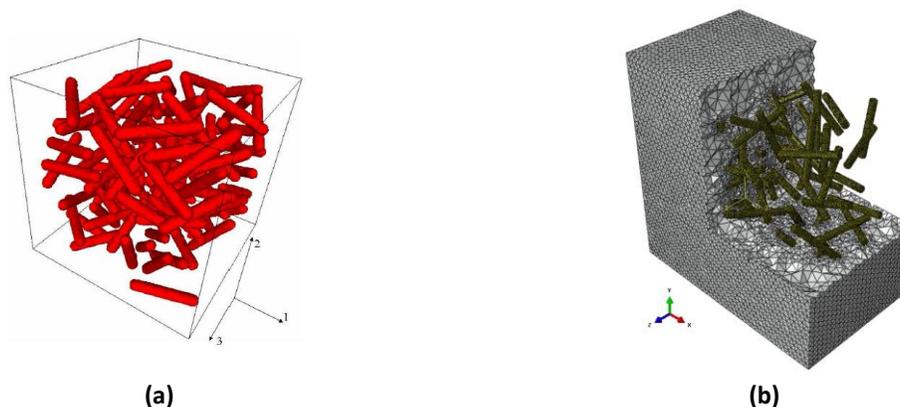


Figure 2.19 : Reconstruction de la microstructure (Miled 2012) (a) et (Gehring 2013) (b).

Une analyse de ce type fondée sur la reconstruction de la microstructure, nécessitant la modélisation des fibres, n'est pas encore envisageable dans le cas d'une pièce industrielle complexe.

IV.5 Conclusions

Les essais thermo-mécaniques ont permis d'identifier les contributions à prendre en compte dans une stratégie de modélisation pour la prédiction du comportement de matériaux composites renforcés afin d'aider au dimensionnement et d'en optimiser les performances de mise en service. Cependant, dans la majorité des cas des thermoplastiques renforcés, et dans un souci de simplification, seuls les phénomènes indispensables à la représentation du comportement ont été conservés. Deux grandes familles de modélisation sont présentées : les modèles micromécaniques et les modèles phénoménologiques. Dans le premier cas, la prédiction des propriétés élastiques anisotropes d'un matériau renforcé et du comportement non linéaire est obtenue par homogénéisation. Le comportement mécanique peut aussi être prédit en reproduisant avec exactitude une microstructure, à partir de reconstructions 3D obtenues par exemple par tomographie à rayons X, il s'agit là souvent de géométries simples et de petites dimensions. Dans un contexte industriel fort, cette approche très exigeante dans la connaissance de la microstructure peut s'avérer trop riche. Ainsi, la seconde approche est souvent favorisée dans l'industrie pour des pièces plus complexes. Un premier modèle intégré dans Abaqus a été présenté. La caractérisation nécessaire à la détermination des paramètres matériau est limitée mais ce modèle isotrope ne permet pas de tenir compte d'une éventuelle anisotropie. Les modèles développés par (Andriyana, Billon, and Silva 2010) et (Launay et al. 2011) sont de ce fait prometteurs car ils permettent de prendre en compte l'anisotropie, uniquement pour l'élasticité dans le second cas, en intégrant le tenseur d'orientation d'ordre deux moyenné dans l'épaisseur. En particulier dans le second modèle, le comportement à la décharge mais également le phénomène de fluage, ont largement été étudiés (cf. cahier des charges du renfort - *chapitre 1*), ainsi que la thermo-dépendance des paramètres.

V Conclusions

La conception des pièces en matériaux composites s'appuie aujourd'hui essentiellement sur une démarche numérique. Les caractéristiques mécaniques et morphologiques des matériaux sont requises pour aider au dimensionnement de ces pièces composites. Ainsi, une analyse de la microstructure et des résultats d'essais thermo-mécaniques sont nécessaires pour orienter le choix d'un modèle. En particulier, les essais servent à mettre en évidence les grandes contributions du comportement thermo-mécanique du matériau et à déterminer les paramètres matériaux associés.

Les composites à matrice thermoplastique sont caractérisés par un comportement macroscopique complexe et les réponses mécaniques variées sont de type viscoélastique et/ou viscoplastique et dépendent essentiellement des vitesses de déformation, de la température et des niveaux de sollicitation appliquées au matériau. D'autre part, l'orientation des fibres induite par l'injection engendre un comportement fortement anisotrope, ce qui est particulièrement le cas pour les thermoplastiques renforcés par des fibres courtes utilisés dans l'industrie. Pour mettre en avant le phénomène d'anisotropie, une attention particulière doit être portée à la position des échantillons dans une pièce injectée. De plus, il est à noter que seules des plaques injectées à épaisseur constante ou avec des variations géométriques très limitées sont considérées dans la littérature.

Pour la prédiction numérique du comportement thermo-mécanique des composites, des approches phénoménologiques et micromécaniques ont été présentées. Deux modèles phénoménologiques sont retenus. Une approche micromécanique intégrée dans Digimat. Cette approche permet de prendre en compte le tenseur d'orientation en chaque point d'intégration, pour une pièce aussi complexe que serait le hayon, en autorisant un couplage entre Moldflow, Digimat et Abaqus. Une alternative consiste à se limiter à l'utilisation d'un tenseur d'orientation moyenné dans l'épaisseur pour la prédiction de certaines propriétés comme proposé dans le modèle de Launay. Dans ce sens, le modèle d'homogénéisation de Mori-Tanaka, intégré dans Digimat, a également été présenté. Ainsi, déterminer les propriétés élastiques anisotropes du matériau du renfort à partir de ce modèle permettrait de conclure quant à la pertinence de l'utilisation d'un tenseur d'orientation moyenné dans l'épaisseur.

CHAPITRE 3 : ÉTUDE DE LA MICROSTRUCTURE ET DU COMPORTEMENT THERMO-MÉCANIQUE

I Introduction

Le matériau de l'étude est un polypropylène renforcé de fibres de verre. Une première caractérisation thermo-mécanique du PPGFL40 sur éprouvettes a été réalisée par Renault avant le début de la thèse. Des essais de traction jusqu'à la rupture ainsi que des essais de fluage en température ont été obtenus pour différentes directions de sollicitation par rapport à la direction d'injection. Les éprouvettes normalisées avaient été prélevées dans des plaques injectées. Dans un souci d'économie de matière, plusieurs éprouvettes ont été prélevées sur une même plaque mais sans être repérées avec précision. Une dispersion importante a été observée pour chaque direction de sollicitation. L'effet important de la température et de l'anisotropie a été mis en évidence. En parallèle, la microstructure du PPGFL40 a fait l'objet d'un certain nombre d'études lors du développement du premier renfort de hayon en matériaux composite et certains résultats sont rappelés dans ce chapitre.

Le comportement à la décharge n'a jamais été enregistré lors d'essais de caractérisation du matériau alors que cette étape de chargement est pourtant considérée dans des essais de validation du renfort de hayon (cf. *chapitre 1*). De plus, le comportement en température n'a été observé que pour une seule orientation alors que l'anisotropie a été clairement identifiée comme une composante clef du comportement mécanique tout comme la sensibilité à la température. Pour approfondir la connaissance du comportement thermo-mécanique du matériau, en tenant compte des manques de l'étude antérieure, une nouvelle campagne de tests a été menée à l'IRDL dans le cadre de cette thèse. En effet, une nouvelle caractérisation thermo-mécanique est nécessaire pour identifier les différentes contributions du comportement du PPGFL40 à prendre en compte dans un modèle numérique et également pour construire une base de données indispensable à l'identification de paramètres matériau de lois de comportement. Ainsi, une cinquantaine de plaques rectangulaires ont été élaborées en PPGFL40 afin de découper des éprouvettes. Ce lot de plaques a été injecté au Technocentre Renault dans des conditions industrielles. Les dimensions des plaques sont identiques pour toutes les caractérisations matière de l'entreprise. De plus, l'épaisseur est constante et similaire à celle d'un renfort de hayon.

Dans une première partie, la microstructure du matériau de la plaque est comparée à celle du matériau d'un renfort de hayon à travers un certain nombre d'analyses. Ainsi les résultats obtenus par Renault au préalable doivent permettre d'évaluer la représentativité du matériau de la plaque par rapport à la pièce industrielle. Dans une seconde partie, l'orientation des fibres dans les plaques est prédite avec le logiciel Moldflow et le plan de découpe des éprouvettes choisi s'appuie sur la prédiction des tenseurs

d'orientation de fibres moyennés dans l'épaisseur. Une analyse de la microstructure par tomographie à rayons X a été également menée et a permis de valider les prédictions numériques. La caractérisation thermo-mécanique, présentée dans la dernière partie, du matériau se restreint à trois directions de sollicitation vis-à-vis de la direction d'injection qui sont 0°, 45° et 90° afin de limiter le nombre d'essais à réaliser. De plus, le plan de découpe adopté permet de discerner l'orientation des fibres des éprouvettes selon leurs zones de prélèvement. Des essais de traction uniaxiale ont été réalisés sur des éprouvettes prélevées dans les plaques injectées pour différentes orientations et différentes directions de traction par rapport à la direction d'injection. Ils ont été menés à différentes températures, de l'ambiante à 85°C au regard du cahier des charges du renfort de hayon et à différentes vitesses de déformation. Des essais de charges-décharges interrompus par plusieurs relaxations permettent d'identifier d'autres contributions au comportement thermo-mécanique du matériau considéré telles que la viscosité et l'hystérésis.

II Description du matériau

II.1 Matériau et constituants

Le matériau composite de l'étude est un PP renforcé de fibres de verre à 40 % en masse, soit 18,61 % en volume, et nommé « PPGFL40 ». Son indice de fluidité à chaud (MFI) est de 44 g/10 min, obtenu à 230°C pour 2,16 kg. Ce composite est obtenu par dilution entre un homopolymère concentré injecté à 60 % en masse de fibre, et dilué avec une résine qui est un copolymère éthylène/propylène avec une phase d'élastomère. L'ajout d'éthylène lui confère une meilleure tenue au choc que l'homopolymère (Scodellaro 2001). De plus, le pourcentage de phase élastomère est une information « confidentielle » non connue mais il est supposé très faible (quelques pourcents) et ainsi la matrice est notée « PP ». Les plaques, de dimensions 2,75 x 179 x 240 mm³, sont injectées avec les paramètres du Tableau 3.1.

Température matière [°C]	255
Dosage [mm]	115
Diamètre vis [mm]	38
Contre pression [bar]	1
Température de régulation moule [°C]	50
Vitesse d'injection [mm/s]	30
Commutation	20 mm – 37 bar
Temps de refroidissement [s]	25

Tableau 3.1 : Paramètres d'injection du PPGFL40 (données Renault).

Les paramètres d'injection sont de type industriel et le mélange matrice/fibres s'effectue à l'aide d'un doseur pondéral. De nombreuses études ont permis d'optimiser le procédé d'injection afin de minimiser les déformations de la pièce obtenue en fin de procédé (cf. *chapitre 1*). En particulier, plusieurs comparaisons ont été menées entre des vis standards et des vis spécifiques dédiées à l'injection de matériaux renforcés de fibres. Elles ont une influence certaine sur la distribution de la longueur des fibres, sur le taux de charge et par extension sur les propriétés mécaniques du matériau. Une vis spécifique permet d'accroître légèrement la longueur des fibres mais ne permet pas de minimiser la déformée en sortie de moule. De ce fait, et pour des raisons économiques, une vis standard est utilisée, bien qu'initialement dédiée à l'injection de fibres courtes.

Trois températures représentatives du cahier des charges du hayon composite sont considérées dans ces travaux, soient : 23°C, 60°C et 85°C. Les principales propriétés de chaque constituant du PPGFL40 sont spécifiées dans le Tableau 3.2. Il est supposé que les propriétés élastiques des fibres sont inchangées dans la plage de température de l'étude.

Fibres de verre			Matrice PP				
E_f [MPa]	ν_f	ρ_f [g.cm ⁻³]	E_m [MPa]			ν_m	ρ_m [g.cm ⁻³]
			23°C	60°C	85°C		
72000	0,23	2,6	1720	792	587	0,24	0,946

Tableau 3.2 : Modules d'Young, coefficient de Poisson et densité E_i , ν_i , ρ_i avec $i=f$ ou m désignant respectivement les fibres ou la matrice à différentes températures (données Renault).

II.2 Fraction massique de fibres

Une méthode de calcination est utilisée pour vérifier la fraction massique des fibres de verre. Des échantillons de dimensions de 2,75 x 10 x 20 mm³ sont prélevés sur trois plaques nommées A, B et C. Sept échantillons repérés d'un à sept sont prélevés en cinq zones dispersées aléatoirement mais identiquement sur d'une plaque à une autre. Les échantillons sont alors répartis dans des creusets par deux ou trois et sont chauffés jusqu'à 750°C pendant 30 min, à l'IRDL, suivant la norme NF EN ISO 1172. La teneur en matière non combustible est obtenue par détermination de la différence de masse des échantillons avant et après calcination. Les fractions massiques de fibres W_f calculées pour chaque creuset et les valeurs moyennes W_f^{moy} obtenues par plaque sont indiquées dans le Tableau 3.3. L'écart relatif par rapport à la valeur théorique de 40 % est de l'ordre de 5,2 %, ce qui correspond à une moyenne de 38,4 % pour les trois plaques. D'autre part, la dispersion moyenne de la fraction massique de fibre entre les trois plaques est inférieure à 2,8 %, et celle entre les creusets pour une même plaque n'excède pas 3.5 %. Ainsi, la dispersion de la fraction massique de fibres est relativement faible d'une plaque à l'autre et d'un endroit à l'autre des plaques.

Plaque	Echantillons	W_f [%]	W_f^{moy} [%]
A	1	37,0	37,9
	2	38,4	
	3	38,3	
B	1	37,9	38,2
	2	38,4	
	3	38,4	
C	1	38,2	38,9
	2	39,5	
	3	39,1	

Tableau 3.3 : Fractions massiques de fibres mesurées sur des plaques injectées en PPGFL40.

Une analyse similaire avait été réalisée par Renault avant la thèse sur un renfort de hayon. Les fractions massiques de fibres indiquées dans le Tableau 3.4 sont obtenues dans les zones repérées sur la Figure 3.1 en jaune. Les résultats montrent une plus forte dispersion que celle observée sur les plaques avec un écart relatif de l'ordre de 15 %. La complexité de la géométrie et les variations d'épaisseur peuvent

justifier les écarts observés. De plus, contrairement aux valeurs obtenues sur plaques qui étaient toutes inférieures à 40 %, sur le renfort, certaines zones les dépassent largement atteignant jusqu'à 45,7 % pour l'une d'entre elles au-dessus de la lunette. Ce résultat s'explique probablement par l'accumulation d'amas de fibres dans certaines zones.

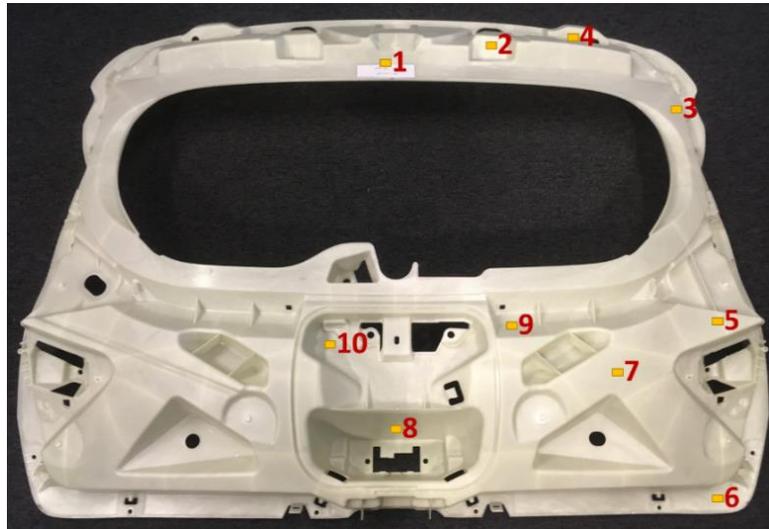


Figure 3.1 : Zones d'études de la fraction massique des fibres et de la longueur des fibres obtenues en différentes zones repéré en jaune de 1 à 10 sur un renfort de hayon en PPGFL40 de la Clio 4.

Zone d'étude	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
W_f [%]	45,7	43,3	38,5	39,1	38,6	39,2	38,7	38,4	39,1	42,6

Tableau 3.4 : Fractions massiques de fibres obtenues en différentes zones du renfort (Figure 3.1).

II.3 Longueur des fibres

La longueur initiale des fibres est de 11 mm, avec un diamètre de 17 μm . Les résultats ci-dessous portent sur l'analyse de la distribution de la longueur des fibres sur une pièce après injection. La Figure 3.2 (a) montre le résidu fibreux issu d'un échantillon prélevé sur des plaques injectées dans un creuset après calcination ayant permis de déterminer la fraction volumique de fibres. Le résidu étalé sur la Figure 3.2 (b) montre un très grand nombre de très petites fibres, de quelques millimètres, assimilables à de la « poudrette » et des agglomérats de fibres significativement plus longues, de l'ordre du centimètre.

Avant le début de la thèse, la longueur des fibres a été étudiée par Renault sur une plaque injectée par un fournisseur. Cette étude a montré qu'en optimisant le procédé d'injection du PPGFL40, pour conserver au maximum la longueur des fibres, il était possible d'atteindre 15 % des fibres de plus de 1,5 mm de longueur, augmentant ainsi de 20 % le module d'Young. Sur son premier prototype de renfort, Renault n'en obtenait que 5 %. Fort de cette constatation, un second prototype du renfort de hayon de la Clio 4 a été injecté. La longueur des fibres a été obtenue au niveau des dix zones identifiées sur la Figure 3.1. Les mesures ont été effectuées au microscope optique à partir de résidus calcinés dispersés dans une solution afin de faciliter la séparation des fibres.

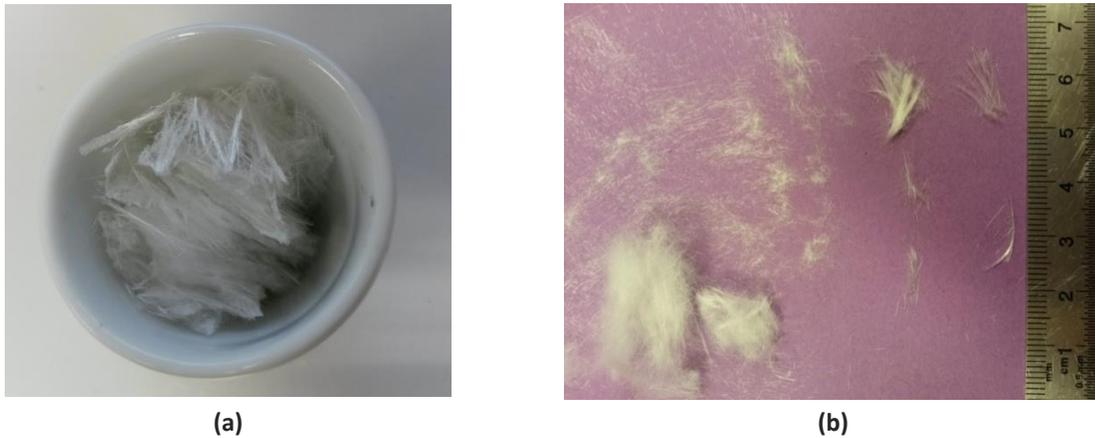


Figure 3.2 : Fibres dans un creuset de 3 cm de diamètre (a) et étalées manuellement (b) après calcination.

La longueur minimale des fibres est relativement constante avec une valeur de 0,3 mm en moyenne. La longueur maximale varie cependant plus selon la zone de mesure. La zone la plus proche d'un point d'injection présente la longueur de fibre maximale la plus faible de 3 mm seulement. Les fibres en position basse sur le hayon atteignent les plus grandes longueurs avec une valeur maximale de 11,1 mm pour la zone 6. A la mesure de cette dispersion, le matériau du renfort peut être ainsi qualifié de matériau « semi-long ». Enfin, la longueur moyenne des fibres sur ces échantillons est de 1,5 mm et d'une valeur médiane d'environ 0,8 mm. La tendance reste similaire selon la position des échantillons avec une forte concentration de fibres de très petite longueur.

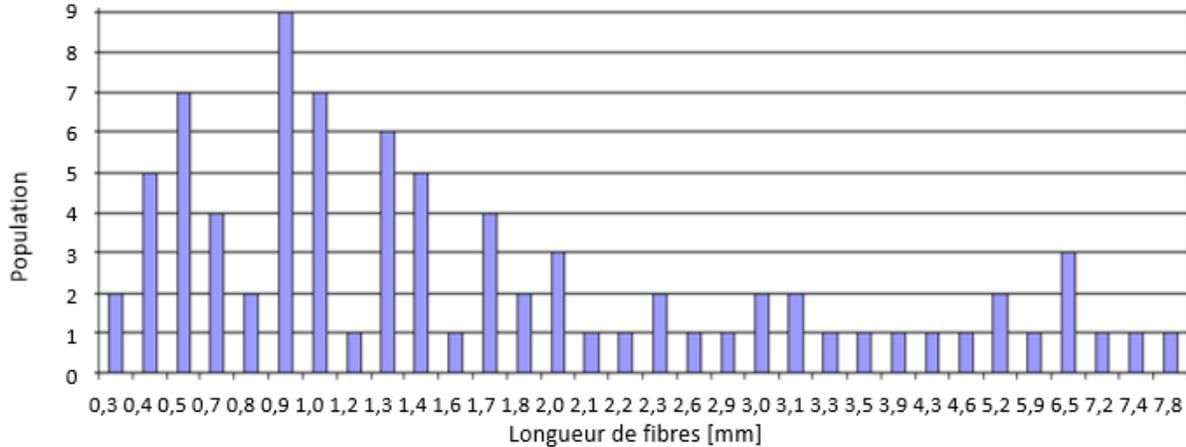


Figure 3.3 : Histogramme de la longueur des fibres de la zone n°7 (Figure 3.1) prélevées sur un renfort de hayon (données Renault).

Les résultats principaux sont indiqués dans le Tableau 3.5. La longueur moyenne est de 1,5 mm pour une population majoritaire de 0,8 mm avec une certaine disparité selon les dix zones de prélèvement sur la pièce industrielle. Le comptage visuel est sensiblement plus favorable aux fibres longues, pourtant les moins nombreuses.

Zones	Moyenne [mm]	Intervalle majoritaire	Longueur minimale [mm]	Longueur maximale [mm]
1	1,1	[0,5 – 1]	0,3	4,7
2	1,3	[0,4 – 1,3]	0,4	5,2
3	0,9	[0,4 – 1]	0,3	3,0
4	1,5	[0,5 – 1]	0,3	7,2
5	1,9	[0,4 – 1,6]	0,3	9,1
6	1,9	[0,7 – 0,9]	0,1	11,1
7	2,0	[0,4 – 1,4]	0,3	7,8
8	1,6	[0,5 – 1,0]	0,3	7,2
9	1,0	[0,5 – 0,9]	0,3	8,8
10	1,1	[0,4 – 0,8]	0,3	7,8

Tableau 3.5 : Distribution de la longueur des fibres sur dix zones (Figure 3.1) prélevées sur un renfort de hayon.

II.4 Calorimétrie à balayage différentielle

Une analyse de calorimétrie à balayage différentielle (Differential Scanning Calorimetry - DSC) est souvent utilisée pour évaluer la stabilité thermique d'un matériau polymère ou pour des matériaux composites peu renforcés. En effet, les échantillons prélevés étant de l'ordre de la dizaine de milligrammes, un amas de fibres pourrait fausser la mesure. Une analyse DSC consiste en l'étude des transitions thermiques survenant lorsqu'un polymère est soumis à une variation de température. L'analyse se base sur l'étude des échanges thermiques entre un récipient contenant l'échantillon et un autre témoin rempli d'un gaz inerte.

Une analyse DSC a été réalisée au Technocentre Renault sur un échantillon de 13,9 mg prélevé dans une plaque injectée. Deux chauffages successifs de 25°C à 220°C avec une rampe de 10 °C/min sont imposés. Le taux de cristallinité du PPGFL40 est calculé à partir de l'équation 39 (Wang et al. 2013; Wang et al. 2012) en considérant l'enthalpie de cristallisation $\Delta H_{c,PP}$, dont la valeur est relevée sur la Figure 3.4, la fraction massique de fibres $W_f = 40\%$ et l'enthalpie théorique d'un PP 100 % cristallin, noté $H_{100\%,PP}$, d'une valeur de 149 J.g⁻¹ (Bahlouli et al. 2012). Les produits commerciaux ont un taux de cristallinité variant de 50 à 70 % qui dépend du taux d'isotacticité et des conditions de transformation. Lors de la première étape, une valeur de 55,6 % est obtenue. L'ordre de grandeur obtenu est similaire aux valeurs connues pour les PP isostatiques non chargés couramment utilisés dans l'industrie, de 50 % à 70 % selon le taux d'isotacticité et les conditions de transformation (Vite 2009; Duval 2004), en considérant que l'ajout de fibres à une matrice PP a tendance à décroître le taux de cristallinité du composite (Ota, Amico, and Satyanarayana 2005).

$$\chi^c = \frac{\Delta H_{c,PP}}{H_{100\%,PP} * (1 - W_f)} \quad (39)$$

D'autre part, cette première valeur rend compte de l'histoire thermique du matériau induite durant le refroidissement lors de sa mise en forme. Comme une valeur supérieure de 59,58 % est obtenue lors de la seconde étape, cela signifie que le taux maximal de cristallinité du matériau ne peut être atteint pour la vitesse de refroidissement, trop rapide, qui a été imposée et qui est d'environ 300 °C.min⁻¹ pour

les plaques et les renforts de hayon. L'augmentation est due à la relaxation de contraintes résiduelles. En effet, du fait d'une vitesse de refroidissement trop rapide, ou d'un différentiel de vitesse de refroidissement entre le cœur et la peau du matériau par exemple, des contraintes internes apparaissent (Giroud 2001).

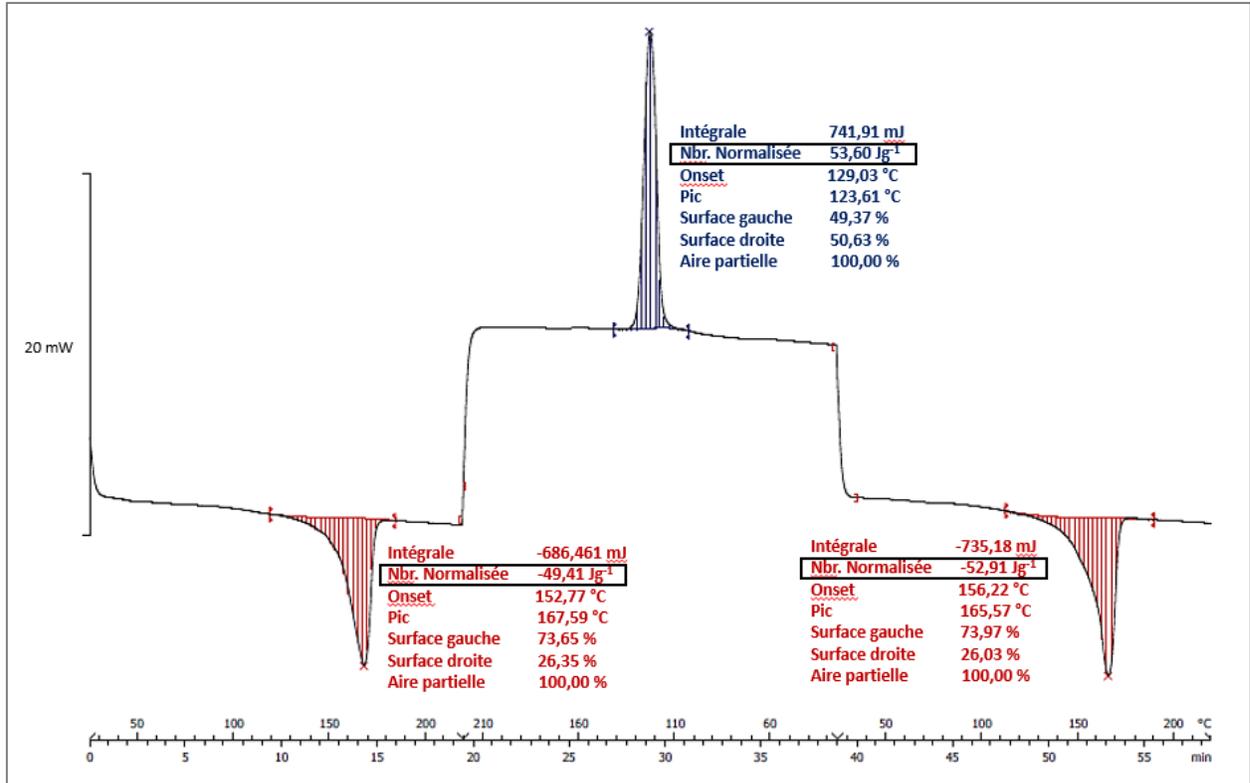


Figure 3.4 : Flux de chaleur en fonction de la température et du temps lors d'une analyse DSC réalisée sur un échantillon prélevé sur une plaque injectée.

II.5 Analyse thermo-mécanique dynamique

L'analyse mécanique dynamique (Dynamic Mechanical Analysis – DMA) est une technique souvent utilisée pour étudier le comportement visco-élastique en petites déformations d'un polymère, ou d'un composite à matrice organique. Elle consiste à appliquer une force périodique sinusoïdale de faible amplitude sur un échantillon sous un certain mode de sollicitation. Une déformation de même fréquence est alors générée avec un déphasage d'un angle δ . L'analyse donne accès aux propriétés visco-élastiques en fonction de la température et/ou de la fréquence de sollicitation. Le mode de torsion est préconisé dans le cas de matériau solide à moyens ou faibles modules et de matériaux mous (ASTM D 7028). Les mesures du couple et du déphasage de la réponse de l'échantillon permettent de calculer les grandeurs physiques mettant en évidence les températures de transitions caractéristiques des matériaux polymères, telle que la température de transition de la phase amorphe. Le module complexe G^* (équation 40) dépend de G' le module de conservation et G'' le module de perte en cisaillement. Leur rapport donne accès au facteur de perte $\tan\delta$ (équation 41).

$$G^* = G' + iG'' \quad (40)$$

$$\tan \delta = \frac{G''}{G'} \quad (41)$$

Les analyses sont réalisées avec un visco-analyseur ARES G2 - TA Instruments au Technocentre Renault selon la norme ISO-6721. Des échantillons de dimensions 58 x 10 mm² sont prélevés dans des plaques injectées à différents endroits et à différentes directions 0° et 90° vis-à-vis de la direction d'injection mais également sur un renfort de hayon comme indiqué sur les Figure 3.5 (a) et (b). L'épaisseur est de 2,75 mm et 2,5 mm respectivement pour la plaque et le renfort. Une sollicitation sinusoïdale est appliquée en torsion sur l'échantillon pincé entre deux mors distants de 40 mm. L'analyse est réalisée à une fréquence de 1 Hz et une déformation de 0,15 %. Un balayage en température de -70 °C à 150 °C avec une rampe de 2 °C.min⁻¹ est appliqué.

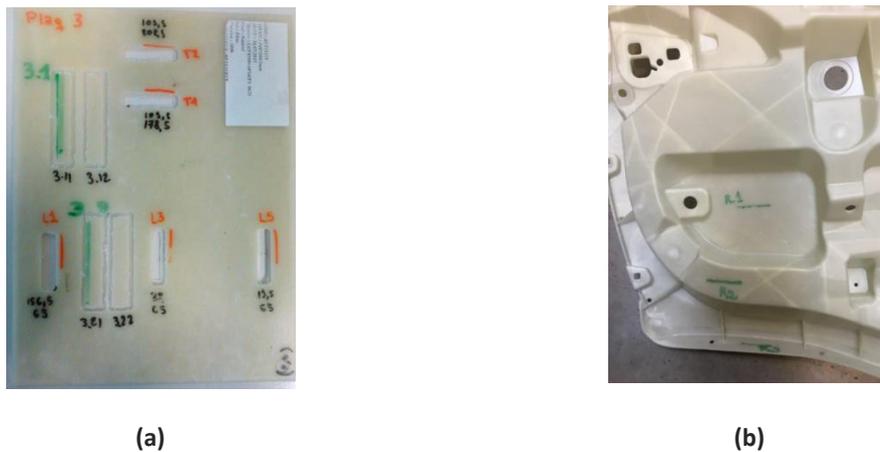


Figure 3.5 : Zones de prélèvement des échantillons sur plaque (a) et renfort (b) à côté des traits en couleur.

La Figure 3.6 montre l'évolution du module de conservation G' et du facteur de perte $\tan \delta$ en fonction de la température pour deux échantillons en PPGFL40 prélevés sur une plaque et pour deux échantillons prélevés sur un renfort de hayon du Scénic 4. La dispersion des résultats sur le renfort est plus élevée que celle obtenue pour la plaque. À titre de comparaison, l'évolution des modules pour le PP non chargé est ajoutée sur la Figure 3.6. Bien que la dispersion observée soit plus importante dans le cas du composite, elle est satisfaisante pour le PPGFL40 et la matrice. $\tan \delta$ est au-dessus de celle de la plaque à partir de cette valeur mais n'excède pas 20 % d'écart. Quand la température augmente, le module de stockage diminue continuellement alors que le facteur de perte augmente. De plus, trois pics sont clairement identifiables pour chaque échantillon. Le premier pic intervient aux abords de -55°C. Il est la signature d'une phase de « type élastomère », caractéristique des grades polypropylènes « modifiés choc » et imputé à l'ajout d'éthylène (Scodellaro 2001; Poncot 2009). Le second correspond à la transition vitreuse qui a lieu vers 0°C. Le troisième pic, aux environs de 90°C, correspond au début de la fusion. L'incorporation des fibres réduit la hauteur du pic $\tan \delta$ (Gehring 2013) en restreignant la mobilité des macromolécules (Rezaei, Yunus, and Ibrahim 2009). De plus, l'ajout d'éthylène a tendance à diminuer T_g . Effectivement, il est constaté que les deux derniers pics associés à des transitions de phases interviennent à des températures légèrement inférieures à celles observées sur le PP, 10°C et 80°C respectivement, et similaires à celles observées par (Ashori, Menbari, and Bahrami 2016). La gamme d'utilisation en température du hayon en PPGFL40 imposée par le cahier des charges est comprise entre 23°C et 85°C. Le matériau est alors limité à un même état de relaxation.

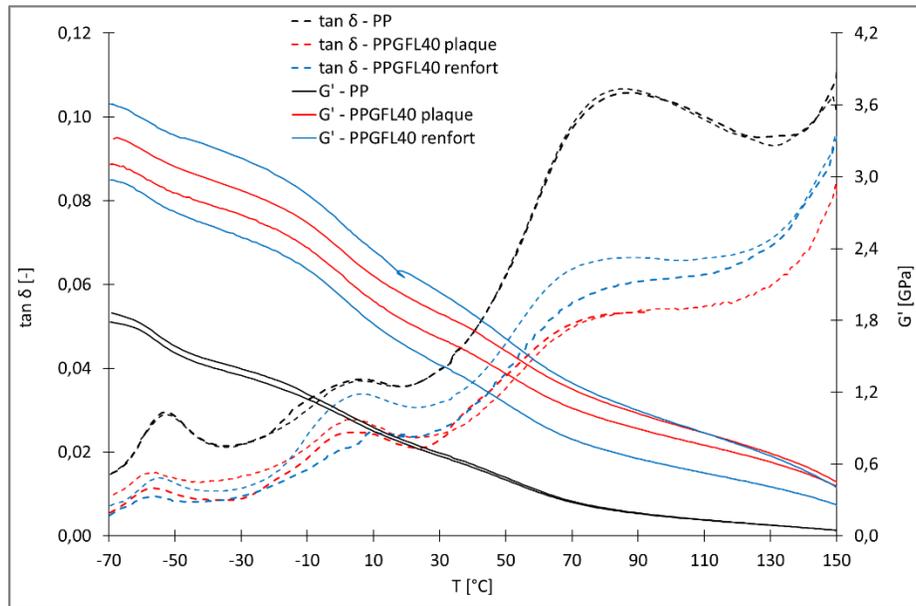


Figure 3.6 : G' et $\tan \delta$ obtenus par analyse DMA à 1 Hz entre -70°C et 150°C sur une plaque en PP, une plaque en PPGFL40 et sur un renfort de hayon en PPGFL40.

II.6 Coefficient de dilatation thermique

Le coefficient de dilatation thermique α du PPGFL40 a été mesuré sur des échantillons de $5 \times 3 \times 2,8 \text{ mm}^3$ prélevés sur des plaques injectées. Les essais sont conduits sur des échantillons prélevés longitudinalement et transversalement à la direction d'injection. Les essais sont réalisés à l'aide de l'analyseur TMA/SDTA 841 de METTLER au Technocentre Renault. La variation de longueur Δl est enregistrée en fonction de la température T , à partir d'un état de référence à $T_0 = 23^{\circ}\text{C}$, pour une longueur l_0 . Le coefficient de dilatation thermique est déterminé à partir de l'équation.

$$\Delta l = \alpha \cdot l_0 \cdot \Delta T \quad (42)$$

Les variations dimensionnelles ont été mesurées pour trois chargements thermiques et permettent de déterminer trois valeurs de α (Figure 3.7). Une première montée en température de 23°C à 85°C est considérée donnant lieu à α_1 , à l'issue d'un refroidissement de 85°C à 23°C donnant α_2 puis à partir d'une seconde montée en température allant jusqu'à 85°C et aboutissant à α_3 . Les valeurs obtenues sont données dans le Tableau 3.6.

Une grande quantité étant orientée dans le sens de l'injection, les valeurs obtenues sont moins élevées pour les échantillons prélevés dans cette direction. Une évolution très importante des coefficients est obtenue pour les trois valeurs dans les deux directions de prélèvement. Un facteur deux est observé entre les valeurs moyennes obtenues pour α_3 selon chaque direction. De plus, la dispersion est très importante dans le sens de prélèvement transversal avec une valeur maximale de 148 % calculée à partir de la valeur minimale alors qu'il est de 30 % dans la seconde direction. Le coefficient de dilatation thermique utilisé dans les approches numériques correspond à celui obtenu lors du second chauffage, le premier chauffage permettant de relaxer les contraintes internes. Une valeur moyenne est calculée entre les deux directions.

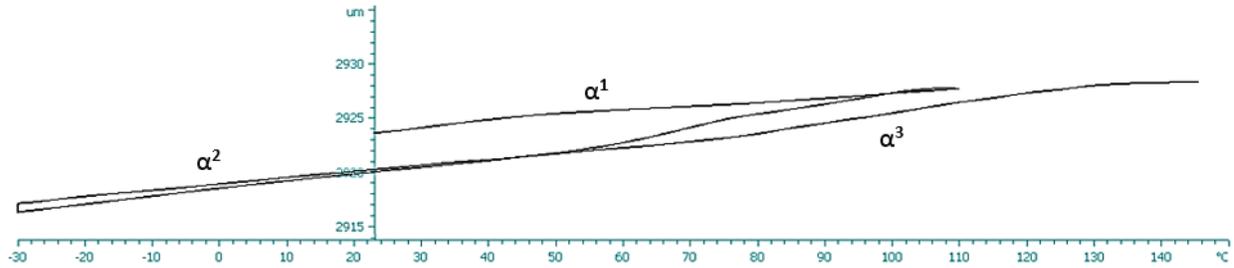


Figure 3.7 : Trajet thermique imposé à l'échantillon pour déterminer α_1 , α_2 et α_3 entre -30°C et 150°C et variations dimensionnelles d'un l'échantillon.

Direction de prélèvement	N° d'échantillon	α_1 [$10^{-5} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$]	α_2 [$10^{-5} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$]	α_3 [$10^{-5} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$]
Direction transversale	1	1,7	3,4	2,3
	2	3,4	6,7	4,5
	3	2,2	7,8	5,6
	Moyenne	2,4	6,0	4,1
Direction longitudinale	1	1,1	3,3	2,2
	2	1,1	3,3	1,7
	3	1,7	3,9	2,2
	Moyenne	1,3	3,5	2,0

Tableau 3.6 : Mesures du coefficient de dilatation thermique sur des échantillons prélevés longitudinalement et transversalement à la direction d'injection.

II.7 Tomographie à rayons X

La tomographie à rayons X est une méthode non-destructive communément utilisée pour observer la microstructure des composites et plus particulièrement l'orientation des fibres (Albrecht et al. 2017; Dean et al. 2016). Le principe de la méthode est présenté dans le *chapitre 2*. Une série de premières analyses de tomographie à rayons X ont été réalisées au Technocentre Renault. Les acquisitions par micro-foyer se composent de projections sur 360° permettant de remonter à une représentation du composite en trois dimensions. Des échantillons issus de deux plaques injectées ont permis d'observer visuellement l'orientation des fibres. En particulier la structure cœur-peau du composite et la variation de l'orientation dans le plan d'injection selon la position sur les plaques a été mise en évidence. De plus, cette première étude a surtout permis de s'assurer des tendances observées d'une plaque à une autre.

Cependant, la résolution des images obtenues n'étant pas été suffisamment fine pour une exploitation plus approfondie des données, une seconde série d'analyses a finalement été sous-traitée à Novitom (Novitom 2017). Cette étude a permis de réduire la taille du voxel de 8 à $2,25 \mu\text{m}$ par rapport à l'étude précédente. Les échantillons sont issus d'une même plaque et ont été découpés par jet d'eau pour éviter un arrachement potentiel d'amas de fibres. Plusieurs scans 2D sont obtenus avec les valeurs spécifiques données dans le Tableau 3.7 et les images 3D sont reconstruites à partir d'un algorithme dédié. Les acquisitions et les analyses d'images sont opérées par l'entreprise Novitom.

Source rayons-X	Energie [keV]	Nombre de projection	Temps de pause [s]	Taille du voxel [μm^3]	Volume analyse [mm^3]
ESRF, BM05	90	4500	0,12	2,25 x 2,25 x 2,25	3,0 x 8,8 x 19,3

Tableau 3.7 : Paramètres de la micro-tomographie à rayons X opérée par (Novitom 2017).

A partir d'une reconstruction 3D des échantillons (Figure 3.8), la microstructure est observée localement sur des coupes 2D prises perpendiculairement à l'épaisseur à des niveaux équivalents pour tous les échantillons.

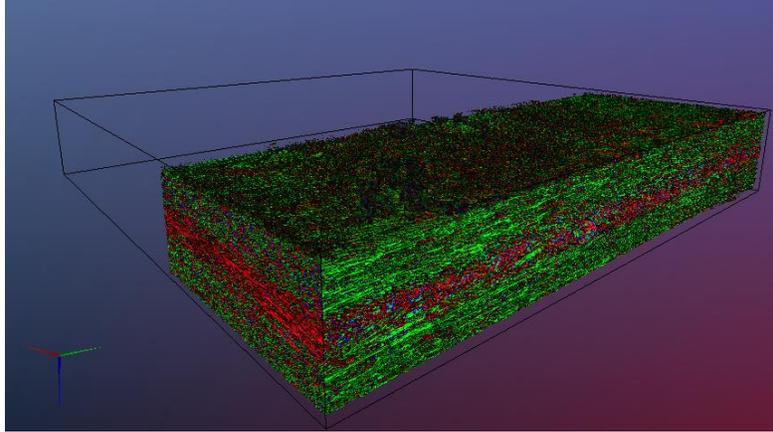


Figure 3.8 : Reconstruction 3D d'un échantillon prélevé en centre de plaque et analysé par tomographie à rayons X et coloration des fibres selon leurs orientations vis-à-vis de la direction d'injection.

Sur les figures suivantes (Figure 3.9 à Figure 3.13), les fibres sont en blanc, la matrice en gris et les porosités éventuelles en noir. Les flèches indiquent la direction d'injection. Sur les coupes 2D à travers l'épaisseur est reconnaissable la structure cœur-peau du matériau (Figure 3.9 (a) et (b)). L'épaisseur de la couche centrale varie sur une même coupe (Figure 3.9), d'un échantillon à un autre, et également sur un même échantillon (Figure 3.10 (a) et (b)). De nombreux amas sont également observés et plus particulièrement dans ceux prélevés au centre de la plaque ou aux abords du seuil d'injection. Très peu de porosités, généralement localisées au milieu de l'épaisseur, sont observées sur les différents échantillons considérés.

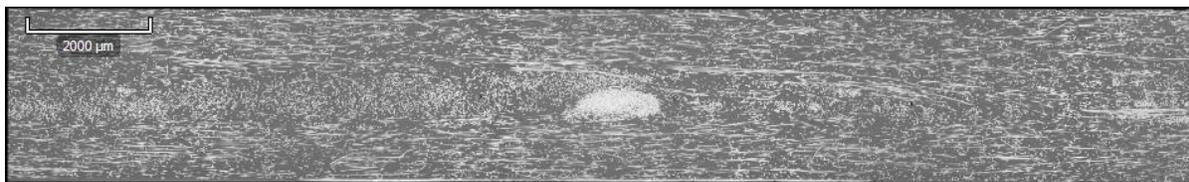


Figure 3.9 : Coupe 2D dans l'épaisseur au milieu d'un échantillon prélevé à 10 mm du rebord d'une plaque. La direction d'injection est parallèle à la découpe.

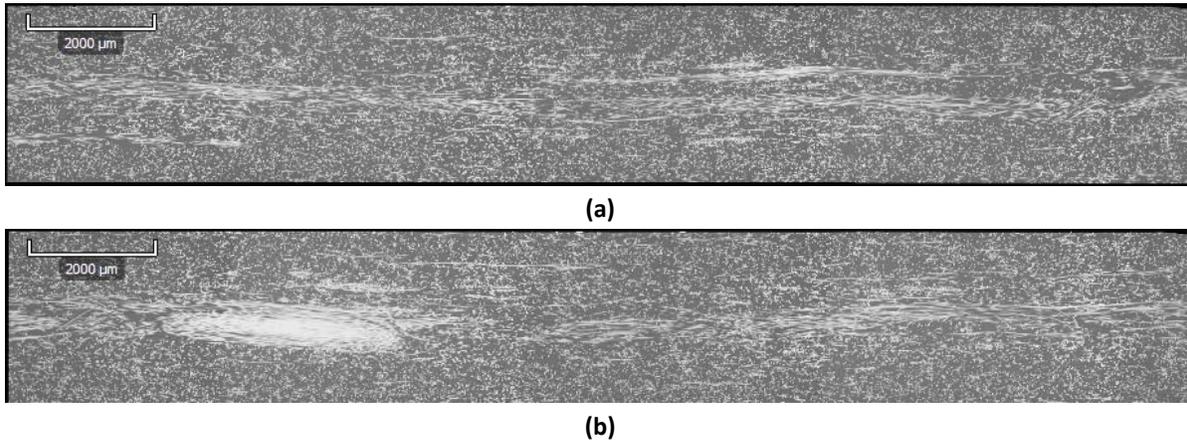


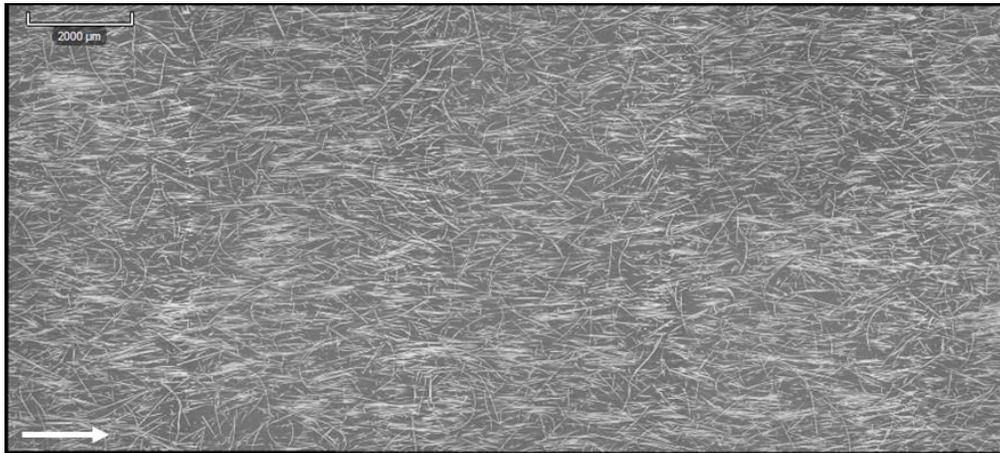
Figure 3.10 : Coupe 2D dans l'épaisseur à l'extrémité gauche (a) et droite (b) d'un échantillon prélevé transversalement à 40 mm du seuil d'injection d'une plaque. La direction d'injection est perpendiculaire à la coupe.

Les Figure 3.11 (a) et (b) montrent des coupes 2D parallèles au sens de l'écoulement. A travers l'épaisseur les fibres peuvent être parfaitement orientées dans la direction d'injection (Figure 3.11 (a)) mais aussi très aléatoirement (Figure 3.11 (b)). Dans cette seconde image, il est observé une forte dispersion de la longueur des fibres et que les plus longues d'entre elles sont majoritairement courbées.

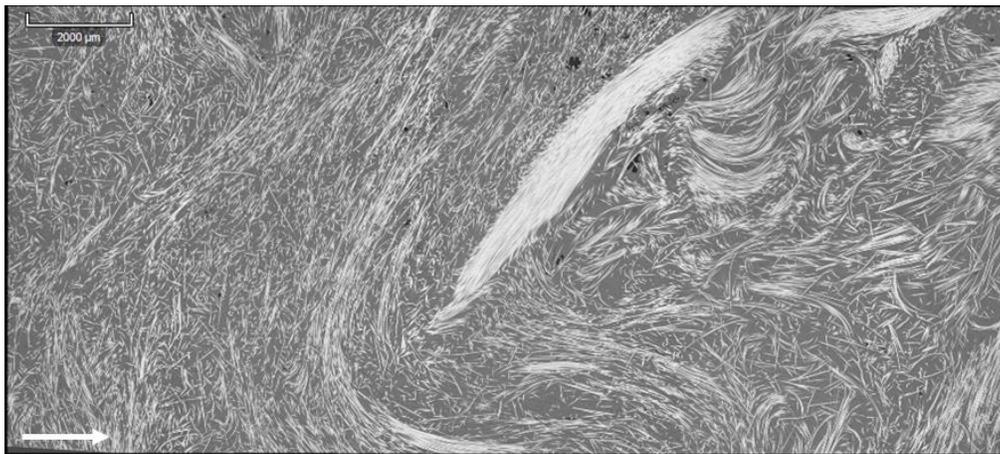
Les Figure 3.12 et Figure 3.13 arborent une orientation fortement aléatoire. Le premier échantillon est prélevé en centre de plaque et le second proche du seuil d'injection. Une forte distribution de l'orientation des fibres est donc observée dans le plan d'injection.

Les fractions volumiques de fibres de verre des cinq échantillons varient de 14 % à 18 % ce qui peut être considéré comme acceptable à la vue des nombreux amas observés. Ces valeurs peuvent être comparées entres elles mais ne peuvent pas être considérées comme des mesures absolues de la quantité de fibres de verre au sein des échantillons. En effet, lors de la segmentation de la phase fibre de verre au sein des volumes, des effets de volume partiel liés à la résolution des images ont une influence sur la position de la surface extérieure des fibres et donc sur les fractions volumiques calculées.

De plus, il semble que la fraction volumique de fibres et la dispersion de la longueur des fibres évolue dans l'épaisseur. Ces valeurs ont finalement été obtenues expérimentalement mais très tardivement et ne sont donc pas intégrées dans le manuscrit.



(a)



(b)

Figure 3.11 : Image de micro-tomographie à rayons X de la couche supérieure (a) au milieu de l'épaisseur (b) d'un échantillon. Coupe 2D de la couche supérieure d'un échantillon prélevé en bordure de plaque.

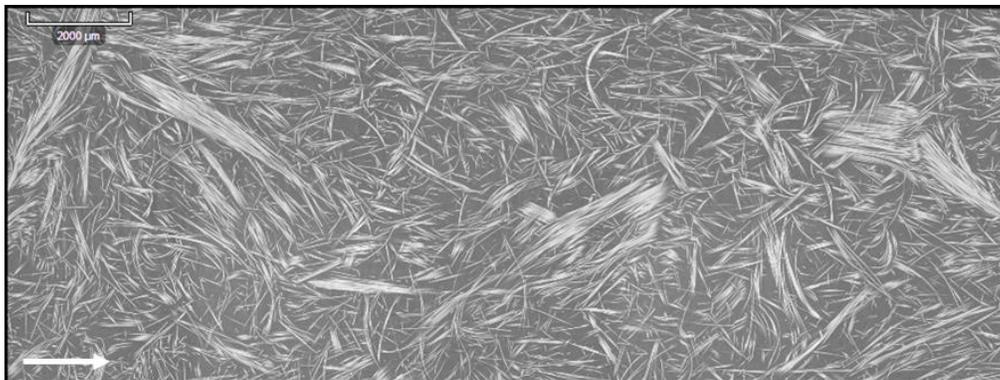


Figure 3.12 : Images de micro-tomographie à rayons X sur la surface supérieure. Coupe 2D de la couche supérieure d'un échantillon prélevé en centre de plaque.

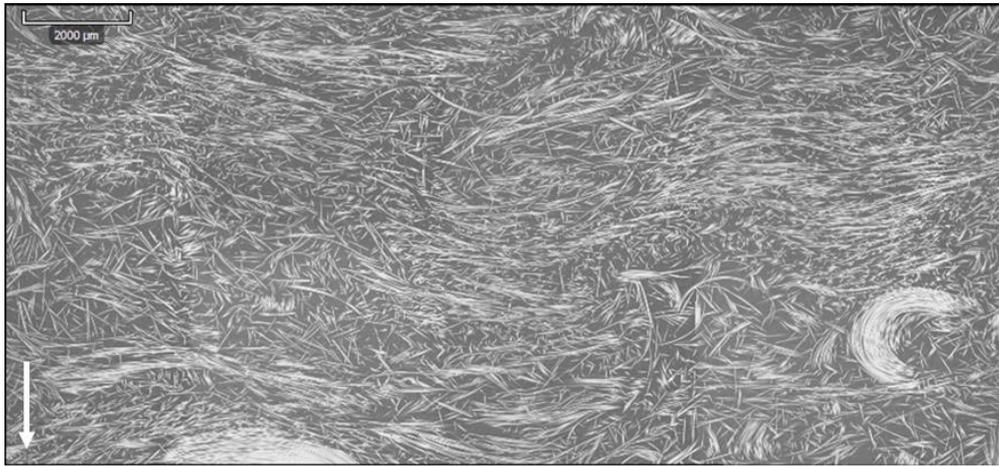


Figure 3.13 : Image de micro-tomographie à rayons X sur la surface supérieure. Coupe 2D de la couche supérieure d'un échantillon prélevé transversalement à la direction d'injection en haut de la plaque, proche du point d'injection. De nombreux amas sont observés.

Cette première approche visuelle a permis d'observer l'hétérogénéité du matériau et la variation de l'orientation des fibres au travers de l'épaisseur mais également dans le plan d'injection. En particulier, la dispersion de l'orientation est très forte à la fois à travers l'épaisseur au sein de tous les échantillons mais aussi dans le plan d'injection. Quelques pores et de nombreux amas de fibres ont aussi été identifiés, essentiellement au niveau du cœur des plaques. De plus, la distribution de la longueur des fibres semble importante bien que non quantifiée et en accord avec les tendances déjà évoquées. Ces résultats ont été observés pour différentes plaques injectées bien que les résultats d'une seule aient été présentés.

III Plan de découpe des éprouvettes de traction

Dans l'optique de caractériser le comportement du PPGFL40, des éprouvettes doivent être découpées dans les plaques injectées. À la vue des premiers résultats de tomographie à rayons X, il est judicieux d'étudier l'orientation des fibres sur l'ensemble de la plaque.

III.1 Imagerie Terahertz

La technique de l'imagerie Terahertz (2D) se fonde sur la réflexion et la transmission des ondes à hautes fréquences (Triki et al. 2016). Plus précisément, l'imagerie Téraherz s'étend dans une plage de fréquences comprises entre 100 GHz et 30 THz environ, soit dans le spectre électromagnétique entre l'infrarouge et les micro-ondes. Les rayonnements téraherz ont un fort pouvoir pénétrant qui permet de mettre en évidence des contrastes liés aux différences d'intensité du rayonnement absorbé (ou réfléchi) à travers (ou par) le matériau analysé. Afin de couvrir facilement l'intégralité de la plaque, une plaque en PPGFL40 est observée en imagerie polarimétrique Terahertz en transmission par l'entreprise (Terahertz Waves Technologies 2017). L'anisotropie du matériau induite par l'orientation des fibres affecte l'état de polarisation de l'onde téraherz. En traversant le matériau chargé en fibres, l'onde sera décomposée en deux ondes distinctes par leur intensité et leur direction. En polarimétrie Thz, les résultats sont présentés sur la Figure 3.14 sous la forme d'une cartographie en intensité d'anisotropie et d'orientation de l'anisotropie. L'intensité d'anisotropie est assimilée au taux d'alignement des fibres

et l'orientation de l'anisotropie préférentielle. L'échelle est arbitraire, néanmoins, une valeur proche de 1, correspondant aux zones en rouge, représente une concentration d'orientation des fibres fortement marquée dans une même direction, essentiellement en bordure de plaque, en opposition avec la partie centrale où des signatures évoquent des orientations aléatoires. Des similitudes sont observées entre les images Terahertz et celles issues de coupes en tomographie à rayons X pour les zones communes.

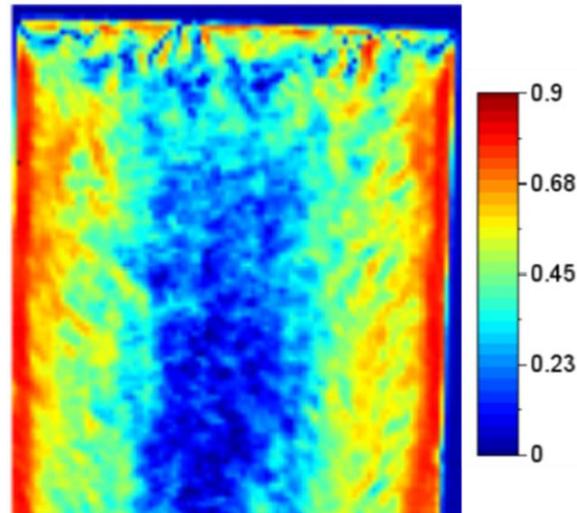


Figure 3.14 : Intensité de l'orientation des fibres obtenue par analyse Terahertz sur une plaque en PPGFL40.

L'orientation des fibres après injection est une information locale indispensable à la connaissance de la microstructure d'une pièce injectée de fibres. Les méthodes expérimentales dont la tomographie à rayons X ne pouvant être utilisées sur une pièce industrielle dont les dimensions sont du même ordre de grandeur que celles d'un hayon, la prédiction numérique s'avère être un outil pertinent pour prédire et connaître numériquement l'orientation des fibres dans l'industrie.

III.2 Prédiction numérique de l'orientation des fibres.

Dans ce manuscrit, le plan d'injection désigne le plan (x, y) avec y la direction d'injection et x la direction perpendiculaire au premier. L'orientation des fibres est prédite numériquement avec le logiciel commercial Moldflow. Le procédé d'injection est simulé pour une nappe d'injection située sur l'un des plus petits côtés de la plaque. La plaque est maillée en 2D à l'aide de 12470 éléments triangulaires de $146,25 \text{ cm}^3$. Le circuit de refroidissement est modélisé par deux circuits (Figure 3.15), à l'aide d'un élément 1D de 12 mm de diamètre. L'épaisseur du seuil d'injection mesure 1,5 mm de largeur. Les conditions initiales d'orientation des fibres doivent être spécifiées pour le seuil d'injection dont la largeur fait 5 mm. Les fibres sont alignées au niveau de la peau mais considérées aléatoirement orientées à cœur. Le mode de fermeture qui permet d'approximer le tenseur d'orientation d'ordre quatre (Advani and Tucker III 1990) est orthotrope. Le facteur de forme a peu d'influence au-delà d'une valeur 20. Dans cette étude, il est fixé à une valeur de 47 qui correspond au rapport L/D avec L la longueur médiane des fibres mesurée expérimentalement sur pièce et D le diamètre théorique des fibres (cf. *chapitre 3*). Moldflow calcule les composantes du tenseur d'orientation $\underline{\underline{a}}$ dans le repère lié à l'injection, avec \vec{y} la direction de l'injection et \vec{z} la direction normale à la plaque. Seule la composante

a_{yy} est considérée ci-dessous et le tenseur correspondant est moyenné dans l'épaisseur pour limiter l'étude à une variation dans le plan de l'orientation des fibres. La Figure 3.16 donne la prédiction de l'orientation des fibres obtenue en fin de remplissage à 42,17 s. La composante a_{yy} , est obtenue pour le modèle amélioré du modèle de Folgar-Tucker introduit dans le *chapitre 2*. Les coefficients C_I et D_z du modèle sont auto-calculés par le logiciel et leurs valeurs sont respectivement 2.10^{-4} et 1.10^{-7} . Des zones avec des orientations de fibres marquées sont mises en évidence sur la Figure 3.16. Ainsi, les zones de couleur rouge correspondent à une forte probabilité d'alignement des fibres dans le sens de l'écoulement, de même que les zones en bleu sont des zones où l'orientation est non pas isotrope mais plus aléatoire. Cette tendance est reconnaissable pour d'autres épaisseurs de plaque (Serrano 2015). L'échelle adoptée permet de bien mettre en évidence la dispersion dans le plan d'injection au niveau de l'orientations de fibres et peut aider à définir un plan de découpe pertinent qui couvrirait la majorité de la gamme d'orientations existante dans la plaque.

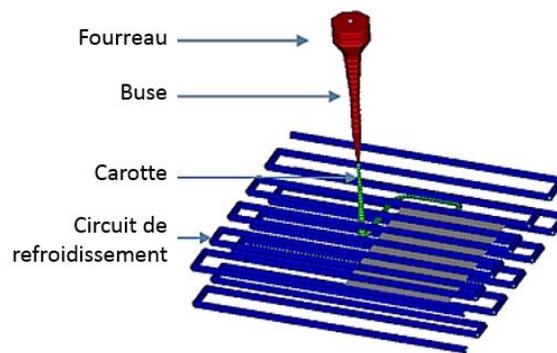


Figure 3.15 : Modélisation de la plaque de 179 mm de large et de 257 mm de long.

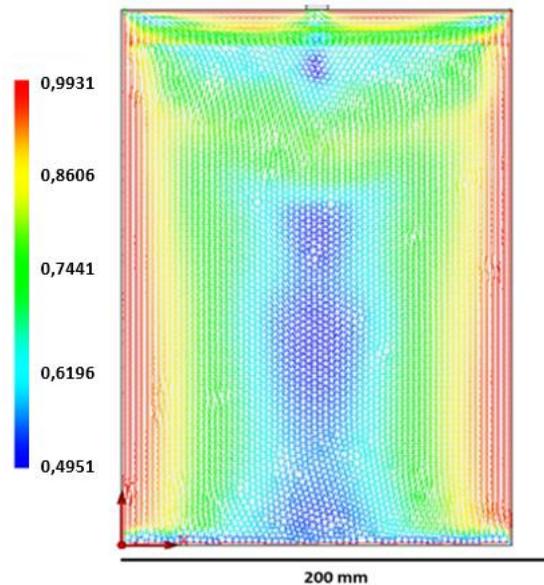


Figure 3.16 : Composantes a_{yy} du tenseur d'orientation moyenné dans l'épaisseur obtenu par Moldflow. La nappe d'injection est située en haut de la plaque.

A la vue des résultats de la prédiction numérique du tenseur d'orientation moyenné dans l'épaisseur, un plan de découpe est proposé. La position des éprouvettes est ajoutée à la prédiction numérique sur

les Figure 3.17 (a) et (b). Le plan de découpe est établi en déterminant le maximum de positions, couvrant ainsi l'ensemble de la surface pour économiser le nombre de plaques à injecter. De plus, les éprouvettes doivent être suffisamment éloignées du point d'injection et des bords de la plaque. Trois angles principaux vis-à-vis de la direction d'injection sont considérés limitant ainsi le nombre d'essais mécaniques à réaliser. Ainsi, les éprouvettes sont orientées selon le sens de l'injection (L pour longitudinal), perpendiculairement à cette direction (T pour transversal) ou à 45° (noté 45). Il est possible de découper jusqu'à 5 éprouvettes dans une même plaque dans la direction longitudinale (appelées L1, L2 et L3) considérant la symétrie de la plaque (Notta-Cuvier et al. 2016). Ainsi, les éprouvettes notées L1 et L2 peuvent être retrouvées de part et d'autre de L3 et utilisées pour vérifier la reproductibilité due à la symétrie de la plaque. Dans la direction transverse, trois éprouvettes sont considérées (notées T0, T1 et T2). Pour couvrir une dernière orientation, trois autres éprouvettes sont prélevées dans une plaque différente à 45° (45-0, 45-1 et 45-2). Finalement, neuf positions de prélèvement sont donc identifiées. Chaque éprouvette correspond à une configuration particulière vis-à-vis de son orientation de fibres et de la direction de traction.

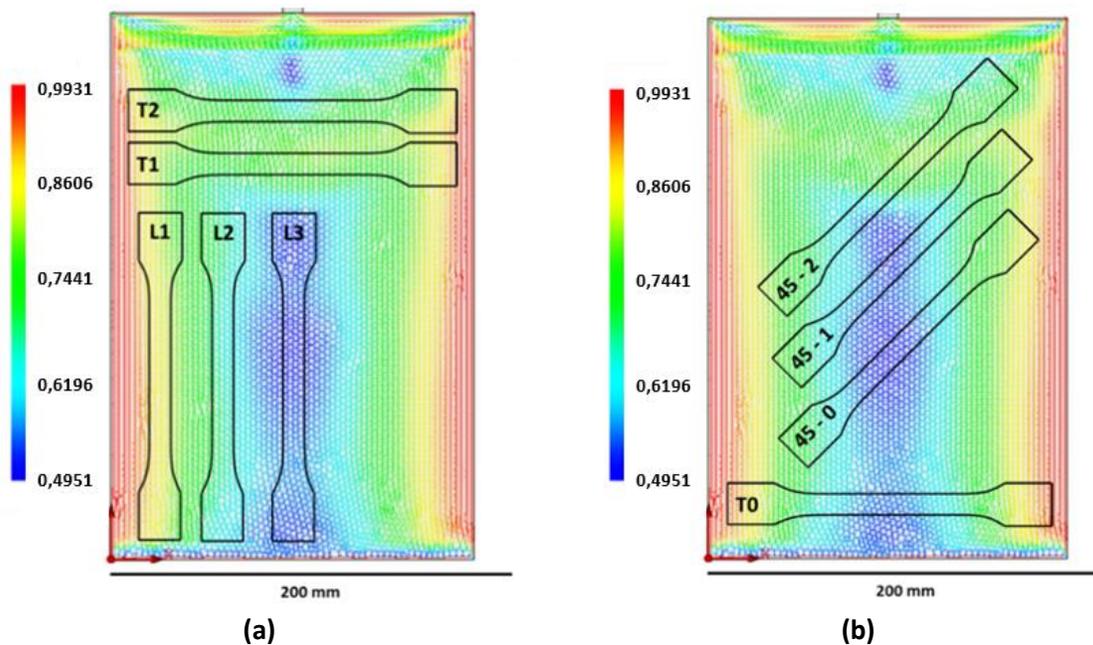


Figure 3.17 : Plan de découpe des éprouvettes fondé sur la prédiction numérique du modèle modifié de Folger-Tucker de la composante a_{yy} du tenseur d'orientation des fibres avec Moldflow.

Cette proposition de plan de découpe doit permettre d'approcher les valeurs extrêmes des propriétés mécaniques susceptibles d'être retrouvées sur des pièces industrielles. De plus, elle a l'avantage de couvrir une large gamme d'orientations de fibres et ainsi de minimiser le nombre de plaques à injecter. Cependant, le modèle modifié de Folger-Tucker est connu pour surestimer l'orientation des fibres (cf. chapitre 2). Néanmoins la dispersion dans le plan est similaire à celle obtenue par analyse Terahertz mais permet en plus de dissocier les zones où les éprouvettes L2 ont été découpées, des éprouvettes L1 et L3. Les réponses mécaniques permettront de conclure sur l'importance de cette sensibilité observée. Une approche expérimentale doit permettre de valider la prédiction numérique Moldflow et éventuellement d'optimiser les paramètres du modèle utilisé si nécessaire.

III.3 Détermination expérimentale de tenseurs d'orientation de fibres

Afin de valider expérimentalement les prédictions numériques données par Moldflow, une nouvelle série d'analyses par tomographie à rayons X a été réalisée par Novitom. Seules les zones centrales des éprouvettes de traction sont scannées avec une dimension des échantillons de $10 \times 20 \times 2,75 \text{ mm}^3$. Pour vérifier la reproductibilité, ils sont prélevés sur deux plaques. L'étude se limite à cinq configurations d'éprouvettes : L1, L3, T1, T2 et 45-2. Le nom d'échantillon correspond au nom de l'éprouvette dans lequel il a été prélevé.

Pour s'appuyer sur des données quantitatives, le tenseur d'orientation moyenné (Advani and Tucker III 1987) dans l'épaisseur pour chaque échantillon de chaque éprouvette est calculé à partir des analyses d'image de micro-tomographie à rayons X. Les tenseurs d'orientation sont obtenus par Novitom en utilisant une discrétisation de l'équation 2 (cf. *chapitre 2*).

Les résultats expérimentaux sont donnés dans le Tableau 3.8 pour les 5 échantillons. Seules les composantes a_{xx} et a_{yy} sont données parce qu'elles correspondent aux valeurs les plus élevées. Quels que soient les échantillons, la composante a_{zz} est très petite avec une valeur de l'ordre de 0,04. De plus, les composantes non diagonales sont très proches de zéro. A l'exception de l'échantillon prélevé dans L1, qui est la configuration la plus orientée, toutes les autres composantes sont très proches de 0,5. De plus, l'échantillon L1 est le seul qui présente un écart significatif entre les deux composantes a_{xx} et a_{yy} . La valeur de a_{yy} est supérieure à plus de 50 % à a_{xx} . A l'inverse, L3 et T1 ont une plus haute valeur de a_{xx} que de a_{yy} . Les valeurs de a_{yy} pour L1 et L3 sont très différentes, avec un écart d'environ 0,27. Des valeurs similaires sont obtenues pour un PP renforcé de 30 % en masse de fibres de verre et pour une épaisseur de plaque similaire, respectivement autour de 0,70 et 0,62 avec un écart de 0,09 (Notta-Cuvier et al. 2016). Les échantillons L3, T1, T2 et 45-2 ont tous une valeur proche de 0,5 pour les deux composantes données. Par ailleurs, la valeur maximale de a_{yy} de 0,69, obtenue pour l'échantillon L1, est très inférieure à la valeur d'environ 0,90 obtenue numériquement dans les zones en rouge et jaune (Figure 3.16) de la prédiction Moldflow. Ce résultat confirme le fait que le modèle de Folger-Tucker a tendance à largement surestimer l'orientation des fibres.

Echantillons	a_{xx}	a_{yy}
L1	0,27	0,69
L3	0,55	0,42
T1	0,51	0,45
T2	0,47	0,50
45-2	0,45	0,51

Tableau 3.8 : Composantes a_{xx} et a_{yy} du tenseur d'orientation de fibres moyenné dans l'épaisseur pour cinq échantillons en considérant y la direction d'injection

III.4 Comparaison expérimentale et numérique

Dans l'optique de corrélérer les valeurs numériques aux résultats expérimentaux, les paramètres du modèle modifié de Folger-Tucker ont été optimisés. Les valeurs obtenues de ces coefficients sont : $C_i = 5,0 \cdot 10^{-4}$ et $D_z = 7,0 \cdot 10^{-7}$. Un nouveau modèle disponible dans une version plus récente de Moldflow a également été étudié. Il s'agit du modèle ARD-RSC également introduit dans le *chapitre 2*. Le nombre

de paramètres d'entrée pour ce modèle est plus conséquent car six paramètres doivent être optimisés contrairement au précédent modèle qui n'en compte que deux. Néanmoins après une rapide étude de l'influence du facteur scalaire phénoménologique k , une valeur de 0,05 déjà utilisée dans la littérature pour une plaque de 3 mm d'épaisseur (Wang and Jin 2010), offrait l'une des meilleures tendances pour la plaque en PPGFL40. Cette valeur est d'ailleurs celle utilisée par défaut dans Moldflow. Dans les deux cas, l'optimisation des paramètres a été réalisée sur les trois échantillons L1, L3 et T2. Les valeurs obtenues pour chaque échantillon sont données dans le Tableau 3.9 pour chaque modèle. Les valeurs sont obtenues en moyennant les composantes pour l'ensemble des éléments triangles repérés dans la zone de découpe. Les écarts relatifs associés à chaque valeur sont également calculés. Les deux modèles offrent de bonnes prédictions des deux composantes dans le cas de l'échantillon L1 grâce à un effet forcé de l'orientation en bordure de plaque par le logiciel permettant de bien capter l'orientation fortement majoritaire dans le sens de l'écoulement. Le modèle ARD-RSC est plus prédictif dans le cas de l'échantillon T2 mais très mauvais pour l'échantillon L3 avec un écart relatif atteignant 43 % pour la composante a_{yy} . Ainsi sur l'ensemble des trois zones, le modèle modifié de Folger-Tucker offre un compromis plus satisfaisant.

Echantillons	Données	a_{xx}	a_{yy}
L1	Exp.	0,27	0,69
	Sim. (Folger-Tucker)	0,28 (2,8 %)	0,78 (4,3 %)
	Sim. (ARD-RSC)	0,29 (5,2 %)	0,70 (2,3 %)
L3	Exp.	0,55	0,42
	Sim. (Folger-Tucker)	0,61 (12 %)	0,38 (7,1 %)
	Sim. (ARD-RSC)	0,40 (28 %)	0,59 (43 %)
T2	Exp.	0,47	0,50
	Sim. (Folger-Tucker)	0,63 (35 %)	0,37 (25 %)
	Sim. (ARD-RSC)	0,41 (12 %)	0,56 (13 %)

Tableau 3.9 : Composantes a_{xx} et a_{yy} du tenseur d'orientation de fibres moyenné dans l'épaisseur et dans le plan pour les échantillons L1, L3 et T2 et valeurs prédites par le modèle modifié de Folger-Tucker et le modèle ARD-RSC. Les écarts relatifs par rapport aux valeurs théoriques sont également spécifiés entre parenthèses.

La Figure 3.18 montre les prédictions numériques de la composante a_{yy} moyennée dans l'épaisseur pour les deux modèles Moldflow considérés. Les échelles adoptées pour chaque modèle permettent d'accentuer au mieux la variation. Initialement, le modèle modifié de Folger-Tucker a permis de dissocier plusieurs niveaux d'orientation de fibres. L'optimisation des paramètres du modèle permet de conserver les écarts initialement observés pour des niveaux de composantes plus proches de la réalité. Le modèle ARD-RSC également étudié offre une vision beaucoup plus homogène de la dispersion de l'orientation des fibres dans le plan où il est délicat de dissocier certaines régions selon leurs orientations. En effet, ce modèle étant préconisé dans le cas de fibres longues, les écarts sont moins creusés en s'approchant plus d'une configuration à fibres continues. Cependant, une légère variation du tenseur d'orientation dans le plan est néanmoins visible appuyant encore le choix du plan de découpe utilisé. Les deux prédictions numériques montrent aussi que l'orientation des fibres est constante dans la longueur des éprouvettes découpées parallèlement à la direction d'injection.

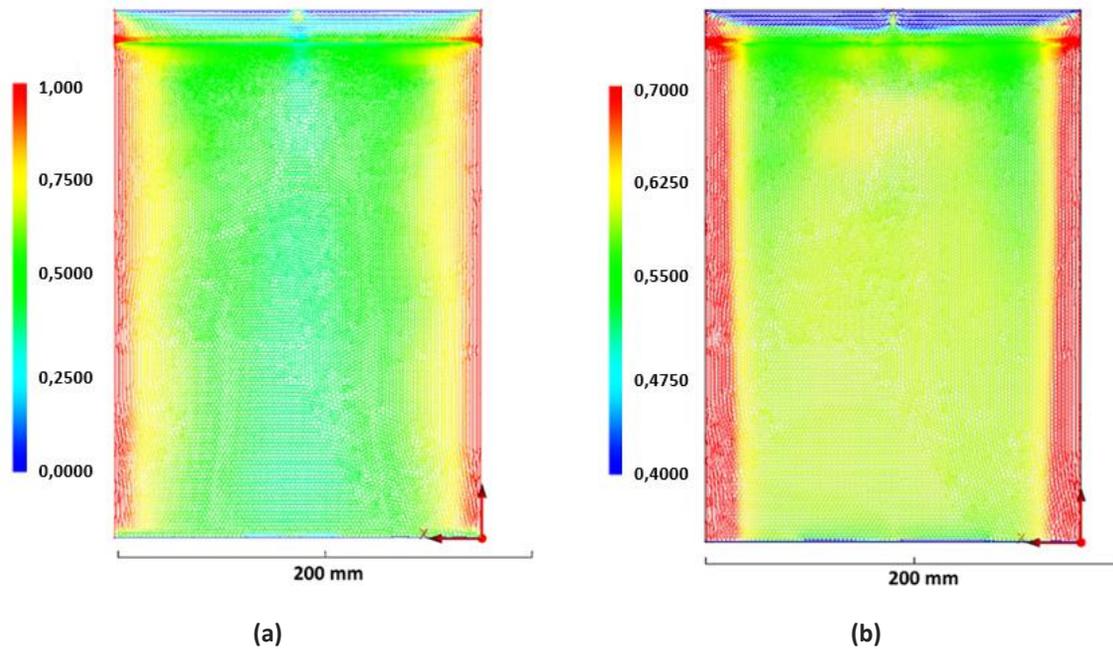


Figure 3.18 : Prédiction numérique Moldflow de la composante α_{yy} du tenseur d'orientation des fibres moyenné dans l'épaisseur de la plaque pour le modèle modifié de Folger-Tucker (a) et le modèle ARD-RSC (b) avec la nappe d'injection en partie haute de la plaque et y la direction d'injection

IV Comportement thermo-mécanique

Le comportement mécanique est étudié en traction pour différentes configurations, caractérisées par la température, l'orientation des fibres (i.e. position dans la plaque) et l'orientation de la direction de traction par rapport à celle d'injection. Des essais de traction monotone uniaxiale allant jusqu'à rupture sont réalisés pour mettre en évidence l'effet de l'orientation des fibres, pour s'assurer de la reproductibilité, et adapter les niveaux de déformation et de contrainte à imposer lors d'essais avec des histoires de chargement plus complexes, tels que des essais de charges et décharges interrompus par des relaxations et des essais de fluage.

IV.1 Protocole expérimental

Des éprouvettes dont les dimensions sont données sur la Figure 3.19 sont découpées dans les plaques injectées selon le plan de découpe de la Figure 3.17. Les découpes sont assurées par l'entreprise Numeca à la fraiseuse et à faible vitesse pour éviter d'affecter les propriétés mécaniques du matériau. Les éprouvettes en forme d'haltère (norme NF EN ISO-527-b) sont largement utilisées dans le cas de matériaux renforcés de fibres discontinues (Mouhmid et al. 2006; Notta-Cuvier et al. 2014). Les éprouvettes sont conditionnées plusieurs jours dans une chambre à atmosphère contrôlée dans laquelle les essais sont réalisés. La température et le taux d'hygrométrie sont régulés respectivement à 23°C et 50 %. Les mesures de l'épaisseur initiale et de la largeur initiale de la section utile sont effectuées à l'aide d'un pied à coulisse en trois endroits distincts de la section utile et une valeur moyenne est calculée. Les essais mécaniques sont réalisés à l'IRDL sur une machine électro-mécanique Instron ayant une cellule de force d'une capacité maximale de 10 kN. Le détail de la procédure est donné ci-dessous :

1. Mesure des dimensions de la section utile de l'éprouvette en trois positions distinctes
2. Mise en place de l'éprouvette entre les mors
3. Mise en place de l'extensomètre au centre de l'éprouvette fixé avec des élastiques adaptés
4. La valeur du déplacement de la traverse et de l'extensomètre sont tarés. L'effort imposé initialement en serrant les mors est diminué manuellement en ajustant la hauteur de la traverse.
5. Lancement de l'essai

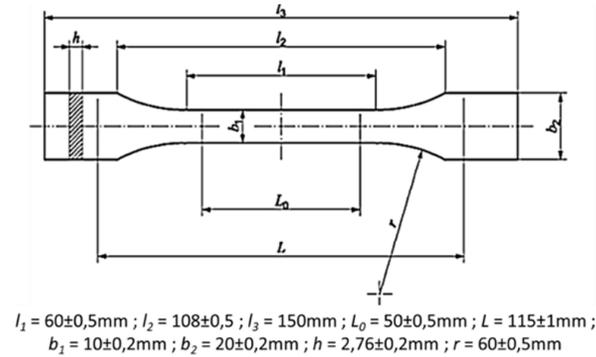


Figure 3.19 : Forme et dimensions des éprouvettes d'après la norme NF EN ISO-527-b.

La distance entre les mors fixes et mobiles est initialement de 108 mm pour tous les essais. Le déplacement local est mesuré à l'aide d'un extensomètre à couteaux séparés de $l_0 = 25$ mm. Il est positionné au centre des éprouvettes (Figure 3.20). Les essais sont réalisés dans des conditions quasi-statiques à une vitesse de traverse constante $0,1 \text{ mm.s}^{-1}$, correspondant à une vitesse de déformation d'environ 10^{-4} s^{-1} . Pour chaque configuration, au moins deux échantillons sont testés pour vérifier la reproductibilité.

Les essais de traction sont réalisés à trois températures en conditions isothermes, i.e. 23°C , 60°C et 85°C , représentatives des conditions probables de mise en service. Il doit être souligné que la température ambiante n'est pas strictement imposée à 23°C , alors que c'est le cas à plus hautes températures où elle est régulée. Les essais en température sont menés dans un caisson chauffé avec l'enceinte climatique de la Figure 3.21. L'absorption d'eau par le polypropylène est très faible (Duval 2004), au maximum de 0,05 % selon les normes NF EN ISO 62 et NF EN ISO 175. Ainsi, seule la température est contrôlée et maintenue constante durant les essais. À température élevée, après un conditionnement de plusieurs dizaines de minutes de l'éprouvette, l'essai est lancé. Les élastiques permettant de fixer l'extensomètre sur l'éprouvette supporte la température jusqu'à 85°C . De la colle est ajoutée aux niveaux de ses couteaux pour les essais en température afin d'éviter un éventuel glissement. En complément de l'enceinte, des thermocouples positionnés dans le caisson au niveau de l'éprouvette et des mors sont utilisés pour contrôler la température durant le test. À partir de la température ambiante, au moins 45 min sont nécessaires pour atteindre une température d'essai de 85°C avec une rampe maximale de $5^\circ\text{C}/\text{min}$.

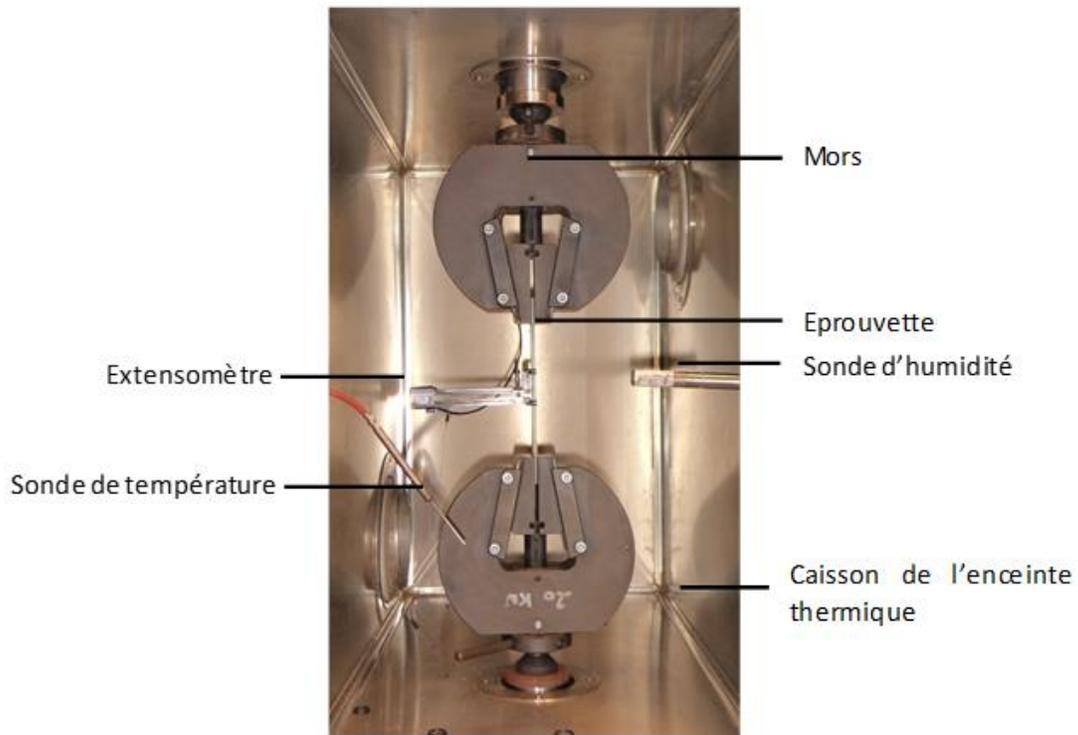


Figure 3.20 : Position de l'extensomètre au centre d'une éprouvette maintenue entre des mors durant un essai de traction.



Figure 3.21 : Dispositif expérimental à l'IRDL avec enceinte thermique.

La contrainte de Cauchy σ et la déformation logarithmique ε sont calculées à partir des équations 43 et 44 avec F la force, ΔL l'évolution de la longueur mesurée par l'extensomètre au niveau de la section utile dont l_0 et S_0 représentent respectivement sa longueur initiale et sa section initiale.

$$\varepsilon = \ln\left(1 + \frac{\Delta L}{l_0}\right) \quad (43)$$

$$\sigma = \frac{F}{S_0} e^\varepsilon \quad (44)$$

IV.2 Essais isothermes jusqu'à rupture

La Figure 3.22 montre les résultats des essais de traction uniaxiale réalisés jusqu'à rupture à température ambiante pour les différentes configurations. L'anisotropie du comportement mécanique est particulièrement forte, avec un niveau de contrainte maximum obtenu dans le cas des éprouvettes sollicitées dans la direction d'injection, soient les configurations L1, L2 et L3. Ce niveau peut être divisé jusqu'à deux pour les autres configurations. L1 atteint la valeur la plus élevée en contrainte qui est au-delà de 110 MPa. De L1 à L3, le niveau de contrainte est réduit de 20 MPa. Les éprouvettes à 0° atteignent des niveaux de contraintes deux fois supérieures à celles des éprouvettes prélevées à 45° et 90°. De plus, les déformations maximales sont plus faibles à 90° mais sont sensiblement les mêmes à 0° et 45°. Pour chaque configuration, la forte non-linéarité du comportement est observée.

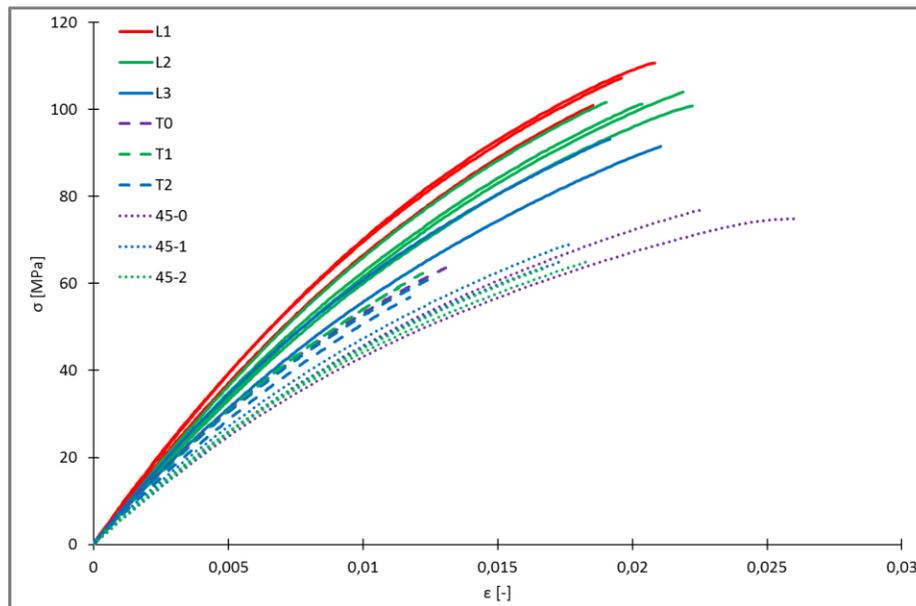


Figure 3.22 : Courbe contrainte-déformation d'essais de traction conduits jusqu'à rupture à 23°C et $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ pour toutes les configurations.

Afin de limiter le nombre d'essais à réaliser en température, seules cinq configurations ont finalement été retenues. Il s'agit des configurations L1, L3, T1, T2 et 45-2. Ces cinq configurations permettent de couvrir les niveaux maximums et minimums en contrainte et en déformation pour toutes les configurations confondues. Les niveaux de contrainte obtenus pour L2 sont compris entre ceux obtenus pour L1 et L3 et donc cette configuration n'est pas systématiquement conservée. Elle sera néanmoins utilisée pour quelques essais à température ambiante dans la direction longitudinale. Les configurations T1 et T2 sont toutes deux conservées car elles sont les plus restrictives au niveau des déformations maximales atteintes. De plus, bien que très proches l'une de l'autre, elles présentent deux comportements parfaitement distincts. De plus, les configurations T0 ont été écartées, car étant trop proches du bas de la plaque, des amas de fibres peuvent être fortement concentrés. Il en est de même pour la configuration 45-0 qui offre la plus grande dispersion dans cette direction, sans pour autant se dissocier nettement des configurations 45-1 et 45-2 sur les niveaux de contrainte. Et la configuration 45-2 assure la connaissance des niveaux minimums en contrainte à de faibles niveaux de déformation. Des essais complémentaires ont également été réalisés sur d'autres éprouvettes

prélevées parallèlement aux configurations T0, T1 et T2 le long de l'écoulement du flux. Les modules apparents varient de 5895 MPa et 6555 MPa et présentent un écart relatif de 12 % par rapport à la valeur minimum obtenue, ce qui est tout de même significatif à l'échelle d'une géométrie plaque de petites dimensions comme celle considérée. Ceux deux valeurs extrêmes sont obtenues sur des éprouvettes positionnées en centre de plaque, là où l'orientation est supposée aléatoire. Dans ce cas, les éprouvettes T0, T1 et T2 représentent une forme de moyenne du comportement mécanique moyen dans la direction transverse.

La déformation à rupture n'est pas étudiée dans ces travaux, néanmoins, il est relevé qu'une partie des éprouvettes cassent au niveau des zones de courbures quand d'autres cassent dans la base de mesure des couteaux de l'extensomètre comme illustré pour la plaque B sur la Figure 3.23. Par conséquent, la déformation finale atteinte durant un test n'est pas systématiquement la déformation à rupture (Deng et al. 2010), avec une dispersion probablement due à des effets introduits au niveau des congés des éprouvettes pendant la découpe ou à de légères variations des conditions d'essais introduites par l'opérateur ou les hétérogénéités de la structure.

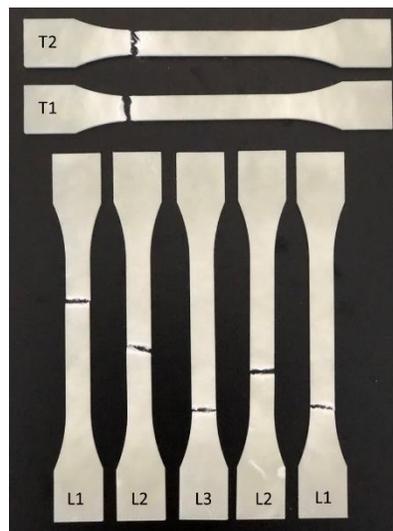


Figure 3.23 : Lieu de rupture de différentes éprouvettes issues de la plaque B (dimensions Figure 3.19).

A partir des résultats précédents, la dispersion des essais est ensuite étudiée pour des éprouvettes prélevées aux mêmes endroits dans deux plaques distinctes repéré ici par la mention A ou B et injectées dans des conditions identiques. Les plaques sont dissociées par des traits pleins ou en pointillés sur la Figure 3.24. Parmi les essais reproductibles, seuls les deux essais présentant le plus grand écart par configuration sont tracés.

Les résultats des essais montrent une faible dispersion pour chacune des configurations. Les écarts relatifs, sur le niveau de contrainte, sont calculés par rapport à la valeur minimale obtenue entre deux essais d'une même configuration (Tableau 3.10). Dans la direction longitudinale, pour une déformation de 1,8 %, un écart relatif de 1 % est calculé pour L1, tandis qu'ils sont respectivement de 4,8 % et 7,7 % pour L2 et L3. Dans la direction transversale, et malgré sa proximité avec la nappe d'injection, pour une déformation de 1 %, un écart relatif de 0,2 % est noté pour T1. Encore plus proche du seuil, T2 voit sa dispersion atteindre 3,9 %. Pour 45-2, un écart de 3 % est calculé pour une déformation de 1,5 %. La

configuration L3, présentant l'orientation des fibres la plus aléatoire, présente la plus forte dispersion sur les niveaux de contrainte vis-à-vis de tous ceux obtenus pour les autres configurations.

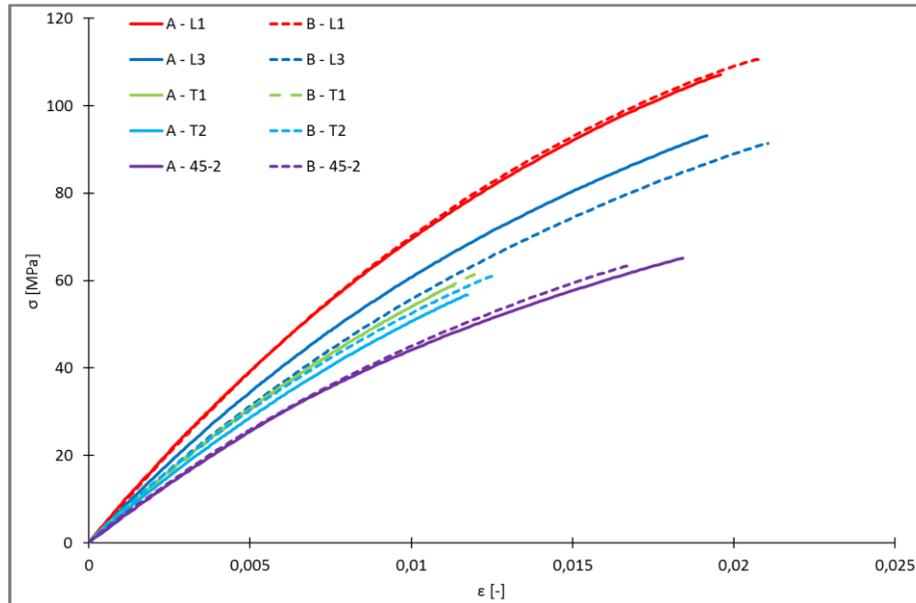


Figure 3.24 : Courbe contrainte-déformation d'essais de traction conduits jusqu'à rupture à 23°C et $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ pour différentes configurations. A et B représentent deux plaques différentes.

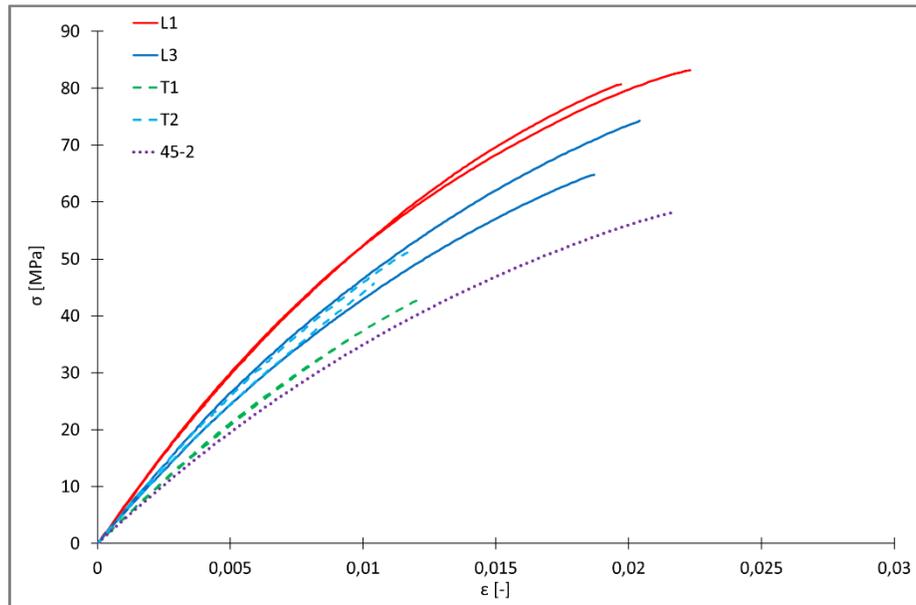
Les amas de fibres visibles sur les images obtenues par micro-tomographie à rayons X et leurs courbures laissaient pourtant présager une variabilité de la réponse mécanique pour l'ensemble des configurations. Cependant, il a été vu que la fraction massique des fibres variait peu selon les plaques, ce qui doit permettre d'atténuer les effets locaux pour des essais de traction. Finalement, une claire distinction entre chaque configuration est obtenue sans chevauchement des niveaux de contrainte, excepté pour la configuration 45-0. Ce résultat valide la pertinence du choix du plan de découpe initialement proposé qui permet d'avoir une haute reproductibilité pour chaque configuration, supérieure à celles généralement observées dans la littérature (Notta-Cuvier et al. 2016; Jain et al. 2016).

Configuration	Déformation [%]	Ecart relatif [%]
L1	1,8	1,0
L3		7,7
T1	1,0	0,2
T2		3,9
45-2	1,5	3,0

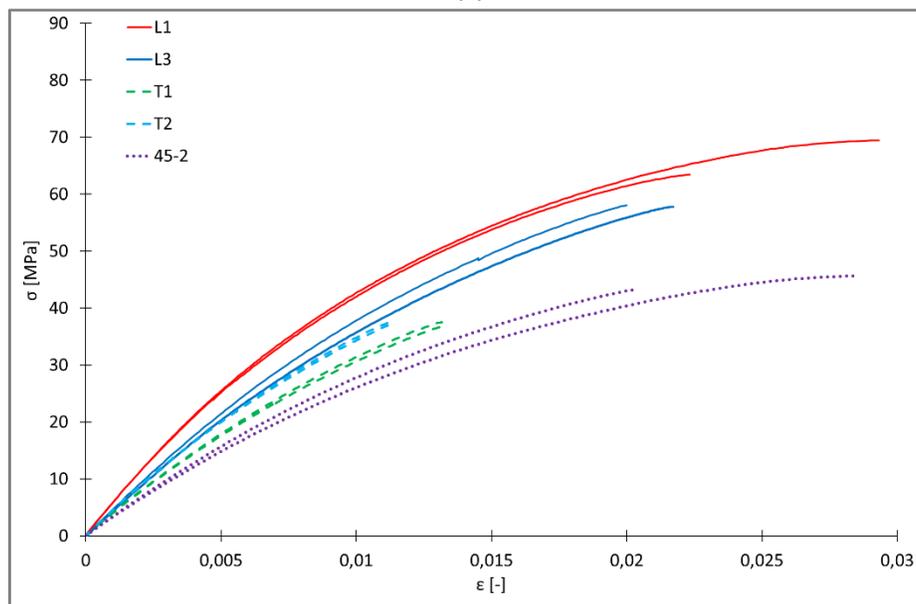
Tableau 3.10 : Ecart relatif du niveau de contrainte pour chaque configuration calculée en fin d'essais à différents niveaux de déformation selon les configurations à 23°C.

Les Figure 3.25 (a) et (b) montrent les résultats des essais de traction conduits jusqu'à rupture pour les configurations sélectionnées à 60°C et 85°C. Une tendance similaire à celle observée à température ambiante est obtenue. Toutes configurations confondues, la gamme de niveau de contrainte atteint en fin d'essai à 23°C est comprise entre 62 MPa et 110 MPa, soit un écart de 48 MPa. Cette amplitude en niveaux de contrainte est légèrement diminuée en température avec un écart de 38 MPa à 60°C et de

33 MPa à 85°C. La faible dispersion du niveau de contrainte par configuration est constatée, et est même parfois améliorée, par exemple, dans le cas de la configuration L3. A ces deux températures, une inversion est observée entre les niveaux de contrainte des configurations T1 et T2 par rapport à ceux obtenus à 23°C. Il est supposé que la configuration T2, la plus proche du seuil d'injection, voit son orientation des fibres plus fortement varier que pour T1, bien qu'elles soient peu espacées l'une de l'autre. De plus, à 60°C, il est également noté la superposition des courbes pour L3 et T1. Par manque d'éprouvette, seule une éprouvette a pu être testée à 60°C pour la configuration 45-2.



(a)



(b)

Figure 3.25 : Courbe contrainte-déformation d'essais de traction conduits jusqu'à rupture à 60°C (a) à 85°C (b) et $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ pour différentes configurations.

La Figure 3.26 montre les résultats des essais de traction conduits jusqu'à rupture pour les éprouvettes L1 et L3 à chaque température. Il est mis en évidence la forte influence de la température du test sur

le niveau de contrainte et le fait qu'elle ne dépend pas de l'orientation des fibres. En effet, une diminution similaire sur les niveaux de contrainte est observée avec un écart maximal compris entre 20 et 30 MPa relevé à un même niveau de déformation pour ces deux configurations. Cette tendance générale est observée pour les autres configurations. Par ailleurs, avec l'augmentation de la température, il est noté que la déformation à rupture augmente avec une valeur maximale atteinte de 3 % à 85°C pour les éprouvettes L1 et 45-2. La dispersion observée en contrainte est déformation par configuration et température peut venir d'une variation de l'orientation des fibres.

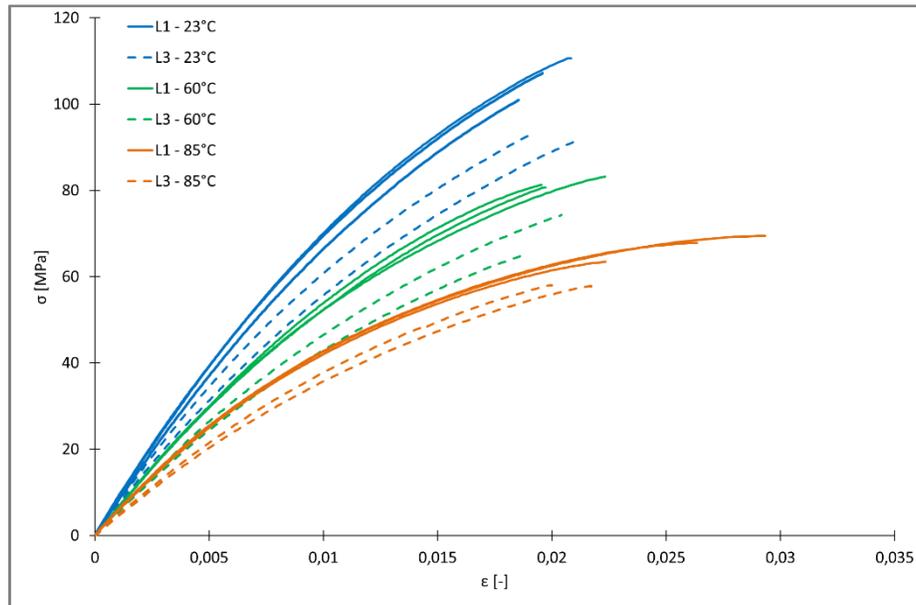


Figure 3.26 : Courbe contrainte-déformation d'essais de traction conduits jusqu'à rupture sur les éprouvettes L1 et L3 à $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ pour différentes températures.

L'influence de la vitesse de déformation est étudiée pour trois valeurs, i.e. 10^{-5} s^{-1} , 10^{-4} s^{-1} et 10^{-3} s^{-1} . La Figure 3.27 montre l'effet de la vitesse de déformation à 23°C pour les éprouvettes L1 et L2. Le niveau de contrainte diminue quand la vitesse de déformation diminue pour chacune de ces deux configurations d'essai avec des écarts similaires pour de mêmes vitesses de déformation. D'après ces résultats, il semble que l'anisotropie n'ait pas une influence significative sur l'effet de la vitesse de déformation mais il faudrait aussi tester d'autres orientations de fibres pour s'en assurer. Le Tableau 3.11 donne la valeur de la pente initiale, notée E_0 , de chaque courbe contrainte-déformation pour les trois vitesses de déformation et pour les deux configurations. Les valeurs sont calculées par régression linéaire dans l'intervalle de déformation allant de 0,05 % à 2,5 % selon la norme NF EN ISO 527-1 pour le calcul du module d'Young en traction et cette valeur est ensuite moyennée pour quatre essais. La pente initiale E_0 augmente légèrement quand la vitesse de déformation augmente. Cependant, cet effet génère une augmentation moyenne de l'ordre de 3 %, ce qui est relativement faible en comparaison avec l'anisotropie.

La Figure 3.28 montre les courbes contrainte-déformation obtenues à ces trois vitesses de déformation à 23°C et 85°C pour la configuration L1.

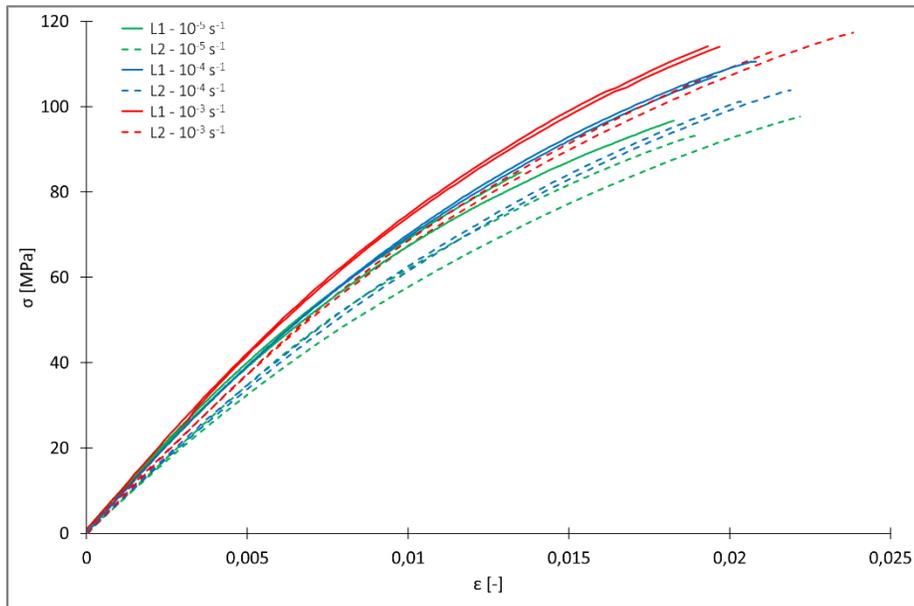


Figure 3.27 : Courbe contrainte-déformation d’essais de traction conduits jusqu’à rupture à 3 vitesses de déformation sur les configurations L1 et L2 à 23°C.

$\dot{\epsilon}$ [s^{-1}]	10^{-5}	10^{-4}	10^{-3}
L1	8127	8207	8460
L2	6889	7139	7547

Tableau 3.11 : Valeurs des pentes initiales E_0 (MPa) à 23°C obtenus à différentes vitesses de déformation pour les configurations L1 et L2.

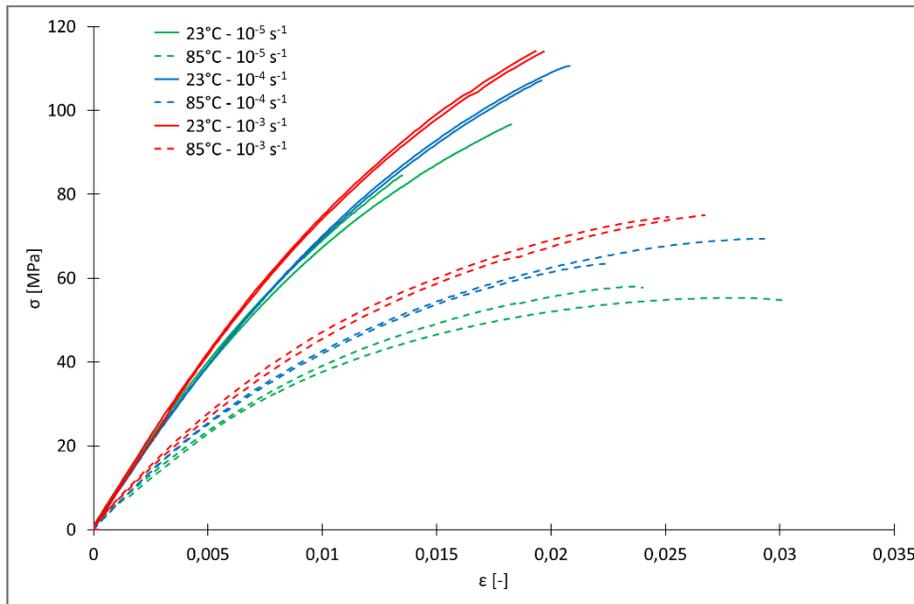


Figure 3.28 : Courbe contrainte-déformation d’essais de traction conduits jusqu’à rupture à 3 vitesses de déformation différentes et deux températures différentes pour la configuration L1.

Dans les deux cas, la dispersion est satisfaisante à l'image de ce qui est observé par (Yudhanto et al. 2016). En utilisant comme valeur de référence 10^{-4} s^{-1} , l'écart maximal à 23°C est de 5 % et de 7,8 % à 85°C. Plus généralement, la sensibilité de la vitesse de déformation est plus grande à 85°C qu'à température ambiante. Aux deux températures, le niveau de contrainte augmente avec l'augmentation de la vitesse de déformation.

Le Tableau 3.12 montre la gamme des E_0 à 23°C et 85°C obtenue pour différentes vitesses de déformation. L'écart relatif maximal est de 7,9 % à 23°C et il est trois fois plus élevé à 85°C. Ainsi, l'effet visco-élastique observé est non négligeable. Néanmoins, quelques superpositions des valeurs entre les différentes gammes doivent être soulignées.

$\dot{\epsilon}$ [s^{-1}]	23°C		85°C	
	E_0^{min} (MPa)	E_0^{max} (MPa)	E_0^{min} (MPa)	E_0^{max} (MPa)
10^{-5}	8025	8229	4319	4783
10^{-4}	8185	8228	5154	5417
10^{-3}	8259	8662	5178	5460

Tableau 3.12 : Valeurs maximales et minimales des pentes initiales E_0 moyennées sur quatre essais à 23°C et 85°C obtenues à différentes vitesses de déformation pour la configuration L1.

IV.3 Essais de charges-décharges-relaxations

L'effet visqueux à court terme est également étudié au travers d'essais de charges-décharges-relaxations. Le détail de ces tests est présenté sur la Figure 3.29 avec t le temps, u le déplacement de la traverse et R_i une étape de relaxation, avec $i = 1,2,3,4$. Les relaxations R1, R2 et R5 sont réalisées pendant la montée en charge tandis que R3, R4 et R6 se produisent durant le trajet en décharge. La seconde séquence de charge-décharge associée aux relaxations R5 et R6 permet de couvrir toute la gamme de déformation des éprouvettes L1, L3 et 45-2. Ces essais en deux périodes permettent de comparer à des mêmes niveaux de déformation le comportement pour toutes les configurations.

Les essais sont réalisés avec un contrôle du déplacement de la traverse pour une meilleure stabilité du pilotage. Le déplacement de la traverse est par conséquent maintenu constant durant les étapes de relaxation tandis que la déformation locale évolue. Les étapes de relaxation sont limitées à 15 min pour garder une durée raisonnable des essais. En complément, certains essais sont réalisés avec une durée de relaxation d'une heure. Au voisinage de zéro, à la fin des sessions de décharge, le critère d'arrêt de la machine est donné en effort pour une valeur de 0,1 N.

Les étapes de maintien démarrent à différents niveaux de déformation $\epsilon = 0,3 \%$, $0,6 \%$ et $0,9 \%$. La décharge démarre après $\epsilon = 1 \%$. Cette valeur limite est choisie pour éviter le développement de l'endommagement dans la gamme de déformation considérée (Yudhanto et al. 2016). Des tests dédiés d'émission acoustique ont été réalisés pour s'en assurer et la description des essais ainsi que les résultats sont présentés en annexe D.

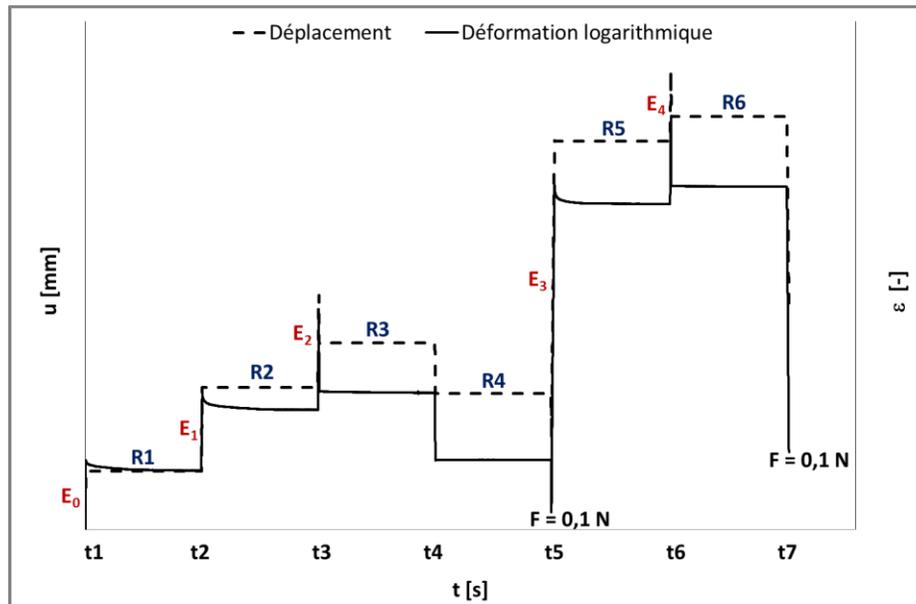


Figure 3.29 : Allure de l'évolution du déplacement transverse et de la déformation en fonction du temps pour les essais de charges-décharges-relaxations. Les relaxations sont repérées R_i et $i = 1, 6$ pour chaque relaxation, et les pentes des charges E_i avec $i = 0$ à 4.

Les courbes contrainte-temps et contrainte-déformation sont tracées sur les Figure 3.30 (a) et (b) pour les configurations L1 testées à trois températures. Seule la première séquence des essais, jusqu'à t_5 , est présentée pour une meilleure visibilité et dans une optique de comparaison entre toutes les configurations. Les résultats complets des essais sur L1, L3 et 45-2 sont néanmoins présentés en annexes C. Les courbes correspondants aux essais de traction à rupture sont également ajoutées et limitées à 1 % en déformation sur la Figure 3.30 (b). Les courbes de charges pour les deux types de tests considérés sont très proches, avec une forte reproductibilité. Il faut souligner que l'évolution de la déformation pendant les étapes de relaxation est induite par le pilotage du test. La vitesse de déformation durant ces relaxations est de l'ordre de 10^{-7} s^{-1} . De plus, le niveau de contrainte diminue avec l'augmentation de la température de l'essai. Il est observé sur la Figure 3.30 (a) que quelle que soit la température, la différence entre la contrainte, en valeur absolue, calculée entre le début de l'étape de relaxation et la fin de l'étape, est du même ordre de grandeur pour les relaxations R1 et R4 et plus important pour la relaxation R2. Aucune relaxation significative n'est constatée pour R3, la diminution de la contrainte quasi-instantanée provenant de la décharge. Ces résultats sont en accord avec d'autres résultats obtenus dans la littérature dans le cadre d'études sur les polymères et les élastomères (Baquet 2012; Bles, Nowacki, and Tourabi 2009; Vandenbroucke et al. 2010) et pour les composites (Andriyana, Billon, and Silva 2010; Launay et al. 2011). De plus, ces essais font apparaître un équilibre hystérétique démontrant la présence d'une hystérésis. L'hystérésis considérée représente l'aire sous la courbe contrainte-déformation. Les niveaux de contrainte en charge suivent le prolongement des essais de traction jusqu'à rupture pour chaque température, chutant significativement avec l'augmentation de la température. Ces tendances sont également observées quelles que soient les configurations testées mais la dispersion augmente en particulier pour les configurations T1, T2 et 45-2.

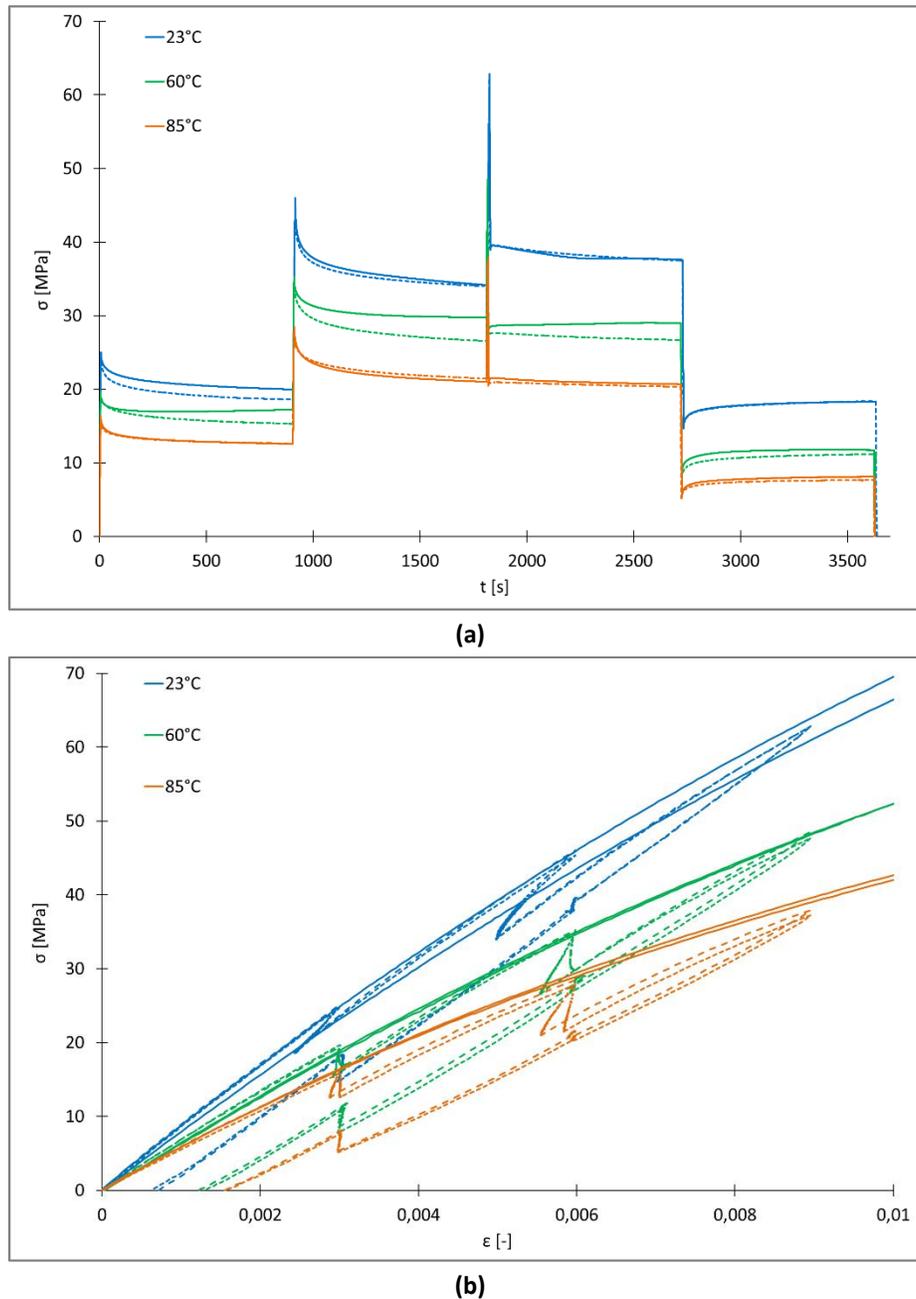


Figure 3.30 : Evolution de la contrainte en fonction du temps (a) et évolution de la contrainte en fonction de la déformation (b) pour les essais de charges-décharges-relaxations (15 min) pour les éprouvettes L1 à chaque température.

L'évolution de la contrainte pendant les étapes de relaxation d'une heure sont tracées sur la Figure 3.31. Pour comparer les différentes étapes de relaxation, la valeur absolue de la différence entre les niveaux de contrainte au début et à la fin de l'étape de relaxation $\Delta\sigma = |\sigma_{max} - \sigma|$, normalisée par σ_{max} ; avec σ_{max} la contrainte atteinte au début de la relaxation ; est calculée. Le temps nécessaire pour atteindre une valeur de saturation est similaire pour R1 et R2, quel que soit la température, et égale à environ 2000 s. Deux lignes horizontales pour R4 sont aussi tracées sur la Figure 3.31, pour mettre en évidence qu'environ 2400 s à 23°C et environ 3500 s à 85°C sont nécessaires pour atteindre un état d'équilibre. Il semble par conséquent que l'état d'équilibre peut être atteint après une heure,

excepté à 85°C. Cependant, contrairement à (Andriyana, Billon, and Silva 2010), pour R1, R2 et R4, aucun état d'équilibre n'est atteint après 15 min mais presque 80 % de l'évolution de la contrainte totale est obtenue. Par conséquent, pour limiter la durée de l'essai, les essais sont réalisés pour chaque éprouvette et température avec des relaxations de 15 min maximum.

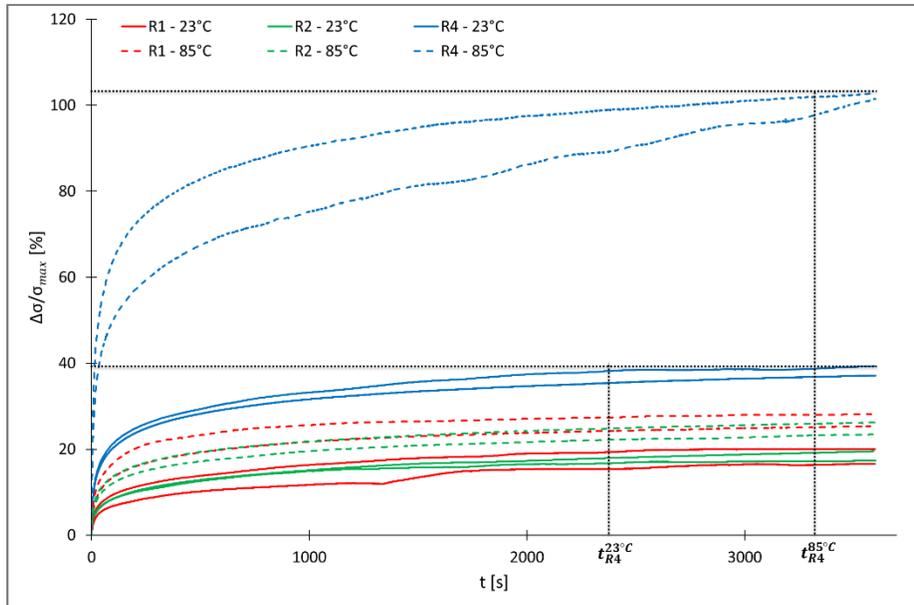


Figure 3.31 : Etapes de relaxation d'une heure des essais de charges-décharges-relaxations à $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ pour la configuration L1. $t_{R4}^{23^\circ\text{C}}$ et $t_{R4}^{85^\circ\text{C}}$ correspondent au temps nécessaire pour atteindre une valeur de saturation.

IV.4 Essais de fluage

Afin d'étudier la dépendance, les essais de fluage en traction sont réalisés à 23°C et 85°C sous deux contraintes différentes, i.e. 20 MPa et 30 MPa, choisies à partir des courbes de contrainte-déformation des essais de traction jusqu'à rupture. Les essais de fluage sont réalisés par une régulation de la force et la contrainte nominale est calculée. Suite au maintien en température, la force est progressivement appliquée à l'éprouvette et une fois atteinte, elle est ensuite maintenue constante durant toute la durée de l'essai.

La Figure 3.32 montre les résultats des essais de fluage réalisés sur les éprouvettes L1 à 23°C et 85°C. La vitesse de déformation durant la mise en charge est limitée à 10^{-5} s^{-1} évitant un dépassement au début de la partie de fluage. La déformation augmente alors significativement avec la température, contrairement à (Eftekhari and Fatemi 2016) à la même température pour un PP chargé de 30 % en masse de fibres de verre. A 23°C, le fluage est presque négligeable pour les deux niveaux de contrainte considérés. Certains essais de fluage complémentaires sont réalisés pour une durée de 10 h afin de comparer le niveau de la déformation.

La Figure 3.33 montre les courbes des essais de fluage de 10 h à 85°C pour les deux niveaux de contrainte. Pour un niveau de contrainte de 20 MPa la déformation passe de 0,19 % au bout de quatre heures après le début du fluage à 0,24 % au bout de 10 h d'essai. Pour 30 MPa, une déformation de 0,55 % après quatre heures est obtenue, et elle atteint 0,67 % en fin d'essai. Sans pour autant atteindre

une valeur de saturation, la déformation augmente moins vite avec la durée de l'essai, environ 80 % de la déformation finale étant atteinte au bout de 4 h d'essai.

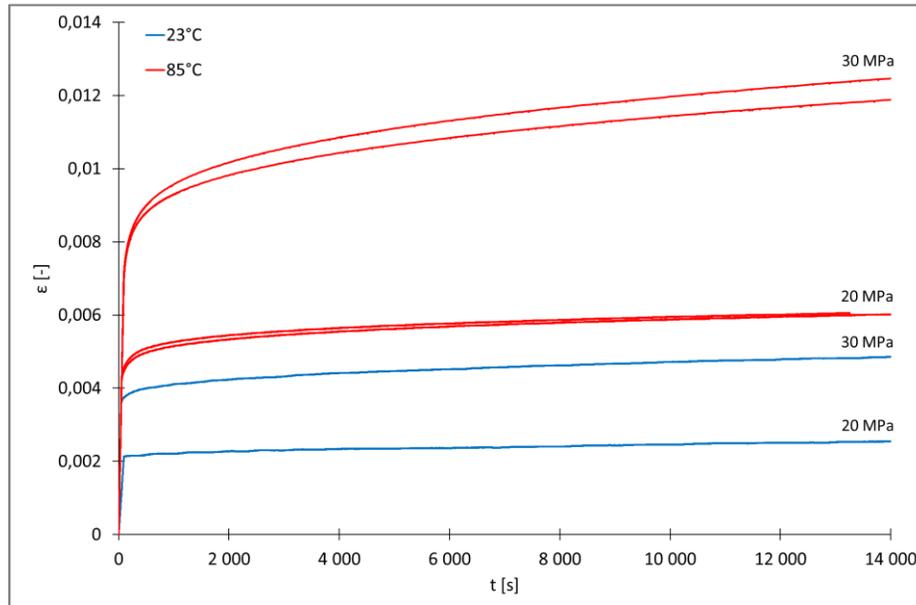


Figure 3.32 : Essais de fluage sur la configuration L1 à 23°C et 85°C sous 20 MPa et 30 MPa pour une durée de quatre heures.

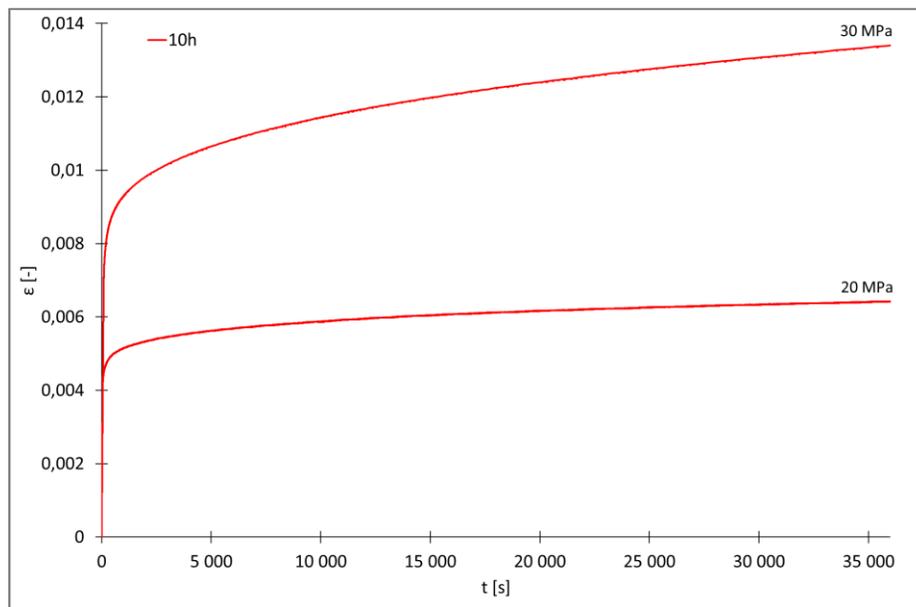


Figure 3.33: Essais de fluage sur la configuration L1 à 85°C pour une durée de 10 heures.

Les différents essais réalisés ont permis d'observer le comportement du PPGL40 pour différents niveaux de sollicitations, pour différentes orientations de fibres et sous différentes températures. L'influence de chacune de ces contributions sur le comportement et les propriétés mécaniques résultantes est discuté dans la section suivante.

IV.5 Discussion

IV.5.1 Anisotropie

Les essais ont permis de mettre en évidence la forte anisotropie du comportement du matériau. En effet, en comparant la réponse mécanique de chaque configuration, il semble qu'elle soit particulièrement gouvernée par l'orientation des fibres. Dans l'ensemble, les courbes contrainte-déformation obtenues ont montré que les niveaux de contrainte sont supérieurs pour L1, puis L3 suivi des éprouvettes transverses (T1 et T2) puis de 45-2, et ce, quelle que soit la température de l'essai. Les composantes $a_{yy'}$ du tenseur d'orientation des fibres moyenné dans l'épaisseur sont cette fois exprimées dans le repère de traction correspondant à leur direction de sollicitation. Les valeurs correspondantes sont données pour chaque configuration dans le Tableau 3.13. Ces valeurs moyennées ne permettent pas d'être ordonnées au regard des niveaux de contrainte obtenus pour chaque configuration, contrairement à ce qu'avaient proposé (Notta-Cuvier et al. 2016). Ils ont pu ordonner les éprouvettes suivant leurs angles de prélèvement vis-vis de la direction d'injection (0°, 20°, 45°, 60°, 90°) relativement à la valeur d'une composante (celle exprimée dans la direction de traction) du tenseur d'orientation et de surcroît pour différentes positions dans les plaques. Cependant, pour leur matériau, ils obtiennent une forte dispersion des courbes contrainte-déformation d'essais de traction axial et une forte superposition entre les différents angles de découpe. Par exemple, à 45° et 60° par rapport à la direction d'injection, les courbes sont totalement superposées entre elles avec des composantes proches respectivement de 0,5335 et 0,5021. Dans le cas du PPGFL40, à l'exception de L1 qui a un comportement et une valeur de $a_{yy'}$ qui se distingue vraiment de celles des autres configurations, les valeurs de $a_{yy'}$ invalideraient même cette tendance car la configuration 45-2 aurait un comportement mécanique supérieur à la configuration L3 par rapport aux niveaux de contrainte par exemple. De ce fait, il semble que se restreindre à l'étude de la composante $a_{yy'}$ du tenseur d'orientation, de surcroît moyenné dans l'épaisseur, est une approche trop simpliste pour prédire avec précision l'influence sur le comportement mécanique de l'anisotropie.

Configurations	L1	L3	T1	T2	45-2
$a_{yy'}$	0,69	0,42	0,51	0,47	0,47

Tableau 3.13 : La composante $a_{yy'}$ du tenseur expérimental d'orientation des fibres exprimée dans la direction de traction y' .

IV.5.2 Propriétés élastiques

Les pentes initiales E_0 de chaque configuration présentée sur la Figure 3.34 sont moyennées sur quatre essais de traction jusqu'à rupture et de charges-décharges-relaxations. La dispersion associée est précisée. Pour chaque configuration, E_0 décroît systématiquement avec l'augmentation de la température. Une plus forte dispersion est obtenue à 23°C et plus particulièrement dans la direction d'injection. Des valeurs très similaires de E_0 pour 45-2, T1 et T2 sont calculées, ce qui est en accord avec des résultats de la littérature (Mortazavian and Fatemi 2015a). A 23°C, la dispersion parmi l'ensemble des éprouvettes est de 33 % par rapport à la plus haute valeur. A 60°C et 85°C, la dispersion est alors d'environ 42 %. A 23°C et pour un matériau similaire, (Barbosa and Kenny 1999) obtiennent une dispersion de 50% pour une éprouvette prélevée dans une plaque de dimensions 100 x 20 mm² avec

un point d'injection dans le centre du bord le plus long. Ainsi, le plan de découpe proposé pour le PPGFL40, basé sur l'orientation des fibres, permet de minimiser la variabilité sur les essais. A 23°C, T1 et T2 affichent une même valeur de E_0 , mais cette tendance diffère aux autres températures certainement de par la proximité de T2 avec le seuil d'injection de la plaque. Les éprouvettes 45-2 ont les plus petites valeurs de E_0 quelle que soit la température.

Les composantes a_{xx} et a_{yy} du tenseur moyenné de l'orientation des fibres, calculées dans le repère global des essais, en considérant y la direction parallèle à la direction d'injection et x la direction transverse, sont aussi ajoutées sur la Figure 3.34. Il peut être montré que l'évolution de E_0 est directement en adéquation avec l'évolution de la composante a_{yy} , comme proposé dans (Hartl, Jerabek, and Lang 2015), à l'exception de L3. Pour cette configuration, la composante a_{xx} est de manière inattendue plus importante que la composante a_{yy} . Ce constat peut ainsi dénoter une certaine limitation de l'utilisation d'un tenseur moyenné de l'orientation à représenter à lui seule l'inhomogénéité de la microstructure mais également la nécessité de tenir compte de chaque composante. Pour les éprouvettes T1, T2 et 45-2, les deux composantes a_{xx} et a_{yy} sont très proches l'une de l'autre. Néanmoins, l'évolution de E_0 semble reliée non seulement à la valeur de la composante mais aussi à l'écart entre les deux composantes a_{xx} et a_{yy} , celui-ci étant maximum pour la configuration la plus orientée, L1, et quasi nulle dans le cas de T1, T2 et 45-2.

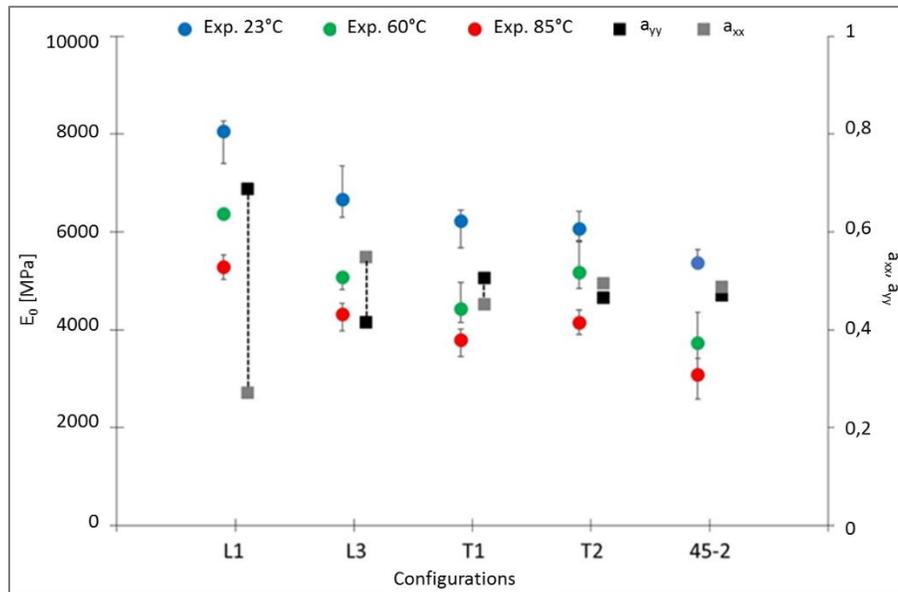


Figure 3.34 : Dispersion expérimentale de E_0 pour chaque orientation de fibres aux trois températures et à 10^{-4} s^{-1} . Les composantes a_{xx} et a_{yy} du tenseur moyenné de l'orientation des fibres, calculées dans le repère global des essais, sont aussi ajoutées. Ces deux valeurs sont reliées par des pointillés pour une meilleure visibilité.

La Figure 3.35 montre les valeurs expérimentales de E_0 du PP et du PPGFL40 obtenus à chaque température. A 23°C pour le PP, une valeur de 1000 MPa est donnée par (Zhai, Gröschel, and Drummer 2016), similairement à celle calculée par (Notta-Cuvier et al. 2016). Cependant, des valeurs plus élevées de 1650 MPa et de 2000 MPa sont aussi obtenues par (Barbosa and Kenny 1999; Parenteau et al. 2014), et aussi de de 566 MPa à 85°C par (Eftekhari and Fatemi 2016). Ces valeurs sont plus proches des valeurs moyennes respectivement de 1700 MPa et de 587 MPa obtenues pour le PP utilisé par Renault (Tableau

3.2). Ces variations constatées pour un module de PP sont probablement dues au taux de cristallinité résultant des paramètres d'injection mais également aux additifs éventuels ajoutés. Les valeurs de E_0 du PP et du PPGFL40 sont prédites avec l'équation 45 en considérant une valeur théorique de la température de fusion t_f 168 °C, proposée pour un PP et un composite PP renforcé de fibres de verre quasi-unidirectionnelles par (Zhai, Gröschel, and Drummer 2016).

$$E(T) = E(RT) * \left(\frac{t_f - T}{t_f - 23} \right)^n \quad (45)$$

A partir de cette équation, un compromis est obtenu pour l'ensemble des configurations, à l'exception de T2, avec une valeur de n de 2,3 pour le PP et de 0,87 pour le composite. Pour rappel, T2 est retirée à cause d'une tendance inverse qu'elle introduit dans les résultats, i.e. E_0 est proche de T1 à 23°C mais est plus élevée à 60°C et 85°C. Un bon compromis est obtenu pour chaque configuration.

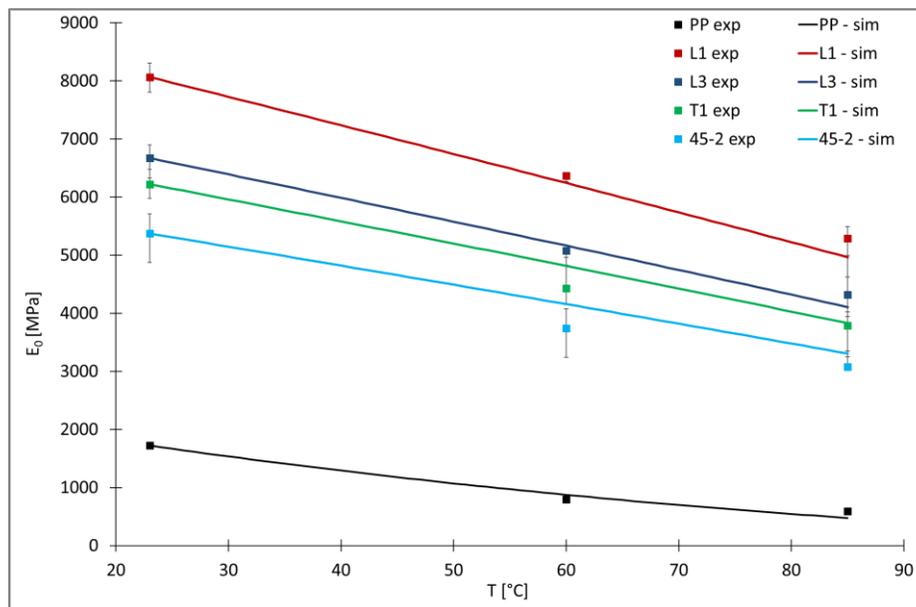


Figure 3.35 : Variation de E_0 pour chaque orientation de fibres aux trois températures et évolution prédite par l'équation proposée dans (Zhai, Gröschel, and Drummer 2016) pour le PP et le PPGFL40.

D'autre part, les modules apparents des essais de charges-décharges-relaxations ont été calculées par régression linéaire sur la partie linéaire des charges des essais charges-décharges-relaxations, et sont notés E_i avec $i = 0, 1, 2, 3, 4$ respectivement à la notation adoptée sur la Figure 3.29. Les pentes obtenues pour les configurations L1 et 45-2 sont renseignées dans le Tableau 3.14 à 23°C et 85°C. Les modules diminuent progressivement lors des séquences de charges successives. Cette diminution est plus importante à 23°C qu'à 85°C et également dans le cas de la configuration L1 en particulier. De plus, il est constaté que le module calculé pour la 3^{ème} charge (i.e. $i=2$) est similaire à celle de la 4^{ème}, soit après la session de décharge.

	23°C		85°C	
	L1	45-2	L1	45-2
E₀ [MPa]	8460,8	6116,3	5471,4	3132,6
E₁ [MPa]	7616,3	5114,2	5076,6	3027,6
E₂ [MPa]	7153,6	4792,0	4876,1	2966,9
E₃ [MPa]	7973,6	4797,0	5060,9	2953,6
E₄ [MPa]	6957,6	4662,9	4560,9	3053,1

Tableau 3.14 : Pentas des charges des essais de charges-décharges-relaxations pour les deux configurations L1 et 45-2 à 23°C et 85°C.

Finalement, les propriétés élastiques obtenues sur plaques ont été comparées à celles déjà obtenues avant la thèse sur un renfort de hayon. Des éprouvettes ont été découpées sur les zones plates d'un renfort et les pentes initiales ont été moyennées pour deux éprouvettes prises dans une même zone. Les éprouvettes ont été prélevées selon plusieurs orientations sur la géométrie en haute et basse position de la pièce industrielle, là où il n'y avait pas de nervures, néanmoins les positions exactes ne sont pas connues. Les valeurs obtenues sur renfort varient de 3140 MPa à 9085 MPa, à comparer à 4873 MPa et 8229 MPa pour toutes les configurations d'une plaque. L'ordre de grandeur est similaire, ce qui assure une bonne représentativité du matériau de la plaque. Cependant, le résultat des plaques couvre environ 60 % de la gamme des pentes initiales obtenues sur le renfort de hayon. Sur la Figure 3.36, les lignes en vert délimitent les valeurs des pentes initiales obtenues à partir des essais réalisés à l'IRDL et rendent compte visuellement de cette comparaison. Majoritairement, les valeurs minimales déterminées sur renfort ne sont pas retrouvées à partir des éprouvettes prélevées sur plaque. Ce résultat permet d'appuyer le choix du plan de découpe de ne pas prélever les éprouvettes uniquement en centre de plaque ce qui n'aurait alors pas permis de capter une aussi large variation de la pente initiale des courbes contrainte-déformation.

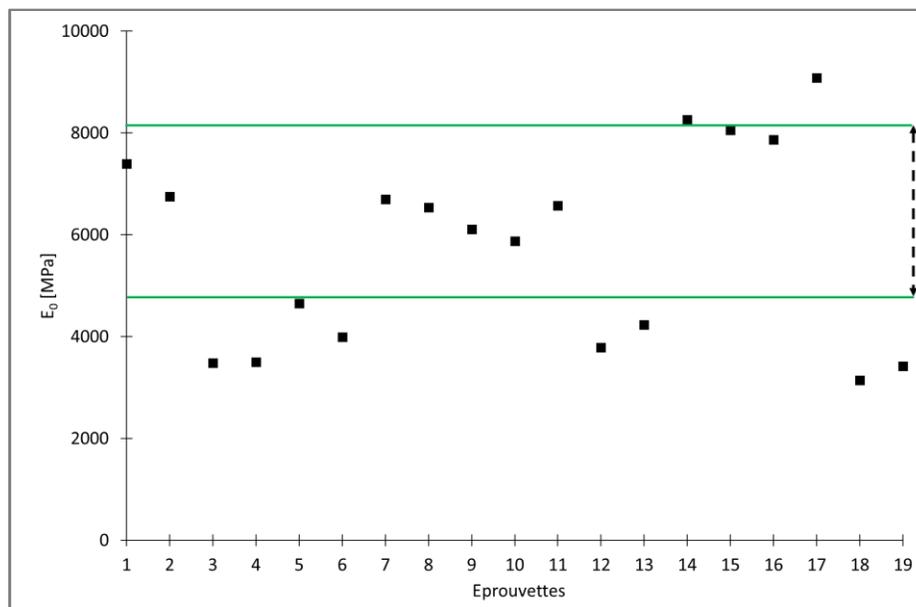
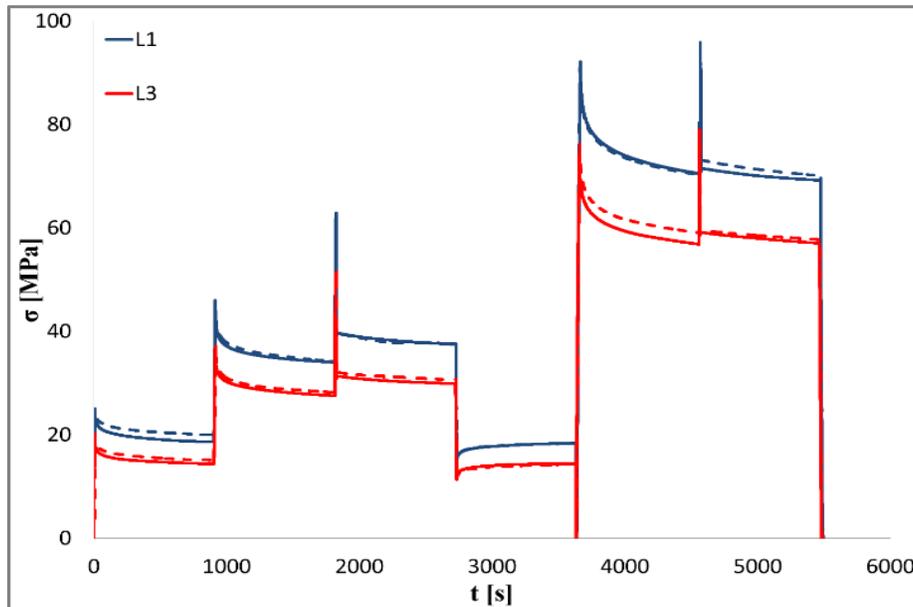


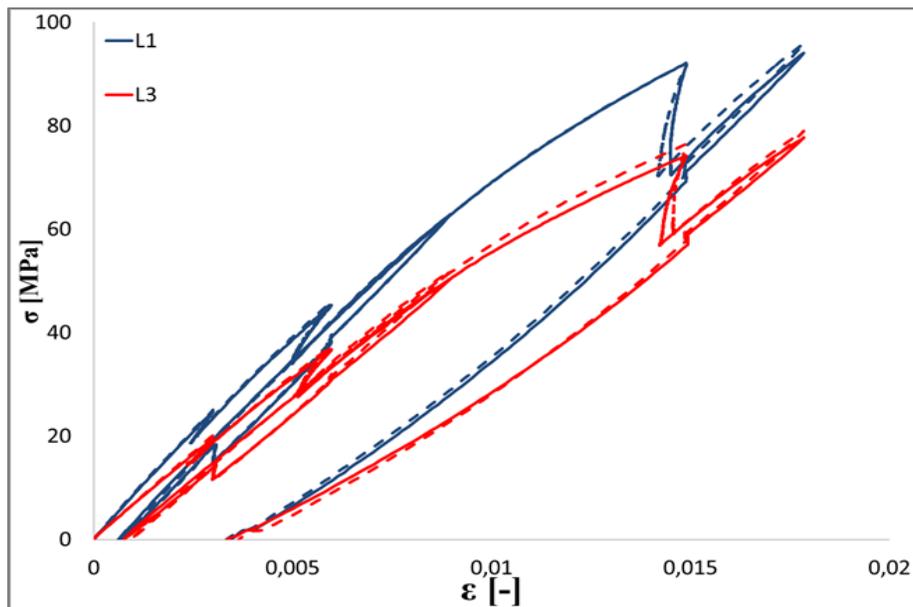
Figure 3.36 : Pentas initiales obtenues sur une pièce industrielle (données Renault) et gamme, délimitée en vert, obtenue sur plaque avec la campagne de tests de l'IRDL.

IV.5.3 Déformation résiduelle

Les évolutions de la contrainte en fonction du temps pour des essais avec deux étapes successives de charges-décharges-relaxations sont tracées pour les configurations L1 et L3 sur la Figure 3.37 (a). Ce type d'essai permet en particulier de s'intéresser aux valeurs des déformations résiduelles visibles après une étape décharge. Les niveaux de déformations résiduelles sont assez rarement discutés en détails dans la littérature, mais elles sont pourtant intéressantes lorsque le comportement mécanique est en partie visco-élasticité.



(a)



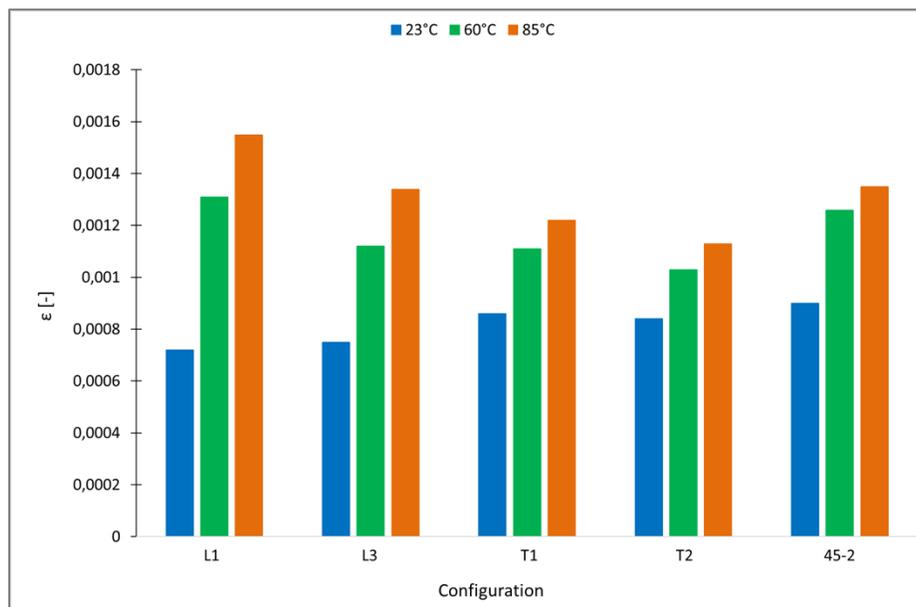
(b)

Figure 3.37 : Evolution de la contrainte en fonction du temps (a) en fonction de la déformation (b) d'essais de charges-décharges-relaxations à 23°C, dans la direction longitudinale pour deux configurations.

La Figure 3.37 (b) montre l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation. Il est noté que la dispersion sur ces essais par configuration est très faible. Malgré les différences en fonction de l'orientation des fibres, et donc en niveau de contrainte atteintes, les déformations résiduelles sont identiques pour les deux configurations à l'issue des deux étapes de décharges effectuées durant l'essai. Devant les niveaux très faibles des déformations résiduelles, le résultat est similaire avec les autres orientations, et également en température.

En effet, la Figure 3.38 (a) montre des valeurs des déformations résiduelles obtenues pour un essai de charges-décharges-relaxations avec des relaxations à chaque température pour les différentes configurations. Quelle que soit la configuration, la déformation résiduelle augmente avec la température. Les valeurs sont sensiblement faibles, comprises entre 0,07 % et 0,086 % à 23°C pour toutes les configurations confondues et entre 0,017 % et 0,016 % à 85°C. A 23°C les déformations résiduelles sont moins importantes dans la direction longitudinale. A 60°C, les valeurs sont plus semblables quelles que soient les configurations. Enfin, si les déformations résiduelles sont les plus faibles pour la configuration L1 à 23°C, elles sont les plus hautes à 85°C. De plus, les écarts obtenus d'une température à l'autre pour une même configuration sont les plus grands pour L1 et L3. A contrario, les écarts de 23°C à 85°C sont plus limités dans le sens transverse ou pour la configuration 45-2.

Pour de plus hauts niveaux de déformation, la Figure 3.38 (b) rend compte des déformations résiduelles obtenues pour trois configurations sur les cinq dans le cas d'une seconde séquence de charges-décharges-relaxations. Les déformations résiduelles augmentent avec la température mais l'analyse des valeurs à différentes températures ne permet pas de dégager une évolution claire en fonction de l'orientation des fibres.



(a)

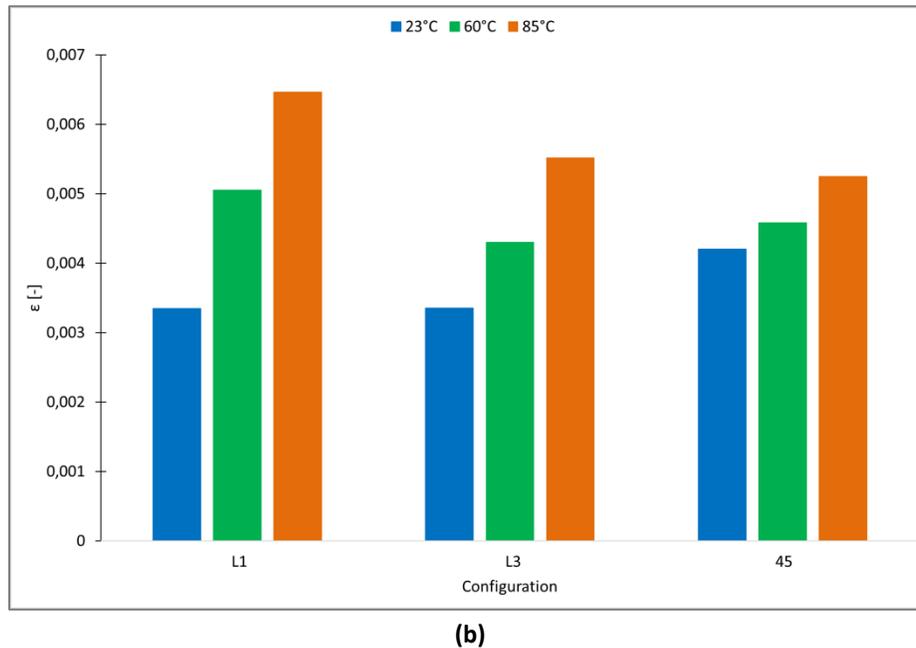


Figure 3.38 : Déformations résiduelles obtenues à chaque température pour chaque configuration après la première séquence de charges-décharges (a) et pour trois configurations après la seconde séquence de charges-décharges (b) des essais de charges-décharges-relaxations (15 min).

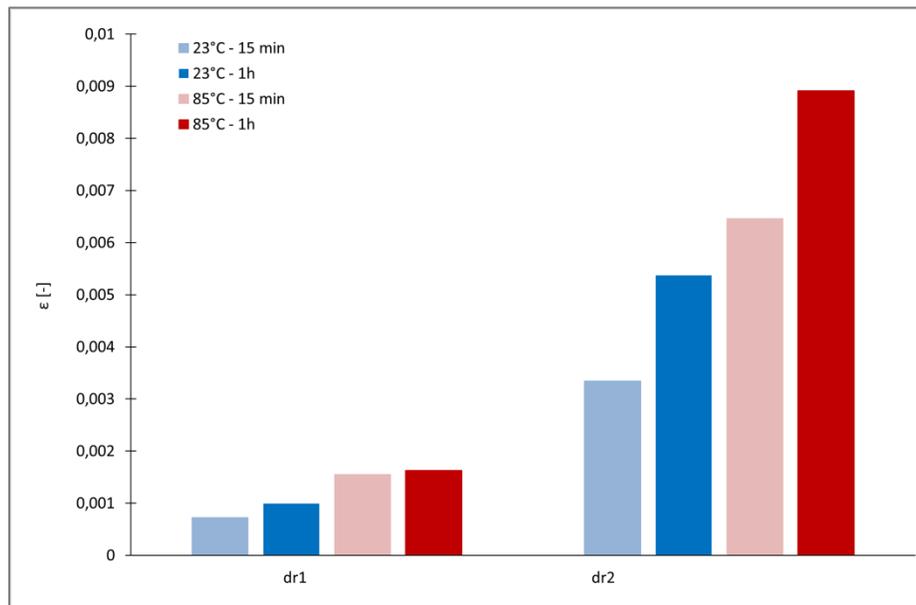


Figure 3.39 : Déformations résiduelles obtenues sur la configuration L1 pour des essais de charges-décharges interrompus de relaxations de 15 min de relaxation ou 1 h.

Finalement, les valeurs des déformations résiduelles sont extrêmement faibles et lorsque parfois elles sont égales, par exemple à 23°C pour toutes les configurations étudiées, des analyses supplémentaires seraient nécessaires pour s'assurer des valeurs obtenues. Un plus grand nombre d'éprouvettes doit être testé mais la précision de l'extensomètre peut également être remise en cause et d'autres moyens de mesure de la déformation pourraient être envisagés. De plus, dans notre cas, l'évolution des

déformations résiduelles en fonction du temps à force nulle n'a pas été observée à l'issue de ces essais, car ce cas ne correspond pas au cahier des charges du hayon.

IV.5.4 Effet de la température, de l'anisotropie et de la vitesse de déformation sur les relaxations

La chute de la contrainte pendant une étape de relaxation $\Delta\sigma$ est calculée pour chaque étape de relaxation R_i , $i=1,2,4$ et pour chaque essai réalisé. R_3 n'est pas considérée dans les prochains résultats présentés car il est observé qu'aucun phénomène de relaxation ne se produit où que son évolution reste négligeable. De même, R_5 et R_6 ne sont pas pris en compte dans cette analyse. Pour comparer l'évolution de $\Delta\sigma$ avec la température, les rapports $\Delta\sigma_{R_i}/\Delta\sigma_{R_4}$, $i=1,2$ sont calculés et indiqués sur la Figure 3.40. Ils montrent que la diminution de la contrainte pour R_1 et R_4 sont du même ordre de grandeur, avec un rapport compris entre 1,1 et 1,7. Le rapport entre R_2 et R_4 est bien plus élevé que pour R_1 et atteint un maximum de 8. Dans ce cas, il y a une forte décroissance accompagnant celle de la température. Concernant l'anisotropie, les valeurs sont bornées par les configurations L1 et 45-2, respectivement aux limites maximales et minimales. Une décroissance quasi-linéaire est observée avec la température.

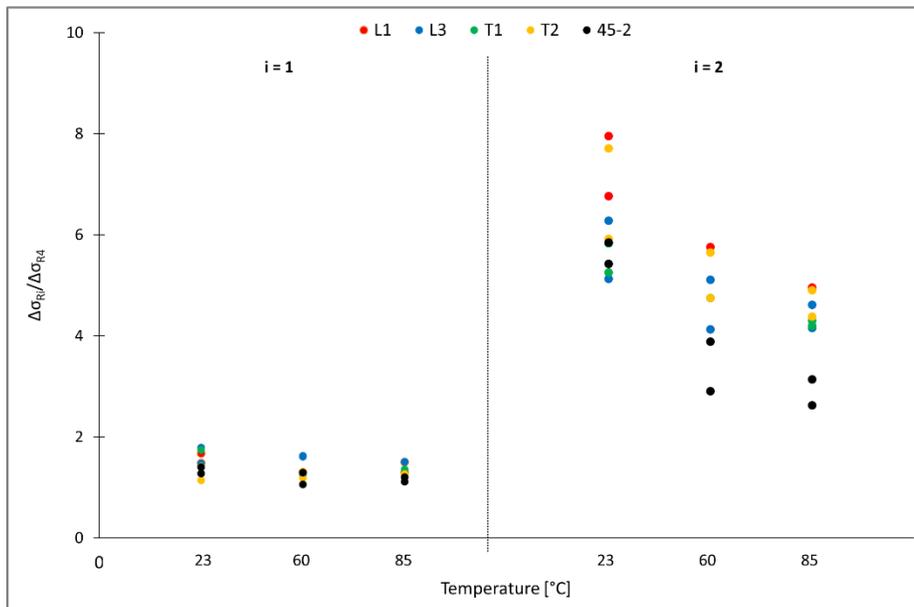


Figure 3.40 : Rapports $\Delta\sigma_{R_i}/\Delta\sigma_{R_4}$, avec $i=1$ et $i=2$.

Le rapport $\Delta\sigma/\sigma_{max}$ de la configuration 45-2 est tracé sur la Figure 3.41, avec σ_{max} la contrainte maximale au début de l'étape de relaxation considérée. Les relaxations R_1 et R_2 sont caractérisées par une décroissance relative de la contrainte comprise entre 15-20 %, tandis que R_4 conduit à une augmentation d'environ 35-40 %. Ces spécificités sont aussi observées par (Andriyana, Billon, and Silva 2010) et sont attribuées à l'atteinte d'un état d'équilibre de la matière indépendant du temps. La tendance est similaire pour toutes les configurations.

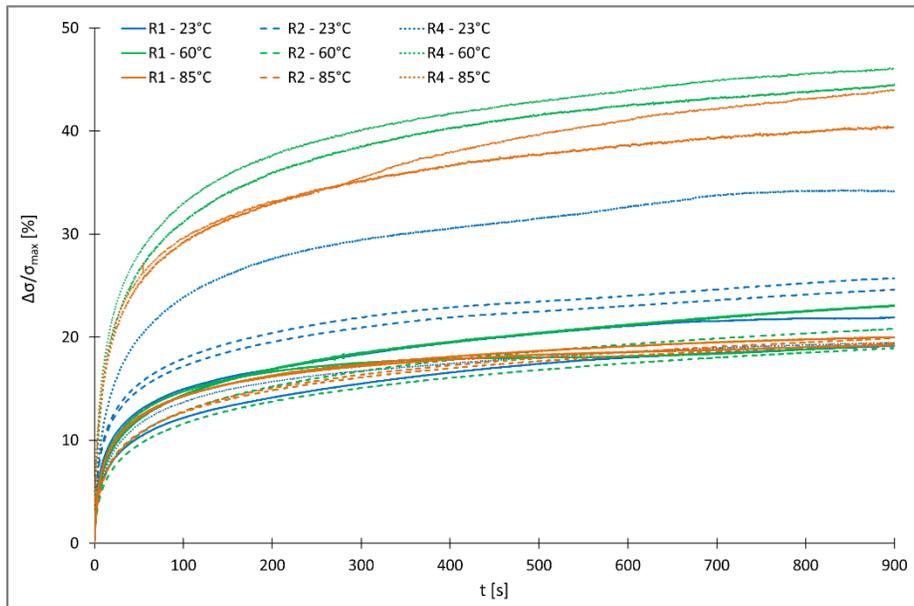


Figure 3.41 : Intensité relative de la relaxation (15 min) pour les éprouvettes 45-2 à toutes les températures.

L'état relaxé peut être évalué en ne considérant que le point de chaque étape de relaxation sur la courbe contrainte-déformation des essais de charge-décharges-relaxations. Ces points sont indiqués sur la Figure 3.42 pour la configuration L1 à trois températures et pour des relaxations de 15 min. Ces points sont reliés par des lignes droites pour faciliter la lecture. Les allures non-linéaires augmentent quand la température augmente mais l'hystérésis reste environ constante. Les points correspondants obtenus après des essais similaires avec une relaxation d'une heure sont également ajoutés à 23°C et 85°C et mettent en évidence l'effet minime de la durée de la relaxation et montre que 15 min de relaxation est suffisant pour « effacer » la partie visqueuse du comportement matériau durant une étape de relaxation. Cette tendance est observée pour toutes les configurations.

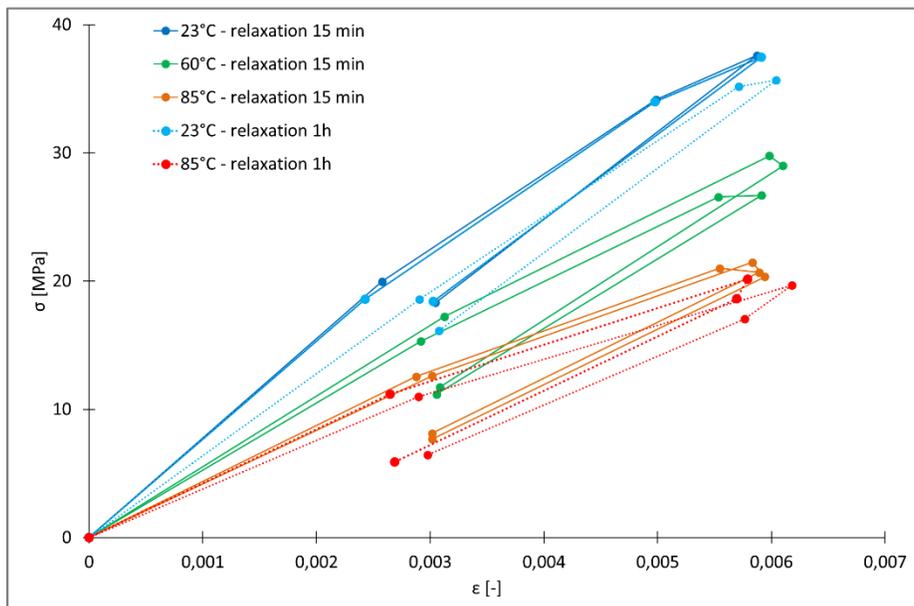


Figure 3.42 : Contribution indépendante du temps pour les éprouvettes L1 à 23°C, 60° et 85°C.

La Figure 3.43 présente le rapport $\Delta\sigma/\sigma_{max}$ pour la configuration L2. Il est calculé pour des essais réalisés à différentes vitesses de déformation. La dispersion augmente avec l'augmentation des vitesses de déformation. La décroissance de la vitesse de déformation conduit à une diminution de l'intensité de la relaxation.

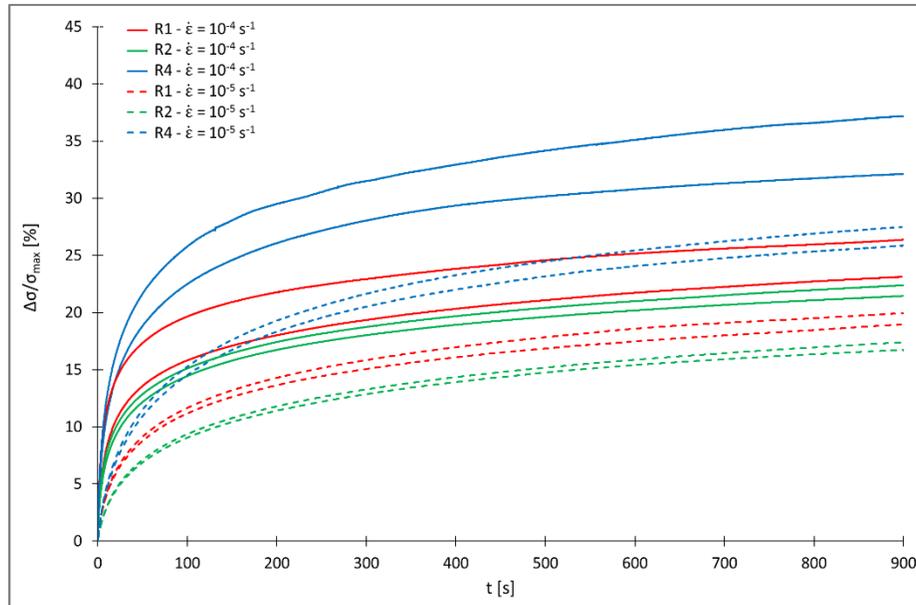


Figure 3.43 : Niveau relatif de la relaxation (15 min) pour les éprouvettes L2 à 10^{-4} s^{-1} et 10^{-5} s^{-1} à 23°C .

IV.5.5 Histoire du chargement

Des essais de charges-décharges-relaxations opérés sur la configuration L2 ont permis de mettre en évidence l'influence du chargement mécanique sur le comportement du matériau à température ambiante.

Les courbes correspondantes sont tracées sur les Figure 3.44 (a) et (b). Le premier trajet de chargement tient compte de deux étapes de charges-décharges. Le second trajet, se restreint à une seule séquence de charge et de décharge, caractérisée par quatre relaxations, mais les niveaux de déformations ont été étendus pour couvrir toute la gamme de déformation considérée, à 0,6 % et de 1,2 %. Les courbes des deux essais évoluent de manière parfaitement identique dans la gamme de déformation comprise entre 0,9 % et 1,5 % alors que les trajets de chargement imposés sont différents. Ce n'est cependant pas le cas en phase de décharge où les pentes, non-linéaires, diffèrent. L'histoire du matériau a une influence non négligeable sur l'hystérésis finale qui est nettement décalée dans le cas où quatre relaxations ont été opérées contre six pour le second trajet de chargement.

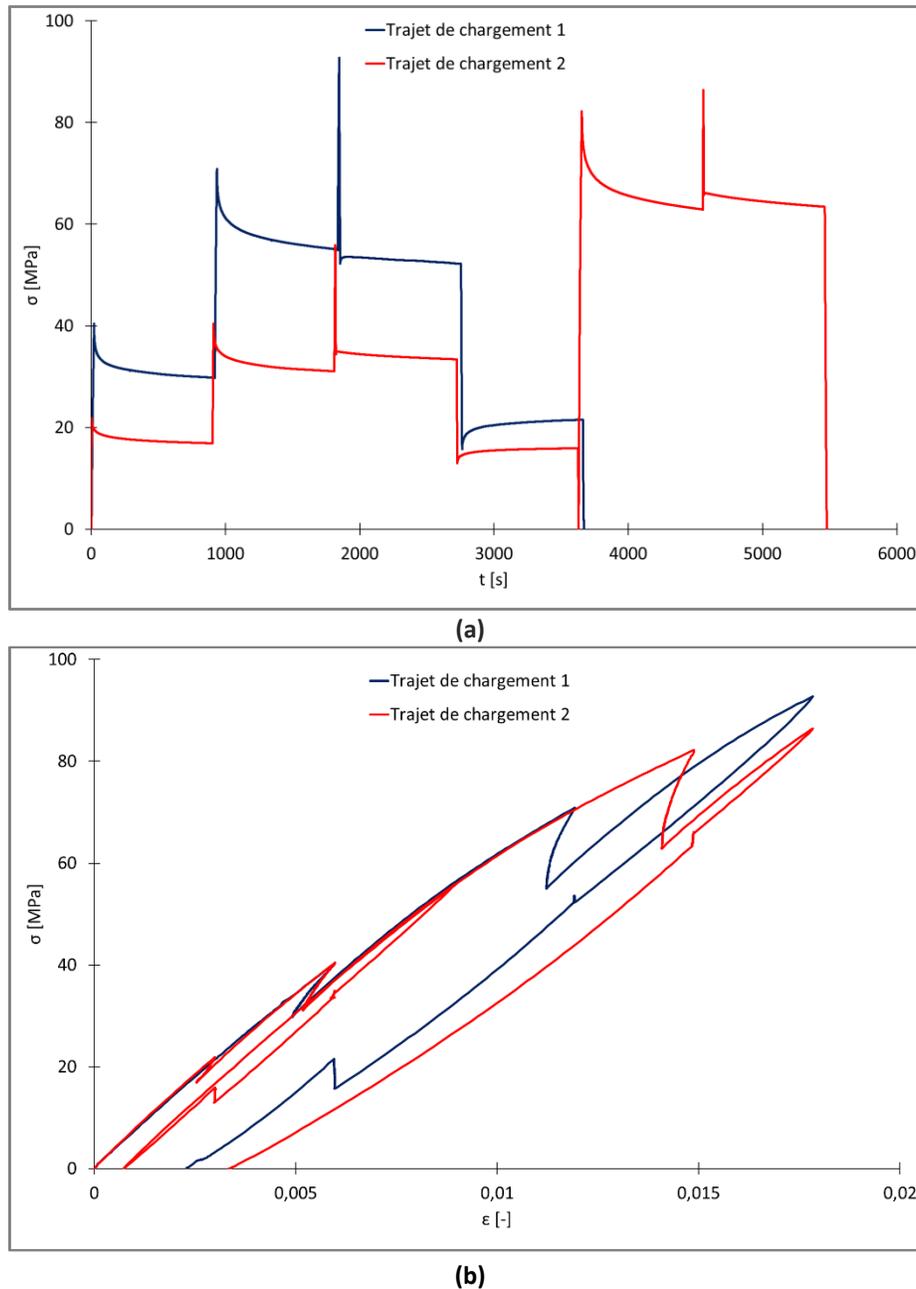


Figure 3.44 : Evolution de la contrainte en fonction du temps (a) et de la déformation (b) pour deux chargements différents à 23°C sur la configuration L2.

IV.5.6 Influence du recuit

Les essais de charges-décharges-relaxations montrent que la déformation diminue durant les étapes de relaxation, et ce, pour toutes les configurations et températures. Afin de relaxer les contraintes internes éventuelles apparues durant la mise en forme du matériau, des éprouvettes ont été préchauffées durant 4 h à 90°C (Parenteau et al. 2014) pour évaluer l'incidence que cela pourrait générer sur le comportement mécanique. Des essais de charges-décharges-relaxations sur la configuration L3 sont pris pour référence. La Figure 3.45 montre la comparaison entre des essais ayant ou non subi un recuit isotherme. La diminution de l'évolution de la contrainte durant les étapes de relaxations est constatée durant la phase de chargement.

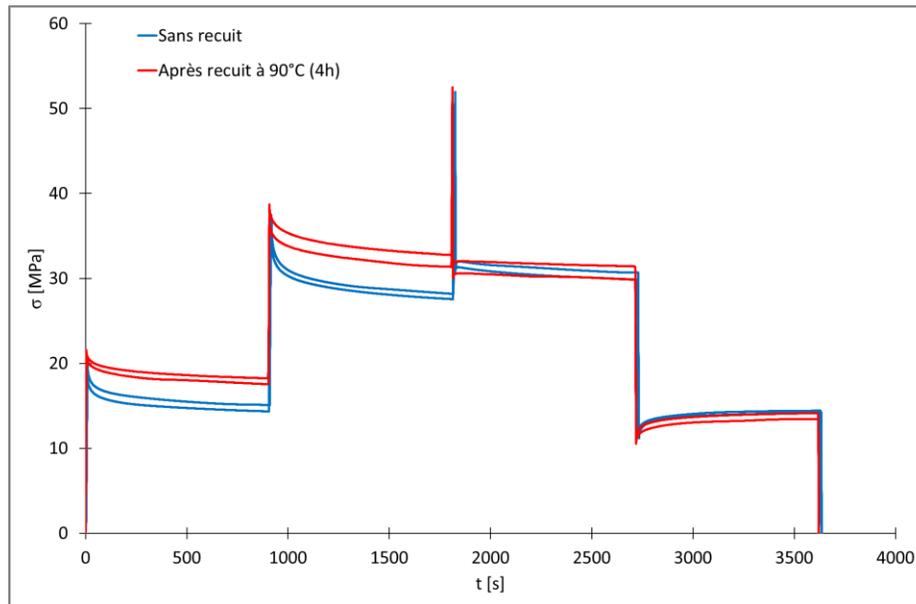


Figure 3.45 : Evolution de la contrainte en fonction du temps lors d'un essai de charges-décharges-relaxations sur les éprouvettes L3 à 23°C avec et sans recuit.

V Conclusions

Ce chapitre est dédié à la description de la microstructure du PPGFL40 et à la caractérisation thermo-mécanique de son comportement.

Dans un premier temps, la microstructure de plaques injectées et de renforts de hayon en PPGFL40 a été comparée. En particulier, la fraction massique de fibres sur plaque injectée est proche de celle obtenue sur la pièce industrielle. De plus, les longueurs des fibres déterminées sur des prototypes du renfort semblent visuellement en accord avec les longueurs des fibres issues de la plaque. Il y a une forte concentration de très petites fibres assimilables à de la « poudrette » et de nombreuses fibres de plus d'un centimètre de long qui ont tendance à se regrouper fortement et à se courber. Des éprouvettes ont été découpées dans les plaques pour mesurer l'orientation des fibres au niveau de la section utile de ces éprouvettes par tomographie à rayons X. Par traitement d'images, la structure cœur-peau connue pour ce type de matériau a été mise en évidence ainsi que l'évolution de l'orientation des fibres d'une zone à une autre. Des tenseurs d'orientation de fibres, moyennés dans l'épaisseur, expérimentaux ont finalement été obtenus et comparés à ceux donnés numériquement avec Moldflow pour différents échantillons, permettant ainsi d'optimiser les paramètres des modèles.

Dans un second temps, des éprouvettes ont été découpées selon un plan de découpe original basé sur la comparaison des tenseurs expérimentaux d'orientation de fibres et numériques. Des essais de traction ont été réalisés à trois températures, pour une sollicitation monotone allant jusqu'à rupture ou pour un chargement séquentiel, avec des étapes de charges, de décharges et de relaxations de 15 min et 1 h. Les essais ont été complétés par des essais de fluage entre 4 h et 10 h afin d'évaluer la dépendance au temps sur une plus longue durée. Le plan de découpe a permis de montrer que la position de découpe des éprouvettes dans la plaque donnait lieu à des variations non négligeables des propriétés thermo-mécaniques. En effet, l'anisotropie du matériau est telle, que les éprouvettes selon

chaque orientation peuvent présenter des écarts significatifs, et ce malgré la proximité des éprouvettes entre elles. C'est particulièrement le cas par exemple à dans la direction longitudinale avec les configurations L1 et L2 ou transversale avec les configurations T1 et T2 qui sont très rapprochées. Ainsi, il semble pertinent de ne pas se restreindre aux grandes familles d'orientation, soient 0°, 90° et 45°, mais de considérer également l'influence du procédé de fabrication et par conséquent les variations plus locales de l'orientation des fibres. Finalement, le plan de découpe a permis de couvrir une large gamme de niveaux de contrainte et de propriétés élastiques comparable à celles obtenue sur une pièce industrielle.

Les conclusions de la campagne de tests sont nombreuses. Le comportement identifié est thermo-dépendant, anisotrope, visqueux et hystérétique et se caractérise par une décharge non linéaire. La dispersion des propriétés mécaniques pour chaque configuration considérée est relativement faible en comparaison avec celles obtenues pour d'autres types de plans de découpe proposés dans la littérature. De plus, il a été montré que la vitesse de déformation influait assez faiblement sur le comportement mécanique, bien que de manière significative, et qu'il n'était pas nécessaire de faire varier ce paramètre dans la gamme de déformation considérée pour l'ensemble des essais. Par ailleurs, la sensibilité du matériau à la température a été mise en évidence. Les pentes initiales calculées sur les courbes de contrainte-déformation ont montré une diminution en température avec un facteur de 1,5 entre 23°C et 85°C. Il est aussi mis en évidence que l'hystérésis est dépendante de la température. Pour l'ensemble des orientations considérées, elle sera plus importante pour une température élevée ou encore pour une histoire du matériau plus complexe et longue. L'étude de l'évolution du niveau de contrainte pendant les étapes de relaxation des essais de charges-décharges-relaxations ont permis de retrouver des tendances connues pour les matériaux polymères. La variation des contraintes lors des relaxations est moins importante en phase de décharge qu'en phase de charge.

Les différents essais de la campagne de tests sont complémentaires et ont permis de mettre en évidence les grandes contributions du comportement thermo-mécanique du PPGFL40. Ils vont ainsi permettre de constituer une base de données fiable pour mener l'identification de paramètres matériau de modèles mécaniques numériques.

Chapitre 4 : Représentation des contributions du comportement thermo-mécanique non-linéaire

I Introduction

Afin de s'appuyer sur un dimensionnement virtuel fiable de pièces en PPGFL40, une bonne représentation du comportement mécanique dans une gamme de températures allant de 23°C à 85°C est nécessaire. Ce chapitre traite de l'identification de paramètres matériau pour l'utilisation de lois de comportement elasto-visco-plastiques introduites dans le *chapitre 2*.

Les résultats expérimentaux précédemment présentés ont permis d'identifier les différentes contributions caractéristiques du comportement mécanique non-linéaire du matériau. Ce comportement est partiellement réversible, impliquant des effets visqueux sur des échelles de temps différentes. La mise en évidence de ces contributions au travers d'essais spécifiques a permis d'orienter le choix de lois de comportement de type phénoménologique. Ces essais doivent désormais servir à alimenter la base de données permettant d'identifier les paramètres matériau associés à ces lois, ce qui a en partie motivé la complémentarité des différents types d'essais menés.

L'enjeu industriel étant de prédire les déformations résiduelles après des essais thermo-mécaniques de charges et décharges, la bonne description de l'hystérésis est ainsi primordiale. Les conditions de mise en service s'attachent également à considérer la sensibilité du comportement mécanique à la température. Deux lois de comportement introduites dans le *chapitre 2* sont testées. En particulier, le modèle de comportement utilisé par Renault est comparé au modèle de Launay (cf. *chapitre 2*) nécessitant plus de paramètres matériau. Pour cela, une première étape consiste à déterminer un jeu de paramètres matériau à chaque température mais aussi pour chaque configuration puisque l'anisotropie s'est avérée être une composante indispensable et qu'il fallait s'assurer que la qualité de la description du comportement soit pertinente quelle que soit l'orientation des fibres considérée. Dans un second temps, le modèle micromécanique de Mori-Tanaka, étendu en non-linéaire (EVP) et au cas anisotrope au travers de tenseurs d'orientation, est considéré. L'identification des paramètres matériau est réalisé en partenariat avec le support Digimat.

L'identification des paramètres est réalisée avec une approche inverse au travers d'une base de données expérimentales qui consiste en des essais de traction monotone jusqu'à rupture à différentes vitesses de déformation, des essais alternant des étapes de charges, de décharges et de relaxations, et des essais de fluage. La capacité des deux approches à représenter l'ensemble de ces essais est analysée

et l'évolution des paramètres matériau en fonction de la température et des différentes configurations est discutée.

II Représentation du comportement thermo-mécanique

II.1 L'outil SiDoLo

Le logiciel SiDolo, développé à l'IRDL (Andrade-Campos et al., 2007), est utilisé pour introduire et intégrer les équations constitutives de modèles de comportement afin de simuler des essais homogènes et aussi pour réaliser l'identification des paramètres matériau. La procédure d'identification illustrée sur la Figure 4.1 se fonde sur une approche inverse, par minimisation d'une fonction coût. L'objectif principal est de trouver un jeu de paramètres matériau conduisant au plus petit écart entre les observations expérimentales et les résultats numériques à l'aide d'une fonction coût définie au sens des moindres carrés et normalisée par les valeurs expérimentales. Afin de minimiser la fonction coût, un algorithme de Levenberg-Marquardt est utilisé (Andrade-Campos et al., 2007). Les données en sorties nécessaires pour la calculer sont des niveaux de contrainte dans le cas d'essais monotones ou de relaxation, ou bien de niveaux de déformation pour des essais de fluage. Il est possible d'attribuer des poids différents aux différents essais considérés.

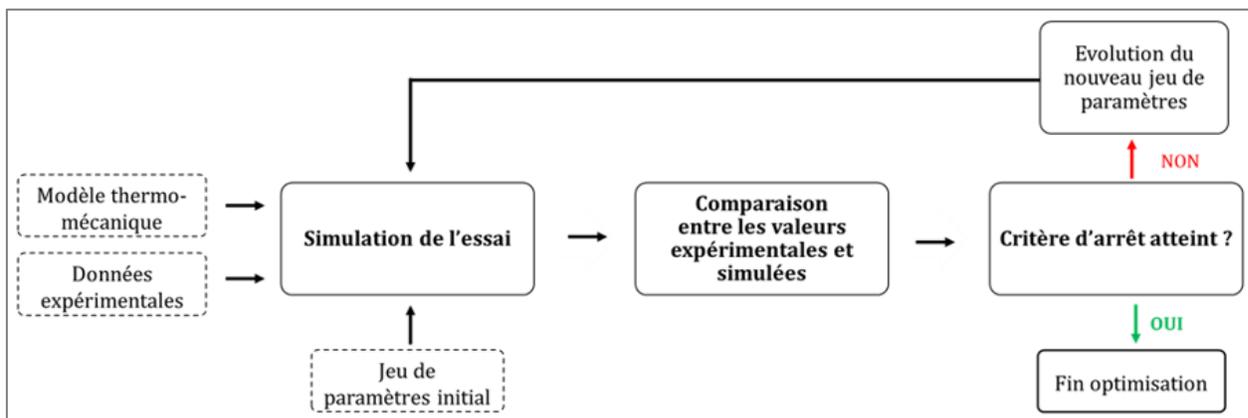


Figure 4.1 : Principe d'identification avec une méthode inverse avec SiDoLo.

II.2 Base de données

Lors de la campagne de tests, chaque configuration d'essai (éprouvette et température) a été testée au minimum deux fois, or seul un essai représentatif par configuration et température est nécessaire pour constituer la base de données servant à l'identification des paramètres matériau. Les courbes de contrainte en fonction de la déformation des essais de traction jusqu'à rupture et des essais de charges-décharges-relaxations sont superposées pour chaque configuration, vitesse de déformation et température. Un essai considéré alors représentatif de cet ensemble est sélectionné par type d'essai. La dispersion sur la pente initiale de la courbe est vérifiée en comparant les valeurs numériques des modules apparents. Pour les essais de charges-décharges-relaxations, le choix est aussi complété par l'observation des courbes de contrainte en fonction du temps. Concernant les essais de fluage réalisés uniquement sur la configuration L1, à température ambiante, les niveaux de déformations étant très faibles, et leurs évolutions aussi, il n'y a pas eu d'essai de reproductibilité. Ainsi les deux essais sous 20

MPa et 30 MPa sont intégrés à la base de données. A 85°C, sous 20 MPa, la reproductibilité est très bonne mais un des essais s'étant arrêté un peu avant 4 h de fluage, l'essai durant 10 h est sélectionné et est tronqué au bout de 4 h d'essai. Sous 30 MPa, l'essai avec la plus forte valeur de déformation est sélectionné. Par ailleurs, le nombre maximal de points autorisés par fichier d'entrée dans SiDoLo est de 500 points et le nombre de données brutes est donc réduit à l'aide d'une routine VBA dans le cas des essais de relaxation et de fluage (cf. *chapitre 3*). Pour une meilleure comparaison des prédictions des modèles pour chaque configuration, les niveaux de déformations des essais de traction à rupture sont limités à 1 %. Les essais de la base d'identification sont isothermes et la dilatation thermique n'est pas considérée à ce stade.

II.3 Procédure d'identification

Les équations du modèle EVP et du modèle de Launay introduites dans le *chapitre 2* sont intégrées dans SiDolo. Dans le cas du modèle EVP, la loi de fluage choisie est celle utilisée par Renault, soit la loi de fluage en puissance en temps (équation 26) et la loi d'écrouissage est celle de l'équation 25 (Lopez, Thuillier and Grohens 2017a, 2017b). Un certain nombre d'analyses préalables a conduit à la démarche d'identification adoptée. Bien que les résultats de ces simulations ne soient pas présentés, la démarche et les conclusions obtenues sont succinctement introduites. De plus, l'unicité des solutions proposées n'est pas recherchée devant le nombre de paramètres matériau à identifier.

Tout d'abord, la capacité de chaque modèle à représenter chaque type d'essais séparément, quelle que soit la configuration, a été étudiée en simulant les essais sans spécifier de contraintes, ou bornes, sur les paramètres. Les deux modèles parviennent parfaitement à simuler les essais de fluage. Les essais de charges-décharges-relaxations sont les plus délicats à reproduire. Les essais de traction à rupture sont bien représentés quelle que soit la température considérée mais l'allure de la prédiction est plus appréciable dans le cas du modèle de Launay par rapport au modèle EVP et les différences par contribution seront présentées et analysées dans la suite de ce chapitre.

Dans un second temps, les jeux de paramètres matériau identifiés séparément sont utilisés pour simuler les autres types d'essais. Par exemple, les paramètres matériau identifiés sur les essais de fluage permettent de bien décrire les essais de charges-décharges-relaxations à 23°C mais les résultats sont moins satisfaisants à 85°C et pour les essais de traction à rupture quelle que soit la température ou la vitesse de déformation. Cette analyse a permis d'observer la complémentarité des essais entre eux et de motiver l'utilisation des essais de fluage comme étape de départ pour l'identification et de borner les paramètres autour des valeurs obtenues pour l'identification sur d'autres essais. En effet, les essais de fluage ont une influence importante sur la valeur des paramètres matériau mais également sur la thermo-dépendance de ces derniers.

Par ailleurs, chez Renault, dans le cas du matériau du renfort de hayon, les paramètres de la loi de fluage ont été identifiés séparément sur des essais spécifiques. La démarche est aussi proposée par (Launay et al., 2011) qui ont identifié les paramètres de chaque contribution sur des essais particulièrement sensibles à cette contribution, afin de la reproduire au mieux, puis de les regrouper pour déterminer un seul jeu de paramètres.

Ainsi, dans un troisième temps, cette démarche a été testée, cependant, cette approche n'a pas été retenue car les jeux de paramètres combinés n'améliorent pas significativement les simulations et

également car les essais de fluage ne sont disponibles que pour la configuration L1. Dans une ultime étape, les différents essais de la base expérimentale sont combinés pour procéder à une identification de l'ensemble des paramètres en même temps par étapes successives (en introduisant les essais les uns après les autres), par configuration et par température. Cette démarche permet d'obtenir le meilleur compromis possible, et c'est donc celle-ci qui a été retenue pour la suite.

Finalement, pour les deux modèles, une même procédure d'identification est réalisée : un jeu de paramètres matériau est identifié à chaque température pour chaque configuration, et ce pour l'ensemble des essais associés. Néanmoins, un poids différent selon les types d'essais est parfois attribué.

Pour motiver cette approche, plusieurs jeux de paramètres matériau initiaux ont été testés afin d'éviter les minimums locaux qui sont un point faible des méthodes d'optimisation fondées sur le gradient de la fonction coût. L'évolution des paramètres matériau d'un essai à un autre ou d'une température à une autre a été particulièrement étudiée.

Dans le cas du modèle EVP, les valeurs initiales du module d'élasticité apparent et de la limite d'élasticité sont déduites à partir des résultats expérimentaux et elles sont bornées respectivement à ± 1000 MPa et ± 5 MPa. Comme l'identification combine plusieurs essais par orientation et température, la valeur moyenne des modules apparents de tous ces essais est considérée dans le jeu de paramètre initial. De plus, une attention particulière a été opérée durant la phase d'identification pour les paramètres Q et b de la loi d'écrouissage afin d'éviter une superposition des courbes d'écrouissage entre elles pour une même configuration, en particulier entre celles à 60°C et 85°C. Il est considéré pour la suite, et de manière arbitraire, que Q est supérieur à b avec une valeur limite pour Q de 300 MPa et pour b de 150. Il est néanmoins nécessaire de souligner que la gamme de déformations de l'étude est très faible et que dans ce cas, une loi d'écrouissage linéaire aurait pu être suffisante, en particulier aux températures élevées. De plus, les paramètres de la loi EVP doivent tous être positifs à l'exception du paramètre m qui est strictement négatif et supérieur à -1 (cf. *chapitre 2*).

Pour le modèle de Launay, les paramètres initiaux utilisés sont ceux donnés dans (A. Launay et al., 2011). Bien qu'obtenus pour un polyamide, ils donnent une idée des ordres de grandeur des valeurs des paramètres. En imposant une diminution des paramètres E_L , E_{v1} et E_{v2} au regard des résultats expérimentaux du *chapitre 3*, les autres paramètres matériau diminuent en température, à l'image de ce qui est observé dans (Launay et al., 2013). Seuls les paramètres η_1 et η_2 augmentent puisque le rapport η/E augmente avec la température. De plus, la sensibilité des paramètres a été analysée visuellement sur des essais de charges-décharges-relaxations. Ce résultat a également permis d'établir les bornes à appliquer aux valeurs des différents paramètres, par exemple beaucoup plus restrictives sur les paramètres de la loi d'écrouissage que sur les paramètres visco-élastiques. Il a été vérifié que la conservation de deux termes visco-élastiques, pour deux échelles de temps dissociées, améliore nettement les prédictions du modèle.

Dans la littérature, dans le cadre de matériaux anisotropes, l'identification de paramètres matériau est essentiellement réalisée sur des éprouvettes directement injectées ou sur des éprouvettes très fortement orientées. La configuration L1 se rapproche le plus de cet usage et c'est d'ailleurs ce qui a en partie motivé le fait de faire un maximum d'essais sur cette configuration. Cette configuration a aussi

l'avantage d'être prélevée deux fois par plaque (cf. *chapitre 3*). De ce fait, une première identification des paramètres est donc réalisée pour cette configuration.

Les essais ayant tous été réalisés dans le cadre de cette thèse, et l'accent ayant été mis préférentiellement sur l'anisotropie et la température, le nombre de types d'essai est limité pour une majorité des configurations. Pour rappel, uniquement des essais de traction à rupture et de charges-décharges-relaxations sont disponibles pour les configurations autres que L1. Ainsi la combinaison importante de type d'essai pour cette configuration doit permettre de contraindre suffisamment l'identification et d'établir l'évolution en température de chaque paramètre matériau permettant de capturer les différentes contributions du comportement matériau. Comme illustrée sur la Figure 4.2, cette évolution (croissance ou décroissance) sera alors volontairement imposée pour toutes les autres configurations.

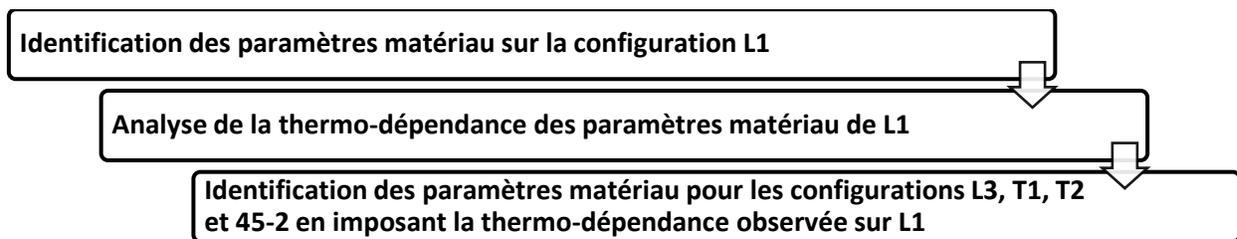


Figure 4.2 : Approche générale d'identification en 3 étapes successives

La démarche opérée pour la configuration L1 est donc la suivante : une première identification est réalisée à 85°C en utilisant les essais de fluage uniquement. La majorité des paramètres étant positifs et diminuant en température, il est plus aisé de commencer à cette température pour ensuite minimiser les valeurs des paramètres aux autres températures. Ensuite, les essais de charges-décharges-relaxations sont ajoutés, puis finalement les essais de traction à rupture aux différentes vitesses de déformation. La même procédure est ensuite appliquée à 23°C. A 60°C, les paramètres matériau sont bornés, de telle sorte que la monotonie en température soit imposée, voire la linéarité si le résultat est pertinent. Cette démarche est adoptée dans l'optique de se questionner sur la nécessité de caractériser un matériau à au moins trois températures, ou éventuellement de pouvoir limiter le nombre de paramètres à identifier. Une variation monotone de l'évolution des paramètres matériau en température a déjà été observée auparavant au-dessus de T_g (Launay et al., 2013).

II.4 Résultats et discussion

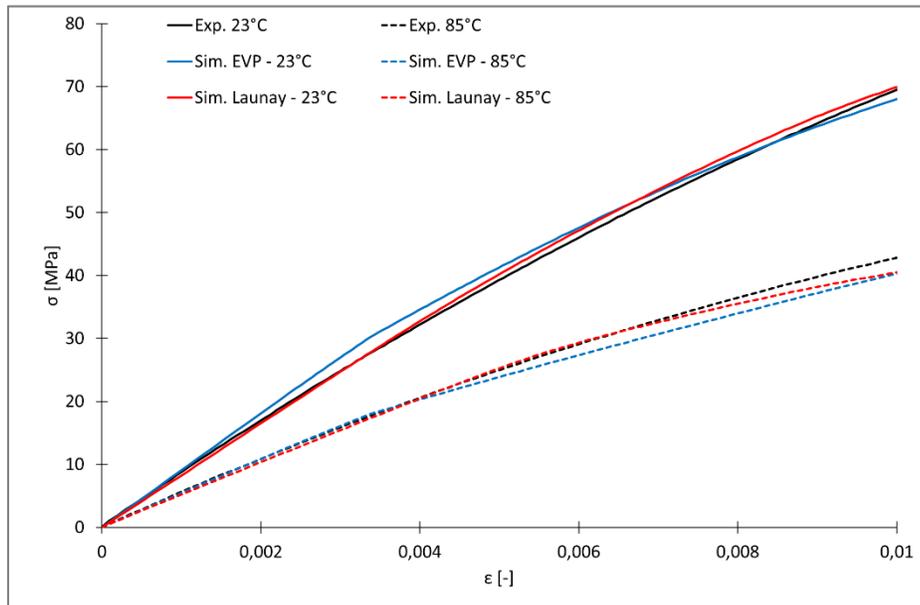
II.4.1 Identification pour la configuration L1

Dans un premier temps, la capacité des deux modèles à simuler les différentes contributions telles que la viscosité, l'écrouissage, l'hystérésis ou la dépendance au temps est comparée au travers de différents essais réalisés sur la configuration L1. Les résultats ci-dessous sont obtenus avec un jeu de paramètres unique par température pour l'ensemble des essais présentés.

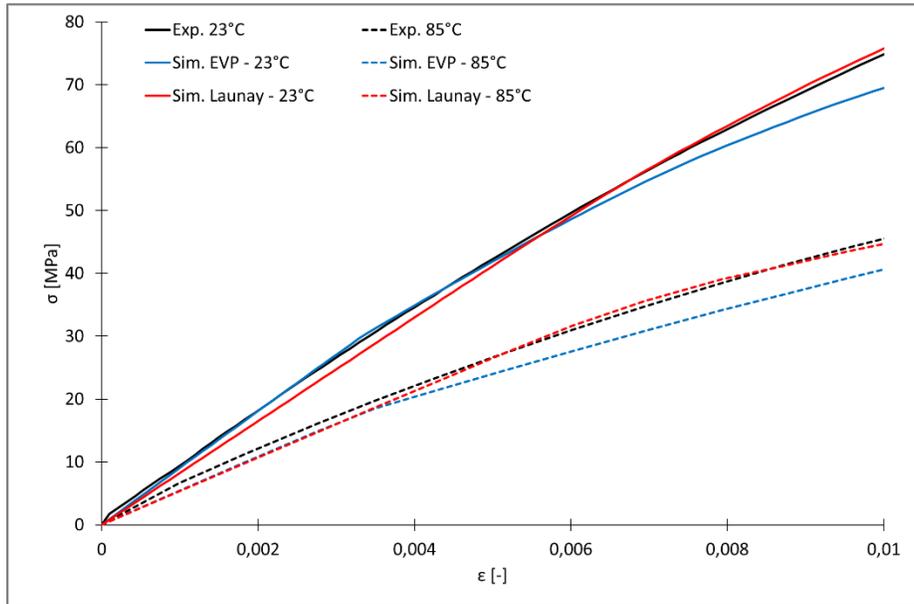
Essais de traction monotone jusqu'à rupture à différentes vitesses de déformation à 23°C et 85°C

L'influence de la vitesse de déformation est mise en évidence sur des essais de traction à rupture. Les Figure 4.3 (a), (b), et (c) montrent l'évolution de la contrainte de Cauchy en fonction de la déformation logarithmique obtenue à température ambiante et à 85°C pour différentes vitesses de déformation respectivement $10^{-5} s^{-1}$, $10^{-4} s^{-1}$ et $10^{-3} s^{-1}$. Les prédictions numériques du modèle EVP et de Launay sont également présentées respectivement en bleu et en rouge. Comme déjà observé dans le *chapitre 3*, l'effet de la vitesse de déformation est relativement faible mais non négligeable avec une variation d'environ 5 % pour cette configuration sur les niveaux de contrainte entre les trois vitesses. La majorité des essais constitutifs de la base expérimentale ont été conduits à une vitesse de déformation de $10^{-4} s^{-1}$. Les résultats présentés sur la Figure 4.3 (a) obtenus à cette même vitesse montrent que les deux modèles présentent des prédictions avec une allure proche des courbes expérimentales. Le seuil de la transition élastique-plastique est clairement visible pour le modèle EVP à cause d'un changement un peu abrupt de la pente qui se produit quand la limite d'élasticité est atteinte. Par conséquent, le comportement non linéaire du matériau est moins bien décrit par rapport au modèle de Launay. De plus, le modèle EVP a tendance à surestimer les niveaux de contrainte à 23°C et à les sous-estimer à plus haute température. La décroissance en température de la contrainte est correctement prédite par les deux modèles.

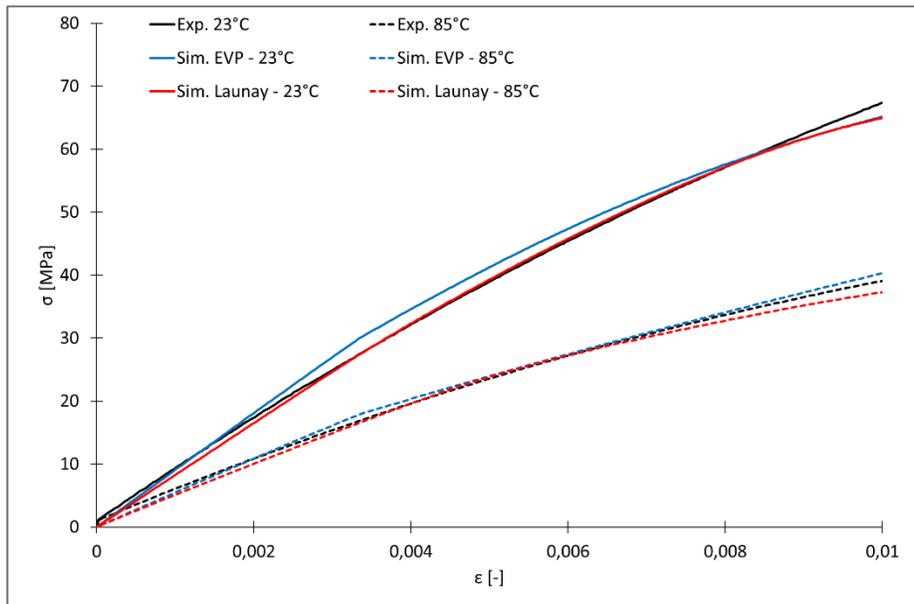
A une vitesse de déformation inférieure (Figure 4.3 (b)), la prédiction du modèle EVP est meilleure à 23°C à très faible niveau de déformation mais elle sous-estime fortement les niveaux de contrainte aux déformations plus élevées alors que la prédiction du modèle de Launay est améliorée dès 0,5 % de déformation. A la plus haute vitesse de déformation (Figure 4.3 (c)), les deux modèles présentent de bonnes prédictions aux faibles niveaux de déformation jusqu'à 0,2 %, mais qui s'écartent des courbes expérimentales au-delà d'une déformation de 0,8 %.



(a)



(b)



(c)

Figure 4.3 : Courbes contrainte-déformation expérimentales et simulées des essais de traction conduits jusqu'à rupture à température ambiante et à 85°C à une vitesse de déformation de 10^{-4} s^{-1} (a) de 10^{-5} s^{-1} (b) de 10^{-3} s^{-1} (c) pour la configuration L1.

Dans l'ensemble, le modèle de Launay offre des prédictions très satisfaisantes pour l'ensemble des essais considérés à différentes vitesses de déformation. A contrario, le modèle EVP présente une plus grande difficulté à capter l'effet de la vitesse de déformation, en particulier à plus haute vitesse de déformation. L'effet de la température est bien reproduit par les deux modèles. Le modèle de Launay donne une bonne prédiction des niveaux de contrainte quelle que soit la température alors que le modèle EVP sous-estime le niveau de contrainte à 85°C.

Essais de charges-décharges-relaxation à 23°C et 85°C

Les Figure 4.4 (a) et (b) montrent les courbes contrainte-temps et contrainte-déformation des essais de charges-décharges-relaxations avec des relaxations de 15 min intervenants à 3 % et 5 % de déformation à deux températures. Il est observé que le modèle EVP donne une prédiction suffisamment proche des résultats expérimentaux durant les étapes de chargement. La principale limitation du modèle EVP réside dans le fait qu'il a des difficultés à obtenir suffisamment de variation de la contrainte durant les relaxations tout en parvenant à capter le niveau de contrainte maximal. L'accent a donc été mis sur la description des relaxations lors de la séquence de charge. De plus, le modèle n'est pas capable de capter l'augmentation de la contrainte à la décharge ce qui entraîne une surestimation des déformations résiduelles. De ce fait, l'identification sur les essais de charges-décharges-relaxations pour le modèle EVP est restreinte à la charge. Avec cette approche, la prédiction est satisfaisante mais l'écart se creuse réellement au niveau de la dernière relaxation de l'essai. Cette caractéristique de l'évolution du niveau de contrainte durant les relaxations à la décharge est en revanche quasi-parfaitement simulée par le modèle de Launay à 23°C et 85°C. L'écart relatif de la prédiction des déformations résiduelles du modèle EVP est proche de 75 % à 23°C, et de 60 % à 85°C, contrairement à celui du modèle de Launay qui est quasiment nul quelle que soit la température. A température ambiante, le niveau de contrainte maximum est bien prédit et par conséquent un écart relatif de 20 % est obtenu par le modèle de Launay alors qu'il est supérieur à 100 % pour le modèle EVP.

Essais de fluage sous différents niveaux de contrainte à 23°C et 85°C

Le comportement à plus long terme, sur quelques heures, est étudié au moyen des essais de fluage en traction. Les Figure 4.5 et Figure 4.6 montrent les résultats obtenus à température ambiante et à 85°C sous une contrainte de 20 MPa et 30 MPa, imposés durant 4 h. Sous 20 MPa, la cinétique est assez bien décrite. Cependant à 23°C, l'évolution de la déformation n'est pas satisfaisante, uniquement avec le modèle de Launay qui surestime fortement le niveau de déformation en fin de charge qui se répercute dès le début du fluage. Sous 30 MPa, les prédictions des deux modèles sont bien meilleures aux deux températures. Le modèle de Launay capture bien le début des courbes expérimentales alors que le modèle EVP est plus proche à la fin. A l'inverse des précédents résultats sur d'autres essais, les deux modèles sont parfaitement capables de prédire correctement les essais de fluage à différentes températures, quelle que soit la vitesse de déformation et le niveau de chargement, cependant le compromis entre comportement instantané, moyen terme et long-terme est difficilement trouvé, en particulier pour le modèle de Launay alors que l'évolution de la déformation est très faible.

La Figure 4.7 permet de comparer, jusqu'à 0,8 % en déformation, les montées en charge des essais de fluage avec les essais de traction monotone conduits jusqu'à rupture de la base expérimentale servant à l'identification. Bien que les vitesses de déformation soient légèrement différentes de celle des essais de la base, les courbes contrainte-déformation se superposent relativement bien. Seul l'essai de fluage réalisé sous 20 MPa se détache légèrement des courbes à 23°C, ce qui peut expliquer la difficulté du modèle de Launay à capter le démarrage de l'étape de fluage.

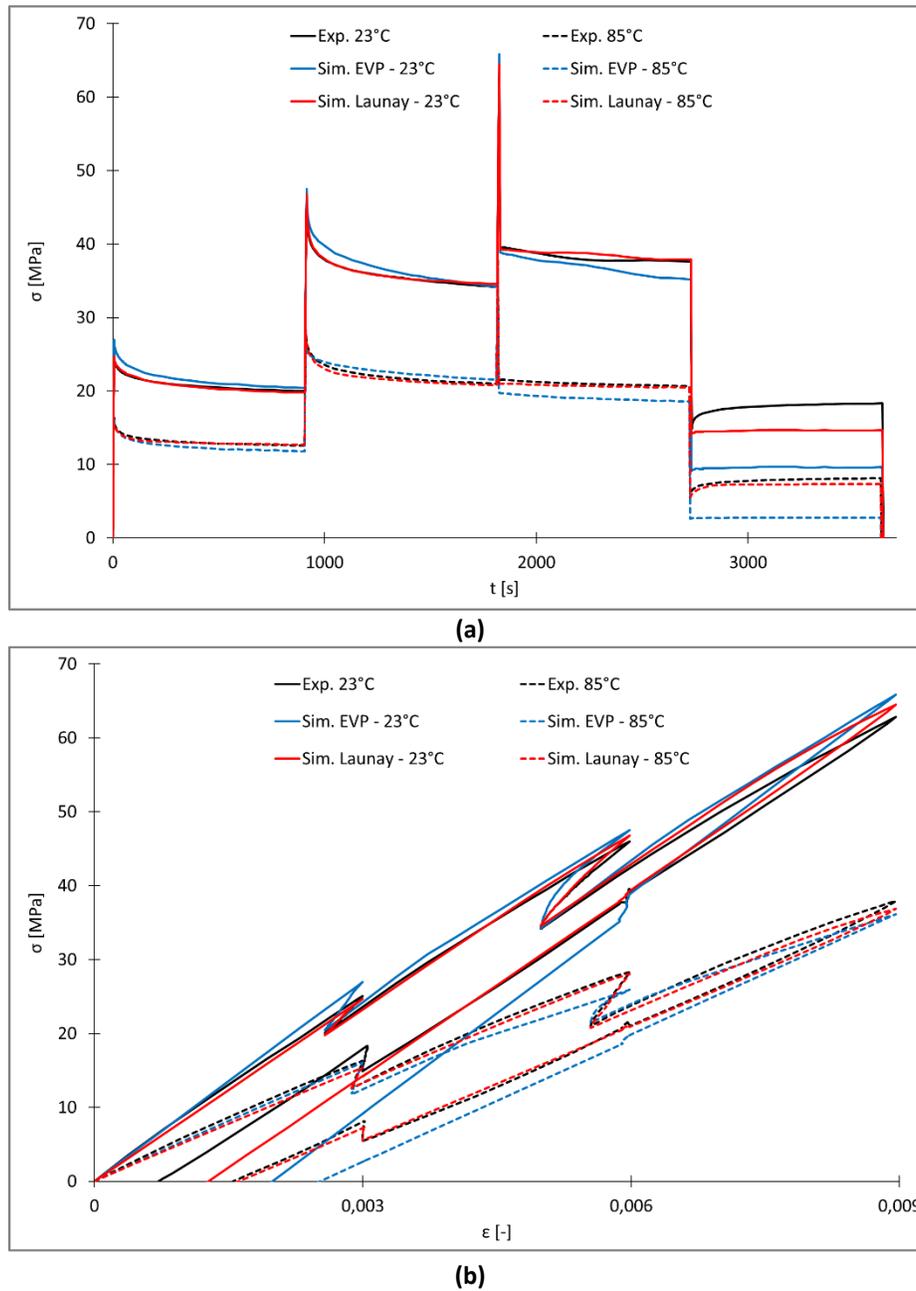


Figure 4.4 : Courbes contrainte-temps (a) et courbes contrainte-déformation (b) expérimentales et simulées des essais de charges-décharges-relaxations à température ambiante et à 85°C obtenue avec une vitesse de déformation de 10^{-4} s^{-1} pour la configuration L1.

Essais de traction monotone jusqu'à rupture et essais de charges-décharges-relaxations à 60°C

Les Figure 4.8 (a) et (b) montre les résultats pour les essais de traction à rupture et de charges-décharges-relaxations obtenus à 60°C en imposant une monotonie de la thermo-dépendance des paramètres et une linéarité si possible. La Figure 4.8 (b) correspond à l'évolution de la contrainte en fonction du temps uniquement pour l'essai de relaxation. Les paramètres initiaux à cette température correspondent aux valeurs moyennes des deux bornes spécifiées pour chaque paramètre. Seuls deux essais étant disponibles à cette température, un même poids est attribué à chacun d'entre eux pour la phase d'identification. L'identification, relativement contrainte donc, offre des prédictions très

satisfaisantes par les deux modèles aux vues des constats précédemment observés. En particulier, les prédictions du modèle de Launay sont extrêmement proches des deux résultats expérimentaux en captant notamment parfaitement la non-linéarité à la décharge.

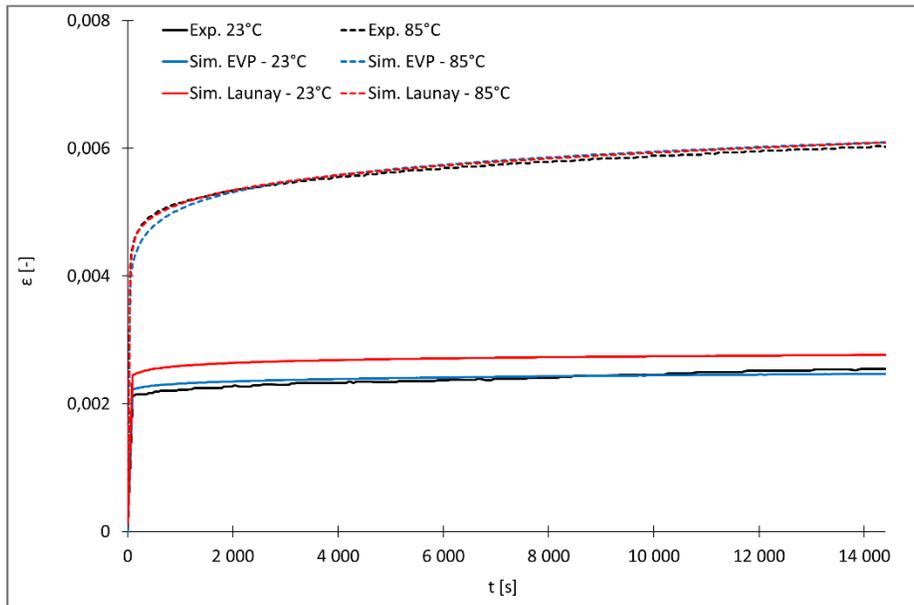


Figure 4.5 : Courbes déformation-temps expérimentales et simulées d’essais de fluage de 4 h sous 20 MPa à température ambiante et à 85°C pour la configuration L1.

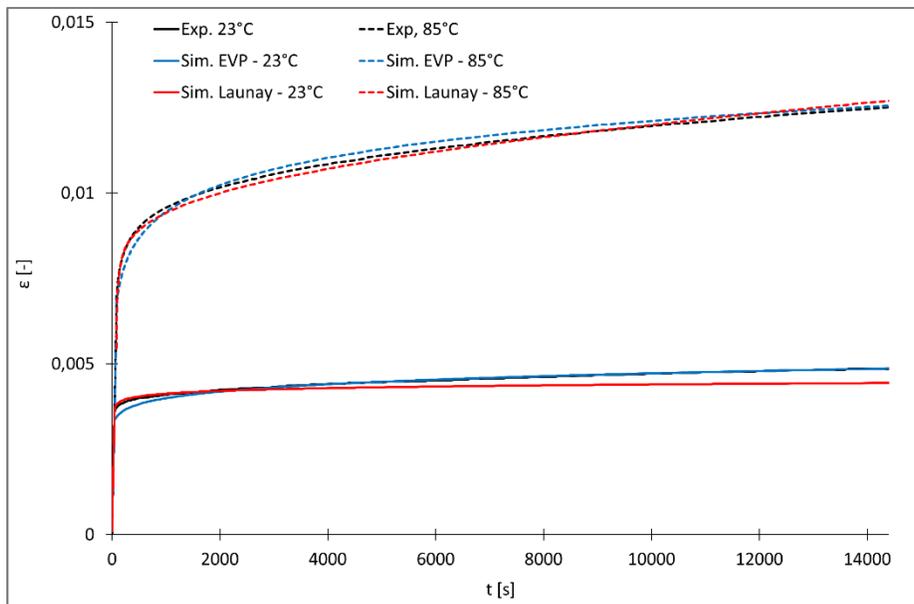


Figure 4.6 : Courbes déformation-temps expérimentales et simulées d’essais de fluage de 4 h sous 30 MPa à température ambiante et à 85°C pour la configuration L1.

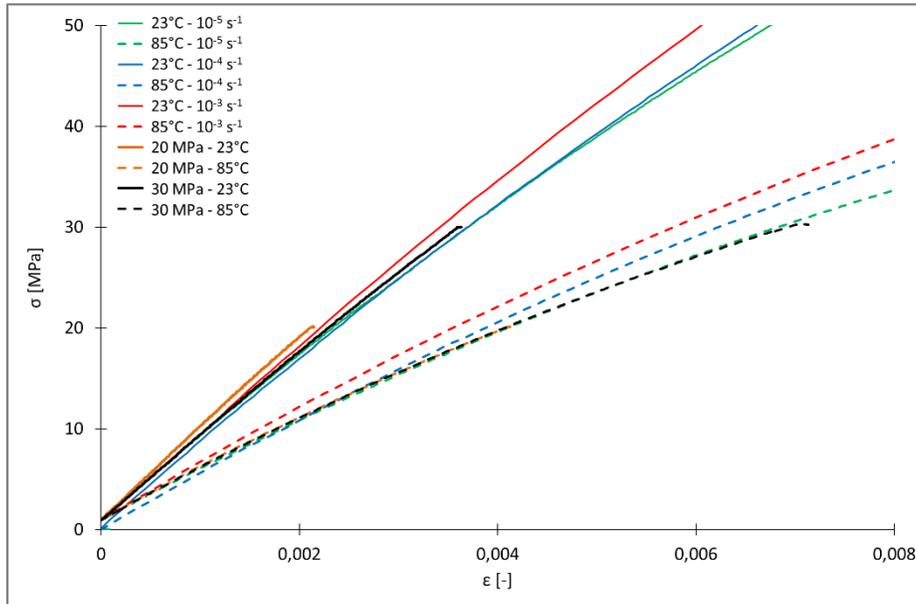
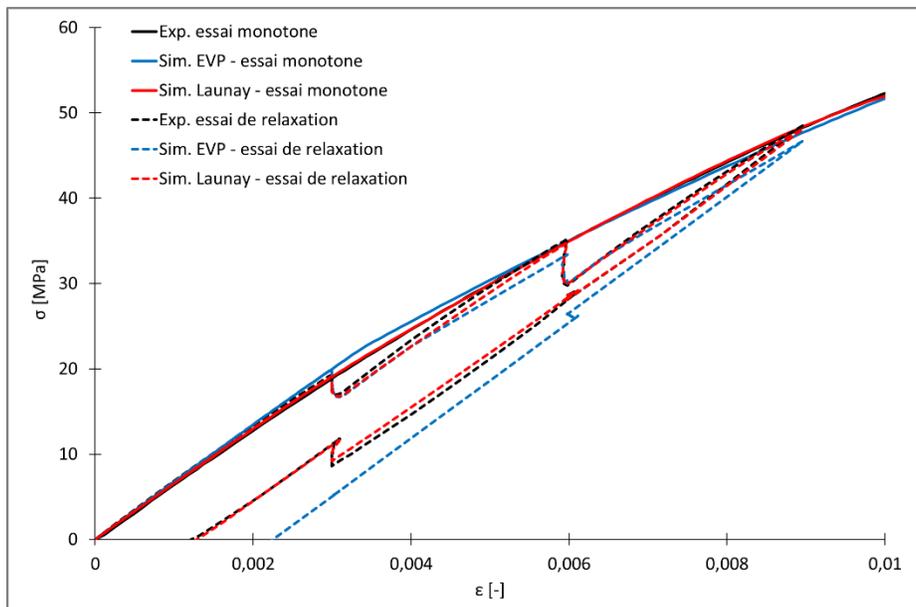


Figure 4.7 : Evolution de la contrainte en fonction de la déformation des essais de fluage et des essais de traction monotone conduits jusqu'à rupture à 23°C et 85°C à différentes vitesses de déformation.

En complément, la Figure 4.9 montre l'évolution des différentes contributions, au travers des variables internes, de chaque modèle pour un essai de charges-décharges-relaxations conduit à 60°C et la Figure 4.10 pour un essai de fluage à 85°C. Les contributions visqueuse et viscoplastique, respectivement du modèle EVP et de Launay, sont les plus importantes. Pour les essais de relaxations, la contribution plastique du modèle EVP n'intervient qu'à partir de la première relaxation lorsque la limite d'élasticité est atteinte. Pour le modèle de Launay, les deux contributions visco-élastiques pour deux échelles de temps diffèrent assez peu pour les essais de fluage à cette température mais de manière non négligeable devant la gamme de déformation considérée.



(a)

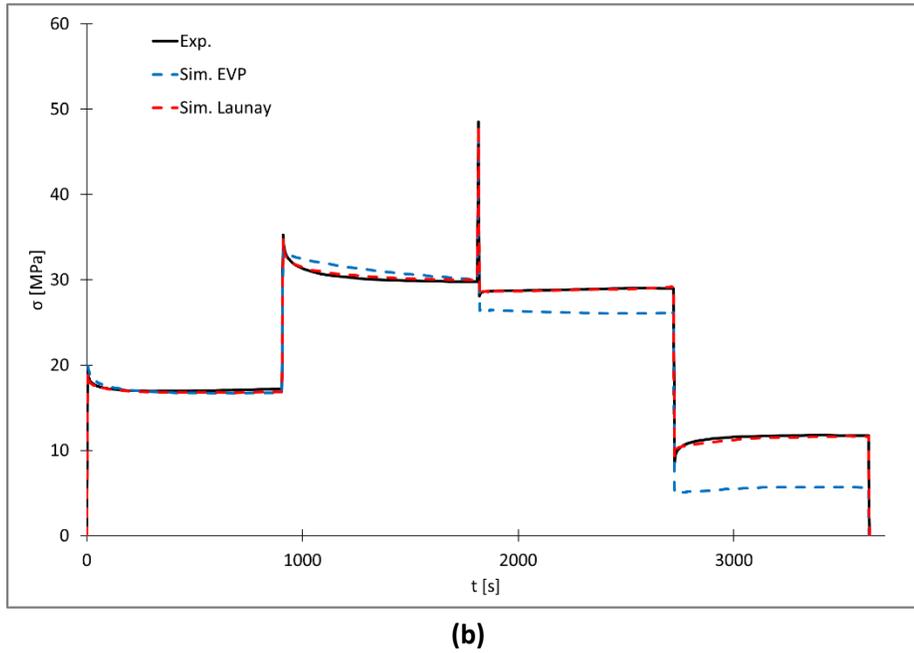


Figure 4.8 : Courbes contrainte-déformation (a) et courbes contrainte-temps (b) expérimentales et simulées d'un essai de traction de charges-décharges-relaxations obtenu à 60°C avec une vitesse de déformation d'environ 10^{-4} s^{-1} pour la configuration L1.

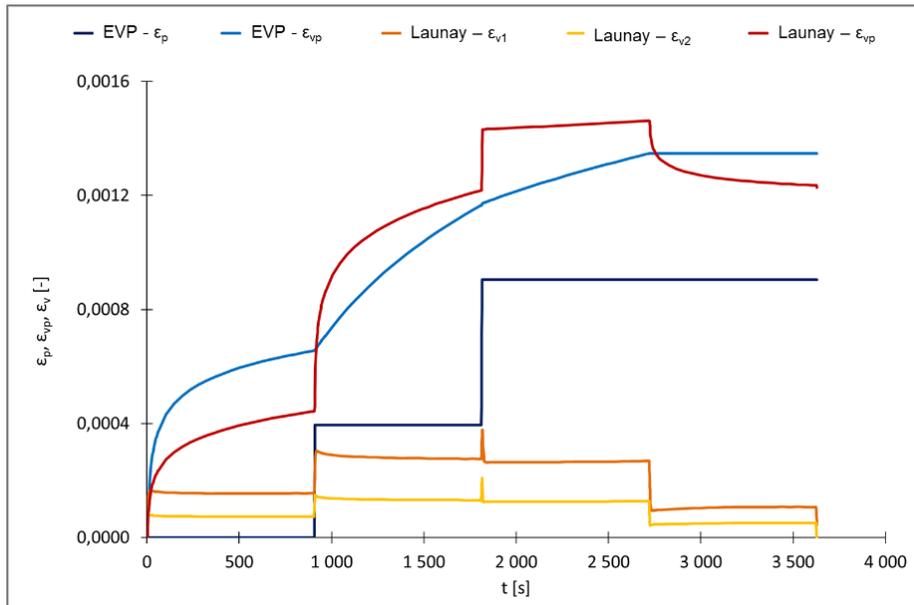


Figure 4.9 : Evolution des différentes contributions en déformation en fonction du temps de la simulation d'un essai de charges-décharges-relaxations à 60°C obtenu à une vitesse de déformation de 10^{-4} s^{-1} pour la configuration L1.

L'évolution des contributions du modèle EVP sont similaires aux deux températures considérées bien que les niveaux augmentent de manière significative (Figure 4.11). Cette tendance s'observe pour toutes les configurations. Dans le cas du modèle de Launay, l'un des deux contributions visco-élastiques peut être négligeable devant l'autre selon la température, en particulier à 23°C.

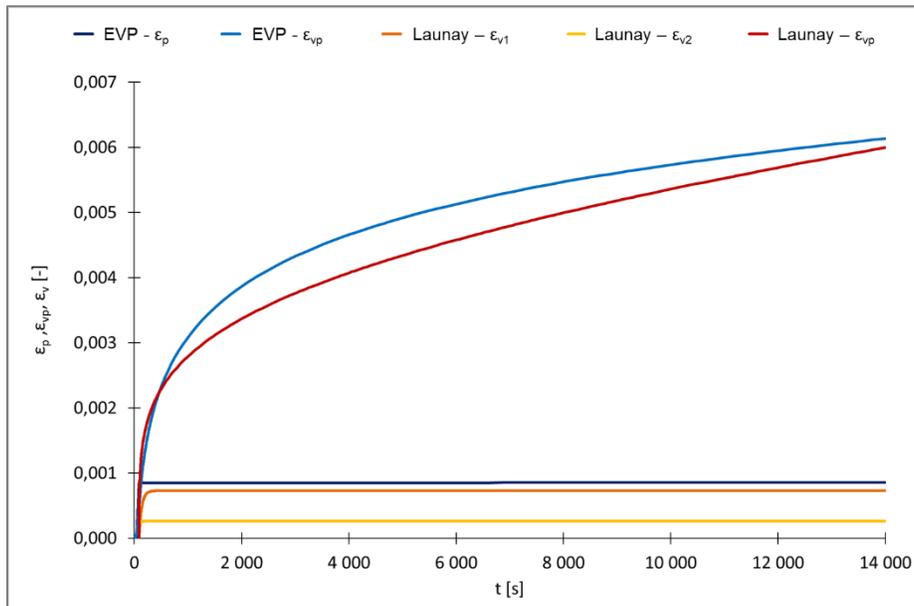


Figure 4.10 : Evolution des différentes contributions en déformation en fonction du temps de la simulation d'un essai de fluage à 85°C obtenu à une vitesse de déformation de 10^{-4} s^{-1} pour la configuration L1.

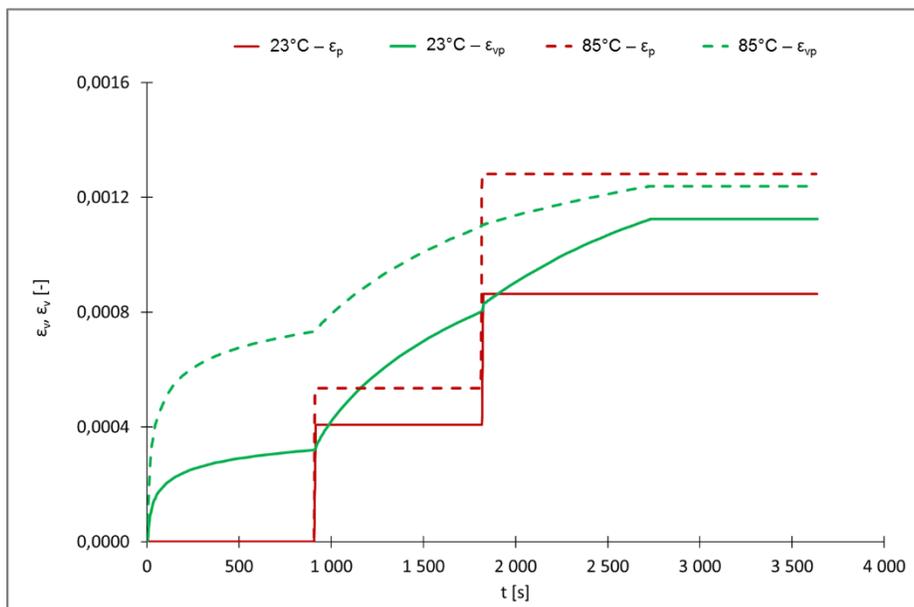


Figure 4.11 : Evolution des différentes contributions plastique et visco-plastique en fonction du temps de la simulation avec le modèle EVP d'un essai de charges-décharges-relaxations à 23°C et 85°C obtenu à une vitesse de déformation de 10^{-4} s^{-1} pour la configuration L1.

Thermo-dépendance des paramètres

La Figure 4.12 (a) donne les valeurs expérimentales moyennées sur plusieurs essais (au moins six) du module apparent de la configuration L1 obtenues à chaque température. Pour rappel, la méthode de calcul des modules apparents et les barres d'erreur sur ces valeurs expérimentales moyennées sont données dans le *chapitre 3*. Les valeurs du paramètre E du modèle EVP sont ajoutées ainsi que la valeur des limites d'élasticité. Les modules d'élasticité sont à chaque température supérieurs aux modules

expérimentaux. Les modules et la limite d'élasticité ont tous une décroissance nette en température et quasi-linéaire (Figure 4.12 (a) et (b)). Les autres paramètres de ce modèle présentés sur la Figure 4.12 (c), diminuent avec la température à l'exception du paramètre visco-plastique A qui augmente. Il croît significativement avec la température contrairement aux paramètres m et n qui diminuent faiblement. Il est aussi le seul paramètre qui n'évolue pas linéairement.

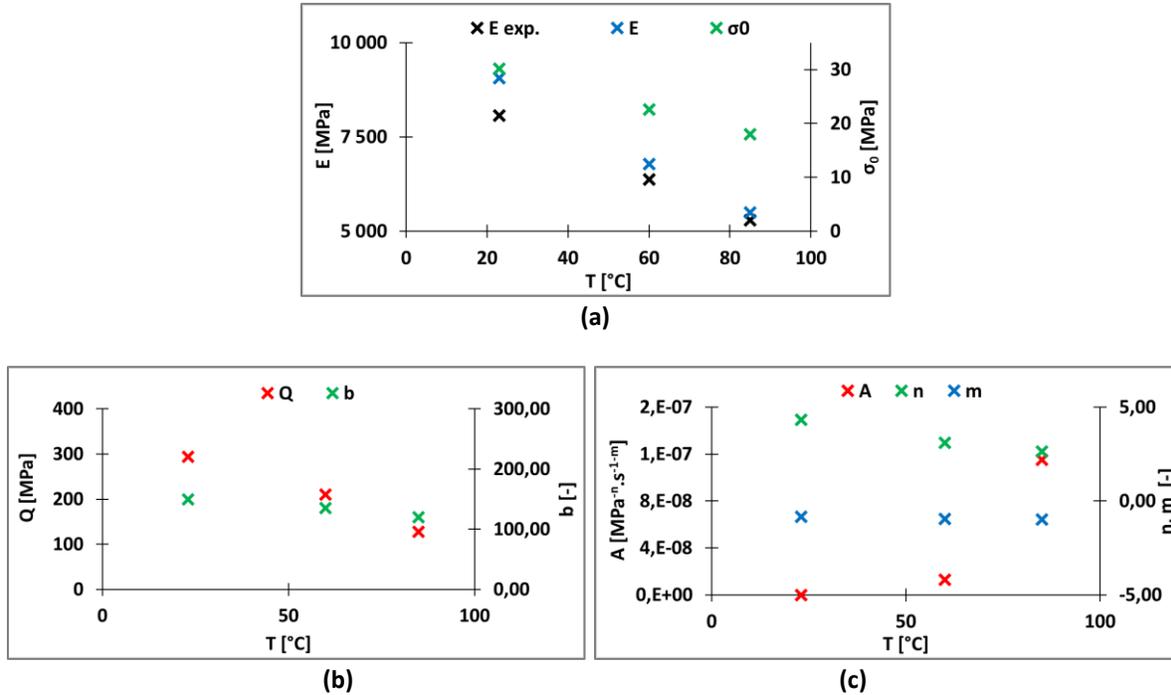


Figure 4.12 : Variation avec la température, des paramètres de E et σ_0 (a), des paramètres d'écroutissage Q , b (b) et des paramètres de fluage A , n , m (c) du modèle EVP pour la configuration L1.

Concernant le modèle de Launay, une thermo-dépendance monotone des paramètres est imposée mais la linéarité n'est pas assurée pour tous les paramètres (Figure 4.13 (a) et (b)). Tous les paramètres diminuent dans la gamme de température considérée excepté les paramètres visqueux η_1 et η_2 . Une chute très forte des paramètres est constatée dès 60°C pour les valeurs des paramètres A_L et H indiquées sur la Figure 4.13 (b), ou encore pour le paramètre m_L , non tracé ici, dont la valeur est six fois inférieure à celle à température ambiante. A contrario, les paramètres C et γ (Figure 4.13 (a)) sont sensiblement constants jusqu'à cette température et leurs valeurs chutent brusquement à 85°C.

Cette première série d'identification a été réalisée pour les deux modèles sélectionnés au travers de tous les essais de la base à chaque température pour la configuration L1. Les deux modèles permettent une bonne représentation du comportement thermo-mécanique avec un certain avantage mis en évidence pour le modèle de Launay en particulier sur les essais de charge-décharges-relaxations. Dans l'ensemble, les jeux de paramètres à 23°C et 85°C, identifiés avec entre autres les essais de fluage, donnent de bonnes prédictions à de faibles niveaux de déformation et conduisent à une bonne prédiction des essais à 60°C. Une thermo-dépendance monotone linéaire avec la température a pu facilement être imposée pour le modèle EVP pour six paramètres sur sept. La linéarité n'a en revanche pas pu être imposée pour le second modèle mais seulement la monotonie.

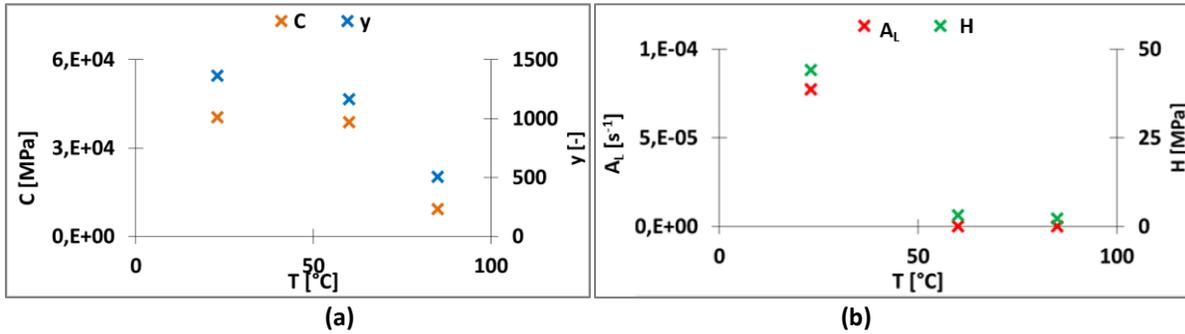


Figure 4.13 : Variation avec la température des paramètres C et γ (a) et des paramètres A_L et H (b) du modèle de Launay pour la configuration L1.

Les valeurs correspondantes des paramètres matériaux identifiés pour tous les essais de la base pour la configuration L1 à trois températures pour deux lois de comportement sont données dans le Tableau 4.1 et les temps caractéristiques sont calculés en considérant $\tau_i = \eta_i / E_i$ avec $i=1,2$.

	23°C	60°C	85°C
E_L [MPa]	8444	6870	5380
E_1 [MPa]	$6,27 \cdot 10^6$	$1,09 \cdot 10^5$	$4,16 \cdot 10^4$
E_2 [MPa]	$3,73 \cdot 10^5$	$2,29 \cdot 10^5$	$1,17 \cdot 10^5$
η_1 [MPa.s]	$1,26 \cdot 10^3$	$2,90 \cdot 10^5$	$2,07 \cdot 10^6$
η_2 [MPa.s]	$2,53 \cdot 10^2$	$3,70E^4$	$9,99 \cdot 10^4$
C [MPa]	$4,04 \cdot 10^4$	$3,88E^4$	$9,23 \cdot 10^3$
γ [-]	1363,23	1165	504,2
m_L [-]	6,34	1,24	1,02
A_L [s ⁻¹]	$7,72 \cdot 10^{-5}$	$7,02 \cdot 10^{-8}$	$6,82 \cdot 10^{-10}$
H [MPa]	44,1	3,18	2,18
τ_1 [s]	$2,01 \cdot 10^{-4}$	2,67	49,7
τ_2 [s]	$6,77 \cdot 10^{-4}$	0,16	0,86

(a)

	23°C	60°C	85°C
E [MPa]	9056	6780	5499
σ_0 [MPa]	30,1	22,6	18,0
Q [MPa]	2934	210,0	127,9
b	150,0	135,0	119,55
A [MPa ⁻ⁿ s ^{-1-m}]	$3,83 \cdot 10^{-11}$	$1,27 \cdot 10^{-8}$	$1,15 \cdot 10^{-7}$
m	-0,85	-0,96	-0,97
n	4,32	3,10	2,64

(b)

Tableau 4.1 : Paramètres matériau des modèles de Launay et EVP pour la configurations L1 aux trois températures considérées.

II.4.2 Identification pour les autres configurations

Les tendances dégagées sur la configuration L1 par rapport à la thermo-dépendance sont ensuite imposées aux autres configurations. Néanmoins, il est nécessaire de préciser qu'aucune hiérarchie n'est imposée sur l'évolution des paramètres d'une configuration à une autre bien que celle-ci soit vérifiée sur certains paramètres tels que le module d'élasticité ou la limite d'élasticité. La Figure 4.14 montre un exemple de résultats de l'identification pour les configurations T1 et 45-2 à 23°C et 85°C. Pour les deux configurations, la qualité des prédictions du modèle de Launay est extrêmement bonne, et même parfaite pour les deux modèles pour la configuration T1 à 85°C. Le modèle EVP est néanmoins très satisfaisant jusqu'à 0,6 % en déformation quelles que soient la configuration ou la température.

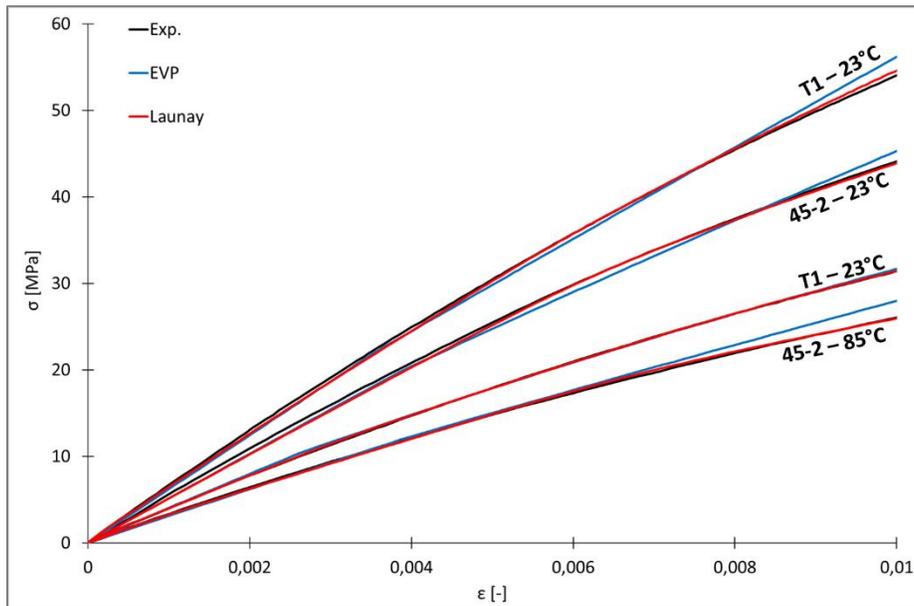
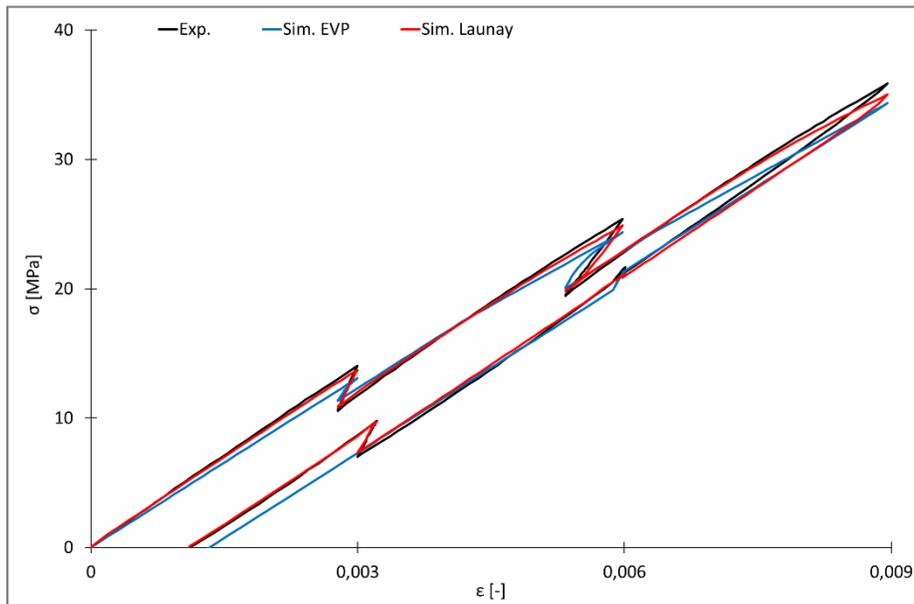


Figure 4.14 : Evolution de la contrainte en fonction de la déformation des essais de traction à rupture à 23°C et 85°C, tronqués à 1 % en déformation, pour les configurations T1 et 45-2.

La Figure 4.15 (a) montre l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation d'un essai de charges-décharges-relaxations à 85°C pour la configuration T1 et la Figure 4.15 (b) son évolution en fonction du temps. Là encore le résultat de la simulation est de très bonne qualité pour les deux modèles. En particulier, les niveaux de contrainte à la charge ont volontairement été légèrement sous-estimés pour le modèle EVP mais les relaxations sont relativement bien prédites et cela a permis de minimiser la prédiction des déformations résiduelles.



(a)

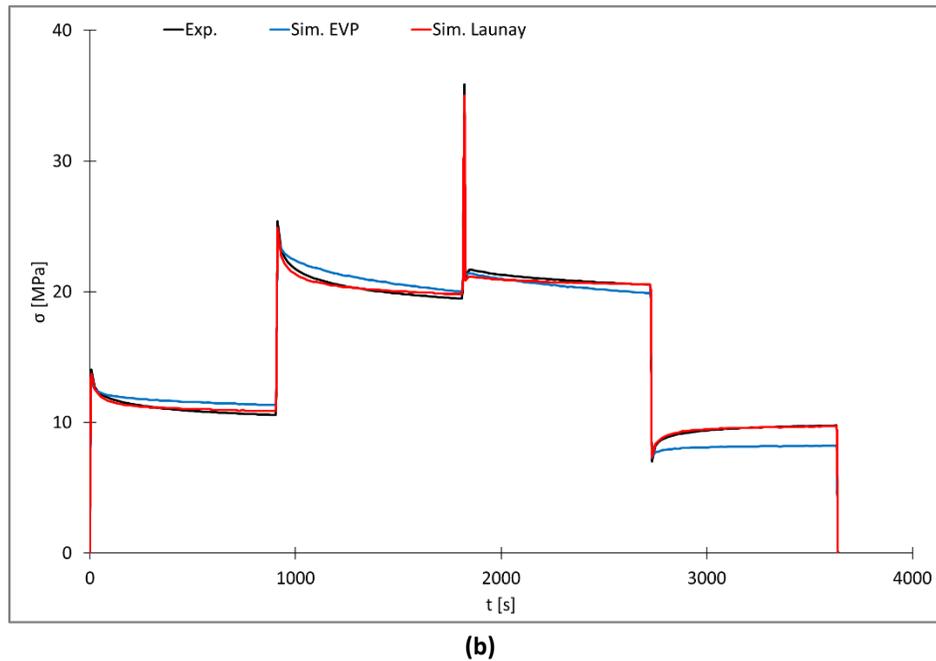


Figure 4.15 : Evolution de la contrainte en fonction de la déformation (a) et en fonction du temps (b) d'un essai de charges-décharges-relaxations à 85°C pour la configuration T1.

Les deux modèles sont capables de décrire le comportement thermo-mécanique du PPGFL40 de manière satisfaisante dans la gamme de température considérée. Le modèle de Launay propose néanmoins une meilleure prédiction sur l'ensemble des essais, en particulier à la décharge, mais un plus grand nombre de paramètres matériau doivent être identifiés. La thermo-dépendance (croissance ou décroissance) obtenue pour une certaine orientation, en l'occurrence celle de la configuration L1, imposée aux autres configurations a permis d'obtenir de très bons résultats permettant de valider l'approche générale d'identification. De cette manière, une certaine cohérence de l'évolution des paramètres matériau en température a pu être obtenue pour les différentes orientations et niveaux de contraintes associés. La capacité du modèle utilisé par Renault a pu être observée pour décrire toutes les contributions pour différentes orientations de fibres et comparé à un autre modèle. Une thermo-dépendance linéaire des paramètres offre des résultats satisfaisants pour le modèle EVP alors qu'au contraire, le modèle de Launay nécessiterait un plus grand nombre d'essais à d'autres températures intermédiaires pour s'assurer de l'évolution des paramètres. La démarche d'identification d'un jeu de paramètres pour chaque orientation pourrait être utilisée sur des pièces en subdivisant des zones en fonction des valeurs des composantes du tenseur d'orientation. Cette démarche n'a finalement pas été utilisée, et la prise en compte de l'anisotropie est décrite dans la section suivante.

Influence de l'anisotropie sur la thermo-dépendance

La Figure 4.16 montre la thermo-dépendance de plusieurs paramètres matériau du modèle EVP pour les différentes configurations. Tous les paramètres évoluent linéairement en température à l'exception du paramètre A de la loi de fluage et les paramètres m , voire n , pourraient éventuellement être maintenus constants à l'exception de L1. Cette évolution différente peut être attribuée à l'influence de la base expérimentale qui contient aussi des essais de fluage pour cette configuration. La superposition

de certaines valeurs est observée pour σ_0 mais la limite d'élasticité n'est pas claire expérimentalement et la sensibilité à la température pour ce paramètre semble plus limitée.

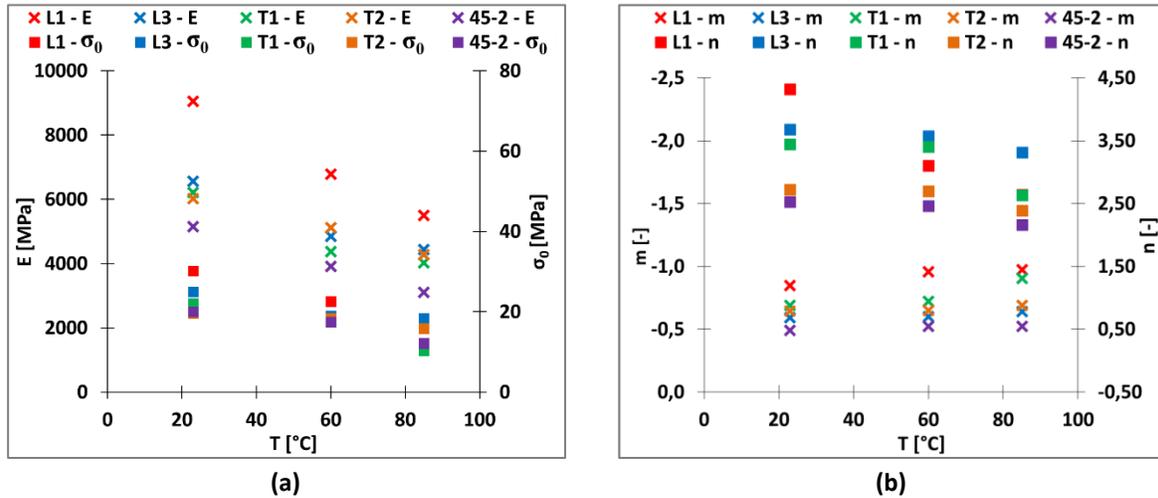


Figure 4.16 : Evolution avec la température des paramètres E et σ_0 , et de fluage m et n du modèle EVP pour toutes les configurations. Les valeurs de σ_0 et m obtenues pour L1 à 85°C sont confondues respectivement avec celles de L3 et T1.

Les Figure 4.17 (a) à (d) montrent l'évolution avec la température de quelques paramètres du modèle de Launay pour chaque configuration. La variation sur les modules apparents à 23°C est très importante mais diminue en température. Seuls les modules de la configuration 45-2 se détachent des valeurs des autres configurations à toutes les températures. De plus, à 23°C les modules les plus élevés ne correspondent pas aux modules expérimentaux les plus élevés. Ces résultats sont à mettre en regard avec ceux obtenus pour les temps caractéristiques. Un premier temps caractéristique est compris entre 0 et 100 s. Le second, nettement inférieur, est de l'ordre de la seconde avec une variation comprise entre 0 et 2 s pour toutes configurations et températures confondues. Dans les deux cas, les temps caractéristiques d'une configuration à une autre diffèrent plus en température.

Par ailleurs, aucune tendance nette ne peut être dégagée en fonction de la configuration pour une même température car une superposition ou une inversion des valeurs sont observées d'une température à une autre. De plus, pour ces deux paramètres l'évolution de la thermo-dépendance n'est pas toujours la même, par exemple pour la configuration T1, τ_1 a une évolution à peu près constante alors que τ_2 augmente exponentiellement. Contrairement aux paramètres précédents, les paramètres C , γ et m_L montrent une évolution quasi-linéaire en température et identique pour chaque température entre les configurations à l'exception de la valeur de γ à 85°C pour la configuration L1. Dans le cas du paramètre m_L , l'évolution des valeurs en fonction de la configuration évolue similairement d'une température à une autre. Cependant dans ce cas, les essais réalisés dans le sens transverse par rapport à la direction d'injection ont les valeurs les plus élevées et celles de L1 et 45-2 sont les plus faibles.

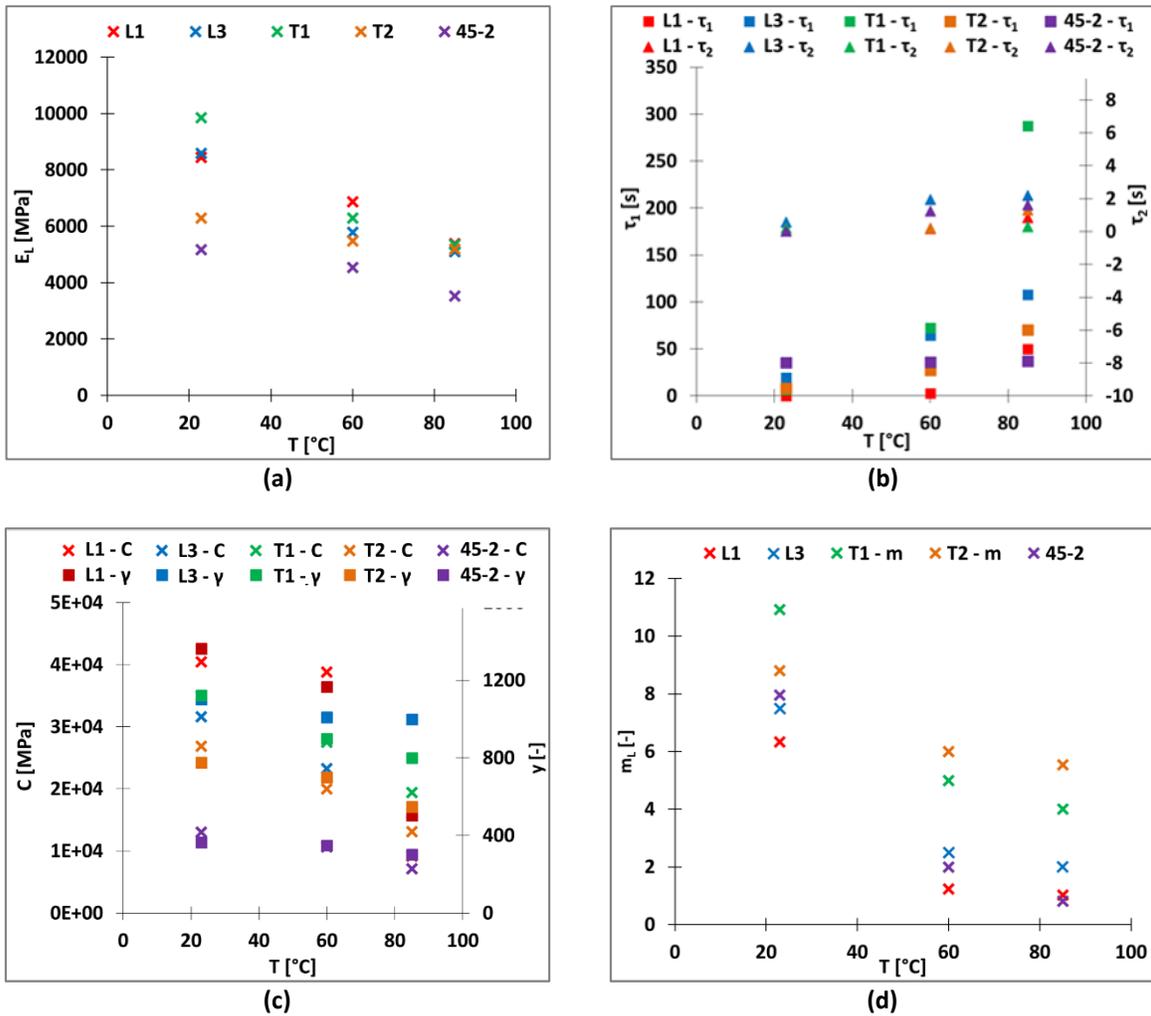


Figure 4.17 : Evolution avec la température du paramètre E_L (à 85°C, L1 et T1 se superposent) (a), des paramètres τ_1 et τ_2 (b) des paramètres C , γ (c) et m_L (d) du modèle de Launay pour toutes les configurations. A 85°C, la valeur de C pour L1 est confondue avec de γ celle de 45-2.

Dans les deux cas présentés, la thermo-dépendance obtenue sur la configuration L1 a été imposée pour les autres configurations. Cependant, il est observé que l'évolution de l'amplitude est parfois très différente. Ces différences sont attribuées à la présence d'essais de fluage dans la base expérimentale pour la configuration L1. De plus, l'unicité de la solution n'est pas assurée pour les deux modèles.

III Intégration de l'anisotropie

III.1 L'outil Digimat

Digimat est un outil de modélisation particulièrement adapté aux structures composites. Il permet de modéliser le comportement d'un matériau depuis sa mise en œuvre jusqu'à sa mise en service pour identifier des paramètres matériau de lois de comportement. Le logiciel se présente sous la forme de plusieurs modules. Les modules Digimat-MF et MX sont utilisés pour prédire le comportement global d'un matériau hétérogène sur la base du comportement des différentes phases (matrice et inclusion), de la morphologie des phases (forme, orientation des inclusions). Il permet de réaliser différents types

d'analyse (élasto-plastique, thermo-plastique, visco-élastique...) en simulant un essai mécanique sur un VER. La démarche d'identification de paramètres matériau de lois de comportement se fonde sur une méthode de « Reverse Engineering » par méthode d'erreur à partir de résultats expérimentaux. L'anisotropie du matériau peut être prise en compte par l'intégration des tenseurs d'orientation des fibres générés par Moldflow. Le transfert de ces données peut être assuré par le module-MAP permettant la conversion du maillage triangle nécessaire à Moldflow en maille rectangulaire pour les calculs de structure. Le module Digimat-CAE assure alors le rôle d'interface de couplage avec un logiciel de calcul de structure comme Abaqus.

III.2 Prédictions des propriétés élastiques

Pour les deux modèles utilisés, les prédictions numériques obtenues sont satisfaisantes quelle que soit la configuration considérée. Pour s'affranchir du nombre d'essais réalisés, (Launay et al., 2013) et (Andriyana et al., 2010) par exemple ont introduit un tenseur d'orientation des fibres moyennés à travers l'épaisseur dans leurs modélisations (cf. *chapitre 2*). Ces études ont conduit à une bonne prise en compte de l'anisotropie avec des représentations satisfaisantes du comportement thermo-mécanique en particulier en phase de chargement. A l'aide des tenseurs d'orientation moyennés obtenus expérimentalement (cf. *chapitre 3*) pour chaque configuration, les propriétés thermo-élastiques du PPGFL40 ont été déterminées avec Digimat.

La Figure 4.18 montre les résultats obtenus pour différents facteurs de forme, soient : 47, 36 et 25. Une valeur de 47 correspond à la valeur expérimentale moyenne donnée dans le *chapitre 3*, une valeur de 25 correspondant à la préconisation Digimat pour un composite renforcé de fibres courtes. Les autres paramètres sont maintenus fixes. Il semble que le meilleur compromis soit obtenu avec le facteur de forme le plus grand, correspondant à la longueur initiale des fibres. Les modules prédits pour la configuration L3 sont clairement sous-estimés quel que soit le facteur de forme considéré et la température. Les configurations T2 et 45-2 ont les mêmes modules et ce résultat peut s'expliquer par le fait que les composantes des tenseurs d'orientation soient extrêmement proches les unes des autres (cf. *chapitre 3*). De même, les modules de la matrice à chaque température ont été modifiés mais les résultats ne permettent pas de trouver un bon compromis entre toutes les configurations et les températures.

Il peut en être conclu que dans le cas d'une approche d'homogénéisation de type Mori-Tanaka (Mori and Tanaka, 1973), l'utilisation d'un tenseur d'orientation moyenné ne permet pas d'obtenir avec précision les propriétés élastiques. Il semblerait que la prise en compte des tenseurs par couches de la structure cœur-peau soit nécessaire pour y parvenir, et une comparaison avec les prédictions obtenues avec un couplage entre logiciels serait intéressant.

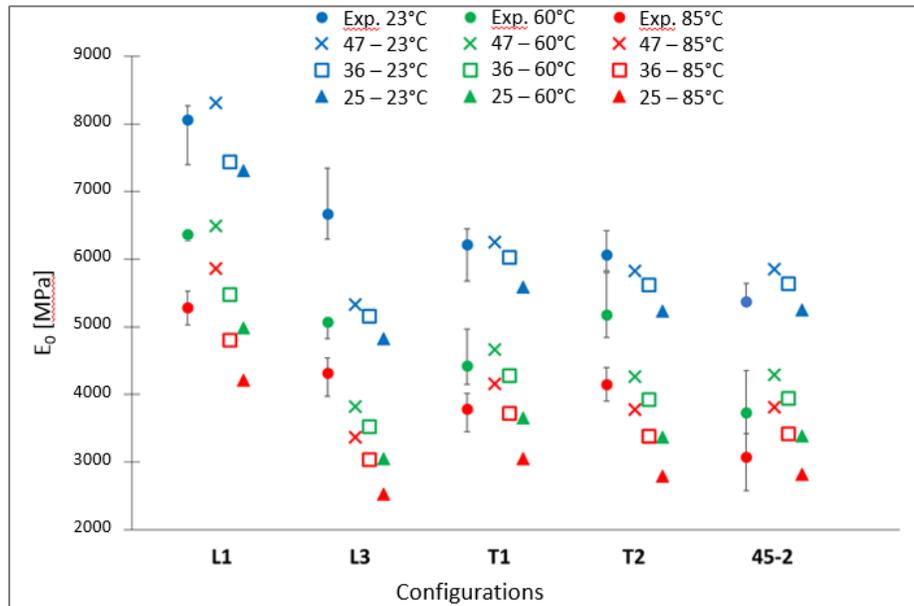


Figure 4.18 : Prédictions avec Digimat des modules apparents pour chaque configuration et température pour différents facteurs de forme.

III.3 Procédure d'identification en non-linéaire

Les paramètres matériau ont été identifiés séparément sur différents essais. Seuls les essais de la configuration L1, sont utilisés comme précédemment. La calibration de la loi est réalisée pour une seule orientation ; ainsi les essais aux autres orientations serviront de validation.

Dans un premier temps, l'approche Digimat consiste à renseigner les propriétés des fibres et de la matrice ainsi que leur type de comportement mécanique respectivement élastique et élasto-visco-plastique. Les modules d'Young de la matrice et des fibres de verre sont renseignés pour chaque température. La partie élastique est également caractérisée par le coefficient de Poisson qui est considéré constant. La masse volumique de chaque constituant et du composite sont également spécifiées. La fraction massique de fibres dans le composite ainsi que la valeur du facteur de forme sont également renseignées. Pour rappel, leurs valeurs sont données dans le *chapitre 3*. Le comportement mécanique du composite est également défini comme élasto-visco-plastique thermo-dépendant.

Au préalable, une microstructure représentative de l'état d'orientation dans la demi-épaisseur du matériau doit être renseignée en considérant la symétrie dans l'épaisseur. Le détail de la simulation numérique avec Moldflow utilisée dans ce cas et les paramètres utilisés correspondent à ceux données dans le *chapitre 3*. Une moyenne pondérée de chaque composante et par couche dans la demi-épaisseur est réalisée afin de simplifier la microstructure d'un multicouche servant à la calibration sur cette configuration. Par convention, la calibration se fait en général sur trois couches dans la demi-épaisseur. Une proposition de l'épaisseur des couches est donnée sur la Figure 4.19. Il est admis que les composantes du tenseur d'orientation d'un élément sont sensiblement les mêmes au niveau de la section utile d'une éprouvette L1. De ce fait, les composantes du tenseur d'orientation des fibres à travers l'épaisseur sont obtenues avec la prédiction numérique Moldflow au niveau d'un élément positionné au centre de la section utile de l'éprouvette. Le résultat est symétrique à travers l'épaisseur et vingt couches d'intégration sont considérées. Les droites horizontales en pointillés délimitent trois

zones distinctes sur la demi-épaisseur. Le choix de cette répartition des couches sera discuté en fin de chapitre. Les résultats correspondants sont donnés dans le Tableau 4.2. De plus, les valeurs des composantes du tenseur moyennée dans l'épaisseur obtenues expérimentalement (cf. *chapitre 3*) sont matérialisées par une ligne en trait plein sur la Figure 4.19 et sont cohérentes avec l'ordre de grandeur prédit avec Moldflow.

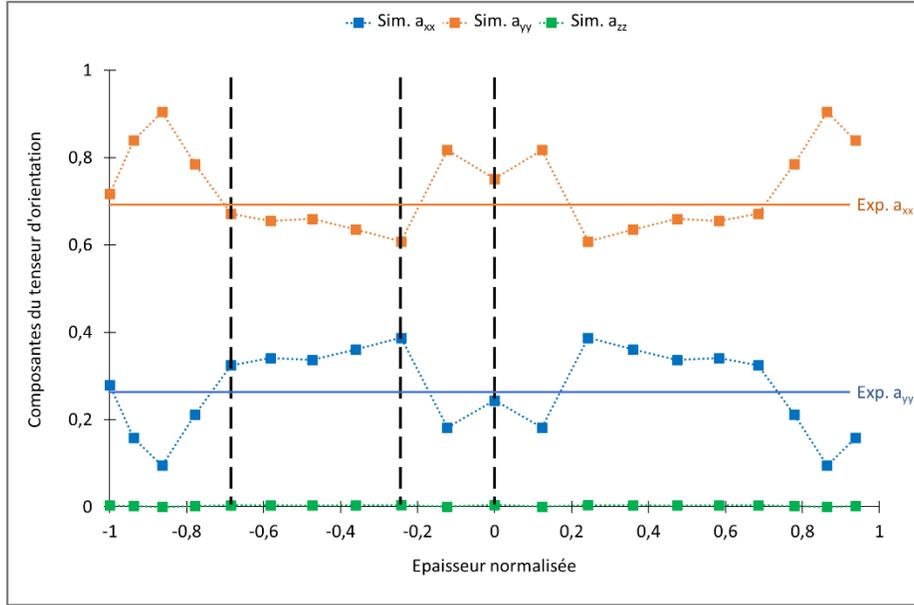


Figure 4.19 : Prédiction numérique au centre de la configuration L1 des composantes a_{xx} , a_{yy} et a_{zz} du tenseur d'orientation des fibres au travers de l'épaisseur. Les valeurs sont reliées entre elles par composantes pour faciliter la lecture du graphique.

Epaisseur normalisée	a_{xx}	a_{yy}	a_{zz}
0,22	0,16	0,84	0,002
0,54	0,34	0,66	0,004
0,24	0,25	0,75	0,003

Tableau 4.2 : Moyenne pondérée des composantes du tenseur d'orientation des fibres sur la demi-épaisseur, au centre de la configuration L1.

La procédure d'optimisation du jeu de paramètres matériau se fait automatiquement sur le module spécifique Digimat-MX. Or les essais de charges-décharges-relaxations ne peuvent pas être simulés sur ce module, car le pilotage des essais à simuler se limite à un pilotage en effort. Ainsi, les paramètres de la loi EVP sont identifiés sur les courbes expérimentales des essais de fluage en deux temps. Tout d'abord, les paramètres élasto-plastiques sont identifiés sur les montées en charges des essais à partir des modules apparents calculés sur les courbes expérimentales des essais de traction monotone jusqu'à rupture. L'évolution de la déformation sous contrainte constante, dans la deuxième partie de l'essai, sert à identifier les paramètres matériau de la loi de fluage. Les essais de charges-décharges-relaxations et de traction à rupture ont servi de validation et ont été utilisés pour ré-ajuster certains paramètres manuellement dans le module-MF.

III.4 Résultats et discussion

III.4.1 Identification pour la configuration L1

Lors de l'identification des paramètres matériau de la loi EVP, les modules d'élasticité identifiés sur les essais de traction monotone ne permettent pas d'atteindre avec précision la fin de charge des essais de fluage à cause de la dispersion constatée entre ces différents essais. De ce fait, l'évolution de la déformation en fonction du temps de l'essai de fluage sous 20 MPa a été rehaussée, comme montré sur la Figure 4.20 à 23°C. Une démarche similaire est réalisée à 85°C et à 60°C, les paramètres sont bornés par ceux obtenus à ces deux températures extrêmes et les paramètres sont identifiés sur les essais disponibles à cette température, soient les essais de traction à rupture et les essais de charges-décharges-relaxations.

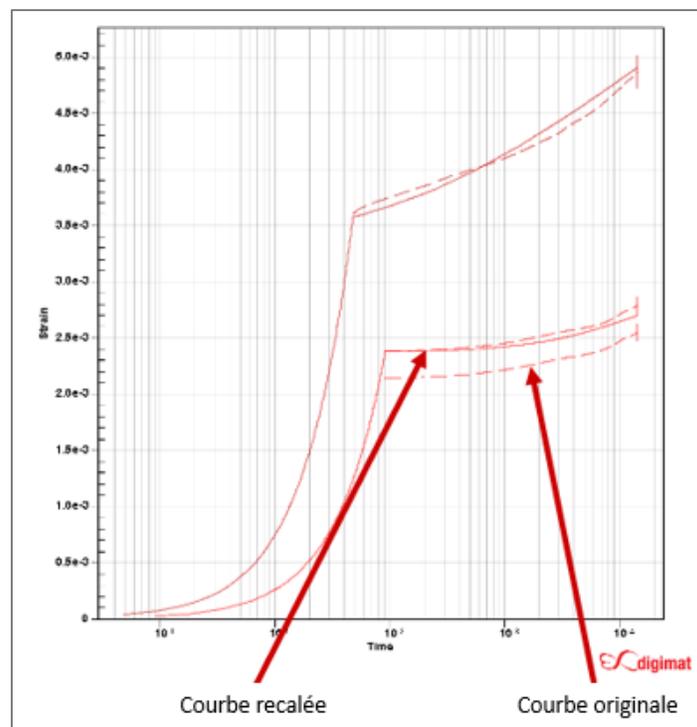


Figure 4.20 : Courbes déformation-temps expérimentales (en trait pointillés) et simulées (en trait plein) des essais de fluage sous 20 MPa et 30 MPa à 23°C sur l'interface Digimat.

Les paramètres obtenus sur les essais de fluage sont ensuite utilisés pour simuler les essais de traction monotone allant jusqu'à rupture et les essais de charges-décharges-relaxations de la Figure 4.21. Les paramètres sont alors ajustés manuellement si cela s'avère nécessaire, en particulier à 23°C mais la variation observée reste minime. Les essais de relaxation sont relativement bien prédits à 85°C mais les essais de traction monotone ne le sont que jusqu'à 0,3 % en déformation. Néanmoins le compromis entre les trois essais considérés est satisfaisant. La thermo-dépendance des paramètres matériau est aussi analysée pour ce cas. Seule la valeur du module d'élasticité et du module d'écrouissage linéaire évolue linéairement. Sur les huit paramètres qui évoluent en température, seuls l'exposant d'écrouissage b , et deux paramètres de la loi de fluage augmentent. Les valeurs exactes de chaque paramètre sont précisées dans le Tableau 4.3. Les valeurs des limites d'élasticité semblent particulièrement faibles, même si seule la matrice est considérée.

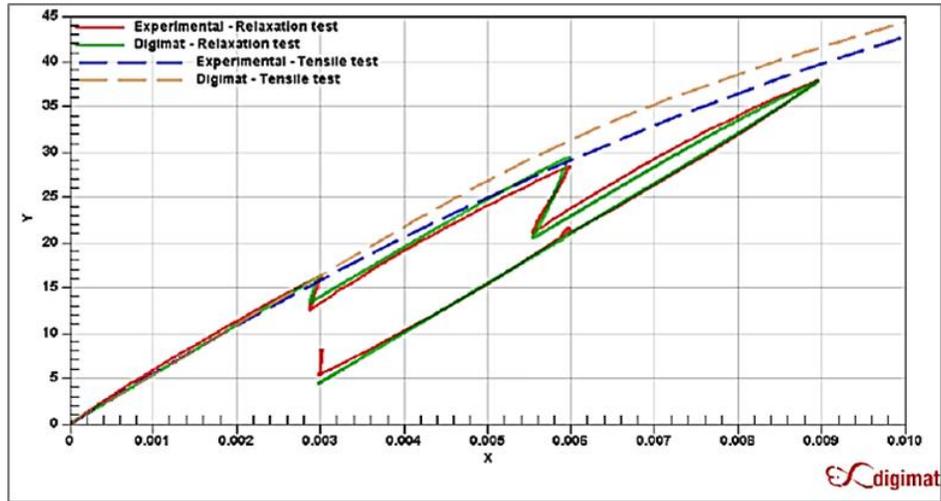


Figure 4.21 : Courbes contrainte [MPa] en fonction de la déformation [-] expérimentales et simulées sur l’interface Digimat des essais de traction jusqu’à rupture et des essais de charges-décharges-relaxations à 85°C pour la configuration L1.

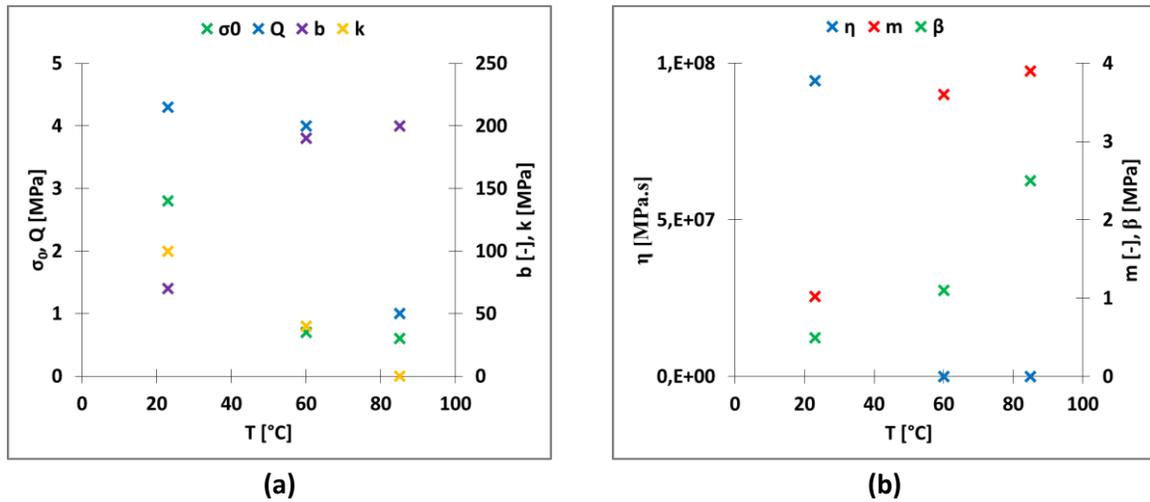


Figure 4.22 : Evolution en température des paramètres de la loi d’écroutissage et de la loi de fluage identifiés sur les essais de la configuration L1.

T [°C]	23	60	85
E [MPa]	1400	650	383,7
σ_0 [MPa]	2,8	0,7	0,6
Q [MPa]	4,3	4	1
b [-]	70	190	200
k [MPa]	100	40	0,01
η [MPa.s]	94473000	30000	691,83
m [-]	1,0185	3,6	3,9
β [MPa]	0,4926	1,1	2,5

Tableau 4.3 : Valeurs des paramètres à trois températures de la loi EVP intégrée dans Digimat identifiées sur les essais de la configuration L1.

III.4.2 Couplage Moldflow-Digimat-Abaqus

Un calcul par couplage avec Digimat permet de prendre en compte les tenseurs d'orientation des fibres prédits par Moldflow dans un calcul de structure réalisé, dans ce cas, avec le logiciel Abaqus. Le transfert de ces données peut être assuré par le module-MAP qui permet la conversion du maillage triangulaire nécessaire à Moldflow en maille rectangulaire pour les calculs de structure. Les deux maillages des éprouvettes correspondants aux différentes configurations, respectivement issus de Moldflow et d'Abaqus sont fusionnés sur Digimat (Figure 4.23). Chaque élément coque du modèle éléments finis (en bas de l'image), correspondant à la disposition exacte de prélèvement des éprouvettes sur les plaques injectées, se voit attribuer un tenseur d'orientation selon les vingt couches d'intégration dans l'épaisseur définies par Moldflow.

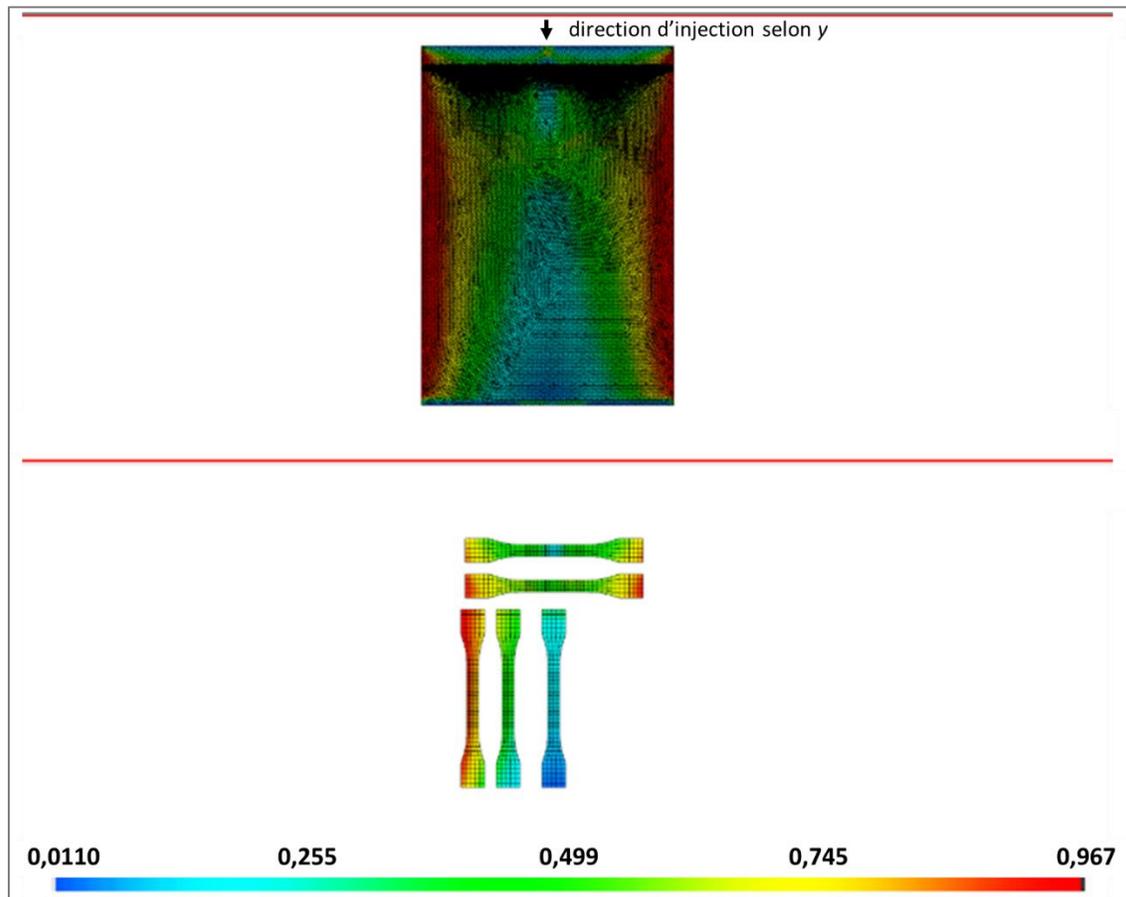


Figure 4.23 : Interface Digimat-MAP pour l'adaptation du maillage et transfert des tenseurs d'orientations prédits numériquement par Modflow (isovaleur de la composante a_{yy} avec y la direction d'injection) vers le modèle éléments finis Abaqus. Distribution sur la plaque injectée (haut) et sur les éprouvettes découpées dans la plaque (bas).

L'identification des paramètres matériau a été réalisée pour la microstructure de la configuration L1 définie par trois couches dans la demi-épaisseur. La Figure 4.24 montre les essais de fluage à 85°C avec la simulation obtenue lors de cette identification mais également avec un couplage Moldflow-Digimat-Abaqus considérant la variation des tenseurs au niveau de chaque élément et chaque point d'intégration dans l'épaisseur. Ce résultat est meilleur que le premier. De plus, ce résultat donne confiance dans les résultats issus de Moldflow et plus particulièrement sur la dispersion de l'orientation

des fibres le long de l'éprouvette. Pour rappel les paramètres C_i et D_z du modèle Moldflow ont été optimisés vis-à-vis des tenseurs d'orientation expérimentaux moyennés dans l'épaisseur. Ainsi, dans ce cas, cette approximation s'avère pertinente.

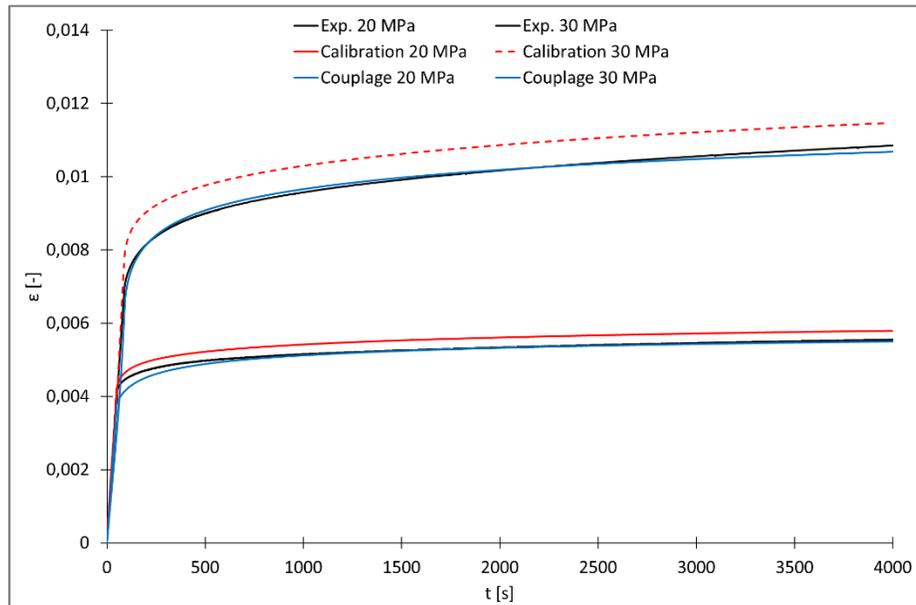


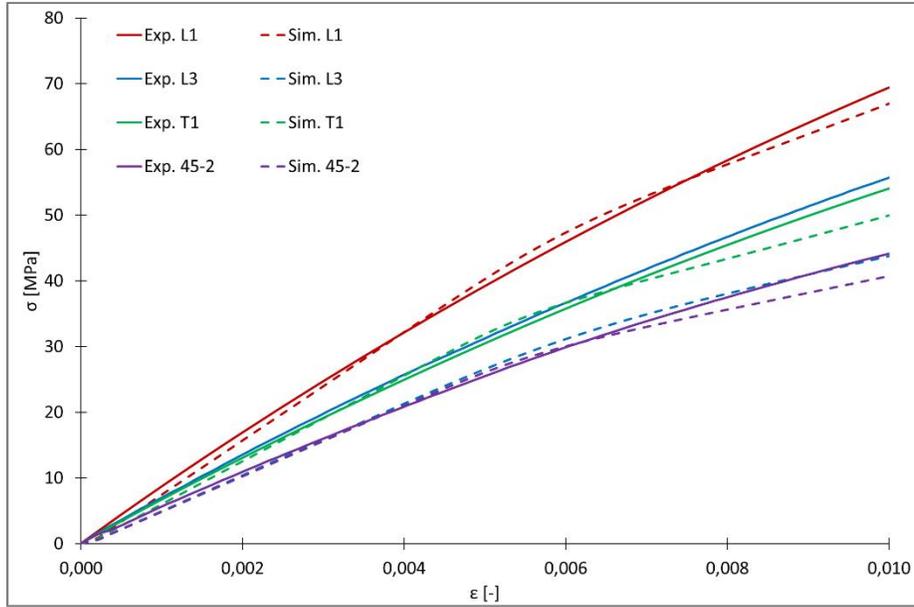
Figure 4.24 : Evolution de la contrainte en fonction de la déformation, pour la phase de calibration de la loi matériau et par couplage, à 85°C pour la configuration L1.

La procédure d'identification avec Digimat a, comme avec SiDolo, été réalisée avec les essais de la configuration L1 pour une loi élasto-visco-plastique pour la matrice du composite. L'intérêt de cette approche est donc d'évaluer la pertinence de la prise en compte de l'orientation des fibres pour la prédiction du comportement mécanique. Un premier résultat couplé sur les essais de fluage a permis de s'en assurer avant de tester cette approche pour d'autres orientations de fibres. Cependant, elle nécessite une analyse rhéologique de qualité pour déterminer numériquement les tenseurs d'orientation des fibres à intégrer et un nombre d'étapes non négligeable d'un point de vue industriel en couplant trois logiciels et quatre modules Digimat, et ce passage d'information pourrait être simplifié, voire partiellement automatisé.

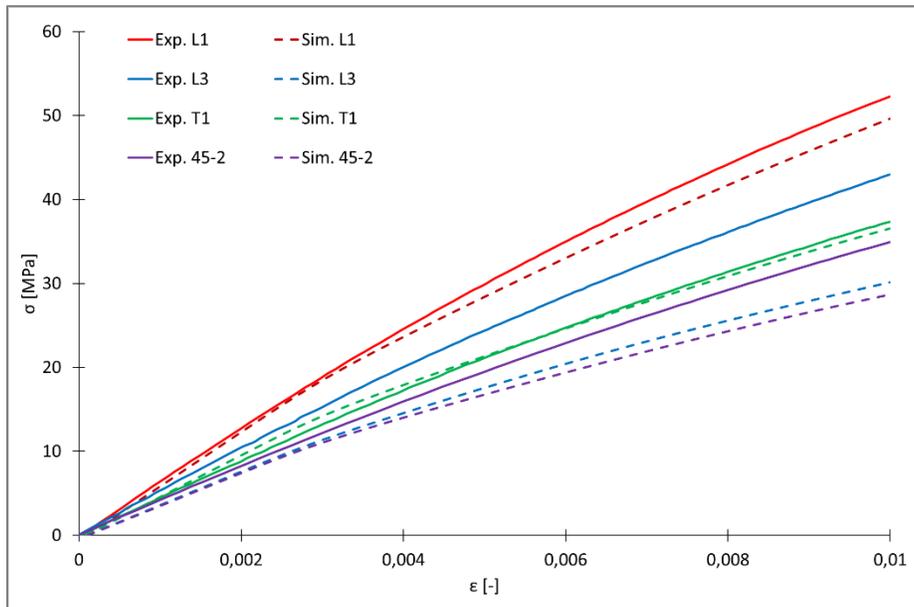
L'approche avec le couplage Moldflow-Digimat-Abaqus permet à partir de l'identification de paramètres matériau pour une orientation de fibres définie, de simuler le comportement mécanique pour d'autres configurations à partir des tenseurs d'orientations des fibres prédits avec Moldflow. La configuration T2 n'est pas présentée pour alléger les courbes ci-dessous mais les résultats sont très similaires à ceux obtenus pour la configuration T1. Les Figure 4.25 (a), (b) et (c) montrent la comparaison entre courbes expérimentales et simulées des essais de traction à rupture pour différentes configurations à trois températures. Les prédictions sont extrêmement satisfaisantes en deçà d'une déformation d'environ 0,6 % à 23°C et de 0,4 % en température, excepté pour la configuration L3. Au-delà de ces niveaux de déformations, les niveaux de contraintes sont trop bas par rapport à ceux des essais, et ce, aux trois températures considérées.

Les Figure 4.26 (a) et (b) montre l'évolution de la contrainte en fonction du temps obtenue également par couplage sur des essais de charges-décharges-relaxations à 23°C et 85°C. La prédiction de l'évolution

de la contrainte durant les relaxations sont particulièrement bien représentées en phase de charge, alors qu'un décrochage est observé à la décharge, et qui attribué aux limitations du modèle utilisé. Les prédictions de la configuration L3 sont par contre fortement sous-estimées, les niveaux de contrainte étant très proches de ceux obtenues pour la configuration 45-2.



(a)



(b)

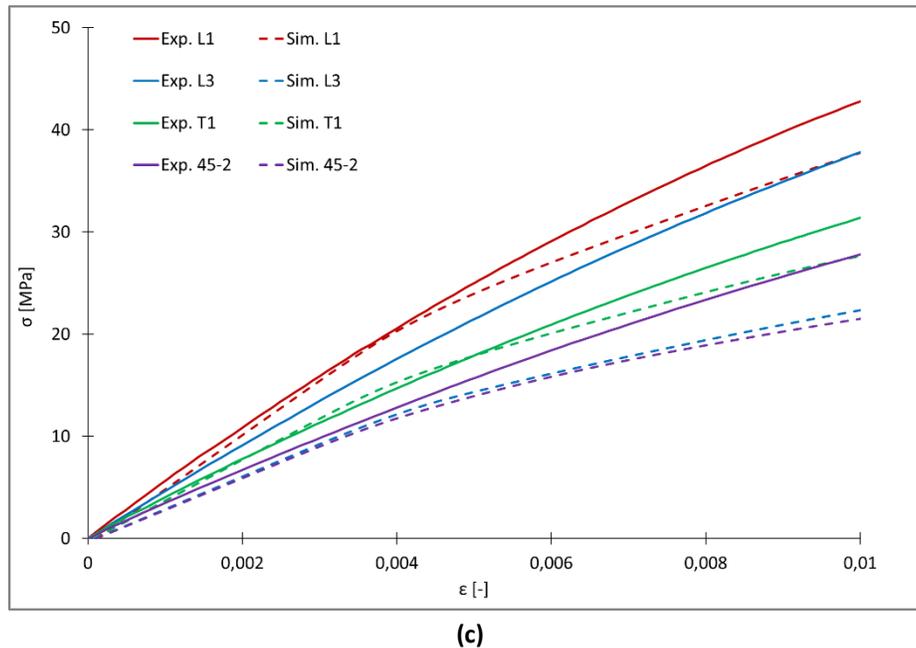
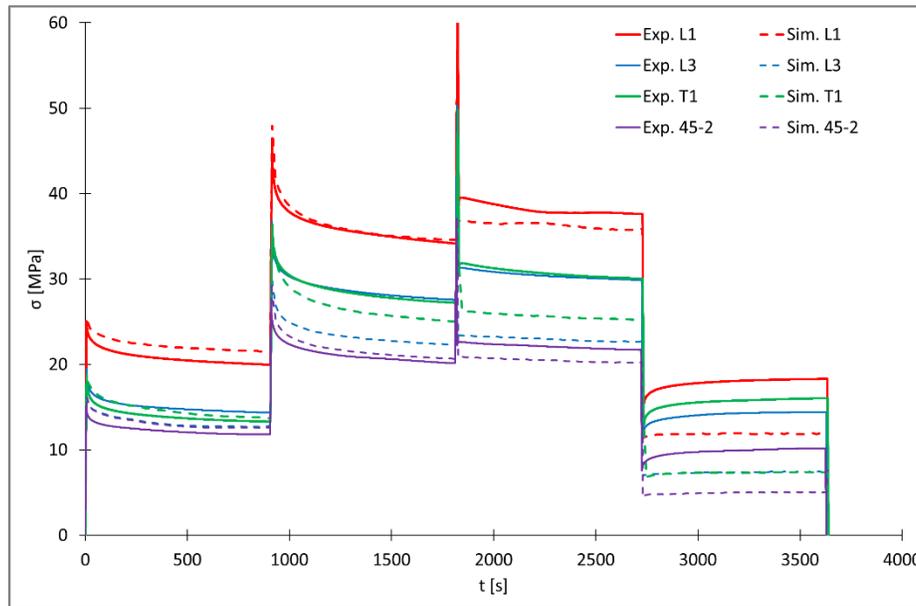


Figure 4.25 : Résultats expérimentaux et simulations d'essais de traction monotone conduits jusqu'à rupture à 10^{-4} s^{-1} obtenus par couplage entre Moldflow, Digimat et Abaqus à $T = 23^\circ\text{C}$ (a), $T = 60^\circ\text{C}$ (b) et $T = 85^\circ\text{C}$ (c).

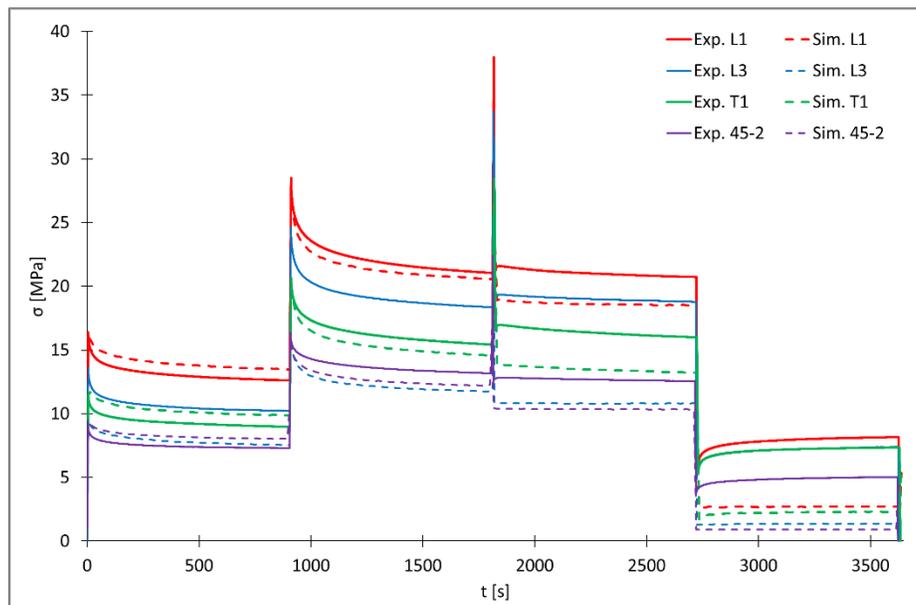
La Figure 4.27 montre l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation pour un essai de charges-décharges-relaxations obtenu à 23°C pour les configurations L1 et L3. Des résultats de simulation obtenus avec le module Digimat-MF en un point d'intégration avec un tenseur d'orientation des fibres obtenu expérimentalement (cf. *chapitre 3*), noté « Novitom », et un tenseur d'orientation prédit numériquement, notés « Moldflow », sont ajoutés. Dans les deux cas, la moyenne est opérée pour ne considérer que trois couches dans l'épaisseur comme lors de l'identification des paramètres matériau pour la configuration L1. En particulier, il a été nécessaire d'adapter l'épaisseur des couches pour la configuration L3 car une différence est observée par rapport à L1.

Dans le cas de la configuration L1, l'utilisation d'un tenseur obtenu expérimentalement améliore légèrement la corrélation mais les écarts avec la prédiction obtenue à partir du tenseur Moldflow sont minimes. En revanche, dans le cas de la configuration L3, la prédiction des niveaux de contraintes est nettement améliorée car la réponse mécanique est plus rigide en début de courbe sur la partie élastique. La précision du tenseur d'orientation utilisée est donc essentielle. Cependant, la prise en compte de l'anisotropie ne semble pas suffisante. En effet, dès la seconde relaxation, le résultat de la simulation s'écarte de la courbe expérimentale. Ainsi, il n'est pas assuré qu'en identifiant des paramètres matériau pour décrire les contributions visqueuses pour une orientation de fibres donnée, que celle-ci puisse être pertinente pour une autre orientation.

Pour rappel, les paramètres C_i et D_2 ont été optimisés (cf. *chapitre 3*) sur les configurations L1, L3 et T2 à partir de tenseurs d'orientation expérimentaux moyennés dans l'épaisseur. Ainsi dans le cas de L1, il semble que le modèle Moldflow prédit la structure cœur-peau alors que pour L3 un écart très important est observé, ce qui explique les mauvaises prédictions présentées précédemment.



(a)



(b)

Figure 4.26 : Résultats expérimentaux et simulations d'essais de charges-décharges-relaxations conduits jusqu'à rupture à 10^{-4} s^{-1} obtenus par couplage entre Moldflow, Digimat et Abaqus à $T = 23^\circ\text{C}$ (a) et à $T = 85^\circ\text{C}$ (b).

Pour rappel, la configuration L3 est l'une des configurations les plus hétérogènes et les plus dispersées au regard de l'orientation de fibres. À la vue de ces résultats, il est supposé que si la calibration de la loi avait été réalisée pour cette configuration L3, comme préconisé par Digimat, il n'est pas certain que les prédictions auraient été aussi pertinentes qu'elles l'ont été à partir de la configuration L1. Néanmoins, les tenseurs d'orientation ayant finalement été déterminés expérimentalement dans toute l'épaisseur par couches et des essais de fluage sur la configuration L3 étant actuellement en cours, ces résultats vont pouvoir être étudiés plus en détails.

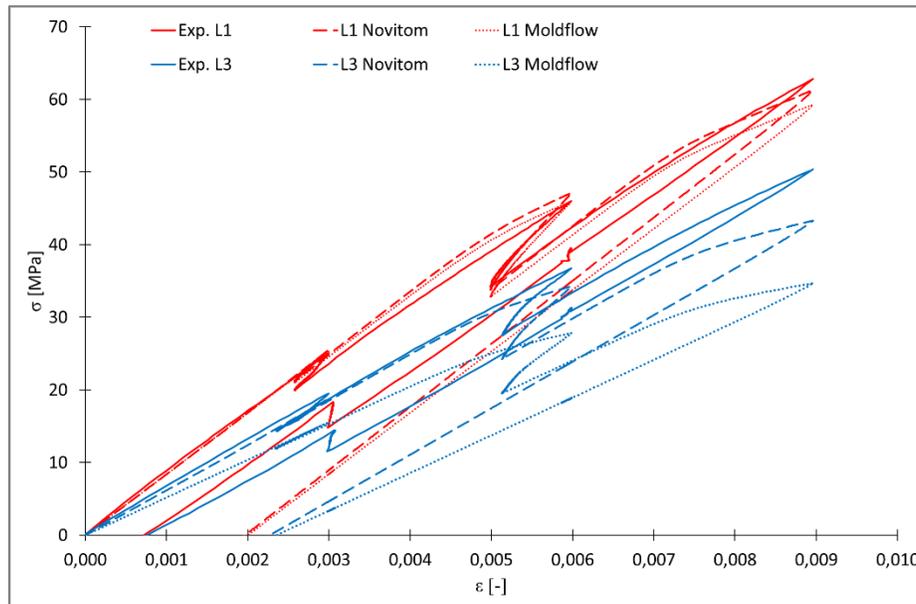


Figure 4.27 : Résultats expérimentaux et simulations d'essais de charges-décharges-relaxations conduits jusqu'à rupture à 10^{-4} s^{-1} obtenus sur Digimat-MF avec un tenseur expérimentale (Novitom) et un tenseur prédit par Moldflow (Moldflow) pour les configurations L1 et L3 à $T = 23^\circ\text{C}$.

IV Conclusions

L'objectif de ce chapitre était de rendre compte de l'identification de paramètres matériau pour trois lois de comportement utilisées au travers de deux approches distinctes. La méthode générale utilisée consiste à trouver un jeu de paramètres commun aux différents essais de la base expérimentale pour chaque température. Dans chaque cas, seule la configuration L1 a été considérée dans un premier temps et la thermo-dépendance obtenue a finalement été imposée aux autres configurations. En particulier, il est dans certains cas délicat de trouver un compromis pour simuler le comportement pour différentes échelles de temps en représentant toutes les contributions souhaitées. Il a été observé que les deux modèles utilisés, lors de la première étape de la démarche, ont permis de les prédire relativement correctement et surtout le modèle de Launay qui parvient à capturer très précisément la non linéarité du comportement à la décharge. D'autre part, la loi élasto-visco-plastique anisotrope thermo-dépendante intégrée dans Digimat a permis de considérer le lien entre procédé et structure en se fondant sur les tenseurs d'orientation calculés avec Moldflow. La démarche a montré des résultats prometteurs et elle est facile d'utilisation une fois la calibration de la loi réalisée. Cependant, la température est une contrainte supplémentaire qui a permis de mettre en évidence d'autres limitations des modèles en essayant d'imposer une monotonie de la thermo-dépendance des paramètres. Dans l'ensemble, les paramètres matériau diminuent avec l'augmentation de la température de manière quasi-linéaire. Les résultats obtenus dans ce chapitre vont pouvoir être utilisés dans un processus de validation des lois de comportement sélectionnées sur d'autres types d'essais plus complexes. Ils seront aussi utilisés pour d'autres orientations de fibres et pour d'autres géométries d'épaisseur néanmoins similaire à celle des éprouvettes ayant servies à l'identification, avec pour objectif de proposer une démarche robuste de la modélisation du comportement thermo-mécanique des composites pour Renault.

Chapitre 5 : Description du comportement sous chargements thermo-mécaniques complexes

I Introduction

Dans une démarche de validation de l'approche globale proposée dans ce manuscrit, des schémas d'essais représentatifs de ceux réalisés sur les hayons sont reproduits, constitués d'enchaînements de chargements anisothermes associés à des variations d'effort. Afin de s'affranchir du cas complexe que représente l'assemblage du hayon (cf. *chapitre 1*), deux géométries complémentaires, injectées en PPGFL40, sont considérées. Il s'agit des éprouvettes normalisées issues de plaques injectées en laboratoire et de pièces découpées directement dans un renfort de hayon. L'identification des contributions du comportement thermo-mécanique et des paramètres matériaux s'est appuyée sur une base expérimentale restreinte à des essais de traction uniaxiale réalisés sur des éprouvettes ISO 527-b. Il semble donc pertinent de faire une première étape de validation sur ces éprouvettes normalisées pour ce même mode de sollicitation néanmoins en complexifiant le chargement imposé. Cependant, les pièces industrielles en PPGFL40 sont susceptibles d'être sollicitées différemment et de manière bien plus complexe qu'en traction. Ainsi, le comportement du matériau est observé pour d'autres états de contrainte. Cette seconde démarche s'effectue sur une géométrie issue d'une pièce industrielle. Dans ce cas, l'anisotropie résulte d'une injection en série réalisée en usine, et non plus sur des géométries, aux dimensions parfaitement maîtrisées, injectées au laboratoire du Technocentre Renault. L'intérêt de travailler sur une géométrie de taille réduite est également de pouvoir maîtriser l'instrumentation.

Des chargements thermo-mécaniques complexes alliant des variations de niveaux d'effort et de température importants, avec une variation de plusieurs dizaines de degrés Celsius et de Newtons respectivement, sont ainsi considérés. Le chargement thermo-mécanique imposé se réfère à celui du cahier des charges du hayon. Pour rappel, l'ordre de grandeur des niveaux de déformation maximums observés sur la pièce industrielle est d'environ 1 % (cf. *chapitre 1*). Le chargement doit permettre de retrouver ces niveaux de déformation tout en reproduisant les grandes caractéristiques du comportement mécanique relevées dans le *chapitre 3*. En particulier, ces nouveaux essais mettent en évidence le phénomène de fluage à différentes températures et les déformations rémanentes observées en fin d'essai, pour un cas de chargement similaire à celui subi par le hayon.

Par ailleurs, les essais de validation industrielle du comportement thermo-mécanique d'une pièce, tel que celui d'étuvage sur hayon, sont longs et coûteux. La simulation numérique est donc un atout indispensable pour le dimensionnement de ces pièces. Néanmoins, cela implique que les modèles soient suffisamment robustes au niveau de la mise en données mais également de loi de comportement pour assurer la meilleure représentation possible du comportement mécanique. Les lois de comportement doivent être adaptées au type de matériaux et au type de chargements considérés. Cependant, la pertinence de la prédiction numérique réside aussi dans la qualité des paramètres identifiés pour les lois de comportement utilisées. Ainsi, les essais de traction et de flexion sont simulés, afin de valider l'approche globale de caractérisation du PPGFL40, mais aussi la robustesse de la base de données et la démarche d'identification des paramètres matériau adoptée pour différentes lois de comportement préalablement sélectionnées (cf. *chapitre 4*). Plus largement, ces corrélations permettront d'évaluer la pertinence de la sélection des lois de comportement utilisées. L'étape de validation se fait au travers de corrélations calculs-essais fondées sur cette nouvelle série d'essais anisothermes. Dans ce cas, un coefficient de dilatation thermique, supposé constant dans la gamme de température considérée, est introduit dans les paramètres matériau.

II Essais de traction uniaxiale sur éprouvettes normalisées

II.1 Protocole expérimental

Des essais de traction, avec un chargement représentatif du cahier des charges du hayon, dans le domaine quasi-statique, sont réalisés. La configuration transverse T1 est sélectionnée afin qu'une orientation de fibres différente de celle de L1, déjà largement considérée à ce stade de l'étude, soit étudiée. Les éprouvettes sont soumises à une succession d'étapes de fluage d'une durée allant de trente minutes à quatre heures, à 23°C ou à 85°C, sous différents niveaux de contrainte σ_i ($i = 0,1,2$) comme illustré sur la Figure 5.1. De plus, le chargement thermo-mécanique est répété à deux reprises, bien que cette étape ne soit pas imposée par le cahier des charges du hayon qui limite la durée de l'essai de validation. Bien qu'industriellement il ne soit pas envisageable de recuire les pièces après injection (cf. *chapitre 1*), il semble intéressant au regard du *chapitre 2* de considérer un second cycle thermo-mécanique pour observer l'influence de la stabilité du comportement.

La procédure détaillée des essais de traction est illustrée sur la Figure 5.2 en considérant $\sigma_1 > \sigma_2 > \sigma_0$. Les niveaux de contrainte sont choisis de telle sorte que le niveau de déformation maximale atteint durant l'essai soit proche de celui observé sur le hayon. De plus, les niveaux de déformations résiduelles doivent être non nuls et l'ordre de grandeur souhaité est estimé vis-à-vis de ceux obtenus sur les essais de charges-décharges-relaxations présentés dans le *chapitre 3*. Le niveau de contrainte imposé lors des essais diminue en température relativement à l'évolution de la poussée du joint imposée sur le hayon (cf. *chapitre 1*). En fin d'essai, le niveau de contrainte est maintenu à une valeur $\sigma_0 = 0,5$ MPa durant une trentaine de minutes. Cette durée correspond dans l'essai de validation du hayon à la valeur minimale à partir de laquelle les déformations rémanentes sont déterminées. En effet, les déformations rémanentes doivent être relevées pour une même stabilité dimensionnelle du matériau, autrement dit, à de mêmes instants.

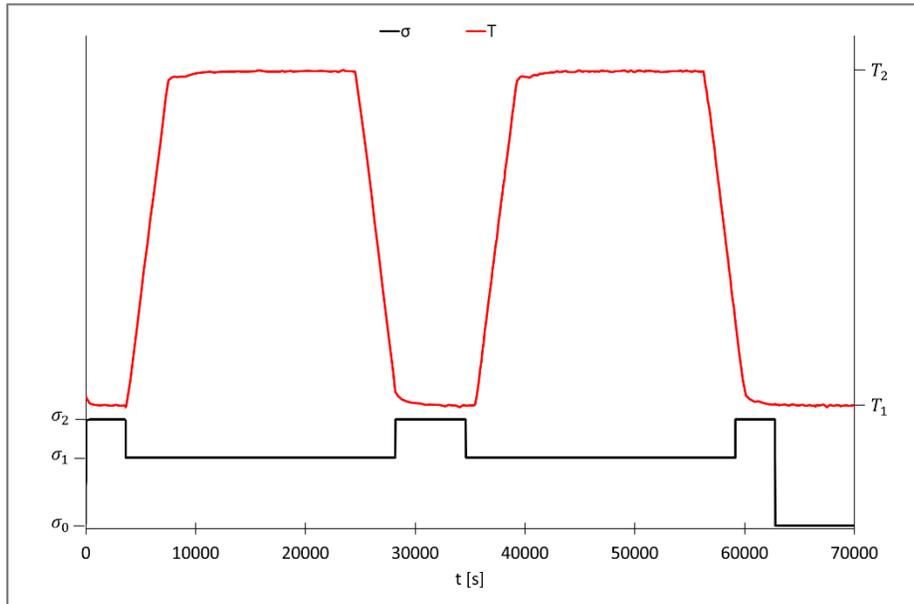


Figure 5.1 : Chargement thermo-mécanique imposé.

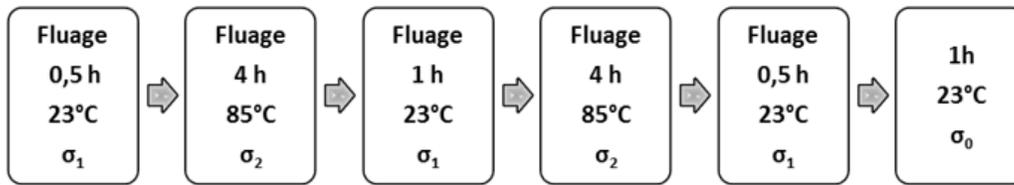


Figure 5.2 : Etapes successives des essais de traction.

La déformation longitudinale est calculée à partir du signal de l'extensomètre comme décrit dans le *chapitre 3*. Quatre essais sont réalisés et sont décrits ci-dessous au travers de courbes d'évolution de la déformation en fonction du temps. Les phases de charge et de décharge des essais de traction sont pilotées en déplacement traverse (cf. *chapitre 3*) et les étapes de fluage par un asservissement sur la force. Entre chaque étape, une trentaine de minutes est laissée aux montées et descentes en température, en accord avec les résultats présentés dans le *chapitre 3*. Cette durée est nécessaire pour que le cœur de l'éprouvette atteigne la température souhaitée. La vitesse de chauffage et de refroidissement est de $0,03 \text{ } ^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$. De plus, le niveau de contrainte imposé est modifié au début de la variation en température lorsque celle-ci augmente. Dans le cas inverse, le changement n'est effectué qu'au bout des trente minutes. La montée en charge initiale se fait en quelques dizaines de secondes à une vitesse de déformation constante similaire à celle préalablement utilisée dans le cadre de la thèse. Plus précisément, les essais de la base expérimentale d'identification ont été testés à $4\cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ et ceux de traction cyclique l'ont été à $1\cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ (essai RT1), $9\cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ (essai TT1) et $8\cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ (essais QT1 et ST1). La Figure 5.3 montre les courbes contrainte-déformation de ces essais, « T1 » désignant ceux de la base d'identification pour cette configuration. Les niveaux de contrainte ST1, TT1 et QT1 sont légèrement supérieurs à eux des essais de la base à 23°C , excepté RT1 dont la montée en charge a été réalisée à 40°C .

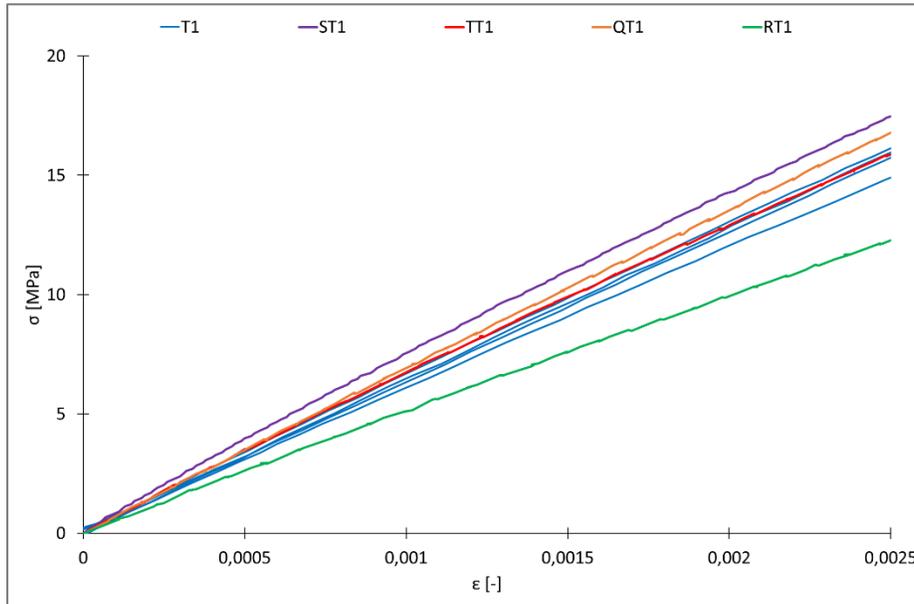


Figure 5.3 : Evolution de la contrainte en fonction de la déformation jusqu'à 0,25 %, en traction.

II.2 Résultats

Un premier essai TT1 a été réalisé pour valider le choix du protocole expérimental. L'évolution du niveau de contrainte imposé σ , de la température T et de la déformation ε est présentée sur la Figure 5.4. Tout d'abord, des dépassements importants en température, en début de maintien à 85°C, sont observés. Ils sont de l'ordre de 6 % et induisent un effet instantané sur la déformation. Ainsi, il est préférable d'effectuer la montée en température en deux étapes pour les prochains essais. Un palier intermédiaire sera atteint à 60°C puis finalement un second à 85°C, évitant ainsi une montée trop rapide de la température conduisant à ces dépassements. Ce premier essai est réalisé pour des niveaux de contrainte $\sigma_1 = 30,3$ MPa et $\sigma_2 = 20,3$ MPa. Pour rappel, les essais de traction conduits jusqu'à rupture ont montré que pour la configuration T1, la déformation à rupture est de 1,25 % en déformation quelle que soit la température. Cette valeur correspond à environ une contrainte atteinte de 60 MPa à 23°C et de 37 MPa à 85°C. Bien que les niveaux de déformation et de contrainte restent inférieurs à ces valeurs, l'éprouvette TT1 a cassé durant le second cycle thermique imposé. Ainsi, les niveaux de contrainte sont diminués pour la suite de la campagne de tests, en considérant dorénavant $\sigma_1 = 20,1$ MPa et $\sigma_2 = 12,9$ MPa.

En tenant compte des remarques précédentes, les essais ST1 et QT1, présentés sur la Figure 5.5, ont été réalisés. Dans l'ensemble, ces deux essais montrent une faible dispersion de la déformation sur l'ensemble de l'essai. Des écarts sont néanmoins à souligner lors des étapes de fluage à température ambiante, et en fin d'essai, lorsque l'effort est retiré. L'essai ST1 a été arrêté après trente minutes supplémentaires par rapport à l'essai QT1. Ainsi au même instant $t = 65550$ s, la déformation résiduelle est de 0,025 % pour l'essai ST1 et quasi deux fois supérieure pour l'essai RT1 avec une valeur de 0,047 % ; néanmoins, ces valeurs restent extrêmement faibles. En trente minutes, la déformation résiduelle diminue de 57 % pour l'essai ST1 et de 42 % pour l'essai QT1. En 1 h pour l'essai ST1, la déformation résiduelle diminue de 54 %, soit une évolution minime en tenant compte des 30 minutes supplémentaires.

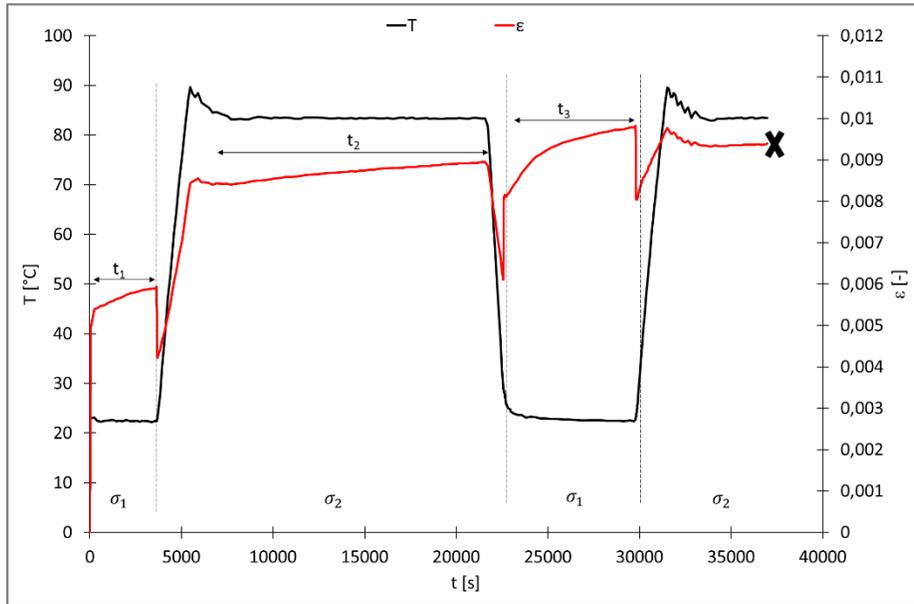


Figure 5.4 : Evolution en fonction du temps de la contrainte, la température et la déformation pour l'essai de traction TT1 sous $\sigma_1 = 30,3$ MPa et $\sigma_2 = 20,3$ MPa et respectivement à $T_1 = 23^\circ\text{C}$ et $T_2 = 85^\circ\text{C}$ à environ $\dot{\epsilon} = 10^{-4}$ s^{-1} pour les phases de charge et de décharge. La rupture de l'éprouvette est repérée par la croix.

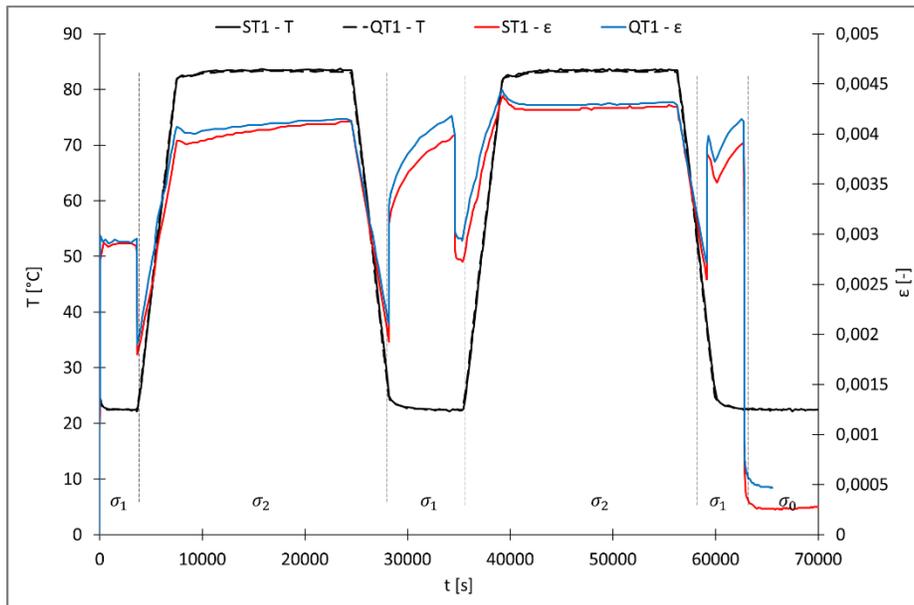


Figure 5.5 : Evolution en fonction du temps de la contrainte, la température et la déformation des essais de traction ST1 et QT1 sous $\sigma_0 = 0,5$ MPa, $\sigma_1 = 20,1$ MPa et $\sigma_2 = 12,9$ MPa et respectivement à $T_0 = T_1 = 23^\circ\text{C}$ et $T_2 = 85^\circ\text{C}$ à environ $\dot{\epsilon} = 10^{-4}$ s^{-1} pour les phases de charge et de décharge.

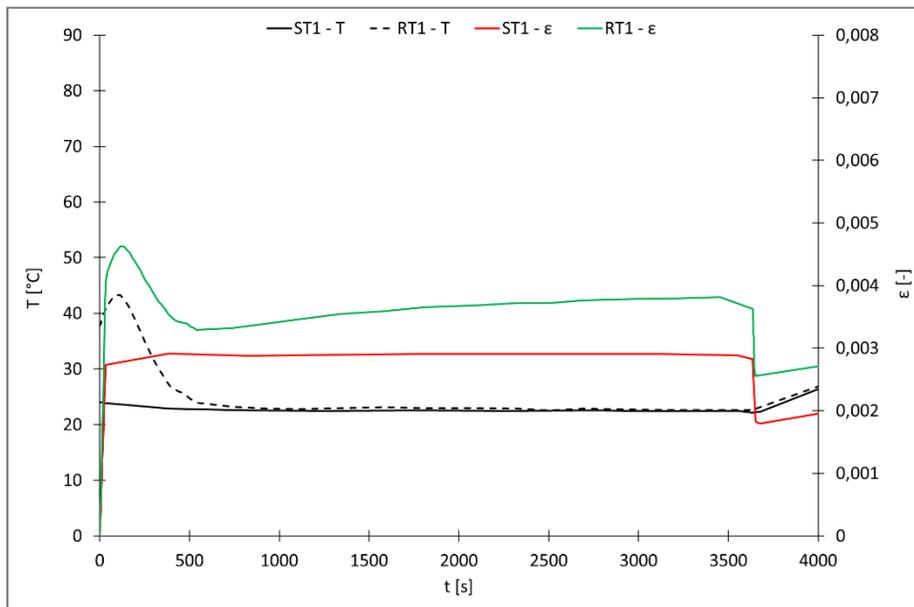
La température initiale de l'éprouvette de l'essai RT1 est d'environ 40°C (Figure 5.6 (a)) et la température de 23°C est obtenue en une dizaine de minutes. L'essai ST1 est ajouté sur les Figure 5.6 (a) et (b) pour faciliter la comparaison entre ces deux essais. Un léger changement de pente est observé sur l'évolution de la déformation de l'essai ST1 par manque de points intermédiaires. Le niveau maximal de déformation atteint durant l'essai RT1 est de 0,7 % alors que les essais de la Figure 5.5 ne dépassaient pas 0,4 %, et cet écart se retrouve aux niveaux des déformations rémanentes en fin d'essai,

avec une déformation résiduelle égale à 0,18 % pour l'essai RT1. Ces écarts importants observés pourraient provenir de l'influence de la température initiale de l'essai RT1.

Une première éprouvette ayant cassée, une seconde ayant eu une valeur de température initiale différente et les essais durant environ 16h, seule la dispersion sur deux essais a pu finalement être comparée. Néanmoins, afin d'observer l'évolution de la déformation pour différents essais, les courbes ont toutes été superposées sur un même graphique. La déformation de l'essai RT1 est ajustée et donne ϵ' de telle sorte que le début de la seconde étape de fluage de l'essai coïncide avec celle des essais ST1 et QT1. Ce décalage a pour objectif de ne considérer la comparaison qu'à partir du premier fluage à $T = 85^\circ\text{C}$, en supposant la même valeur de déformation. Pour cela, une valeur de 0,00211 est retranchée à l'évolution de la déformation de l'essai RT1 original. L'essai TT1 ne peut pas être ajouté car l'évolution de la température n'est pas la même que pour les autres essais et de ce fait un décalage a lieu sur l'échelle des abscisses.

II.3 Discussion

Il est intéressant de comparer les différents essais entre eux alors qu'il n'est pas pertinent de comparer avec exactitude l'évolution de la déformation d'une étape à une autre sur un même essai car les étapes de fluage n'ont pas les mêmes durées. Il est au préalable rappelé que les niveaux de déformation discutés sont de l'ordre de 10^{-3} , ce qui est faible au regard des gammes de déformation obtenues sur les essais de traction à rupture présentés dans le *chapitre 3* mais en accord avec le cahier des charges du hayon (cf. *chapitre 1*).



(a)

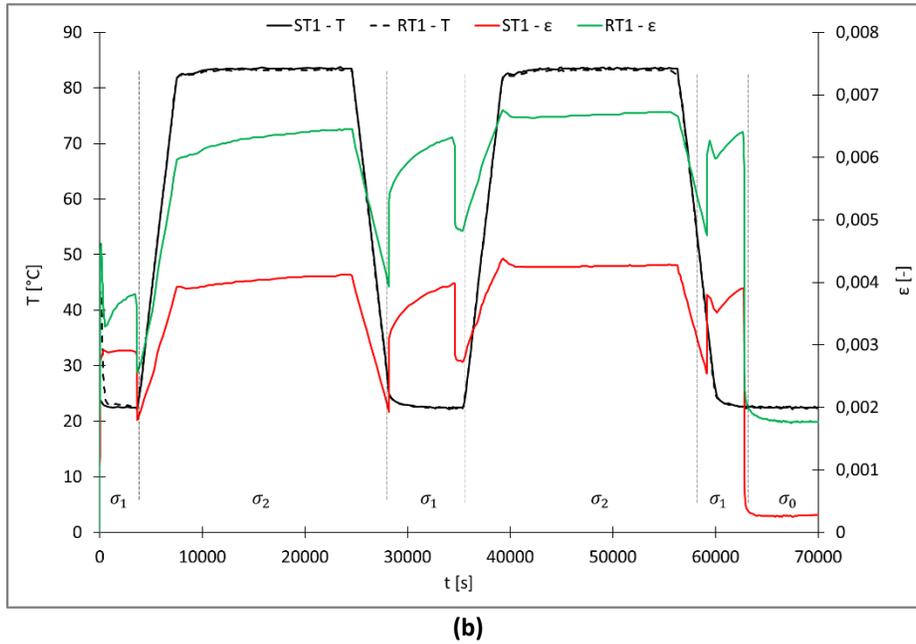


Figure 5.6 : Essais de traction RT1 et ST1 sous $\sigma_0 = 0,5$ MPa, $\sigma_1 = 20,1$ MPa et $\sigma_2 = 12,9$ MPa et respectivement à $T_1 = 23^\circ\text{C}$ et $T_2 = 85^\circ\text{C}$ à environ $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ pour les phases de charge et de décharge.

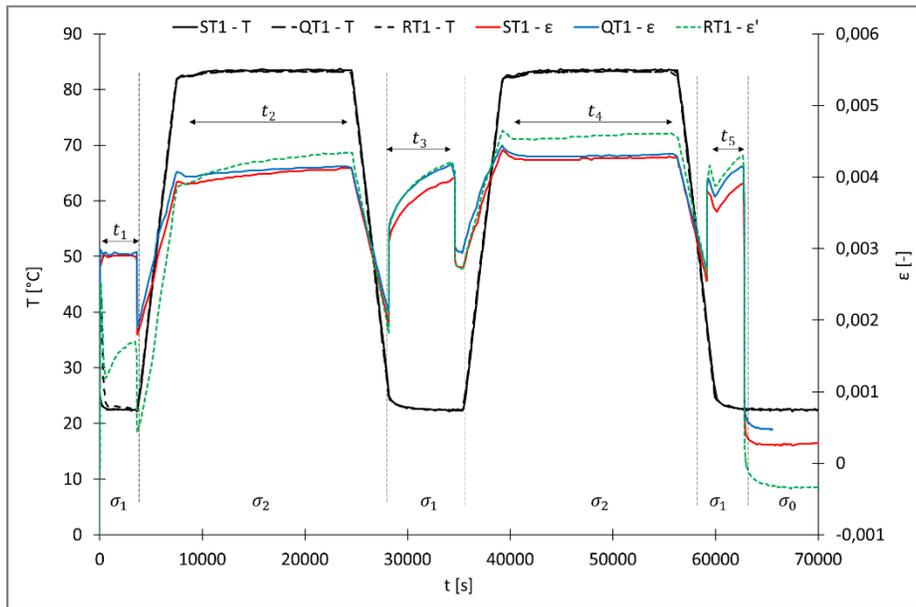


Figure 5.7 : Essais de traction ST1, QT1 et RT1 sous $\sigma_0 = 0,5$ MPa, $\sigma_1 = 20$ MPa et $\sigma_2 = 13$ MPa et respectivement à $T_1 = 23^\circ\text{C}$ et $T_2 = 85^\circ\text{C}$ à environ $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ pour les phases de charge et de décharge.

Le Tableau 5.1 référence les valeurs des variations de déformation durant les différentes périodes de fluage au travers des écarts relatifs $\frac{\Delta \epsilon_i}{\epsilon_i^0}$ ($i=1,5$) avec $\Delta \epsilon_i$ la variation de la déformation durant une étape de fluage, ϵ_i^0 la déformation initiale de référence de l'étape considérée. Cette variation relative est déterminée pour un instant t_i ($i=1,5$) repéré sur les Figure 5.4 et Figure 5.7 pour chaque étape de fluage. Les valeurs initiales de déformation ϵ_i^0 sont choisies lorsque la température est stabilisée, après un

dépassement éventuel en début d'étape. Elles sont estimées aux mêmes instants d'un essai à l'autre, à l'exception de TT1 à cause de la différence du chargement.

Essais	T = 23°C			T = 85°C	
	$\frac{\Delta\varepsilon_1}{\varepsilon_1^0}$ [%]	$\frac{\Delta\varepsilon_3}{\varepsilon_3^0}$ [%]	$\frac{\Delta\varepsilon_5}{\varepsilon_5^0}$ [%]	$\frac{\Delta\varepsilon_2}{\varepsilon_2^0}$ [%]	$\frac{\Delta\varepsilon_4}{\varepsilon_4^0}$ [%]
TT1	9,8	22	-	6,6	-
ST1	0,35	28	11	5,4	0,47
QT1	1,37	27	11	3,0	-0,23
RT1	16	19	7,1	9,0	1,3

Tableau 5.1 : Variation relative de la déformation $\frac{\Delta\varepsilon_i}{\varepsilon_i^0}$ pour les différentes étapes de fluage repérées sur la Figure 5.4 et la Figure 5.7 avec ($i = 1, 5$), les étapes 1, 3 et 5 à 23°C et 2 et 4 à 85°C, pour les différents essais.

Contrairement aux tendances observées dans le *chapitre 3* sur l'évolution du fluage à 23°C sous 30 MPa, l'augmentation de la déformation survenant lors du premier maintien de l'essai TT1 n'est pas négligeable. L'augmentation de la déformation obtenue à 23°C en 30 min, soit $\Delta\varepsilon_1/\varepsilon_1^0 = 9,8\%$, est même supérieure à celle obtenue lors de la seconde étape à 85°C, avec $\Delta\varepsilon_2/\varepsilon_2^0 = 6,6\%$ au bout de 4 h de fluage. La tendance est cependant plus cohérente pour les essais ST1 et QT1 car lors du premier maintien à 23°C, l'évolution de la déformation est quasi-nulle alors qu'une augmentation sensible est obtenue à 85°C. Dans le cas de l'essai RT1, l'augmentation de la déformation est nettement supérieure à celle des autres essais, et ce, quelle que soit le chargement thermo-mécanique imposé. En particulier, lors de la première étape de fluage, l'évolution de la déformation est plus importante pour l'essai RT1 que pour l'essai TT1 pourtant soumis à une contrainte supérieure. Ce résultat permet de souligner l'effet fortement accélérateur de la température initiale sur le phénomène de fluage.

Il est également intéressant d'observer l'évolution lors de la seconde étape de fluage à 23°C, où l'augmentation de la déformation est étonnamment élevée avec une valeur supérieure à plus de deux fois celle obtenue lors de la première étape de l'essai. Cette évolution très forte est probablement due aux phénomènes de réorganisation structurale survenant lors d'une évolution de la cristallinité, sous une contrainte imposée, à température ambiante (cf. *chapitre 2*). Des analyses complémentaires de la microstructure pourraient être réalisées pour corroborer cette tendance qui est observée sur l'ensemble des essais présentés. De plus, une forme de stabilité semble avoir été atteinte à 85°C, lors du second cycle thermique, car l'évolution de la déformation au fluage est quasi-nulle pour les trois essais considérés, y compris l'essai RT1. D'ailleurs, il est noté que l'évolution de la déformation lors des trois dernières étapes de fluage est sensiblement la même pour les trois essais. En particulier, lors de la dernière étape de fluage, qui a lieu à 23°C, une diminution significative de la déformation est observée avant son augmentation. Cette diminution est directement liée à celle de la température qui n'a pas encore atteint les 23°C souhaités lorsque le fluage a démarré.

De manière générale, il est observé que l'évolution de la déformation est très similaire pour tous les essais (Figure 5.2 et Figure 5.7). Les niveaux de déformations résiduelles varient selon les essais, mais devant la gamme de déformation considérée, les écarts restent minimes. Néanmoins, un changement de pente déformation-temps est observée entre les périodes de chauffage et celles de refroidissement, et également entre le premier et le second cycle. De même, des différences au niveau de ces pentes sont constatées d'un essai à un autre, excepté entre ST1 et QT1. Ces différences sont à mettre en

parallèle avec la dispersion obtenue dans la détermination du coefficient de dilatation thermique donné pour deux directions dans le *chapitre 3*.

La Figure 5.8 montre les pentes de montées en température, de 23°C à 85°C, et de descentes en température, de 85°C à 23°C, intervenant avant et à la fin de la seconde étape de fluage. Les niveaux de déformation ont été ramenés à 0 en soustrayant les déformations en début et fin de pente par la déformation à 23°C notée ϵ_0 . Seul le niveau de contrainte diffère entre les essais ST1 et QT1 et ceux imposés lors de l'essai TT1 qui sont supérieurs au précédent. Les pentes des essais ST1 et QT1 à la montée comme en descente sont identiques, alors que dans le cas de l'essai TT1, la pente à la montée en température est supérieure à la seconde. Un constat similaire est également observé sur les pentes de l'essai RT1 qui a démarré à 40°C. Un niveau de contrainte supérieur ou une certaine élévation en température implique une évolution des pentes en montée et en descente en température qui ne peut être attribuée uniquement à une modification du phénomène de dilatation thermique.

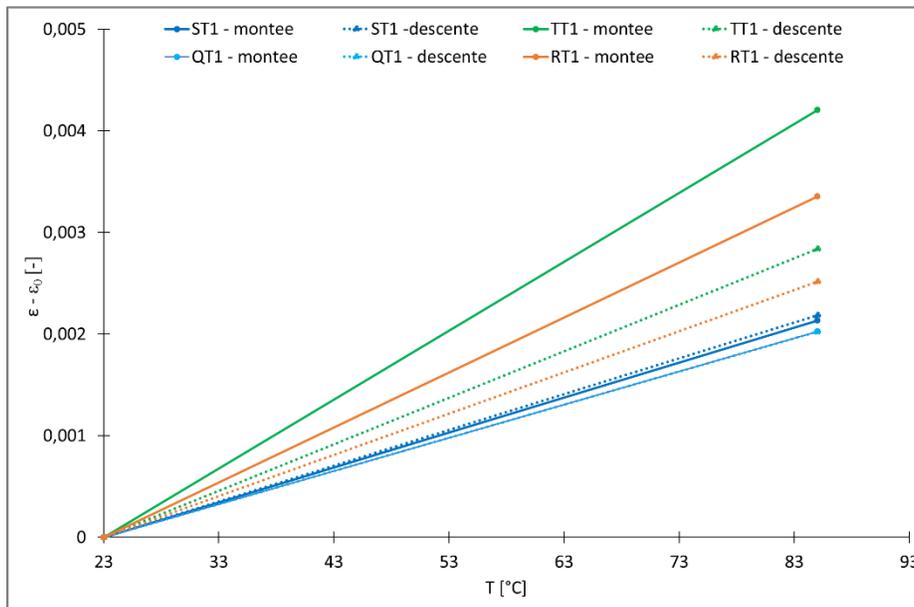


Figure 5.8 : Pentas de montées en température, de 23°C à 85°C, et de descentes en température, de 85°C à 23°C, aux alentours de la seconde étape de fluage des essais TT1, ST1, QT1, RT1.

II.4 Simulation numérique

Dans une approche de validation, les essais de traction sont simulés avec SiDoLo pour les modèles EVP et de Launay. Les essais sont également simulés par couplage avec l'approche Digimat. Le modèle éléments finis et les tenseurs d'orientation utilisés sont identiques à ceux introduits dans le *chapitre 4*. Les paramètres matériaux identifiés dans ce précédent chapitre pour la configuration T1 sont utilisés et une interpolation linéaire est opérée pour déterminer l'évolution des paramètres entre les températures de 23°C à 60°C et de 60°C à 85°C. De plus, la valeur de coefficient de dilatation thermique a dû être modifiée. En effet, la valeur expérimentale apportait une contribution thermique trop élevée. De ce fait, à partir des premiers résultats de simulation, en retranchant les contributions d'origine visqueuse et plastique, une nouvelle valeur du coefficient de dilatation thermique a pu être recalée sur

la pente de la première montée en température de l'essai ST1, soit $\alpha = 1.10^{-5} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$. Cette valeur est considérée comme valeur de référence dans la suite de l'étude.

La Figure 5.9 montre les résultats de la simulation par les différents modèles des trois premières étapes de l'essai TT1. Le modèle EVP présente une bonne allure de l'évolution de la déformation au fluage à 85°C mais le sous-estime légèrement à 23°C. Le modèle de Launay sous-estime l'évolution de la déformation durant les étapes de fluage à 23°C et à 85°C. Au contraire, l'approche Digimat surestime fortement la déformation dès le début de l'essai et cet écart est conservé sur le reste de la simulation. De plus, l'allure du fluage est plus éloignée de l'évolution expérimentale que celle obtenue avec le modèle de Launay. Dans chacun des cas, une incapacité à prédire l'évolution de la déformation après un retour à 23°C sous contrainte est constatée. Ainsi, dans la suite de ce chapitre, seules les trois premières étapes de fluage sont considérées et le second cycle de chargement thermo-mécanique ne sera plus simulé.

La Figure 5.10 montre les résultats de simulation de l'essai QT1. Les trois modèles surestiment largement la fin de la montée en charge et donc le début de la première étape de fluage. Cet écart s'explique certainement par la différence des vitesses de déformation utilisées pour cet essai et pour ceux de la base expérimentale ayant servi à l'identification des paramètres matériau. De plus, l'approche Digimat présente une allure du fluage à 23°C très différente de celle observée expérimentalement et bien prédite par les deux autres modèles. A 85°C, seul le modèle de Launay propose une allure proche de l'évolution du fluage. Bien que les lois de fluage soient différentes pour le modèle EVP et le modèle utilisé dans Digimat, les évolutions sont très proches à cette température élevée.

Ainsi, le modèle EVP donne une bonne description du fluage à 23°C pour une contrainte $\sigma_1 = 30 \text{ MPa}$ alors qu'il surestime la déformation pour une contrainte inférieure de $\sigma_1 = 20,1 \text{ MPa}$. Le modèle a des difficultés à prédire le comportement au fluage pour des niveaux différents de contrainte. Le résultat est similaire pour le modèle de Launay. Mais pour rappel, la base expérimentale ne contient pas d'essais de fluage à cette orientation pour la configuration T1. Dans les deux cas, l'approche Digimat surestime les niveaux de déformation, donc il semble qu'une mauvaise prise en compte de l'orientation des fibres soit à considérer dans ce cas.

Sur la Figure 5.11, les résultats de simulation de l'essai RT1 sont également présentés pour les différents modèles. Ils sous-estiment le fluage survenu lors de la première étape de fluage et l'évolution n'est pas la même après un chauffage d'une dizaine de minutes. De plus, bien que l'allure de l'évolution de la courbe à 85°C soit correctement prédite par les trois modèles, le niveau de déformation en fin de chauffage n'est pas atteint, avec un facteur deux pour le modèle EVP par exemple. Le coefficient de dilatation thermique isotrope utilisé ne semble pas convenir dans ce cas, ni même celui utilisé par Digimat prenant en compte l'orientation des fibres. C'est pourquoi les essais ont été simulés une seconde fois avec une valeur de coefficient d'expansion thermique rehaussée à $\alpha' = 4.10^{-5} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$ afin de pouvoir comparer les évolutions de la déformation lors de cette seconde étape de fluage. Dans ce cas, le modèle de Launay sous-estime légèrement le fluage à 85°C.

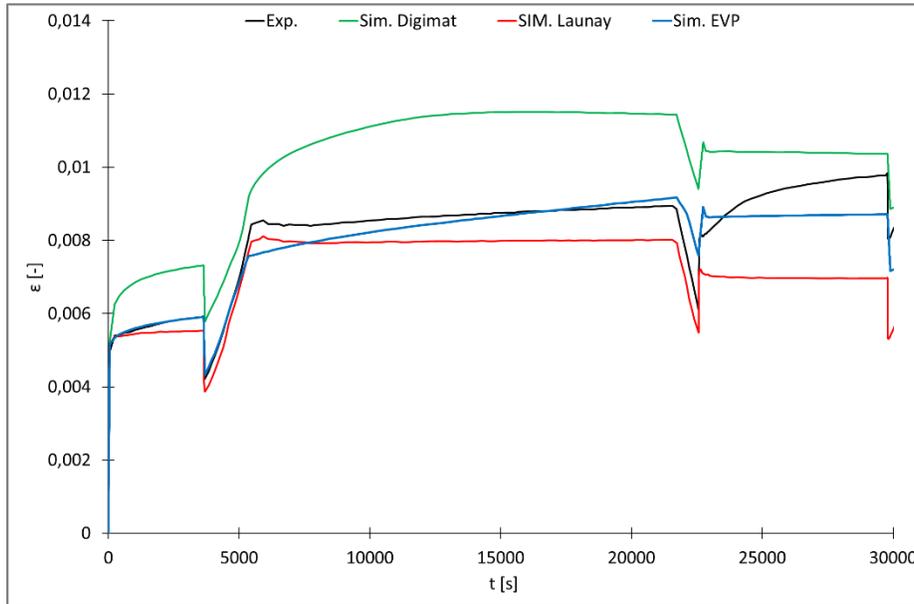


Figure 5.9 : Résultat expérimental et simulation de l'essai de traction TT1 sous $\sigma_1 = 30,3$ MPa et $\sigma_2 = 20,3$ MPa et respectivement à $T_1 = 23^\circ\text{C}$ et $T_2 = 85^\circ\text{C}$ à $\dot{\epsilon} = 10^{-4}$ s $^{-1}$ pour les phases de charge et de décharge.

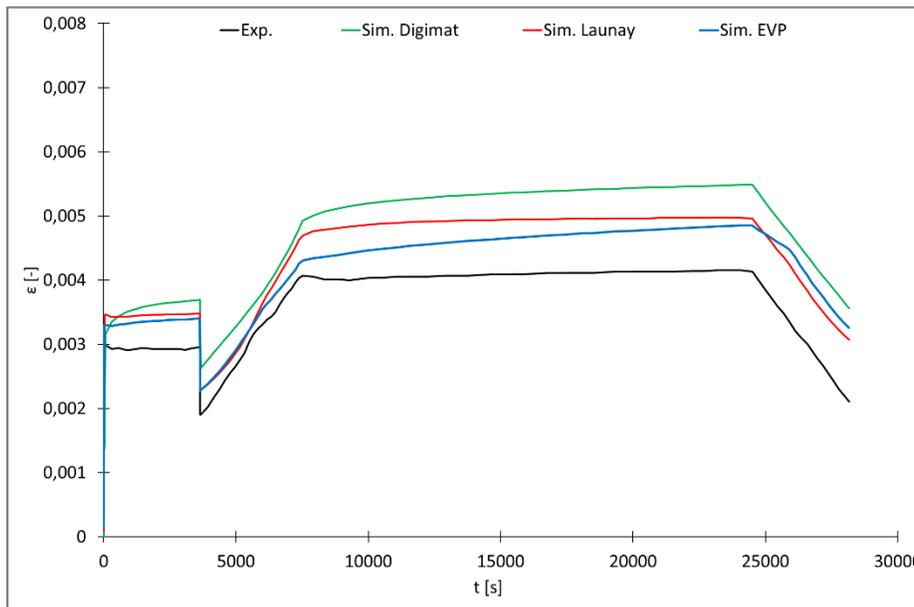


Figure 5.10 : Résultat expérimental et simulation de l'essai de traction QT1 sous $\sigma_1 = 20,1$ MPa et $\sigma_2 = 12,9$ MPa et respectivement à $T_1 = 23^\circ\text{C}$ et $T_2 = 85^\circ\text{C}$ à $\dot{\epsilon} = 10^{-4}$ s $^{-1}$ pour les phases de charge et de décharge.

Les différentes contributions du modèle EVP et du modèle de Launay sont tracées, respectivement sur les Figure 5.12 et Figure 5.13, pour l'essai RT1 avec les deux coefficients de dilatation thermique utilisés. Dans le cas du modèle EVP, la contribution d'origine plastique ϵ_p est très faible, et la limite d'élasticité est atteinte durant la montée en température. De plus, toutes les variables internes évoluent. Dans le cas du modèle de Launay, ϵ_{v1} a une évolution quasi-instantanée avec la diminution de la contrainte mais n'évolue pas au cours du chauffage. En revanche, ϵ_{v2} et ϵ_{vp} évoluent fortement pendant l'augmentation de la température. L'évolution de la déformation durant les étapes de fluage,

essentiellement à 85°C, est régit par l'évolution de ε_{vp} pour les deux modèles. Par contre, celle-ci n'évolue pas lors du refroidissement, ce qui semble être à l'origine de la diminution de la pente par rapport à celle observée alors du premier chauffage. Quel que soit le coefficient de dilatation thermique utilisé, l'évolution des différentes contributions n'est pas impactée. Par contre, dans le cas où la valeur du coefficient de dilatation thermique a dû être modifiée pour atteindre des niveaux corrects en déformation, la contribution ε_{th} devient très importante.

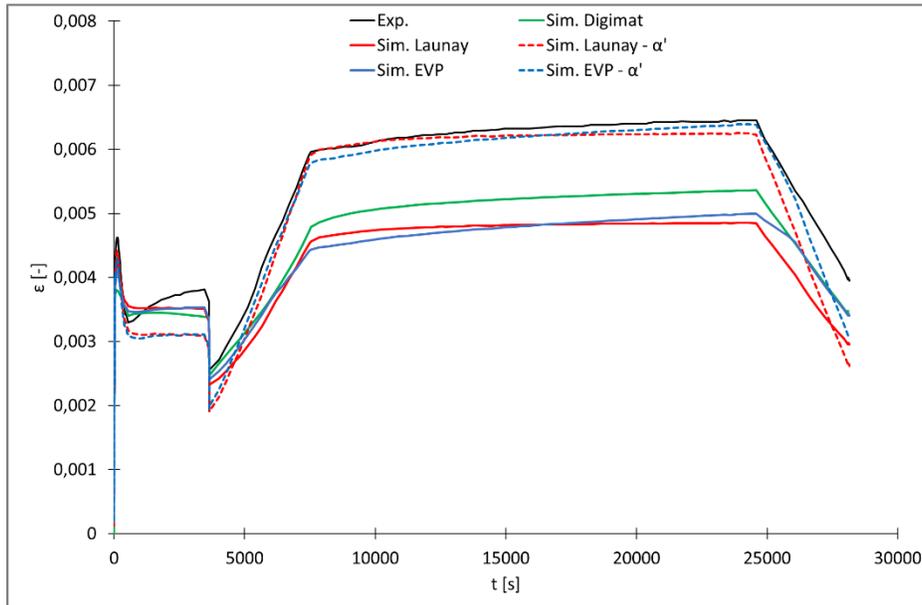


Figure 5.11 : Résultat expérimental et simulation de l'essai de traction RT1 sous $\sigma_1 = 20,1$ MPa et $\sigma_2 = 12,9$ MPa et respectivement à $T_1 = 23^\circ\text{C}$ et $T_2 = 85^\circ\text{C}$ à $\dot{\varepsilon} = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ pour les phases de charge et de décharge avec une température initiale de 40°C et en considérant $\alpha = 1.10^{-5} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ et $\alpha' = 4.10^{-5} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$.

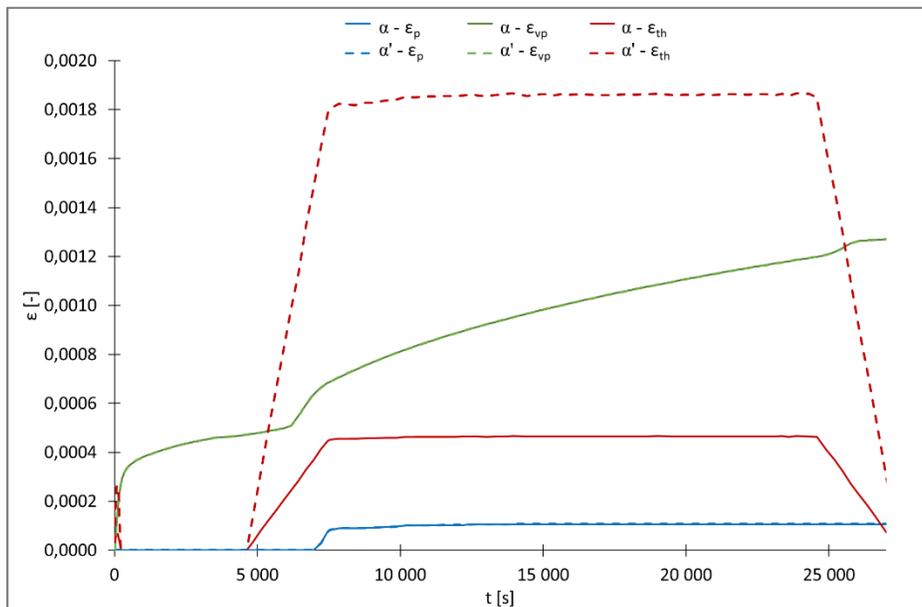


Figure 5.12 : Evolution des variables internes du modèle EVP en fonction du temps durant l'essai RT1 pour deux coefficients de dilatation thermique $\alpha = 1.10^{-5} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ et $\alpha' = 4.10^{-5} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$.

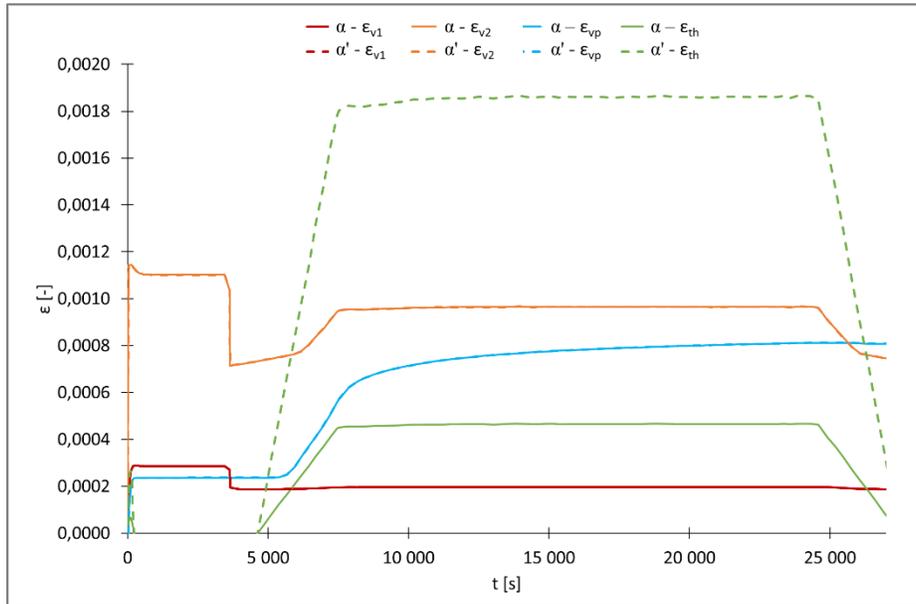


Figure 5.13 : Evolution des variables internes du modèle de Launay en fonction du temps durant l'essai RT1 pour deux coefficients de dilatation thermique $\alpha = 1.10^{-5} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ et $\alpha' = 4.10^{-5} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$.

D'autre part, l'étude de la thermo-dépendance pour les différents modèles du *chapitre 4* a permis de mettre en évidence une évolution linéaire pour la majorité des paramètres. Ainsi, à titre exploratoire, une régression linéaire a été opérée pour les paramètres du modèle EVP entre les deux températures extrêmes de l'étude, soient 23°C et 85°C. Pour palier des problèmes de convergence du modèle, le paramètre A a néanmoins nécessité une interpolation linéaire en tenant compte de la température à 60°C à cause d'un changement de pente de l'évolution du paramètre en température trop important (Figure 5.14 (a)).

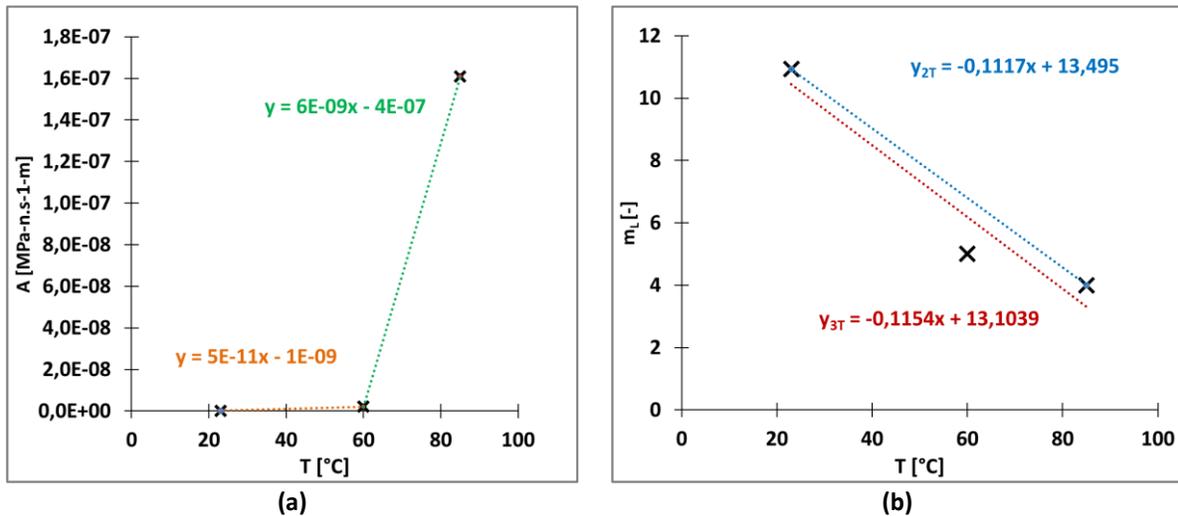


Figure 5.14 : Courbes et équations de l'interpolation bi-linéaire du paramètre A du modèle EVP (a) et de l'interpolation linéaire du paramètre m_L (b) du modèle de Launay entre deux et trois valeurs de température.

La Figure 5.15 montre le résultat de la simulation de l'essai QT1 avec cette nouvelle approche (EVP - 2T). A 23°C, la simulation reste logiquement inchangée mais une légère amélioration est constatée suite à

la variation de température. Pour l'essai RT1, présenté sur la Figure 5.16, la différence est constatée dès le début de l'essai de par la variation initiale en température. Néanmoins, le résultat est relativement proche en ajustant la valeur du coefficient de dilatation thermique bien que celle-ci ne permette pas de simuler correctement la pente en fin de cycle.

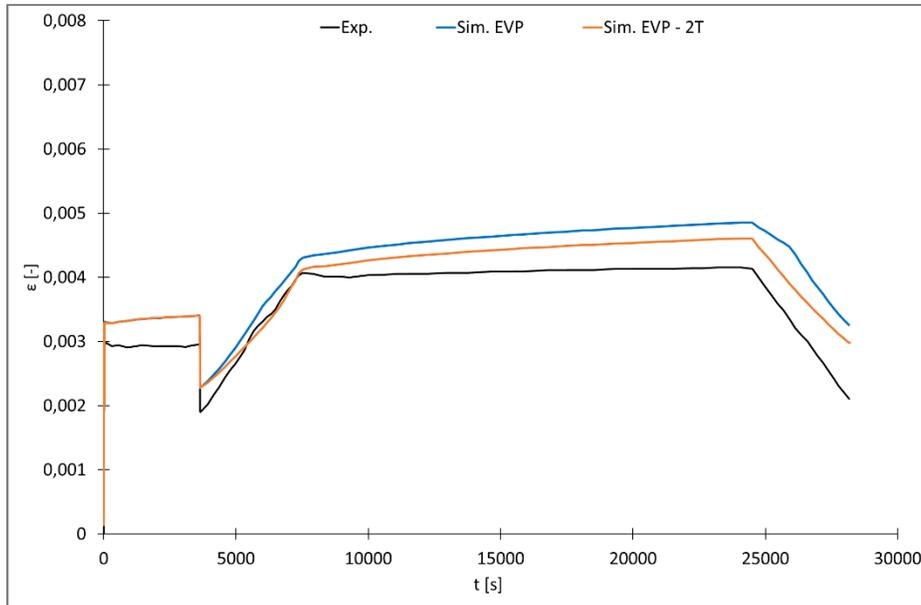


Figure 5.15 : Résultat expérimental et simulation de l'essai de traction QT1 sous $\sigma_1 = 20$ MPa et $\sigma_2 = 13$ MPa et respectivement à $T_1 = 23^\circ\text{C}$ et $T_2 = 85^\circ\text{C}$ à $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$.

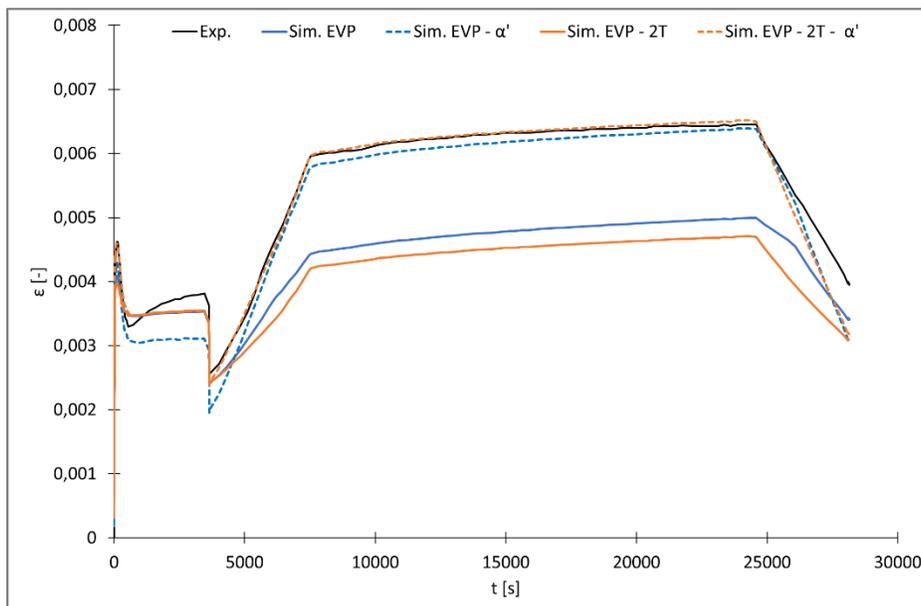
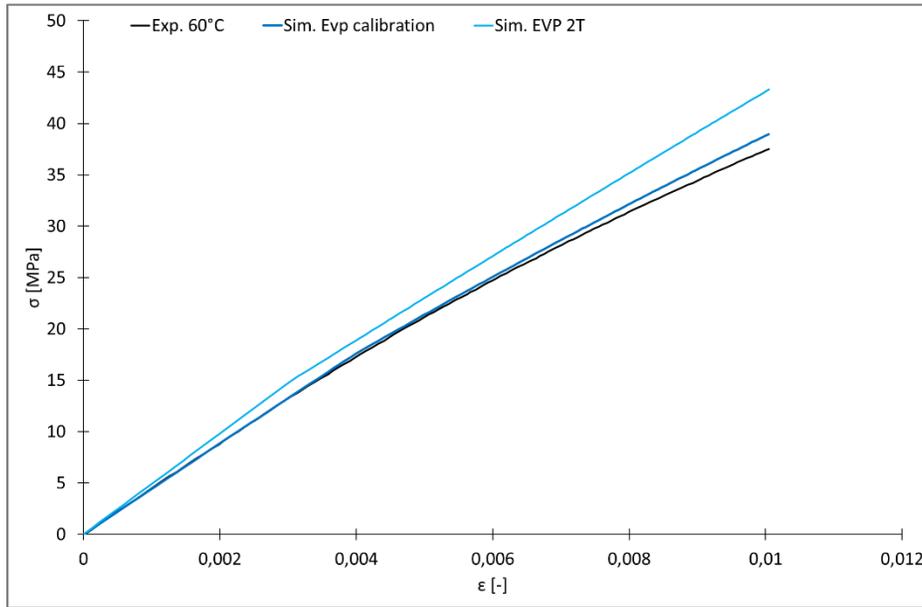


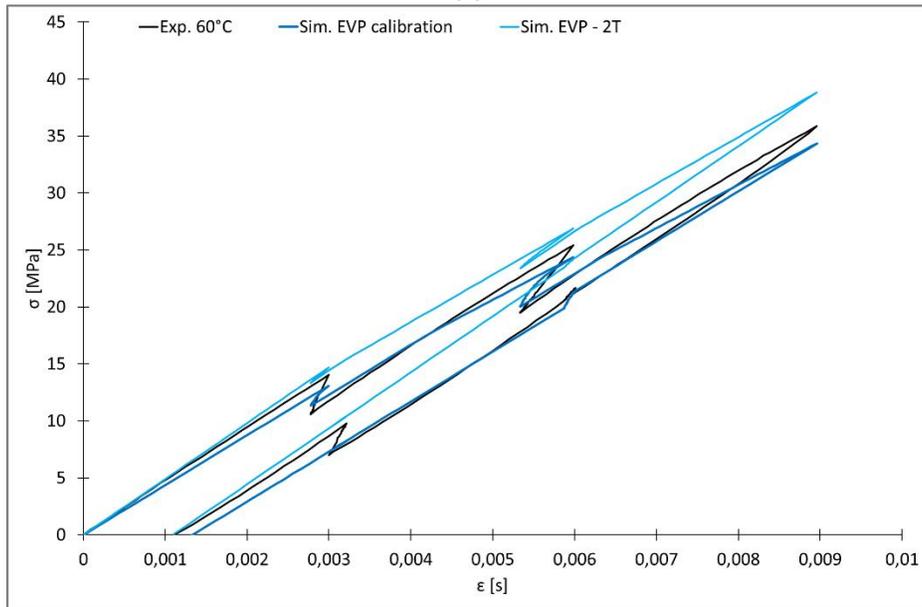
Figure 5.16 : Résultat expérimental et simulation de l'essai de traction RT1 sous $\sigma_1 = 20$ MPa et $\sigma_2 = 13$ MPa et respectivement à $T_1 = 23^\circ\text{C}$ et $T_2 = 85^\circ\text{C}$ à $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ avec $\alpha' = 4.10^{-5} \text{ }^\circ\text{C}$.

Cette approche a nécessité de re-simuler les essais de la base d'identification à 60°C . Or les Figure 5.17 (a) et (b) montrent une surestimation non négligeable des essais de traction monotone et des essais de charges-décharges-relaxations. De ce fait, cette approche n'est pas privilégiée, bien qu'elle

présente l'avantage de restreindre la caractérisation du comportement mécanique du matériau à uniquement deux températures au lieu de trois, sous l'hypothèse que l'ensemble des paramètres matériau ait une évolution linéaire en température. Dans un second temps, une régression linéaire a été opérée pour les valeurs des trois températures (Figure 5.14 (b)). Cependant les résultats ne sont pas améliorés par rapport à la démarche précédente et dans ce cas, les essais de la base doivent être re-simulés à chaque température. Cette approche a été conduite sur les deux modèles, mais des problèmes de convergence sur le modèle de Launay n'ont pas permis d'obtenir des résultats concluants.



(a)



(b)

Figure 5.17 : Résultat expérimental et simulation d'un essai de traction monotone jusqu'à 1 % en déformation (a) et d'un essai de traction de charges-décharges-relaxations (b) conduits à 60°C à $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ pour les phases de chargement et de décharge.

Les résultats obtenus par simulation numérique sont discutés par la suite.

Les trois modèles utilisés proposent une assez bonne description de l'évolution de la déformation des essais considérés, en particulier au niveau des étapes de fluage aux deux températures, mais ont tendance à sur-estimer ou sous-estimer le niveau de déformation selon les essais. Le manque de tendance générale d'un essai à un autre ne permet pas véritablement de mettre en doute la démarche de calibration de la loi pour un modèle et pour une température en particulier. Finalement, par rapport au nombre de paramètres matériau à identifier, le modèle EVP est aussi satisfaisant que le modèle de Launay alors que lors de la procédure d'identification du *chapitre 4*, il avait montré une plus forte capacité à décrire les différentes contributions du comportement mécanique. Concernant l'approche Digimat, les prédictions ne semblent pas suffisamment rigides dans l'ensemble. Le choix du modèle de prédiction des tenseurs d'orientation des fibres avec Moldflow et l'optimisation des paramètres associés peuvent être des éléments à remettre en cause.

Bien que les éprouvettes aient été prélevées aux mêmes endroits sur les plaques injectées, le coefficient de dilatation thermique a nécessité un recalage très important par rapport à la valeur expérimentale et une évolution certaine selon les essais à simuler pour approcher, parfois parfaitement, les valeurs expérimentales de la déformation. Comme cela a déjà été spécifié, cette tendance peut être attribuée à de la dispersion, préalablement observée dans le *chapitre 3*. La dilatation thermique aurait pu être également mesurée durant ces essais. En effet, les changements de pentes sur la déformation, durant les étapes de chauffage ou de refroidissement, pourraient être simulées en modifiant la valeur du coefficient de dilatation thermique lors de ces différentes étapes.

De plus, la base expérimentale d'identification tient compte de trois températures, soient 23°C, 60°C et 85°C. Les trois modèles ont montré leur incapacité à prédire correctement la première étape de fluage à partir d'une température initiale d'essai d'une valeur de 40°C. Dans ce cas, il est possible de s'interroger sur la nécessité de considérer une température intermédiaire supplémentaire pour constituer la base expérimentale d'identification des paramètres matériau. En effet, il semblerait que l'approximation linéaire réalisée sur les paramètres entre 23°C et 60°C ne soit pas suffisamment pertinente pour prédire le comportement thermo-mécanique à une température intermédiaire entre ces deux températures relativement éloignées sur l'échelle de la gamme considérée.

Finalement, trois éléments mériteraient d'être approfondis. Tout d'abord, il est prévu que des essais similaires soient réalisés sur une autre orientation de fibres, en l'occurrence pour la configuration L3. Il sera intéressant de comparer le comportement mécanique pour une autre orientation mais surtout de comparer les résultats de simulation par les différents modèles. Concernant l'approche Digimat, une nouvelle corrélation entre valeurs expérimentales et prédictions Moldflow des tenseurs d'orientation va être réalisée. Elle va servir à optimiser à nouveau les paramètres du modèle, en considérant cette fois l'orientation des fibres par couches dans l'épaisseur. De plus, la distribution de la fraction volumique et de la longueur de fibres par couches pourrait également être prises en compte, ce qui sera dorénavant possible dans une prochaine version du logiciel. Enfin, et au regard des tendances qu'il implique sur le comportement mécanique, il semblerait pertinent que les essais de validation sur hayon comportent un second cycle thermique. Cela implique que des essais similaires soient réalisés sur éprouvettes et considérés pour la caractérisation du comportement mécanique du matériau et l'analyse de l'origine du phénomène. A ce propos, une analyse de diffraction à rayons X va être réalisée

sur un échantillon avant essai, sur un autre ayant subi un recuit isotherme puis sur un troisième ayant subi un double cycle thermique afin d'en comparer l'évolution morphologique en fonction des différentes histoires thermiques imposées au matériau.

III Essais de flexion trois points sur pièces industrielles

III.1 Le choix de la géométrie

Un type de sollicitations adaptées doit permettre de reproduire un état de contrainte similaire à celui observé sur les pièces industrielles sur une nouvelle géométrie. De plus, un niveau minimum de déformation doit être engendré pour obtenir une déformation résiduelle non négligeable et mesurable en fin d'essai. Cependant, la pièce et le dispositif associé doivent être suffisamment simples et compacts pour qu'ils puissent être installés dans le caisson de l'enceinte thermique du laboratoire et utilisés avec la machine de traction. L'intérêt de prélever directement une zone d'une pièce industrielle en PPGFL40 est de ne pas créer un nouveau moule. Le renfort de hayon du Renault Scénic IV présenté sur la Figure 5.18 a rapidement été identifié comme une géométrie intéressante. Tout d'abord, il s'agit d'une pièce équivalente à celle ayant donné lieu au sujet de thèse. De plus, une facilité d'approvisionnement peut être assurée dans les délais impartis et en grande quantité. Ainsi dix renforts, injectés dans des conditions standard d'industrialisation, ont été sélectionnés aléatoirement dans une injection série à l'usine de Douai. De même, l'épaisseur de la pièce est comprise entre 2,5 à 3,0 mm. Cette dimension est en adéquation avec celle des plaques rectangulaires utilisées pour les essais de traction qui ont une épaisseur constante de 2,75 mm.



Figure 5.18 : Renfort de hayon du Renault Scénic IV, de 1,19 m de large, vu de face (a) et de l'intérieur (b), injecté en PPGFL40 à l'usine de Douai.

La variation de l'orientation des fibres est accentuée sur une pièce industrielle en PPGFL40 aussi complexe que celle d'un renfort de hayon. Ainsi, les modules d'élasticité, présentés dans le *chapitre 3*, présentent une forte variation sur le renfort de la Clio 4. Dans le cas du renfort de hayon du Renault Scénic IV, une prédiction numérique de l'orientation des fibres est réalisée avec Moldflow. Le modèle modifié de Folger-Tucker avec pour coefficients $C_i = 5.10^{-4}$ et $D_z = 7.10^{-7}$ est considéré. La plus grande valeur propre du tenseur d'orientation des fibres moyennée dans l'épaisseur est représentée sur la Figure 5.19. Les zones avec des fibres très orientées sont principalement situées sur les extrémités du

renfort et plus particulièrement en partie haute au niveau du pourtour de la lunette. A contrario, les zones en bleu arborent une orientation des fibres qui peut être qualifiée d'aléatoire, sans pour autant être isotrope.

Du fait de la complexité de la géométrie et de ses très nombreux trous et nervures, le choix s'est porté sur les zones peu nervurées de la pièce. La zone la plus grande sans nervure se situe en partie basse du renfort et a l'avantage de pouvoir être prélevée en deux endroits sur un même renfort comme indiqué en pointillés sur la Figure 5.19. Néanmoins, il doit être souligné que les deux géométries prélevées ne sont pas exactement identiques car le renfort de hayon ne présente pas d'axe de symétrie.

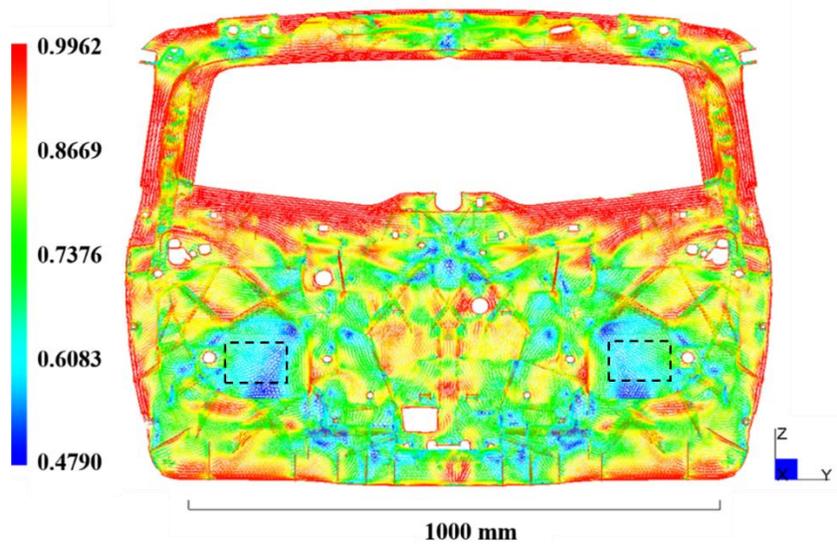


Figure 5.19 : Prédiction numérique Moldflow de la première valeur propre du tenseur d'orientation des fibres et zones de prélèvement de plaques repérées en pointillés sur le renfort de hayon Renault Scénic IV injecté en PPGFL40.

La géométrie retenue est présentée sur la Figure 5.20. Sa surface est rectangulaire mais non plane. L'orientation des fibres prédite dans cette zone est comparable à celle des configurations T1, T2, L3 ou 45-2. La longueur de la plaque est d'environ 135 mm et d'une largeur de 89 mm. Elle peut aisément entrer dans le caisson de l'enceinte thermique qui constituait l'une des contraintes principales dans le choix de la géométrie.

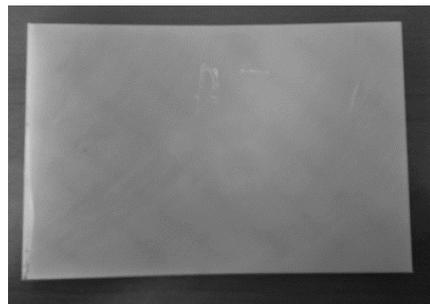
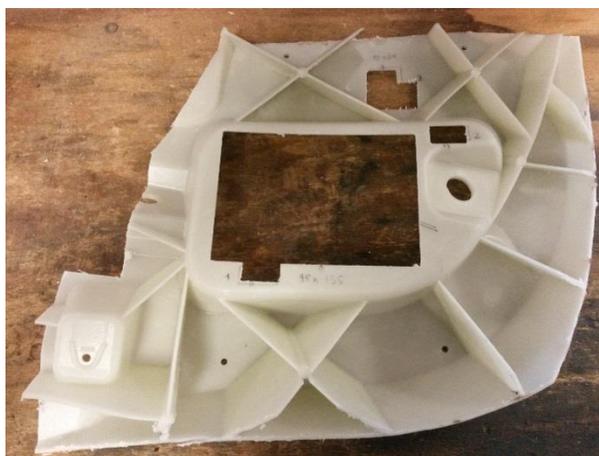
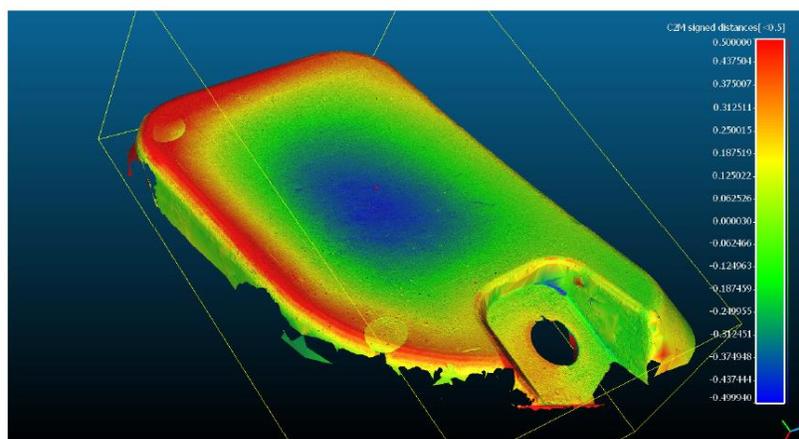


Figure 5.20 : Epreuve de flexion (135 x 90 mm²) découpée dans un renfort du Renault Scénic IV vue de dessous, face incurvée vers le haut.

Une sous-partie du renfort montrée sur la Figure 5.21 (a) est découpée à la fraiseuse à disque sans grande précision et est scannée. La géométrie de la zone est superposée à celle de la géométrie théorique, provenant de la CAO ; laissant apparaître un écart de 0,5 mm sur la partie plane entre la pièce attendue et la pièce réelle (Figure 5.21 (b)). Ces écarts de géométrie sont du même ordre de grandeur que ceux généralement observés en sortie de presse à injecter en usine et cette évolution peut survenir lors de la libération de contraintes résiduelles lors des découpes. Une éprouvette de flexion est ensuite découpée à l'intérieur. Elle servira à adapter le dispositif expérimental et les moyens de mesure.



(a)



(b)

Figure 5.21 : Sous-géométrie de renfort de hayon dans lequel une plaque de flexion (90 x 135 mm²) est découpée (a) et écart en millimètres entre le modèle CAO et le scan d'une sous-partie de renfort de hayon (b).

Au préalable, deux plaques de flexion sont utilisées pour découper des éprouvettes de traction selon deux directions de prélèvement (Figure 5.22). Les essais de traction sont conduits à rupture à 23°C dans les mêmes conditions d'essais que ceux détaillés dans le *chapitre 3*. Les modules apparents pour les éprouvettes prélevées en position 1 et 2 varient de 3871 MPa à 4432 MPa, et en position 3 et 4 de 4700 MPa à 5035 MPa. Pour rappel (cf. *chapitre 3*), les modules apparents calculés sur les éprouvettes prélevées sur plaque variaient de 4800 MPa à 8065 MPa. Ces écarts mettent en évidence que les pentes initiales mesurées sur la plaque ne recouvrent pas les pentes de la pièce industrielle (Figure 4.18).



Figure 5.22 : Zones de découpe des éprouvettes prélevées sur une plaque de flexion (90 x 135 mm²) selon deux directions en position 1, 2, 3 et 4.

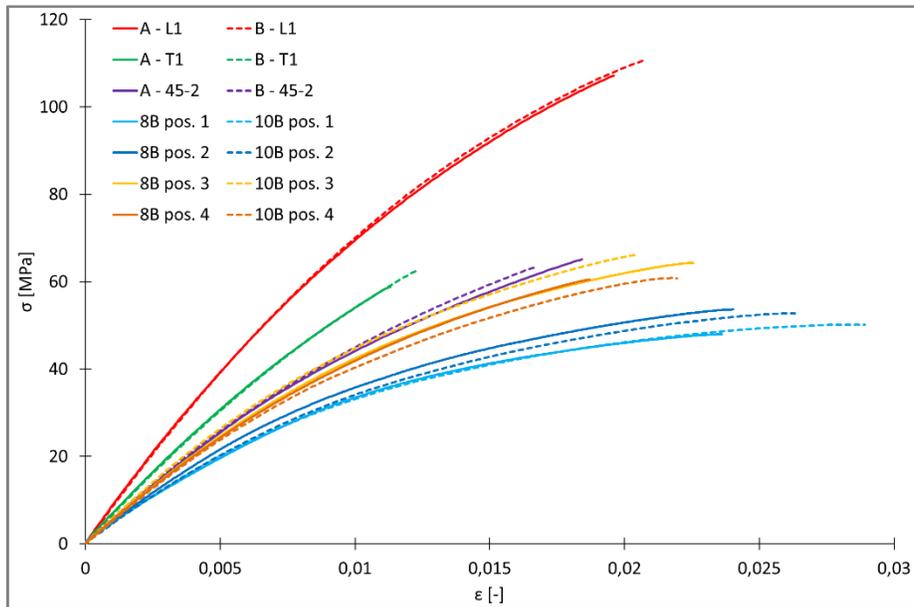


Figure 5.23 : Evolution de la contrainte en fonction de la déformation sur des essais de traction monotone conduits jusqu'à rupture à environ 10⁻⁴ s⁻¹ sur des éprouvettes prélevées sur des plaques injectées en diverses positions (pos. 1, 2, 3 ou 4 ; cf. Figure 5.22) et sur d'autres prélevées sur des pièces industrielles.

Les autres éprouvettes de flexion sont découpées à la fraiseuse par l'entreprise Numeca dans une dizaine de renforts de hayon. L'épaisseur est vérifiée en quatre points pris à chaque extrémité de la plaque puis moyennée. Les dimensions sont données pour chaque plaque dans le Tableau 5.2. Par rapport à la valeur minimale mesurée, la dispersion sur l'épaisseur est de 7 %. Pour rappel, les plaques injectées ont une épaisseur moyenne de 2,75 mm donc une légère différence est constatée. Des digitalisations avec un scanner laser sont réalisés avant et après l'essai. Les nuages de points de couleurs différentes matérialisant les différentes plaques de flexion sont superposés sur la Figure 5.24 et montrer que quel que soit le hayon (1, 2, 3, 4 et 5), ou la zone A et B, la géométrie est très sensiblement la même. De plus, l'inclinaison permet de mieux se rendre compte du fait que la géométrie n'est pas plane mais plutôt incurvée.

Plaques de flexion	Largeur [mm]	Longueur [mm]	Epaisseur moyenne [mm]
F1A	90,00	135,0	2,900
F1B	90,00	135,2	2,800
F2A	90,00	135,0	3,000
F3A	90,00	135,0	2,900
F3B	89,76	135,0	2,788
F4A	90,00	135,0	2,950
F5A	89,83	135,0	2,880

Tableau 5.2 : Dimensions des éprouvettes de flexion testées issues de pièces industrielles.



Figure 5.24 : Superposition des sept géométries de plaques de flexion, de 135 mm de long et légèrement inclinées, à partir des digitalisations réalisées avec un scanner laser.

Pour repérer les essais, une nomenclature est choisie pour nommer les plaques avec par exemple la plaque 1A. Les renforts sont numérotés de 1 à 10. De plus, pour chaque renfort, une plaque est nommée A et l'autre B, respectivement prélevée du côté droit ou gauche sur ce dernier. La lettre F correspondant au type d'essai soit à la flexion trois points est ajoutée pour désigner un essai.

III.2 Le protocole expérimental

Les essais de flexion trois points sont très répandus car ils ont l'avantage d'être simples à mettre en œuvre. De plus, ils représentent un mode de sollicitation courant dans les structures composites et sont souvent utilisés pour la caractérisation de nouveaux matériaux. Ils sont d'ailleurs utilisés chez Renault pour caractériser le phénomène de fluage. Le hayon est lui-même soumis à de la flexion lors d'un essai de validation de par la poussée du joint et de celle des équilibreurs.

Une photo du dispositif de flexion trois points est présentée sur la Figure 5.25. Les appuis et le poinçon sont circulaires, de diamètres 10 mm et de largeur supérieure à celle des plaques. La distance entre appuis est de 80 mm. Le dispositif expérimental est en inox et est positionné sur une machine de traction équipée d'une cellule de force de 1 kN ayant une précision d'environ ± 5 N. Les montées en charge sont pilotées en déplacement traverse à une vitesse de $0,05 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$ et les étapes de maintien sont pilotées en effort. La température est imposée avec une vitesse minimale de $1^\circ\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ et chaque montée et descente en température se fait en 1 h. D'autre part, un capteur de déplacement LVDT Gefran de 25 mm PY2 est utilisé pour la mesure des déplacements. Le capteur LVDT assure une précision de $\pm 0,0025$ mm ou $\pm 0,005$ mm pour des courses de 5 mm et 10 mm respectivement. La hauteur du dispositif est estimée de telle sorte que la course du capteur LVDT ne puisse être gênée. Le capteur s'utilise jusqu'à 100°C , pour un effort de force ressort inférieur à 4 N. Une série de premiers essais a permis d'assurer la qualité de la mesure du capteur. Un essai préalable a été réalisé sur un acier supposé indéformable afin de déterminer la raideur de l'ensemble de la machine et du dispositif. L'ordre de grandeur de la raideur est de 500 N pour 0,1 mm, estimée uniquement à 23°C sous l'hypothèse qu'elle reste inchangée en température. Les déplacements présentés dans ce chapitre sont

préalablement corrigés à l'aide de cette valeur. Les plaques de flexion sont positionnées la face bombée orientée vers le bas pour ne pas aller à l'encontre de la géométrie initiale. D'un point de vue de la terminologie utilisée, la suppression de l'effort consiste en réalité au maintien d'un effort très faible de l'ordre de quelques Newtons.

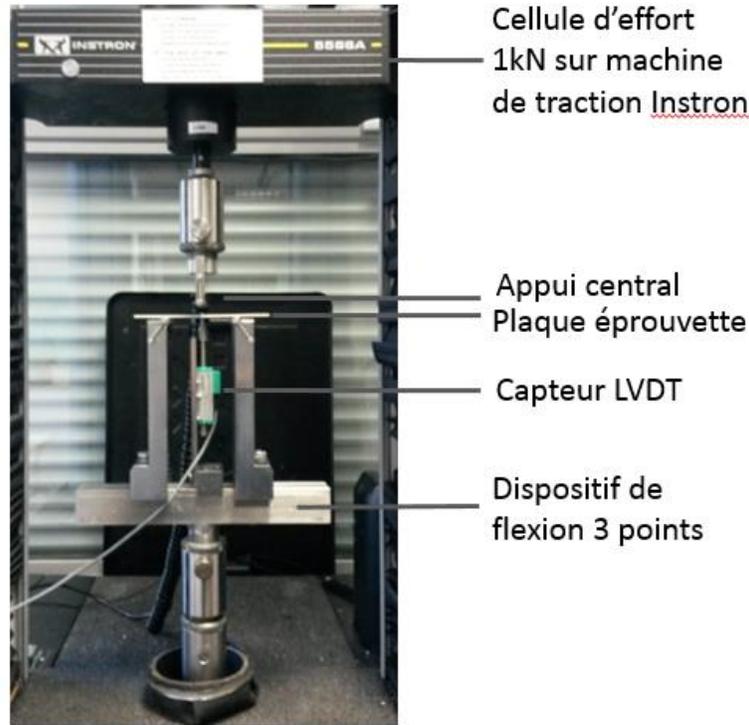


Figure 5.25 : Eprouvette de flexion de longueur 135 mm sur le dispositif de flexion trois points de l'IRDL, lui-même positionné sur une machine de traction.

La largeur de la plaque, nettement supérieure à l'épaisseur de la plaque et environ 1,5 fois plus petite que la longueur est doit induire un état plan de déformation qui pourra être vérifié à l'aide de jauges de déformation. L'instrumentation est, en effet, complétée par des jauges uni ou bidirectionnelles orientées selon x ou y et repérées respectivement avec la notation 0° et 90° dans la suite. Sur les éprouvettes de flexion, les jauges sont positionnées de part et d'autre du capteur LVDT dans la largeur de la plaque et sont éloignées de 25 mm des bords (Figure 5.26). La colle utilisée a été testée en amont sur un échantillon afin de vérifier sa tenue lors d'un maintien de plusieurs heures à 85°C . L'utilisation des jauges nécessite également un montage en demi-pont qui est souvent utilisé dans le cas où une compensation thermique est nécessaire. Cette approche est particulièrement appropriée lors d'essais cycliques en température. La compensation thermique utilisée est stabilisée thermiquement et isotrope puisque les jauges sont toutes positionnées selon la même direction. En effet, il est supposé que la dilatation thermique est sensiblement la même selon les différentes directions car d'après les prédictions numériques Moldflow, la zone de découpe des éprouvettes plaques et de la plaque témoin sont des zones aléatoirement orientées. Or, les plaques de flexion ne sont pas recuites avant d'être testées et il s'est avéré que la dilatation thermique était fortement anisotrope sur la plaque, laissant ainsi présager une mauvaise mesure pour les jauges à 90° , dont les résultats sont peu présentés.

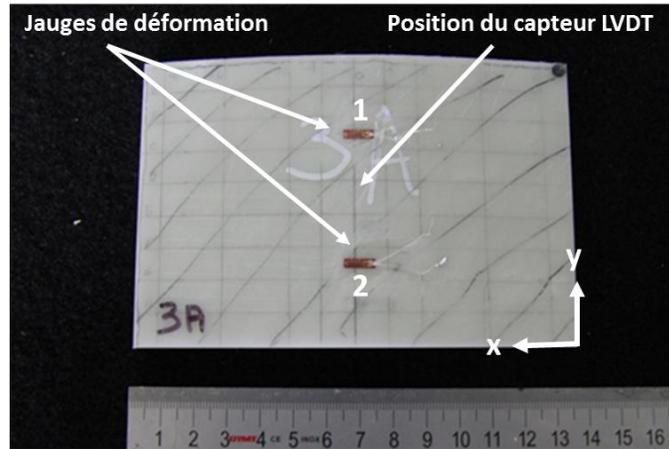


Figure 5.26 : Position des jauges de déformation en 1 et 2 et du capteur LVDT sur une plaque de flexion repérée par les axes x et y .

III.3 Résultats

Trois types d'essais isothermes et anisothermes sont réalisés en considérant en considérant $\sigma_1 > \sigma_2$ avec $F_1 = 200$ N et $F_2 = 100$ N et $T_1 = 23^\circ\text{C}$ et $T_2 = 85^\circ\text{C}$. Chaque type d'essai est réalisé au minimum sur deux plaques mais les plaques n'étant pas toutes parfaitement identiques, il n'est pas possible de parler de reproductibilité et seuls certains résultats sont donc présentés. La Figure 5.27 montre l'évolution de l'effort en fonction du déplacement pour la montée en charge jusqu'à 100 N imposée au début de tous les essais à 23°C . N'étant pas parfaitement plane, la plaque doit trouver son équilibre sur les deux appuis ce qui pourrait expliquer le changement de pente observée en début de courbe pour la majorité des essais. Le niveau initial de l'effort est non nul et atteint même 8 N pour l'essai F3A mais le comportement est finalement très similaire à celui observé pour l'essai F1A dès 0,4 mm. En fin de charge, à un niveau d'effort imposé de 100 N, les niveaux de déplacement atteints pour les différents essais varient entre 1,24 et 1,6 mm.

Essais isothermes de charges-décharges

Les premiers essais de flexion trois points réalisés consistent en une succession de charges et de décharges conduites à une vitesse de déformation constante mais avec des variations en température. Ils doivent permettre de valider le choix des niveaux d'effort à imposer pour les essais cycliques avec une distance entre appuis fixe de 80 mm. L'ordre de grandeur de ces niveaux est préalablement évalué par un modèle éléments finis et l'approche numérique correspondante est présentée dans la suite de ce chapitre. Ces essais doivent également servir à valider le modèle éléments finis dans le cas d'une sollicitation statique avant d'être utilisé dans le cas de sollicitations plus complexes.

La Figure 5.28 montre la montée en charge à travers l'évolution de la force en fonction du déplacement pour les essais F2A et F4A conduits respectivement à 23°C et 85°C . Tout d'abord il est constaté un changement de pente relativement important au début de l'essai réalisé à 23°C comme commenté sur la Figure 5.27, alors que cette singularité n'est pas observée en température. Sous une même valeur de charge $F_2 = 100$ N, 1,54 mm sont atteints à température ambiante et 2,54 mm sont mesurés à 85°C . A 85°C , lors de la seconde charge, le déplacement reste quasi-inchangé avec une valeur de 2,59 mm. Une mauvaise acquisition des valeurs des jauges de déformation est constatée pour cet essai. La Figure

5.29 montre l'évolution en fonction du temps de la température T , du déplacement u , et les niveaux de déformation mesurés par les jauges durant l'essai F2A. Une première charge de $F_2 = 100$ N puis une suivante de $F_1 = 200$ N sont appliquées. L'évolution de la force est similaire. En fin de première charge, 1,43 mm sont atteints en déplacement au centre de la plaque et sont associés à des mesures de déformation de l'ordre de 0,32 % au niveau de chaque jauge. Pour $F_1 = 200$ N, 2,7 mm sont obtenus en centre de plaque et environ 0,67 % en déformation. Après la première décharge, la déformation mesurée est de 0,019 % et elle atteint 0,044 % en fin d'essai.

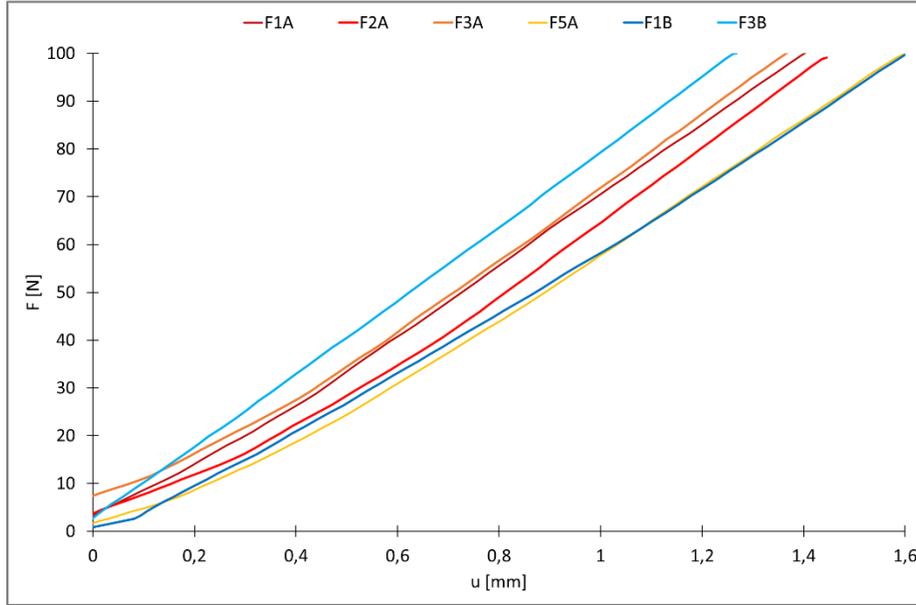


Figure 5.27 : Evolution de l'effort en fonction du déplacement jusqu'à 100 N mesurée à 23°C.

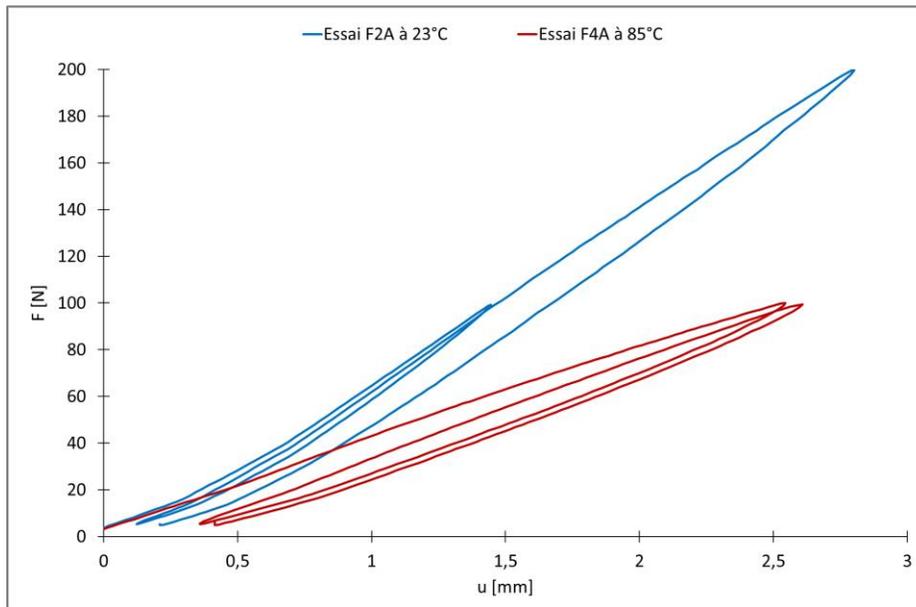


Figure 5.28 : Evolution de l'effort en fonction du déplacement d'essais de charges-décharges F2A et F4A respectivement conduits à 23°C et 85°C atteignant $F_1 = 200$ N et $F_2 = 100$ N.

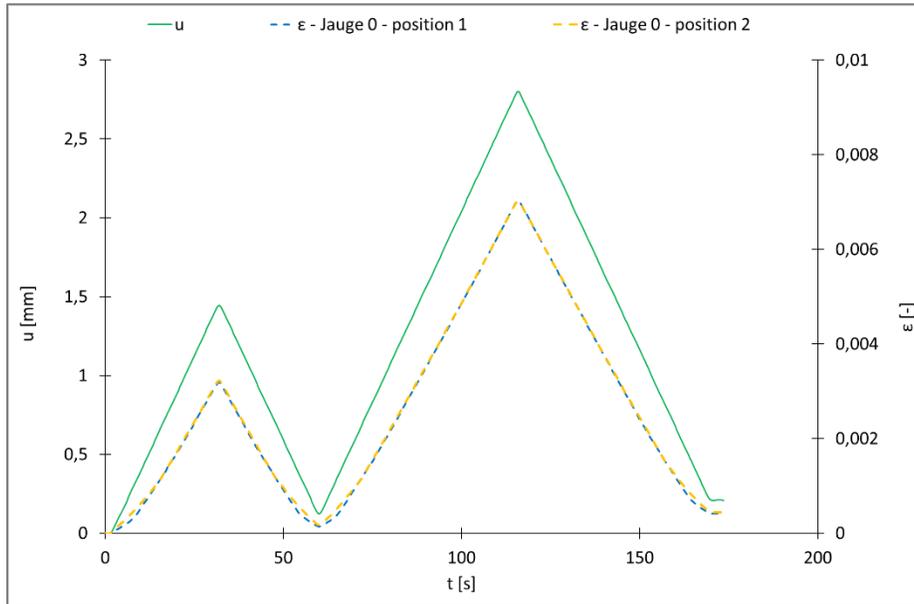


Figure 5.29 : Evolution à $T = 23^{\circ}\text{C}$ du déplacement et de la déformation pour deux jauges, positionnées à 0° , en fonction du temps durant l'essai F2A avec $F_1 = 200\text{ N}$ et $F_1 = 100\text{ N}$.

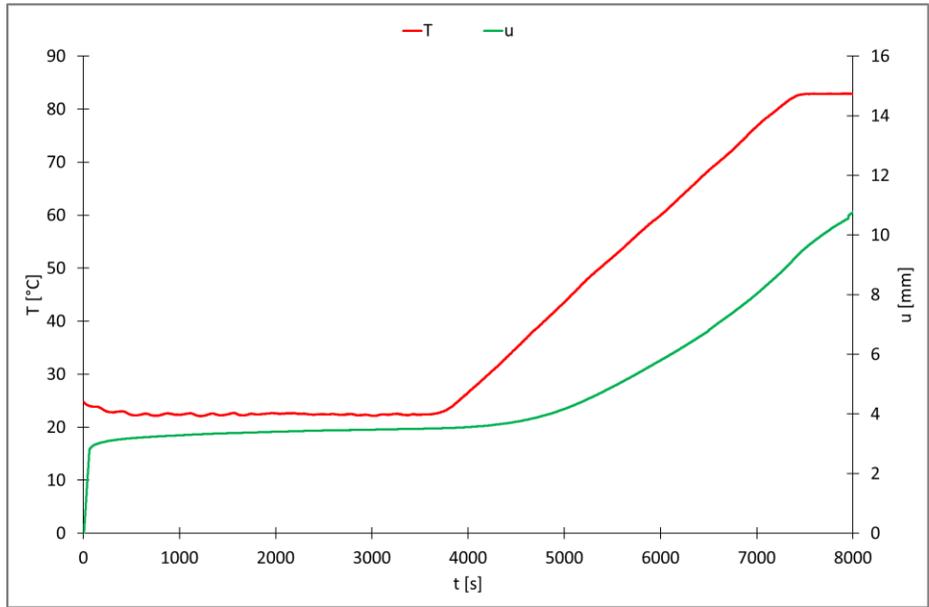
Essais de fluage anisothermes

Dans un second temps, des plaques sont soumises à une variation de température sous un chargement maintenu constant. Un premier essai F1A est réalisé dans les conditions maximales pressenties, soit une température de 85°C et un effort $F_2 = 200\text{ N}$.

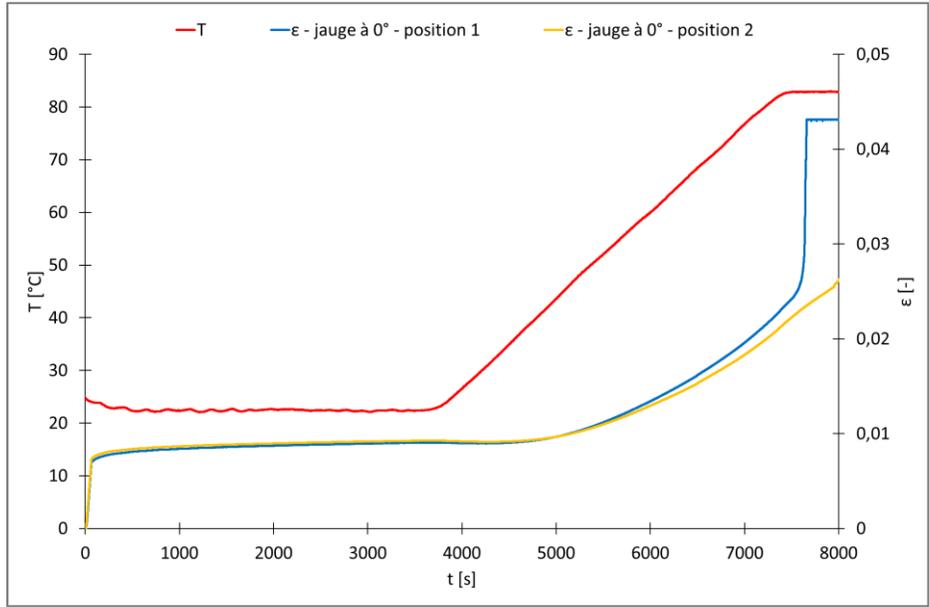
La Figure 5.30 (a) rend compte de la mesure du déplacement obtenu lors de la montée en charge et d'un début de maintien à 85°C . Toutefois, la machine s'est arrêtée au milieu de ce dernier vers 8000 s, les bornes de sécurité de la machine ayant été atteintes avec 11 mm de déplacement mesuré en fin d'acquisition par le capteur LVDT.

Sur la Figure 5.30 (b), le signal des deux jauges est parfaitement symétrique jusqu'à environ 1,5 % en déformation et en fin d'acquisition une valeur de 4,3 % est mesurée par la jauge en position 1. Le niveau d'effort imposé associé à la montée en température a généré un fort endommagement au centre de la plaque, où un blanchissement de la surface attribuée à un phénomène de recristallisation est observé (Figure 5.31). Il a été vérifié au microscope électronique à balayage (MEB) qu'aucune microfissure n'était visible au niveau de la surface de la plaque. Le niveau du chargement imposé sera diminué pour la suite de la campagne d'essais. A 85°C , le niveau maximal imposé sera de $F_1 = 100\text{ N}$ mais la valeur de $F_2 = 200\text{ N}$ sera néanmoins conservée à température ambiante.

La Figure 5.32 (a) montre la montée en charge et le début du premier maintien opéré sur la plaque F3B. Sous un effort constant d'une valeur de $F_2 = 100\text{ N}$, la sensibilité du matériau vis-à-vis de la température est mise en évidence lors de la montée de celle-ci avec une augmentation du niveau de déplacement qui commence quasi-instantanément. Le déplacement mesuré passe de 1,54 mm à 3,4 mm en 4000 s. A contrario, le déplacement évolue peu au cours du refroidissement, avec une diminution de l'ordre de 0,1 mm. Par contre, la suppression de l'effort en fin d'essai est accompagnée d'une forte diminution du déplacement. En une heure à effort quasi-nul, le déplacement de l'essai passe de 2,37 à 2,18 mm.



(a)



(b)

Figure 5.30 : Evolution de la température, du déplacement (a) et des déformations (b) en fonction du temps de l'essai F1A sous un effort constant $F_1 = 200$ N. Les deux jauges sont positionnées à 0° .

En parallèle, la Figure 5.32 (b) montre les résultats obtenus pour une jauge de déformation bidirectionnelle à 0° et 90° . La jauge à 0° témoigne d'une augmentation de la déformation avec la diminution de la température contrairement à ce qui est observé pour l'évolution du déplacement. Pour la jauge à 90° , la déformation est négative. Cette valeur aberrante est attribuée au rôle de la compensation thermique isotrope. Cependant l'ordre de grandeur de la déformation est cohérent avec l'état plan de déformation qui doit être induit par la géométrie.

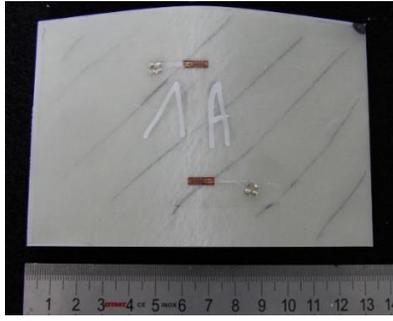
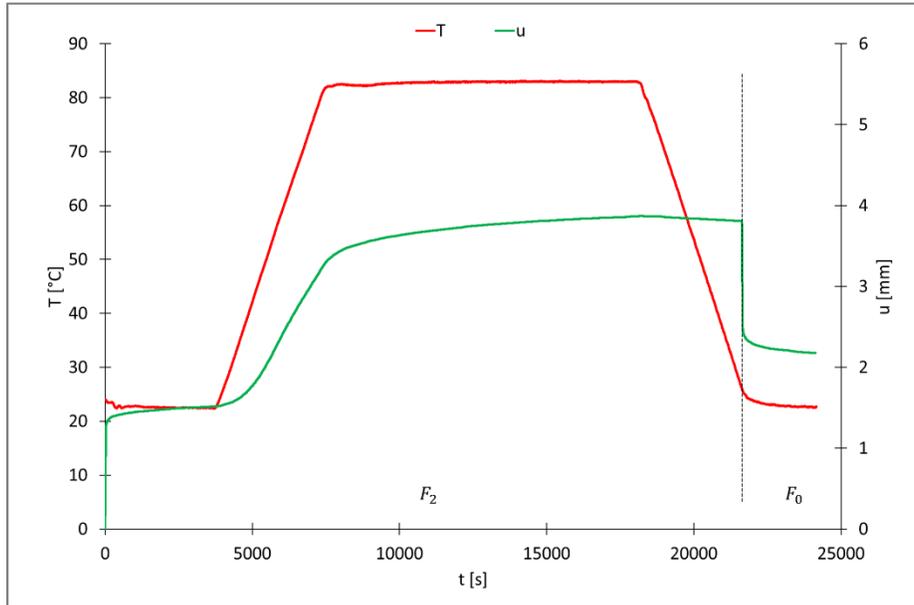
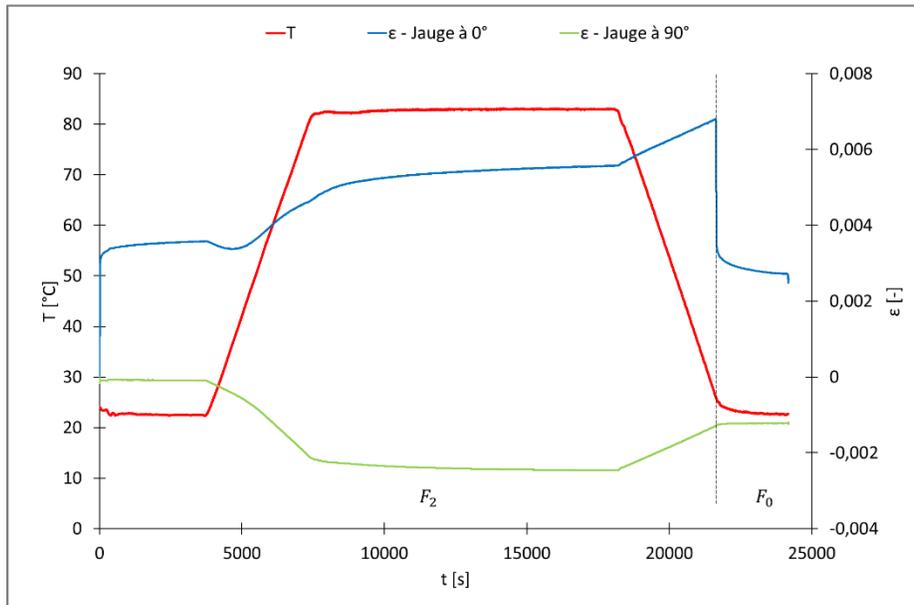


Figure 5.31 : Endommagement visible sur la plaque de l'essai F1A après un chargement anisotherme de 15 h.



(a)



(b)

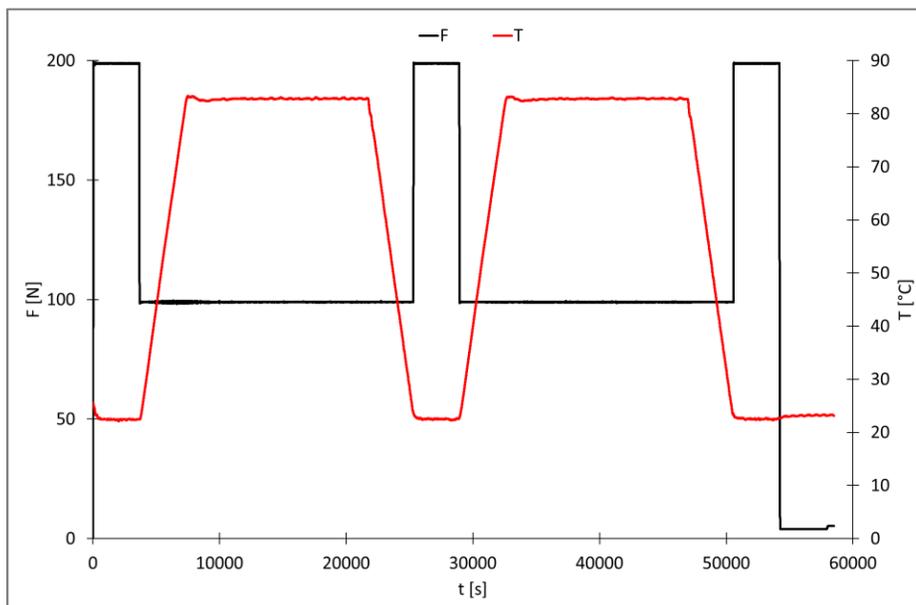
Figure 5.32 : Evolution de la température et du déplacement (a) et de la déformation (b), de deux jauges en position 1 à 0° et 90°, en fonction du temps de l'essai F3B avec $F_0 = 5$ N et $F_2 = 100$ N.

Essais anisothermes avec des étapes de charges, de décharges et de fluage

Dans un troisième temps, des essais cycliques sont réalisés en faisant varier parallèlement les niveaux de température et d’effort. Le chargement thermo-mécanique imposé est illustré sur la Figure 5.33 (a). A l’image des essais de traction cycliques réalisés sur des éprouvettes de traction normalisées, les plaques de flexion F1B et F3A sont soumises à un double cycle thermo-mécanique. A 23°C, l’effort imposé est de $F_1 = 200$ N et à 85°C, il est réduit à $F_2 = 100$ N. En fin d’essai, le niveau d’effort est maintenu à la valeur $F_0 = 3,6$ N.

Les Figure 5.33 (b) et (c) montrent l’évolution du déplacement, de la déformation et de la température en fonction du temps. L’effort initial de 200 N est atteint en 60 s avec un déplacement de 3,7 mm et une déformation (jauge à 0°) de 0,81 % pour l’essai F1B. En fin d’essai, 3,8 mm sont atteints au bout d’une heure et moins de 1 % en déformation. Les courbes provenant des deux essais montrent des allures très similaires. L’acquisition des données pour l’essai F3A a été stoppée plus tôt que l’essai F1B. Les déformations résiduelles atteintes en fin d’essais sont directement liées aux niveaux maximums obtenus durant l’essai. L’évolution de la déformation est beaucoup plus sensible à l’évolution de la température, en particulier au niveau des montées et des descentes en température, par rapport à l’évolution observée sur le déplacement. En effet, lorsque la température diminue sous un effort constant, la déformation augmente alors que le déplacement diminue légèrement. En particulier, le caractère isotrope de la compensation thermique peut être remis en cause. Au début du premier chauffage, le déplacement diminue légèrement avant de croître avec la température, et ce pour les deux essais. Cette évolution pourrait être attribué à une variation de la raideur de la machine en température.

La Figure 5.34 montre la plaque F1B avant et après l’essai thermo-mécanique de la Figure 5.33. Comme annoncé au préalable, la géométrie initiale n’est pas plane. Après avoir été soumise à un essai cyclique thermo-mécanique, la plaque est fortement déformée avec un ordre de grandeur de la déformation résiduelle similaire à celle observée sur le renfort de hayon.



(a)

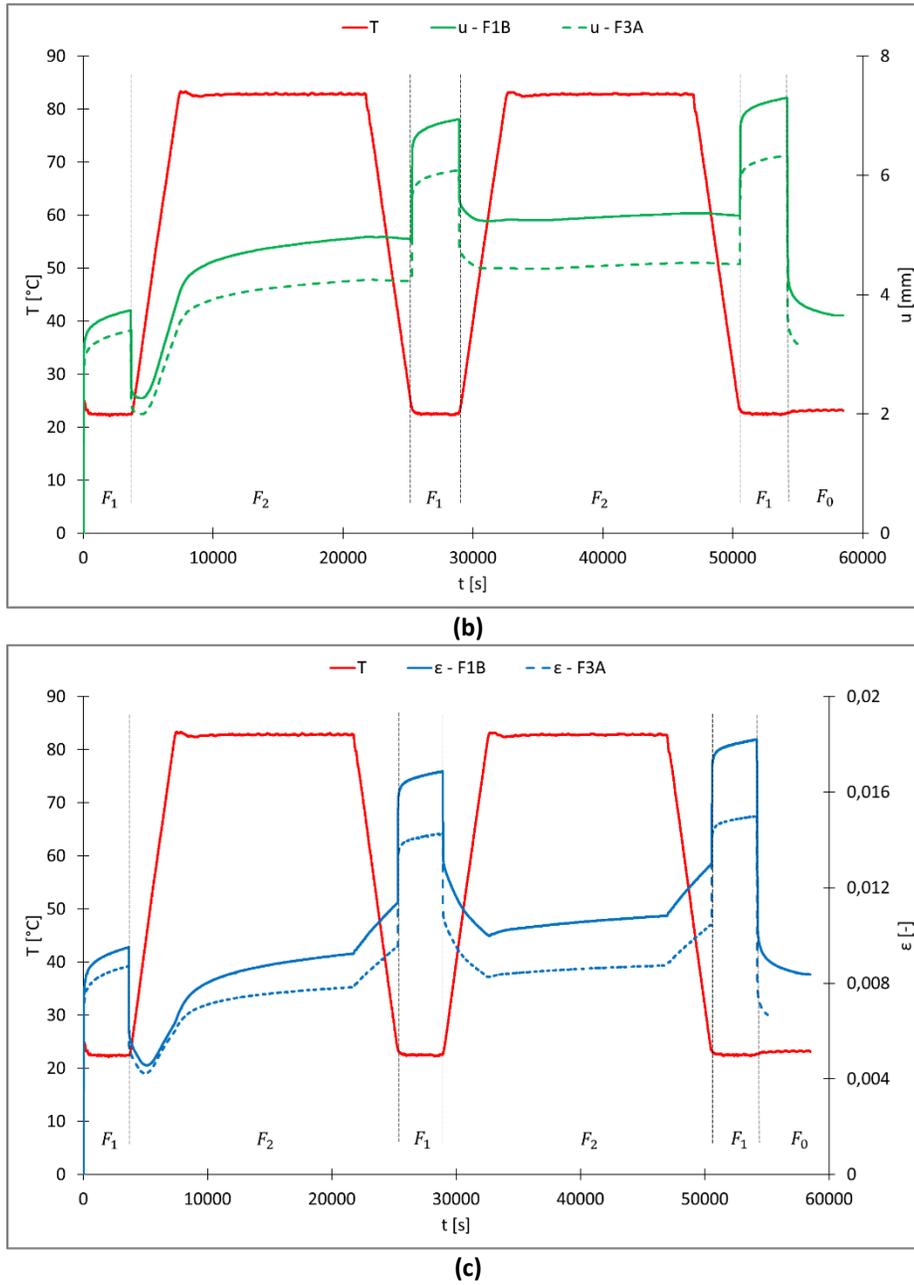


Figure 5.33 : Evolution des signaux enregistrés en fonction du temps pour les essais F1B et F3A, avec $F_1 = 200 \text{ N}$ à $T_1 = 23^\circ\text{C}$, $F_2 = 100 \text{ N}$ à $T_2 = 85^\circ\text{C}$, et $F_0 = 3,6 \text{ N}$, la force et la température (a), le déplacement et la température (b), la déformation et la température (c), mesurée par les jauges en position 1 à 0° .

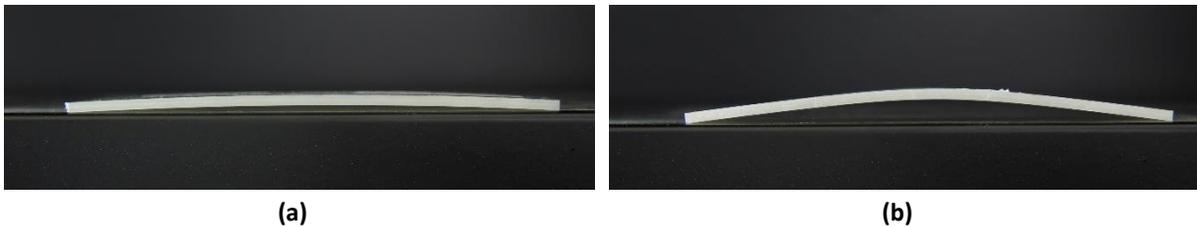


Figure 5.34 : Plaque F1B vue de côté, de 135 mm de long initialement, avant (a) et après avoir subi un essai thermo-mécanique cyclique (b).

III.4 Modélisation

L'essai de flexion trois points est reproduit numériquement sur Abaqus. Les éléments sont des éléments coques identiques à ceux utilisés sur le renfort de hayon. Les deux appuis et le poinçon sont des surfaces analytiques. Le maillage de chaque plaque de flexion est réalisé à partir des digitalisations obtenues avec un scanner laser. Les appuis inférieurs sont fixes et l'appui supérieur central est piloté soit en déplacement, soit en force. La mise en contact initiale de la plaque s'effectue en trois étapes afin que les contacts aux niveaux des appuis et du poinçon se fassent, et que la plaque trouve son état d'équilibre initial. Au préalable, une étude de sensibilité au maillage est réalisée. Deux tailles de maille moyenne sont comparées, la première d'une valeur de 2,3 mm et la seconde de 0,3 mm. L'écart constaté sur un essai est négligeable et la taille de maille la plus grande est utilisée pour limiter le temps de calcul, de quelques minutes seulement. Pour utiliser le couplage Moldflow-Digimat-Abaqus présenté dans le *chapitre 4*, les modélisations des essais de flexion trois points sur plaques sont superposés sur les zones où les plaques ont été découpées sur le renfort de hayon (Figure 5.36). La procédure de « mapping » assurant le transfert des tenseurs d'orientation des fibres dans la zone et la conversion du maillage est réalisée dans Digimat.

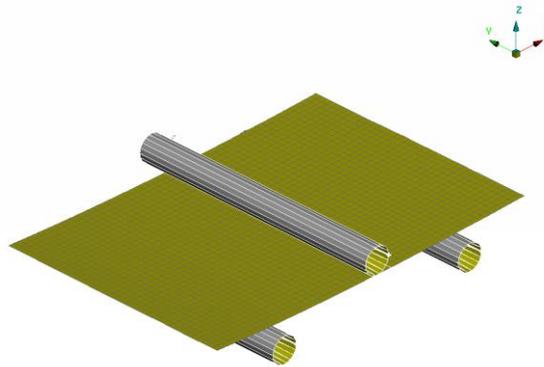


Figure 5.35 : Modélisation par éléments finis des essais de flexion trois points sur Abaqus.

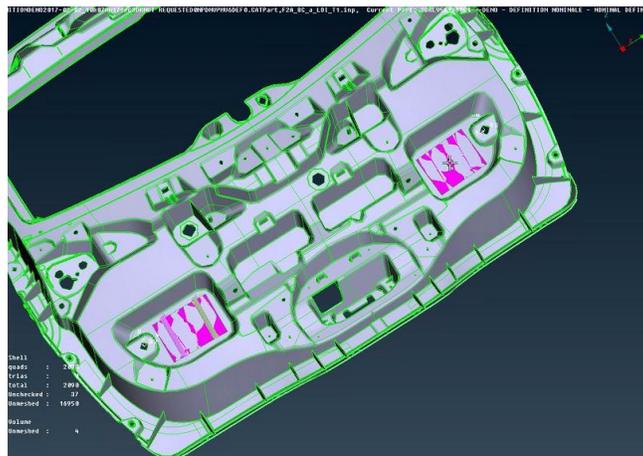


Figure 5.36 : La plaque de flexion, et le dispositif appuis-poinçon sont superposés sur la géométrie du renfort de hayon sur les deux emplacements de découpe.

Les essais de flexion trois points, de types charges-décharges successives à 23°C ou 85°C sont simulés avec un pilotage imposé en déplacement. Les différents jeux de paramètres identifiés sur différentes configurations dans le *chapitre 4* génèrent trop de rigidité pour permettre de corréliser la pente initiale de ces essais. Cette influence des modules élastiques est à mettre en parallèle avec les résultats de la Figure 5.23. De ce fait, le résultat de simulation obtenu avec l'approche Digimat est présenté aux deux températures sur la Figure 5.37. L'orientation des fibres sur la pièce industrielle semble bien prise en compte car le début de la courbe est similaire à celle des courbes expérimentales. A 23°C, la première charge-décharge est purement élastique mais lors de la seconde étape et également à 85°C, une hystérésis apparaît. Les niveaux d'effort sont sous-estimés, dans des ordres de grandeur similaires, aux deux températures.

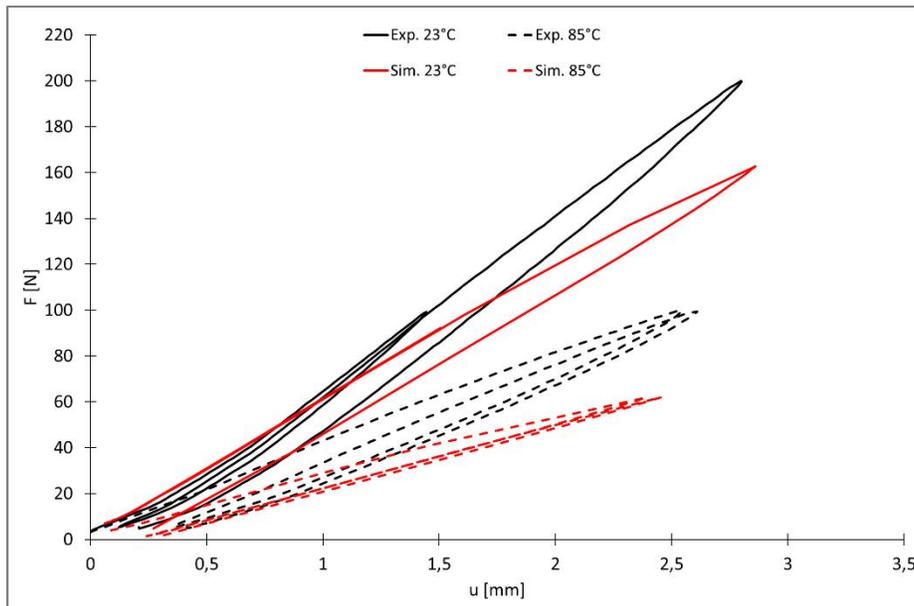


Figure 5.37 : Evolution expérimentale et simulée de la force en fonction du déplacement, sous le poinçon, de l'essai F2A à 23°C et l'essai F4A à 85°C.

La Figure 5.38 montre l'évolution de la température et du déplacement en fonction du temps de l'essai F1B. Le résultat de simulation présenté est obtenu avec un jeu de paramètres identifié sur la configuration 45-2 et deux coefficients de dilatations différents sont considérés. Dans l'ensemble l'ordre de grandeur de la courbe simulée est similaire à celle de l'essai et l'allure générale est appréciable. Contrairement à la courbe expérimentale, le déplacement évolue significativement lors de la première étape de fluage à 23°C, et également lors des deux étapes en température. Lors du premier chauffage, une évolution du déplacement est constatée pour les deux résultats, expérimentaux et simulés. Dans la suite de l'essai, lors de ces étapes de chauffage et de refroidissement le modèle obtient une évolution du déplacement significative, qui est bien plus faible expérimentalement. De plus, lors de la seconde et dernière étape de fluage à 23°C, le modèle ne flux quasiment pas alors qu'expérimentalement une évolution relativement importante, dans la durée considérée, est observée. L'incapacité du modèle à décrire cette évolution, supposée due à un phénomène de recristallisation sous contrainte, est discutée dans la partie précédente de ce chapitre avec la simulation des essais de traction cyclique.

La Figure 5.39 montre l'évolution des contributions du modèle EVP pour le jeu de paramètre identifié sur la configuration 45-2 lors de la simulation de l'essai F1B. Contrairement aux simulations des essais de traction cyclique, sur cet essai, la contribution viscoplastique est prépondérante et de ce fait l'influence du coefficient de dilatation thermique est limitée. Il semblerait qu'en modifiant les paramètres de la loi de fluage et en ajustant une valeur de coefficient de dilatation thermique sur les périodes de chauffage et de refroidissement, la simulation de cet essai puisse être améliorée, au moins lors du premier cycle thermique.

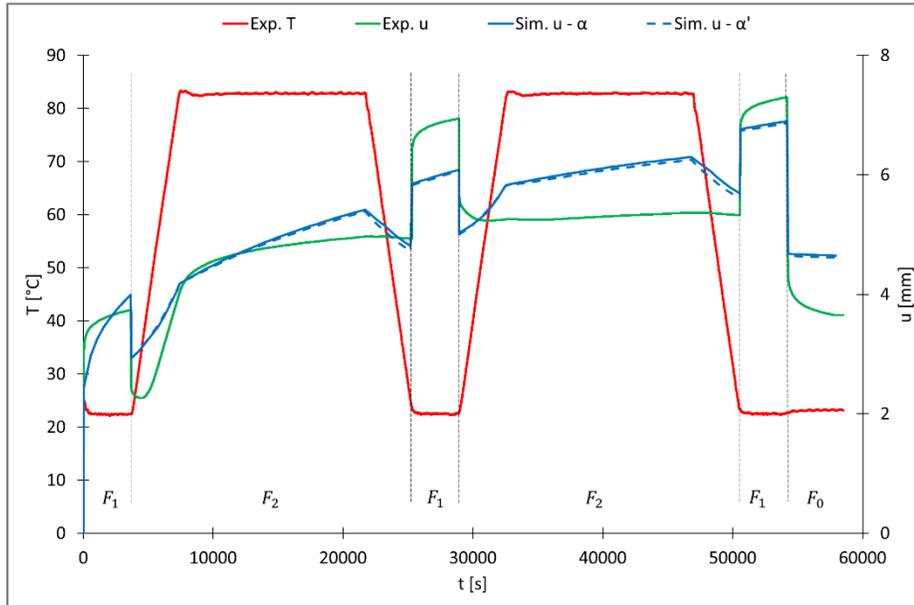


Figure 5.38 : Essai F1B avec un effort de $F_1 = 200 \text{ N}$ à $T_1 = 23^\circ\text{C}$ et de $F_2 = 100 \text{ N}$ à $T_2 = 85^\circ\text{C}$ et de $F_0 = 3,6 \text{ N}$ à la fin simulé avec le modèle EVP, pour le jeu de paramètre identifié sur la configuration 45-2, en considérant $\alpha = 1.10^{-5} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ et $\alpha' = 4,45.10^{-5} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$.

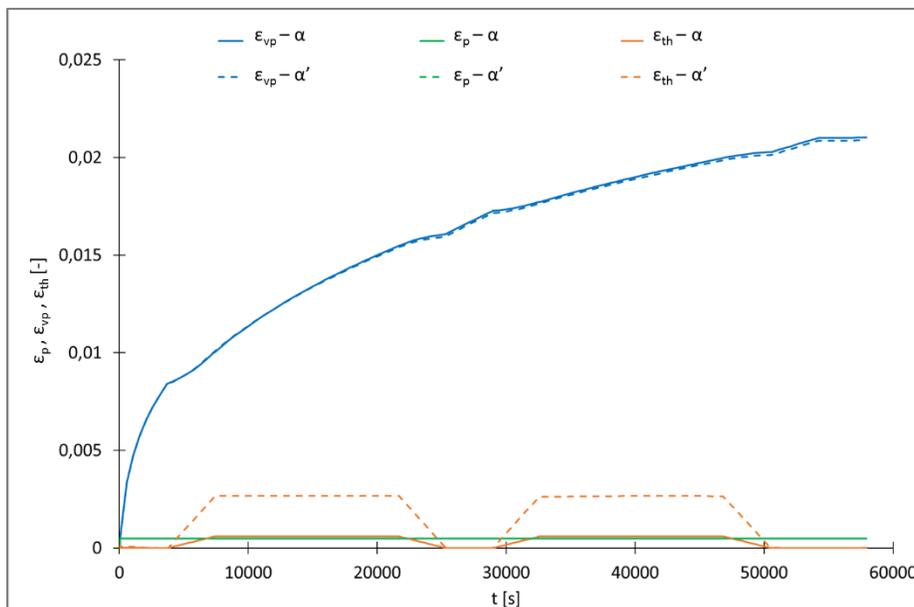


Figure 5.39 : Évolution des contributions du modèle EVP pour le jeu de paramètre identifié sur la configuration 45-2 lors de la simulation de l'essai F1B, en considérant $\alpha = 1.10^{-5} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ et $\alpha' = 4,45.10^{-5} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$.

IV Conclusions

Les types de chargements thermo-mécaniques complexes imposés à l'assemblage du hayon par le cahier des charges sont finalement reproduits sur des éprouvettes de traction normalisées issues de plaques injectées et sur des plaques issues de renforts de hayon. Ces essais sont constitués d'étapes de fluage sous différents niveaux de forces et avec des mises en charge anisothermes. Une succession de deux cycles thermiques a en particulier été réalisée. Le comportement du matériau sous ce type de chargement s'est avéré extrêmement complexe en particulier à cause des variations en température auquel le matériau est fortement sensible. Dans le cas des essais de traction, après un chargement thermo-mécanique et un retour à température ambiante, une évolution de la microstructure semble engendrer une évolution très importante de la déformation sous contrainte. Ces résultats montrent l'instabilité thermique du matériau. Dans le cas des essais de flexion, des tendances similaires sont observées. De plus, la plaque issue du renfort de hayon a un comportement mécanique moins rigide que celui obtenu sur les plaques injectées, ce qui soulève l'importance là encore de considérer l'orientation des fibres dans une approche de modélisation.

La capacité des lois de comportement à simuler ces différents essais est comparée. Suite à la conclusion énoncée précédemment, seul le premier cycle thermique du matériau est simulé puisque les lois de comportement ne tiennent pas compte de cette particularité. Dans le cas des essais de traction, des écarts en déformation sont constatés dès le début de l'étape de fluage mais les gammes de déformation restent extrêmement faibles. L'évolution du phénomène de fluage à 23°C et 85°C est relativement bien décrite par les deux modèles EVP et de Launay, sauf si une variation de température, même mesurée, a été imposée. Concernant l'approche Digimat, l'allure générale des prédictions sont correctes mais les niveaux de déformation sont sous-estimés. Les éprouvettes de traction utilisées pour les essais cycliques sont prélevées dans la même zone. Cependant, le coefficient de dilatation ne permet pas de prédire le comportement thermo-mécanique pour les différents trajets de chargement imposés. Il semble que là encore, la stabilité thermique du matériau puisse être remise en cause. De plus, l'anisotropie influe sur le coefficient de dilatation thermique (cf. *chapitre 3*). Or l'approche Digimat ne permet pas non plus d'obtenir un résultat pertinent à ce sujet. De ce fait, la mesure de la dilatation thermique durant les essais ou bien la réalisation d'essais thermo-mécanique sur des éprouvettes ayant subi un recuit au préalable pourraient être des pistes à envisager. Enfin, il semble intéressant de caractériser les paramètres matériau à une température intermédiaire supplémentaire pour en évaluer l'influence sur ce type de chargements anisothermes.

CHAPITRE 6 : CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

I Conclusions

La présence de matériaux composites à matrice organique dans le secteur automobile s'est accrue depuis une vingtaine d'année, et leur utilisation est dorénavant étendue à des pièces de géométries complexes devant supporter des conditions en service potentiellement extrêmes. Pour répondre à ces exigences de tenue en service, la conception des pièces en matériaux composites s'appuie fortement sur de moyens de caractérisation du matériau et sur la simulation numérique. L'amélioration de la connaissance du comportement thermo-mécanique de matériaux renforcés de fibres est encore nécessaire pour mieux en appréhender la description et adapter les démarches de modélisation. Le matériau de l'étude est celui des renforts de hayons composites utilisés aujourd'hui sur une large gamme de véhicules chez Renault. Il s'agit d'un polypropylène renforcé de fibres de verre discontinues à 40 % en masse. L'objectif de ce travail est la caractérisation et la modélisation du comportement mécanique de ce matériau pour différents types de chargements, par exemple en traction uni-axiale, flexion, fluage et relaxation dans le domaine quasi-statique. Les évolutions des caractéristiques mécaniques ont particulièrement été identifiées en fonction de l'anisotropie et de la température.

L'état de l'art sur les thermoplastiques renforcés a permis de mettre en évidence le comportement macroscopique complexe de ce type de matériau dont les réponses mécaniques sont essentiellement viscoélastiques et/ou viscoplastiques. Le comportement mécanique dépend fortement de la vitesse de déformation, de la température et des niveaux de sollicitation appliqués au matériau. D'autre part, l'orientation des fibres induite par l'injection engendre un comportement fortement anisotrope, ce qui est particulièrement le cas pour les thermoplastiques renforcés par des fibres courtes ou semi-longues utilisés dans l'industrie. Pour mettre en avant le phénomène d'anisotropie, une attention particulière doit être portée sur la position du prélèvement des échantillons dans les pièces injectées et cette démarche est souvent appuyée par des prédictions numériques corrélées avec des données expérimentales. Concernant la prédiction numérique du comportement thermo-mécanique des composites renforcés, des approches phénoménologiques et micromécaniques ont été présentées. Parmi la première catégorie, deux modèles élasto-visco-plastiques ont été retenus. Une approche intégrée dans Digimat est également considérée dans ces travaux. Ce dernier permet de prendre en compte le tenseur d'orientation en chaque point d'intégration, pour une pièce aussi complexe que serait le hayon, en proposant un couplage entre Moldflow, Digimat et Abaqus.

La microstructure du PPGFL40 résultant d'une injection sur plaque rectangulaire est étudiée dans le *chapitre 3*. La fraction massique de fibres sur plaque injectée est proche de celle obtenue sur une pièce industrielle et la dispersion de la longueur des fibres est particulièrement importante quelle que soit la géométrie étudiée. Des analyses par tomographie à rayons X ont mis en évidence la forte hétérogénéité

des renforts ainsi que leur orientation. Par traitement d'images, la structure cœur-peau bien connue pour ce type de matériau a été mise en évidence ainsi que l'évolution de l'orientation des fibres d'une zone à une autre de la plaque. Des tenseurs d'orientation de fibres, moyennés dans l'épaisseur, ont finalement été calculés à partir des images et comparés à ceux prédits numériquement avec Moldflow pour différents échantillons, permettant ainsi d'optimiser les paramètres des modèles utilisés pour la simulation de l'injection.

La suite de l'étude est consacrée au comportement thermo-mécanique du matériau. Des éprouvettes ont été découpées selon un plan de découpe original fondé sur la comparaison des tenseurs d'orientation des fibres. Des essais de traction ont été réalisés à trois températures, pour une sollicitation uniaxiale monotone allant jusqu'à rupture ou pour un chargement séquencé, avec des étapes de charges, décharges et relaxations de 15 min et 1 h. Les essais ont été complétés par des essais de fluage de 4 h et 10 h. Les essais ont tous été réalisés en ciblant les gammes de température et de niveaux de déformation observés lors d'un essai de validation de « tenue au fluage longue durée » réalisés sur des hayons en composites. Les résultats expérimentaux ont montré une relativement faible dispersion à mettre au regard de l'hétérogénéité du matériau. Ces différents essais sont complémentaires du fait qu'ils ont permis d'identifier toutes les grandes contributions liées à la température et la dépendance au temps du comportement thermo-mécanique anisotrope du PPGFL40. Le comportement mis en évidence est donc de type anisotrope, visqueux et hystérique et se caractérise par une décharge non linéaire. Le comportement mécanique est fortement sensible à la température et de manière plus modérée à l'influence de la vitesse de déformation. De plus, le plan de découpe a permis de montrer que la position des éprouvettes dans la plaque donnait lieu à des variations non négligeables des propriétés thermo-mécaniques. En effet, l'anisotropie du matériau est telle que les éprouvettes selon chaque orientation peuvent présenter des écarts significatifs, et ce, malgré la proximité des éprouvettes entre elles. Ainsi, il est pertinent de considérer l'influence du procédé de fabrication au travers de variations locales de l'orientation des fibres. Finalement, le plan de découpe a permis de couvrir une large gamme de niveaux de contrainte et de propriétés élastiques comparables à celle obtenue sur une pièce industrielle. Il a été montré que les propriétés élastiques sont fortement impactées par l'orientation des fibres, alors qu'il n'est pas aussi évident de dégager des tendances, par exemple, sur l'évolution de la contrainte durant les relaxations où sur l'évolution de l'hystérésis en fonction d'une orientation de fibres définie.

L'identification de paramètres matériau associées à trois lois de comportement a été réalisée sur l'ensemble de la base expérimentale présentée dans le *chapitre 4*. Ces paramètres doivent permettre d'obtenir une description fiable des diverses contributions du comportement pour des conditions spécifiques d'utilisation. Des jeux de paramètres sont obtenus pour différentes orientations de fibres et pour différentes températures. Des compromis sont nécessaires pour simuler le comportement pour différentes échelles de temps en représentant toutes les contributions souhaitées. La température est une contrainte non négligeable qui a permis de mettre en évidence d'autres limitations des modèles en essayant d'imposer une monotonie de la thermo-dépendance des paramètres. Cependant, il est difficile de dégager des évolutions pour la plupart des paramètres matériau en fonction de l'anisotropie. Cette tendance est cohérente avec les conclusions apportées lors de l'analyse des essais de la campagne expérimentale. Les deux modèles phénoménologiques ont permis d'obtenir néanmoins des prédictions satisfaisantes des différents essais de la base. L'approche Digimat a permis de considérer le lien entre procédé et structure en se basant sur les tenseurs d'orientation prédits avec

le logiciel Moldflow. La démarche a montré des résultats prometteurs de la prise en compte des orientations sur les essais de la base et elle est facile d'utilisation à l'échelle industrielle une fois la calibration de la loi réalisée.

La représentation du comportement thermo-mécanique est validée sur des essais complémentaires, réalisés sur des éprouvettes normalisées de traction et sur des pièces industrielles et présentés dans le *chapitre 5*. Pour ce dernier cas, des éprouvettes sont découpées dans le hayon et soumises à une flexion trois points. Dans ces deux cas, le chargement imposé est représentatif de celui imposé par le cahier des charges du hayon, et constitué d'étapes de fluage sous différents niveaux de contraintes et avec des mises en charge anisothermes. La capacité des lois de comportement à simuler ces différents essais est comparée. Il semble qu'aucun compromis ne soit trouvée entre les différents essais réalisés (différents niveaux de contrainte ou de température considérés). Cependant, l'allure générale de l'évolution de la déformation prédite par les modèles est cohérente. Dans le cas des essais réalisés sur une géométrie extraite d'une pièce industrielle, il semble impératif de prendre en compte l'orientation des fibres dans l'approche de modélisation du comportement thermo-mécanique du matériau.

II Perspectives

Les propriétés mécaniques anisotropes dépendent indéniablement de la géométrie injectée. Il a cependant été montré que la variation des propriétés mécaniques induites par l'orientation des fibres est similaire sur une plaque et sur un renfort de hayon en PPGFL40 à condition d'exploiter différentes zones. Pour considérer cette variation, des paramètres matériaux de la loi EVP ont été identifiés pour différentes orientations de fibres. Ces nouveaux jeux de paramètres peuvent être testés sur l'assemblage du renfort de hayon pour voir si l'un deux est susceptible d'améliorer les corrélations vis-à-vis du jeu actuel. Notamment des jeux de paramètres différents pourraient être attribués à différentes zones du renfort selon l'orientation moyenne des fibres observées par sections.

Cependant, les résultats de la thèse ont montré que les différents modèles, dont la loi EVP intégrée en standard le logiciel Abaqus, parvenaient à prédire le comportement à la décharge de manière satisfaisante avec une nette amélioration dans le cas du modèle de Launay mais qui implique un plus grand nombre de paramètres matériau à identifier. Les prédictions de ces modèles ont même tendance à surestimer les déformations résiduelles, alors que le modèle EVP utilisé pour le calcul du hayon jusqu'alors chez Renault a largement tendance à les sous-estimer. Ainsi, le modèle numérique de l'assemblage de hayon avec Abaqus a été remis en cause. Pour pallier ce problème, des modifications au niveau de la mise en données du hayon ont été réalisées. En particulier, la sensibilité à la poussée du joint et à la poussée des équilibres a été testée. Leur modélisation a également été modifiée par différents artifices numériques mais les résultats n'ont pas été concluants. Cette démarche doit être poursuivie en améliorant la modélisation de la soudure ou du collage de l'assemblage du hayon par exemple.

Néanmoins, sur le hayon, l'effet local d'anisotropie constaté sur le renfort en PPGFL40 semble largement diminué devant les contraintes liées à la complexité de l'assemblage (renforts tubulaires métalliques, charnières...). Cependant, l'une des volontés associées à l'évolution dans les choix de matériaux et l'amélioration de la maîtrise du procédé d'injection est la possibilité d'attribuer à des « pièces de structure » renforcées la fonction de « pièces d'aspect ». Dans cas, le renfort ne serait pas

assemblé à une doublure intérieure et serait peint pour assurer la qualité perçue de la pièce. Cette approche est d'ailleurs déjà observée chez la concurrence comme par exemple sur le hayon composite de la Peugeot 308 ou encore du dernier Nissan Rogue (cf. *chapitre 1*). De plus, les enjeux de la thèse sont plus larges car ils ne se restreignent pas à ce cas unique, l'objectif étant de pouvoir étendre ce type de matériau à de nouvelles géométries en s'appuyant sur les outils numériques dédiés à l'aide à la conception de pièces. Ainsi, pour prédire le comportement du PPGFL40 ou d'un thermoplastique renforcé par des fibres de verre discontinues, il semble que l'approche Digimat puisse satisfaire les exigences liées à une géométrie complexe de type industrielle. Même si des calculs sur le hayon viennent d'être obtenus avec cette approche à partir de la calibration réalisée durant la thèse, les essais de flexion trois points sur des plaques issues de renfort de hayon sont une piste à poursuivre à court terme qui permet de s'affranchir des difficultés de modélisation rencontrées sur l'assemblage du hayon. De nouveaux essais de fluage et de traction anisotherme sont actuellement en cours sur une éprouvette présentant une orientation de fibres aléatoire (configuration L3). Ils pourront permettre de conclure quant au choix de l'orientation des fibres utilisée pour l'identification des paramètres matériau sur Digimat. L'approche Digimat a notamment permis d'obtenir en parallèle du déroulement de ces travaux d'excellentes prédictions pour les calculs « crash » pour un polypropylène renforcé à 20 % en masse de fibres de verre courtes (Figure 6.1).

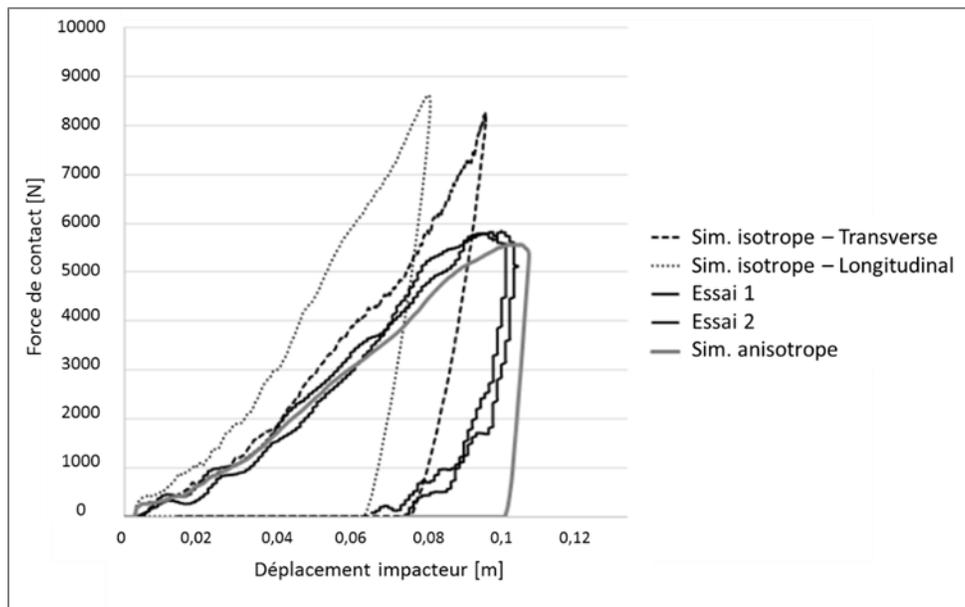


Figure 6.1 : Evolution de la force de contact en fonction du déplacement d'un impacteur lors d'un essai réalisé sur un démonstrateur obtenues avec un calcul isotrope et anisotrope avec Digimat (Bessières, 2017).

Outre l'anisotropie, les différents modèles testés ont montré leur capacité à prendre en compte la température. La difficulté concernant cet aspect du comportement matériau réside essentiellement dans la détermination des paramètres matériau à chaque température considérée. Et même si une hypothèse d'évolution linéaire pour la majorité des paramètres matériau pour les trois modèles a pu être mise en évidence pour le PPGFL40, certains paramètres ont une dépendance non linéaire qui impose aux moins trois températures à considérer dans la base expérimentale. De plus, l'analyse devrait être répétée pour d'autres matrices envisagées.

Les lois de comportement utilisées ont montré au travers des résultats de simulation une certaine limitation dans la prise en compte de l'influence de la vitesse de déformation. Une loi de type viscoélastique-viscoplastique pourrait donc être envisagée. Ce type de loi est par exemple proposée dans la version actuelle de Digimat mais elle ne tient pas compte de la thermo-dépendance. A ce propos, il serait intéressant d'intégrer directement la dépendance en température dans une loi de comportement adaptée, ce qui n'est pas nécessairement le cas dans les modèles proposés dans la littérature.

Par ailleurs, de récentes analyses expérimentales de la microstructure ont permis de quantifier la fraction volumique de fibres (Figure 6.2) et la dispersion de la longueur des fibres dans l'épaisseur d'éprouvettes prélevées sur des plaques injectées. Bien qu'initialement cette hypothèse a été écartée par soucis de simplification, la prise en compte de ces deux facteurs pourraient à termes être envisagée dans une approche de modélisation pour un matériau aussi hétérogène que le PPGFL40 étudié.

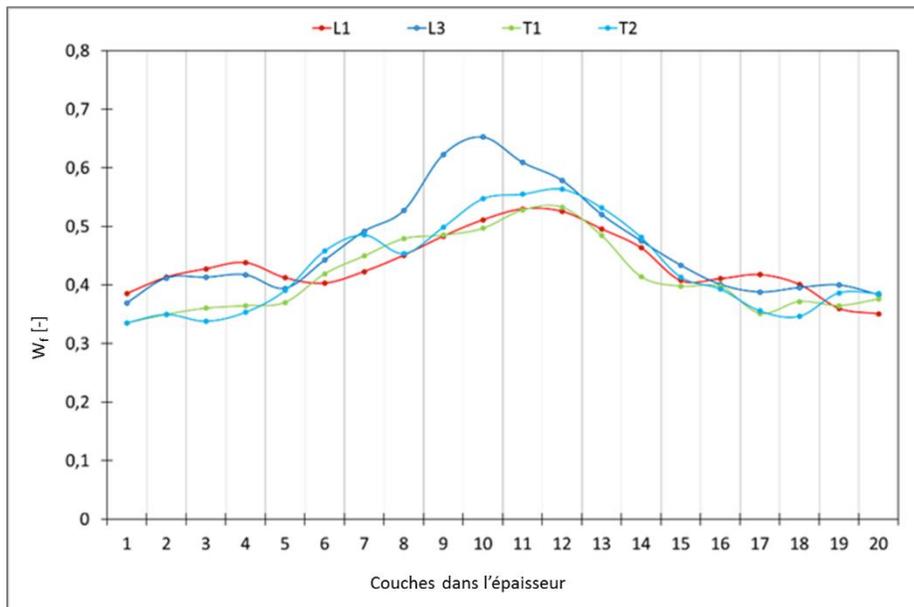


Figure 6.2 : Fraction massique de fibres en fonction de l'épaisseur des configurations d'éprouvettes L1, L3, T1 et T2 (1 représentant la couche supérieure des échantillon).

En particulier, ces nouvelles analyses ont permis également de quantifier l'épaisseur de la structure cœur-peau et de calculer la valeur des composantes du tenseur d'orientation des fibres dans chaque couche. Ces résultats vont pouvoir servir à une nouvelle séquence d'optimisation des paramètres C_i et D_z du modèle Moldflow de prédiction de l'orientation des fibres choisi pour le PPGFL40. A partir de ces nouveaux paramètres, une nouvelle « carte matière Moldflow » du matériau sera fournie pour les calculs d'injection. Celle-ci permet de prédire la déformée de la pièce en sortie de moule, qui est une donnée nécessaire pour les outilleurs des moules d'injection, tout comme les défauts pour améliorer la « qualité perçue ».

RÉFÉRENCES

- Abaqus, V. (2014). 6.14 Documentation. Dassault Systemes Simulia Corporation.
- Abdennadher A. Injection Moulding of Natural Fibre Reinforced Polypropylene : Process, Microstructure and Properties. Thèse en doctorat. ParisTech, 2016.
- Advani SG, Tucker III CL. Closure approximations for three-dimensional structure tensors. *J Rheol* 1990;34:367–86.
- Advani SG, Tucker III CL. The use of tensors to describe and predict fiber orientation in short fiber composites. *J Rheol* 1987;31:751–84.
- Agassant J-F, Vincent M. Modélisation de l'injection - Compactage et contraintes résiduelles. *Tech Ing. AM3696-13*, 2017.
- Albrecht K, Baur E, Endres H-J, Gente R, Graupner N, Koch M, et al. Measuring fibre orientation in sisal fibre-reinforced, injection moulded polypropylene – Pros and cons of the experimental methods to validate injection moulding simulation. *Compos Part Appl Sci Manuf* 2017;95:54–64. doi:<http://dx.doi.org/10.1016/j.compositesa.2016.12.022>.
- Andrade-Campos A, Thuillier S, Pilvin P, Teixeira-Dias F. On the determination of material parameters for internal variable thermoelastic–viscoplastic constitutive models. *Int J Plast* 2007;23:1349–79. doi:<http://dx.doi.org/10.1016/j.ijplas.2006.09.002>.
- Andriyana A, Billon N, Silva L. Mechanical response of a short fiber-reinforced thermoplastic: Experimental investigation and continuum mechanical modeling. *Eur J Mech - ASolids* 2010;29:1065–77. doi:[10.1016/j.euromechsol.2010.07.001](http://dx.doi.org/10.1016/j.euromechsol.2010.07.001).
- Ansari F, Granda LA, Joffe R, Berglund LA, Vilaseca F. Experimental evaluation of anisotropy in injection molded polypropylene/wood fiber biocomposites. *Compos Part Appl Sci Manuf* 2017. doi:<http://dx.doi.org/10.1016/j.compositesa.2017.02.003>.
- Arao Y, Yumitori S, Suzuki H, Tanaka T, Tanaka K, Katayama T. Mechanical properties of injection-molded carbon fiber/polypropylene composites hybridized with nanofillers. *Compos Part Appl Sci Manuf* 2013;55:19–26. doi:<http://dx.doi.org/10.1016/j.compositesa.2013.08.002>.
- Ariby R. Caractérisation mécanique et modélisation thermodynamique du comportement anisotrope du polyéthylène à haute densité. Intégration des effets d'endommagement. Thèse en doctorat. Institut National Polytechnique de Lorraine, 2007.
- Arif MF, Saintier N, Meraghni F, Fitoussi J, Chemisky Y, Robert G. Multiscale fatigue damage characterization in short glass fiber reinforced polyamide-66. *Compos Part B Eng* 2014:55–65.
- Ashori A, Menbari S, Bahrami R. Mechanical and thermo-mechanical properties of short carbon fiber reinforced polypropylene composites using exfoliated graphene nanoplatelets coating. *J Ind Eng Chem* 2016;38:37–42. doi:<http://dx.doi.org/10.1016/j.jiec.2016.04.003>.

Aucher J. Etude comparative du comportement composites à matrice thermoplastique ou thermodurcissable. Thèse en doctorat. Institut National des Sciences Appliquées de Rouen, 2011.

Ausias G, Thuillier S, Omnès B, Wiessner S, Pilvin P. Micro-mechanical model of TPE made of polypropylene and rubber waste. *Polymer* 2007;48:3367–76. doi:10.1016/j.polymer.2007.03.049.

Bahlouli N, Pessey D, Raveyre C, Guillet J, Ahzi S, Dahoun A, et al. Recycling effects on the rheological and thermomechanical properties of polypropylene-based composites. *Mater Des* 2012;33:451–8. doi:https://doi.org/10.1016/j.matdes.2011.04.049.

Bajracharya RM, Manalo AC, Karunasena W, Lau K. Experimental and theoretical studies on the properties of injection moulded glass fibre reinforced mixed plastics composites. *Compos Part Appl Sci Manuf* 2016;84:393–405. doi:http://dx.doi.org/10.1016/j.compositesa.2016.02.025.

Baquet E. Modelisation thermomecanique visco-hyperelastique du comportement d'un polymère semi-cristallin : application au cas d'une matrice polyamide 6.6. Thèse en doctorat. 2012.

Barbosa SE, Kenny JM. Analysis of the relationship between processing conditions - fiber orientation - final properties in short fiber reinforced polypropylene. *J Reinf Plast Compos* 1999;18:0731-6844.

Barré S, Benzeggagh ML. On the use of acoustic emission to investigate damage mechanisms in glass-fibre-reinforced polypropylene. *Compos Sci Technol* 1994;52:369–76. doi:https://doi.org/10.1016/0266-3538(94)90171-6.

Bernasconi A, Davoli P, Armani C. Fatigue strength of a clutch pedal made of reprocessed short glass fibre reinforced polyamide. *Int J Fatigue* 2010;32:100–7. doi:https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2009.02.001.

Bernasconi A, Davoli P, Basile A, Filippi A. Effect of fibre orientation on the fatigue behaviour of a short glass fibre reinforced polyamide-6. *Int J Fatigue* 2007a;29:199–208. doi:10.1016/j.ijfatigue.2006.04.001.

Bessières N. Implantation d'une Approche Anisotrope dans le Dimensionnement Numérique des pièces Plastiques. SIA Conf. Proc., Paris-Saclay: 2017.

Billon N, Bouvard JL. Propriétés et comportement mécanique des polymères thermoplastiques. *Tech Ing. AM3115*, 2015.

Binetruy C. Estimation des propriétés mécaniques des polymères renforcés. *Tech Ing. AM5310*, 2014.

Bles G, Nowacki WK, Tourabi A. Experimental study of the cyclic visco-elasto-plastic behaviour of a polyamide fibre strap. *Int J Solids Struct* 2009;46:2693–705. doi:https://doi.org/10.1016/j.ijsolstr.2009.02.015.

Bour Y. Matériaux composites à fibres courtes. Relation entre facteur d'orientation et propriétés mécaniques et thermiques. Université de Metz, 1999.

Brusselle-Dupend N, Cangémi L. A two-phase model for the mechanical behaviour of semicrystalline polymers. Part II – Modelling of the time-dependent mechanical behaviour of an isotropic and a highly oriented HDPE grade. *Mech Mater* 2008;40:761–70.

Business Wire. Styron développe la première solution en thermoplastique du marché pour la nouvelle Renault Clio 2012. <http://www.businesswire.com/news/home/20120927005065/fr/>.

Chandarana N, Martinez-Sanchez D, Soutis C, Gresil M. Early Damage Detection in Composites by Distributed Strain and Acoustic Event Monitoring. *Procedia Eng* 2017;188:88–95. doi:<https://doi.org/10.1016/j.proeng.2017.04.515>.

Chevali VS, Dean DR, & Janowski GM. Flexural creep behavior of discontinuous thermoplastic composites: Non-linear viscoelastic modeling and time–temperature–stress superposition. *Compos Part Appl Sci Manuf* 2009;870:877–40.

Chevalier J. Article lepoint 2012. http://www.lepoint.fr/automobile/essais/exclusif-renault-clio-iv-dans-le-secret-des-derniers-essais-12-04-2012-1451035_651.php.

Chung DH, Know TH. Fiber orientation in the processing of polymer composites. *Korea-Aust Rheol J* 2002;14:175–88.

Coulon A. Injection des polyamides renforcés de fibres de verre longues : Relations mise en oeuvre/comportement thermomécanique. Thèse en doctorat. Ecole des Mines de Douai, 2008.

Coulon A, Lafranche E, Douchain C, Krawczak P, Ciolczyk JP, Gamache E. Flexural creep behaviour of long glass fibre reinforced polyamide 6.6 under thermal-oxidative environment. *J Compos Mater* 2016;0:0–14.

De Monte M, Moosbrugger E, Quaresimin M. Influence of temperature and thickness on the off-axis behaviour of short glass fibre reinforced polyamide 6.6 – cyclic loading. *Compos Part Appl Sci Manuf* 2010;41:1368–79.

Dean A, Reinoso J, Sahraee S, Rolfes R. An invariant-based anisotropic material model for short fiber-reinforced thermoplastics: Coupled thermo-plastic formulation. *Compos Part Appl Sci Manuf* 2016;90:186–99. doi:<http://dx.doi.org/10.1016/j.compositesa.2016.06.015>.

Deng H, Reynolds CT, Cabrera NO, Barkoula NM, Alcock T. The water absorption behaviour of all-polypropylene composites and its effect on mechanical properties. *Compos Part B* 2010;41:268–275.

Digimat 2018 version 4.1.2. Linear and nonlinear multi-scale material software, e-Xtream engineering, MSC software compagny. <http://www.e-xstream.com/>

Di Paola F. Multi-scale modeling of the thermo-mechanical behavior of particle-based composites. Thèse en doctorat. Ecole Centrale Paris, 2010.

Djebbar A, Salviab M. Etude du comportement en fatigue et au choc de matériaux composites à fibres discontinues et matrices thermoplastiques. 21ème Congrès Fr. Mécanique, Bordeaux: Ivan Iordanoff; 2013.

Do V-T, Nguyen-Tran H-D, Chun D-M. Effect of polypropylene on the mechanical properties and water absorption of carbon-fiber-reinforced-polyamide-6/polypropylene composite. *Compos Struct* 2016;150:240–5. doi:<https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2016.05.011>.

Doghri A, Ouaar A. Homogenization of two-phase elasto-plastic composite materials and structures: Study of tangent operators, cyclic plasticity and numerical algorithms. *Int J Solids and Structures*, 2003;1681:1712–40.

Dray Bensahkoun D. Prediction of the thermoelastic properties of an injection molded short-fiber composite. Thèse en doctorat. Arts et Métiers ParisTech, 2006.

Dray Bensahkoun D, Gilormini P, Regnier G. Comparison of several closure approximations for evaluating the thermoelastic properties of an injection molded short-fiber composite. *Compos Sci Technol* 2013;67:1601–10.

Dunn ML, Ledbetter H. Micromechanically-based acoustic characterization of the fiber orientation distribution function of morphologically textured short-fiber composites: prediction of thermomechanical and physical properties. *Mater Sci Eng A* 2000;285:56–61. doi:[https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(00\)00666-3](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(00)00666-3).

Duval C. Polypropylènes (PP). *Tech Ing*, 2004.

Eftekhari M, Fatemi A. Tensile, creep and fatigue behaviours of short fibre reinforced polymer composites at elevated temperatures: a literature survey. *Fatigue Fract Eng Mater Struct* 2015;1395:1418–38.

Eftekhari M, Fatemi A. Creep-fatigue interaction and thermo-mechanical fatigue behaviors of thermoplastics and their composites. *Int J Fatigue* 2016a;136:148–91.

Eftekhari M, Fatemi A. Creep behavior and modeling of neat, talc-filled, and short glass fiber reinforced thermoplastics. *Compos Part B Eng* 2016b;97:68–83. doi:<https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2016.04.043>.

Eshelby J JD. The determination of the elastic field of an ellipsoidal inclusion, and related problems. *Proc R Soc Lond* 1957;A:376–96.

Etienne S, David L. *Introduction à la physique des polymères - 2e éd.* Dunod. 2012.

Faurecia. Faurecia : Les matériaux composites : vers des voitures plus légères 2016. <http://www.faurecia.com/fr/innovation/parole-expert/materiaux-composites-vers-voitures-plus-legeres-09032016>.

Fery L. Article *Industrie et Technologies : Quels composites pour l'automobile de demain?* 2013. <https://www.industrie-techno.com/quels-composites-pour-l-automobile-de-demain.23015>.

Fliegenger S, Hohe J, Gumbsch P. The creep behavior of long fiber reinforced thermoplastics examined by microstructural simulations. *Compos. Sci. Technol* 2016;1:11–131.

Folgar F, Tucker III CL. Orientation behavior of fibers in concentrated suspensions. *J Reinf Plast Compos* 1984;3:98–119.

Foss PH, Tseng HC, Snawerdt J, Chang YJ, Yang WH, Hsu CH. Prediction of fiber orientation distribution in injection molded parts using Moldex3D simulation. *Polym Compos* 2014:671–80.

Fritsch J, Hiermaier S, Strobl G. Characterizing and modeling the non-linear viscoelastic tensile deformation of a glass fiber reinforced polypropylene. *Compos. Sci. Technol.*, 2009;2460–69. doi:10.1016/j.compscitech.2009.06.021.

Fu S-Y, Lauke B. The elastic modulus of misaligned short-fiber-reinforced polymers. *Compos Sci Technol* 1998;58:389–400. doi:[http://dx.doi.org/10.1016/S0266-3538\(97\)00129-2](http://dx.doi.org/10.1016/S0266-3538(97)00129-2).

Fu S-Y, Lauke B, Mäder E, Yue C-Y, Hu X. Tensile properties of short-glass-fiber- and short-carbon-fiber-reinforced polypropylene composites. *Compos Part Appl Sci Manuf* 2000;31:1117–25. doi:[http://dx.doi.org/10.1016/S1359-835X\(00\)00068-3](http://dx.doi.org/10.1016/S1359-835X(00)00068-3).

Garesci F, Fliegner S. Young's modulus prediction of long fiber reinforced thermoplastics. *Compos Sci Technol* 2013;85:142–7. doi:<http://dx.doi.org/10.1016/j.compscitech.2013.06.009>.

Gehring F. Etude du comportement mécanique et de l'endommagement de composites thermoplastiques renforcés de fibres courtes de chanvre : Approche expérimentale et modélisation. Thèse en doctorat. Université de Lorraine, 2013.

Gehring F, Bouchart V, Dinziart F, Chevrier P. Etude expérimentale et modélisation du comportement de polymères thermoplastiques renforcés: polypropylène chargé de fibres de chanvre. 20ème Congrès Fr. Mécanique -25044, Besançon: 2011.

Giroud, T. Mesure et calcul des contraintes résiduelles dans les pièces injectées en thermoplastiques avec et sans fibres de renfort. Thèse en doctorat. École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2001.

Hand GL. A theory of anisotropic fluids. *Camb Univ Press* 1962;13:33–46. doi:<http://dx.doi.org/10.1017/S0022112062000476>.

Hartl AM, Jerabek M, Lang RW. Effect of fiber orientation, stress state and notch radius on the impact properties of short glass fiber reinforced polypropylene. *Polym Test* 2015;43:1–9. doi:<http://dx.doi.org/10.1016/j.polymertesting.2015.01.020>.

Hine P, Parveen B, Brands D, Caton-Rose F. Validation of the modified rule of mixtures using a combination of fibre orientation and fibre length measurements. *Compos Part Appl Sci Manuf* 2014;64:70–8. doi:<http://dx.doi.org/10.1016/j.compositesa.2014.04.017>.

Horst JJ. Influence of fiber orientation on fatigue of short glassfiber reinforced Polyamide. Thesis. Technische Universiteit Delft, 1997.

Horst JJ, Spoomaker JL. Fatigue fracture mechanisms and fractography of short-glassfibre-reinforced polyamide 6. *J Mater Sci* 1997;32:3641–3651.

Jain A, Paepegem WV, Verpoest I, Lomov SV. A statistical treatment of the loss of stiffness during cyclic loading for short fiber reinforced injection molded composites. *Compos Part B Eng* 2016;103:40–50. doi:<http://dx.doi.org/10.1016/j.compositesb.2016.08.002>.

Jeffery GB. The motion of ellipsoidal particles immersed in a viscous fluid. *Proc Soc Lond*, 1922, p. 161–79.

Jegou L. Caractérisation rapide des propriétés en fatigue d'un polymère renforcé par des fibres courtes, pour une application automobile. Thèse en doctorat. ENSTA Bretagne, 2013.

Kawai M, Takeuchi H, Taketa I, Tsuchiya A. Effects of temperature and stress ratio on fatigue life of injection molded short carbon fiber-reinforced polyamide composite. *Compos Part Appl Sci Manuf* 2017;98:9–24. doi:<https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2017.03.008>.

Kichenin J. Comportement thermomecanique du polyethylene. Application aux structures gazieres. Thèse en doctorat. Ecole polytechnique, 1992.

Klimkeit B, Nadot Y, Castagnet S, Nadot-Martin C, Dumas C, Bergamo S, et al. Multiaxial fatigue life assessment for reinforced polymers. *Int J Fatigue* 2011;33:766–80. doi:<http://dx.doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2010.12.004>.

Krairi A, Doghri I, Robert G. Multiscale high cycle fatigue models for neat and short fiber reinforced

thermoplastic polymers. *Int J Fatigue* 2016;92:179–92. doi:<https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2016.06.029>.

Krawczak P. Essais mécaniques des plastiques - Essais rhéologiques et thermiques *Tech Ing. AM3512 V1*, 2000.

Krawczak P. Essais des plastiques renforcés. *Tech Ing. AM5405 V1*, 1997.

Kyeong-Hee Han. Modified hybrid closure approximation for prediction of flow-induced fiber orientation. *J Rheol 1978-Present* 1999;43:569–89.

Lafranche E, Coulon A, Krawczak P, Ciolczyk JP, Gamache E. A microstructural approach for modelling flexural properties of long glass fibre reinforced polyamide 6.6. *J Compos Mater* 2016;51:3–16.

Lafranche E, Krawczak P, Ciolczyk JP, Maugey J. Injection moulding of long glass fibre reinforced polyamide 6-6: guidelines to improve flexural properties. *Express Polym Lett* 2007:456–66.

Lamanche J. Polypropylènes. *Tech Ing. A3237*, 1988.

Launay A, Maitournam H, Marco Y, Raoult I. Influence du procédé d'injection dans la simulation mécanique de thermoplastiques chargés en fibres de verre courtes. *10e Colloq. Natl. En Calc. Struct.*, 2011;8.

Launay A, Maitournam MH, Marco Y, Raoult I. Multiaxial fatigue models for short glass fiber reinforced polyamide – Part I: Nonlinear anisotropic constitutive behavior for cyclic response. *Int J Fatigue* 2013a;47:382–9. doi:<http://dx.doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2012.03.012>.

Launay A, Maitournam MH, Marco Y, Raoult I, Szymtka F. Cyclic behaviour of short glass fibre reinforced polyamide: Experimental study and constitutive equations. *Int J Plast* 2011;27:1267–93. doi:<http://dx.doi.org/10.1016/j.ijplas.2011.02.005>.

Launay A, Marco Y, Maitournam MH, Raoult I. Modelling the influence of temperature and relative humidity on the time-dependent mechanical behaviour of a short glass fibre reinforced polyamide. *Mech Mater* 2013b;56:1–10. doi:<http://dx.doi.org/10.1016/j.mechmat.2012.08.008>.

Launay A, Marco Y, Maitournam MH, Raoult I, Szymtka F. Cyclic behavior of short glass fiber reinforced polyamide for fatigue life prediction of automotive components. *Procedia Eng Conf Proc* 2010;2:901–10. doi:<http://dx.doi.org/10.1016/j.proeng.2010.03.097>.

Le Neindre B, Cancouët P. Mesure des volumes spécifiques des polymères. *Tech Ing.* 2009.

Lee DJ, Song YS. Thermomechanical anisotropy and flowability of talc and glass fiber reinforced multiphase polymer composites. *Compos Struct* 2017;174:329–37. doi:<https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2017.04.065>.

Lion A. On the large deformation behaviour of reinforced rubber at different temperatures. *J Mech Physics Solids*, 1997;1805:1834–45.

Lopez D, Thuillier S, Grohens Y, Bessières N. Anisotropic Mechanical Behavior of an Injection Molded Short Fiber Reinforced Thermoplastic. *AIP Conf. Proc.*, Nantes: AIP Publishing; 2016;060007–1769. doi:<http://dx.doi.org/10.1063/1.4963443>.

Lopez D, Thuillier S, Grohens, Y. Modélisation du comportement d'un thermoplastique renforcé par des fibres de verre discontinues lors de cycles de charges, décharges et relaxations. JNC Paris, 2017a.

Lopez D, Thuillier S, Grohens Y. Thermo-mechanical behavior of a thermoplastic reinforced with discontinuous glass fibers. ICCM Xi'an, 2017b

Lopez-Manchado MA, Arroyo M. Thermal and dynamic mechanical properties of polypropylene and short organic fiber composites. Polymer 2000;41:7761–7767.

Luyé J.F., Etude thermophysique du refroidissement du polypropylène injecté. Thèse en doctorat. ENSAM Paris, 1999.

Megally A. Etude et modélisation de l'orientation de fibres dans des thermoplastiques renforcés. Thèse. Thèse en doctorat. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2005.

Miled H. Modélisation de l'orientation de fibres induite par l'écoulement et comportement élastique anisotrope à l'état solide. Thèse. Thèse en doctorat. Ecole nationale supérieure des Mines de Paris, 2012.

Mori T, Tanaka K. Average stress in matrix and average elastic energy of materials with misfitting inclusions. Acta Metall 1973;21:571–4.

Mortazavian S, Fatemi A. Fatigue of short fiber thermoplastic composites: A review of recent experimental results and analysis. Int J Fatigue 2017;102:171–83. doi:<https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2017.01.037>.

Mortazavian S, Fatemi A. Effects of fiber orientation and anisotropy on tensile strength and elastic modulus of short fiber reinforced polymer composites. Compos Part B Eng 2015a;72:116–29. doi:10.1016/j.compositesb.2014.11.041.

Mortazavian S, Fatemi A. Fatigue behavior and modeling of short fiber reinforced polymer composites including anisotropy and temperature effects. Int J Fatigue 2015b;77:12–27. doi:10.1016/j.ijfatigue.2015.02.020.

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. Polym Test 2006a;25:544–52. doi:10.1016/j.polymertesting.2006.03.008.

Mouhmid B, Imada A, Benseddiqa S, Benmedakheneb A. A study of the mechanical behaviour of a glass fibre reinforced polyamide 6,6: Experimental investigation. Polym Test 2006b;25:544–52.

Munch T. Moules pour l'injection des thermoplastiques. Choix des aciers. Tech Ing. AM3683, 2013.

Nguyen BN., Bapanapalli SK, Holbery JD, Smith MT, Kunc V, Frame BJ, et al. Fiber length and orientation in long-fiber injection-molded thermoplastics—Part I: Modeling of microstructure and elastic properties. J Compos Mater 2008;42:1003–29.

Nguyen BN., Paquette J. EMTA's Evaluation of the Elastic Properties for Fiber Polymer Composites Potentially Used in Hydropower Systems 2010.

Nguyen Thi TB, Morioka M, Yokoyama A, Hamanaka S, Yamashita K, Nonomura C. Measurement of fiber orientation distribution in injection-molded short-glass-fiber composites using X-ray computed tomography. J Mater Process Technol 2015;219:1–9. doi:10.1016/j.jmatprotec.2014.11.048.

Notta-Cuvier D, Lauro F, Bennani B, Balieu R. Damage of short-fibre reinforced materials with anisotropy induced by complex fibres orientations. *Mech Mater* 2014;68:193–206. doi:<http://dx.doi.org/10.1016/j.mechmat.2013.09.011>.

Notta-Cuvier D, Nciri M, Lauro F, Delille R, Chaari F, Robache F, et al. Coupled influence of strain rate and heterogeneous fibre orientation on the mechanical behaviour of short-glass-fibre reinforced polypropylene. *Mech Mater* 2016;100:186–97. doi:<http://dx.doi.org/10.1016/j.mechmat.2016.06.013>.

Novitom. [Http://www.novitom.com/en/](http://www.novitom.com/en/) 2017.

O’Gara JF, Wyzgoski MG, Novak GE. Development of an ISO standard for determining anisotropic properties of glass-filled thermoplastics., 2003, p. 2883–7.

Ogierman W, Kokot G. A study on fiber orientation influence on the mechanical response of a short fiber composite structure. *Acta Mech* 2016;227:173–83. doi:10.1007/s00707-015-1417-0.

On D. Article InfoChimie : Le futur de l’automobile passera par l’innovation dans les matériaux 2016. <http://www.industrie.com/chimie/le-futur-de-l-automobile-passera-par-l-innovation-dans-les-materiaux,75824>.

Ota WN, Amico SC, Satyanarayana KG. Studies on the combined effect of injection temperature and fiber content on the properties of polypropylene-glass fiber composites. *Compos Sci Technol* 2005;65:873–81. doi:<https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2004.10.025>.

Parenteau, T. Modélisation micromécanique de composites thermoplastiques élastomères à matrice polypropylène Thèse en doctorat. Université de Bretagne-Sud, 2009

Parenteau T, Bertevas E, Ausias G, Stoczek R, Grohens Y, Pilvin P. Characterisation and micromechanical modelling of the elasto-viscoplastic behavior of thermoplastic elastomers. *Mech Mater* 2014;71:114–25. doi:10.1016/j.mechmat.2013.06.010.

Peng X, Qin J, Jiang Y. An Approach for Predicting Fiber Orientation Distribution in Plastic Injection Molding of Composites. *Br J Appl Sci Technol* 2015:186–94.

Perzyna P. Fundamental problems in viscoplasticity. *Adv. Appl. Mech*, 1966;243:377–9.

Poncot M. Comportements thermomécaniques de polymères chargés selon différents chemins de déformation et traitements thermiques. Thèse en doctorat. Institut National Polytechnique de Lorraine, 2009.

Poumadere T, Lachaud F, Bernhart G, Duckett R, Berthet F. Etude du comportement d’un matériau composite réalisé par injection-transfert de fibres mi longues discontinues de carbone et de résine époxyde. 17èmes Journ Natl Sur Compos, 2011;102.

Prager S. Stress-strain relation in a suspension of dumbbells. *Trans Soc Rheol* 11 1957;1:53–62.

Redjeb A. Simulation numérique de l’orientation de fibres en injection de thermoplastique renforcé. Thèse en doctorat. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2007.

Renault SAS. Article Plastic Le mag : Plastic - Feu vert à l’innovation chez Renault 2010. <http://www.plastic-lemag.com/le-plastique-vu-par/plastiques-feu-vert-a-l-innovation-chez-renault>.

Rezaei F, Yunus R, Ibrahim NA. Effect of fiber length on thermomechanical properties of short carbon

fiber reinforced polypropylene composites. *Mater Des* 2009;30:260–3. doi:10.1016/j.matdes.2008.05.005.

Schijve W. Common errors and honest materials comparison for long glass PP materials. *Int. AVK Conf. Reinf. Plast. Thermoset Molding Compd.*, Baden-Baden: 2002, p. 17–8.

Scodellaro L. Endommagement par cavitation du Polypropylène renforcé au choc par des particules d'élastomère. Thèse en doctorat. Université Louis Pasteur Strasbourg I, 2001.

Sepehr M, Ausias G, Carreau PJ. Rheological properties of short fiber filled polypropylene in transient shear flow. *J Non-Newton Fluid Mech* 2004;123:19–32. doi:10.1016/j.jnnfm.2004.06.005.

Şerban DA, Weber G, Marşavina L, Silberschmidt VV, Hufenbach W. Tensile properties of semi-crystalline thermoplastic polymers: Effects of temperature and strain rates. *Polym Test* 2013;32:413–25. doi:http://dx.doi.org/10.1016/j.polymertesting.2012.12.002.

Serrano L. Caracterisation thermo-mecanique du comportement en fatigue des thermoplastiques renforcées de fibres de verre courtes. Thèse en doctorat. Université de Bretagne Occidentale, 2015.

Sonsino CM, Moosbrugger E. Fatigue design of highly loaded short-glass-fibre reinforced polyamide parts in engine compartments. *Int J Fatigue* 2008;30:1279–88. doi:https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2007.08.017.

Sullivan JL, Blais EJ, Houston D. Physical aging in the creep behavior of thermosetting and thermoplastic composites. *Compos Sci Technol*, 1993; 389:403–47.

Sun X, Lasecki J, Zeng D, Gan Y, Su X, Tao J. Measurement and quantitative analysis of fiber orientation distribution in long fiber reinforced part by injection molding. *Polym Test* 2015;42:168–74. doi:http://dx.doi.org/10.1016/j.polymertesting.2015.01.016.

Tábi T, Égerházi AZ, Tamás P, Czigány T, Kovács JG. Investigation of injection moulded poly(lactic acid) reinforced with long basalt fibres. *Compos Part Appl Sci Manuf* 2014;64:99–106. doi:http://dx.doi.org/10.1016/j.compositesa.2014.05.001.

Teixeira D, Giovanela M, Gonella LB, Crespo JS. Influence of injection molding on the flexural strength and surface quality of long glass fiber-reinforced polyamide 6.6 composites. *Mater Des* 2015;85:695–706. doi:http://dx.doi.org/10.1016/j.matdes.2015.07.097.

Terahertz Waves Technologies. *Httpwwwt-Waves-Technol* 2017. <http://www.t-waves-technologies.com/>.

Thiery C. Tomographie à rayons X. *Tech Ing*. P950 V3, 2013.

Thomason JL. The influence of fibre properties of the performance of glass-fibre-reinforced polyamide 6, 6. *Compos Sci Technol* 1999;59:2315–2328.

Triki M, Duhant A, Poulin C, Moulin B, Archier C, Antonini T, et al. Terahertz thermometry system to measure temperature in the thickness of a solid polymer. *IEEE*, 2016, p. 1–17.

Tseng HC, Chang RY, Hsu CH. Numerical prediction of fiber orientation and mechanical performance for short/long glass and carbon fiber-reinforced composites. *Compos Sci Technol*, 2017. doi:http://dx.doi.org/10.1016/j.compscitech.2017.02.020.

- Vandenbroucke A. *Etude du comportement mécanique pour différentes températures d'un élastomère: caractérisations expérimentale et numérique*. Thèse en doctorat. Université de Bretagne Sud, 2010.
- Vandenbroucke A, Laurent H, Hocine NA, Rio G. A Hyperelasto-Visco-Hysteresis model for an elastomeric behaviour: Experimental and numerical investigations. *Comput Mater Sci* 2010;48:495–503. doi:<http://dx.doi.org/10.1016/j.commatsci.2010.02.012>.
- Viana JC. Structural interpretation of the strain-rate, temperature and morphology dependence of the yield stress of injection molded semicrystalline polymers. *Polymer* 2005;46:11773–85. doi:10.1016/j.polymer.2005.10.024.
- Vincent M. Orientation des fibres courtes dans les pièces en thermoplastique renforcé. *Tech Ing* 2003.
- Vincent M, Redjeb A, Laure P, Coupeux T. Injection moulding of short fiber reinforced thermoplastics: a comparison between experimental results and numerical simulation, *ECCM*; 2006.
- Vite, M. Relations entre microstructure, propriétés mécaniques et résistance à la rayure du polypropylène injecté. Thèse en doctorat. Université de Savoie, 2009.
- Wang J. Improves fiber orientation for injection molded composites. Thèse en doctorat. Graduated College of the University of Illinois, 2007.
- Wang J, Jin X. Comparison of recent fiber orientation models in autodesk moldflow insight simulations with measured fiber orientation data. *Proc. Polym. Process. Soc.* 26th Annu. Meet, 2010;4:8.
- Wang K, Addiego F, Bahlouli N, Ahzi S, Rémond Y, Toniazzo V, et al. Analysis of thermomechanical reprocessing effects on polypropylene/ethylene octene copolymer blends. *Polym Degrad Stab* 2012;97:1475–84. doi:<https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2012.05.005>.
- Wang K, Bahlouli N, Addiego F, Ahzi S, Rémond Y, Ruch D, et al. Effect of talc content on the degradation of re-extruded polypropylene/talc composites. *Polym Degrad Stab* 2013;98:1275–86. doi:<https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2013.04.006>.
- Yudhanto A, Lubineau G, Wafai H, Mulle M, Pulungan D, Yaldiz R, et al. Monotonic and cyclic responses of impact polypropylene and continuous glass fiber-reinforced impact polypropylene composites at different strain rates. *Polym Test* 2016;51:93–100. doi:<http://dx.doi.org/10.1016/j.polymertesting.2016.03.008>.
- Zhai Z, Gröschel C, Drummer D. Tensile behavior of quasi-unidirectional glass fiber/polypropylene composites at room and elevated temperatures. *Polym Test* 2016;54:126–33.
- Zhou YX, Mallick PK. Fatigue performance of an injection-molded short E-glass fiber-reinforced polyamide 6,6. I. Effects of orientation, holes, and weld line. *Polym Compos* 2006;27:230–7.
- Zinet M. Modélisation de la cristallisation des polymères dans les procédés de plasturgie: quantification des effets thermiques et rhéologiques. Thèse en doctorat. Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 2011.

Références

ANNEXES

ANNEXE A : MODELISATION D'EVOLUTION D'UNE FIBRE ISOLEE ET D'UN ENSEMBLE DE FIBRES EN SUSPENSION

Cas d'une fibre isolée

La modélisation de l'orientation des fibres a débuté avec (Jeffery 1922) qui a attribué à une particule de forme ellipsoïde isolée et immergée dans un fluide newtonien une équation d'évolution d'orientation. Les fibres sont considérées comme rigides et de dimensions inférieures à celle de l'écoulement.

\underline{v} est le vecteur vitesse et $\underline{\dot{\epsilon}}$ correspond au tenseur des vitesses de déformation (équation A1).

$$\dot{\epsilon}_{ij} = \frac{1}{2} \left(\frac{\partial v_i}{\partial x_j} + \frac{\partial v_j}{\partial x_i} \right) \quad (A1)$$

Et $\underline{\Omega}$ correspond au tenseur de rotation (équation A2).

$$\Omega_{ij} = \frac{1}{2} \left(\frac{\partial v_i}{\partial x_j} - \frac{\partial v_j}{\partial x_i} \right) \quad (A2)$$

La loi d'évolution de l'orientation d'une particule peut ainsi s'écrire en fonction du vecteur d'orientation \underline{p} (équation A3).

$$\frac{D\underline{p}}{Dt} = \underline{\Omega} \underline{p} + \lambda \left(\underline{\dot{\epsilon}} \underline{p} - \left(\underline{\dot{\epsilon}} : \underline{p} \otimes \underline{p} \right) \underline{p} \right) \quad (A3)$$

Avec $\frac{D\underline{p}}{Dt}$ la dérivée matérielle de \underline{p} définie par l'équation A4.

$$\frac{D\underline{p}}{Dt} = \frac{\partial \underline{p}}{\partial t} + \underline{v} \cdot \nabla \underline{p} \quad (A4)$$

Ces tenseurs contribuent dans l'équation A3 au changement d'orientation de la particule dû à la déformation et à la rotation du fluide. Le dernier terme de l'équation A3 garantit quant à lui la norme unitaire du vecteur \underline{p} . Le paramètre λ est une constante qui dépend de la géométrie de la particule et plus particulièrement du facteur de forme équivalent r_e de la fibre en considérant L la longueur et D le diamètre (équation A5).

$$\lambda = \left(\frac{r_e^2 - 1}{r_e^2 + 1} \right) \text{ avec } r_e = \frac{L}{D} \quad (\text{A5})$$

Cas de fibres en suspension

A partir des travaux de Jeffery, il est nécessaire d'introduire la notion de régimes de concentration de fibres en suspension. En considérant r_e , la fraction volumique de fibres c et une uniformité certaine de la distribution de longueur, trois niveaux de suspension des fibres dans la matrice peuvent être distingués. Pour déterminer le niveau atteint, il faut calculer la distance moyenne entre les fibres. La concentration en fibres peut être représentée par la fraction volumique de fibres en suspension et le nombre n de particules par unité de volume. L'équation A6 est définie pour le cas d'une particule cylindrique :

$$c = n\pi \left(\frac{D}{2} \right)^2 L \quad (\text{A6})$$

La concentration est considérée comme diluée si $c \ll \left(\frac{D}{L} \right)^2$, concentrée si $c > \frac{D}{L}$ et semi-concentrée entre ces deux extrémités (Figure A1). La première catégorie considère que les fibres sont parfaitement diluées et réparties et qu'elles n'interagissent pas entre elles. Le second niveau, dit semi-concentré, considère que des interactions hydrodynamiques entre fibres sont possibles. Le troisième et aussi le plus complexe, tient compte des interactions entre les fibres de type hydrodynamique mais également mécanique. Le modèle de Jeffery est appliqué pour des cas de suspensions tellement « diluées » dans un fluide que les interactions sont négligées. Or, pour la grande majorité des applications industrielles, les matériaux composites comportent entre 10 % à 50 % de fibres en masse, ce qui correspond à la dernière catégorie décrite sur la Figure A1.

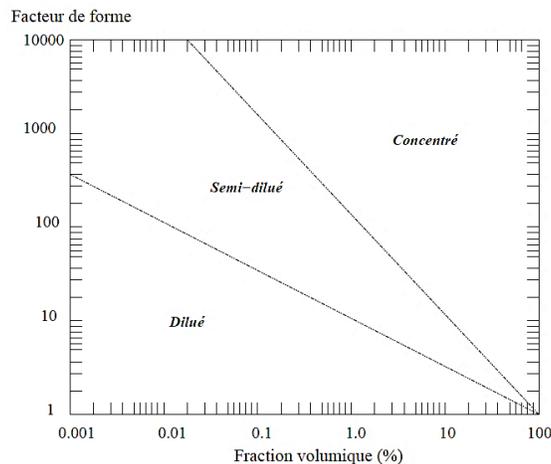


Figure A1 : Régimes de concentration en fonction du facteur de forme et de la fraction volumique de fibres (Redjeb 2007).

Pour modéliser le mouvement des particules dans des solutions semi-concentrées ou concentrées tout en tenant compte cette fois des interactions entre fibres non négligeables, (Folgar and Tucker III 1984) proposent d'utiliser une approche phénoménologique. Plusieurs modèles macroscopiques existent mais celui-ci est le plus présent dans la littérature. Ils ont ajouté dans la relation initiale de Jeffery un terme de diffusion de type mouvement brownien, dépendant du coefficient de diffusion C_I et censé représenter l'effet de l'interaction fibre-fibre sur la rotation des particules entre elles. Il s'agit d'un paramètre empirique adimensionnel dont la valeur peut être déterminée à partir de données expérimentales. Une valeur de C_I plus importante engendre une interaction fibre-fibre plus forte. Ce terme dépend également de $\dot{\underline{\underline{\underline{\epsilon}}}}$ qui désigne le second invariant du tenseur des vitesses de déformations. Les interactions entre fibres lors de l'écoulement sont assimilées à des collisions aléatoires qui vont induire une diffusion de l'orientation des fibres. L'équation d'évolution du tenseur d'orientation du second ordre du modèle de Folgar-Tucker s'exprime finalement avec l'équation A7 :

$$\frac{D\underline{\underline{\underline{a}}}}{Dt} = \left(\underline{\underline{\underline{\Omega}}} \underline{\underline{\underline{a}}} - \underline{\underline{\underline{a}}} \underline{\underline{\underline{\Omega}}} \right) + \lambda \left(\underline{\underline{\underline{\dot{\epsilon}}}} \underline{\underline{\underline{a}}} + \underline{\underline{\underline{a}}} \underline{\underline{\underline{\dot{\epsilon}}}} - 2 \underline{\underline{\underline{\dot{\epsilon}}}} : \underline{\underline{\underline{a}}} \right) + 2C_I \dot{\underline{\underline{\underline{\epsilon}}}} \left(\underline{\underline{\underline{I}}} - n \underline{\underline{\underline{a}}} \right) \quad (A7)$$

$\underline{\underline{\underline{I}}}$ est le tenseur unitaire d'ordre deux et n est égal à trois pour une modélisation 3D, ou à deux pour une orientation plane. Cette description tensorielle est plus facile à utiliser que la fonction de distribution d'orientation de départ mais un tenseur d'ordre quatre noté $\underline{\underline{\underline{a}}}$ doit être déterminé. Ce tenseur pose un problème délicat, car il ne peut être obtenu qu'à partir de son équation d'évolution dans laquelle intervient alors un tenseur d'ordre six. Ce schéma se répétant ainsi pour les tenseurs d'ordre supérieur, il faut utiliser une approximation de ce tenseur d'ordre quatre pour lui octroyer une valeur finie. Il a été exprimé en fonction du tenseur $\underline{\underline{\underline{a}}}$ à l'aide d'une relation d'approximation dite « de fermeture » tel que $\underline{\underline{\underline{a}}} = F(\underline{\underline{\underline{a}}})$ fermant ainsi le problème. Il existe plusieurs équations de fermeture possibles qui ont donné lieu à de nombreuses études (Redjeb 2007) (Dray Bensahkoun, Gilormini, and Regnier 2013) et (Kyeong-Hee Han 1999). Le choix de l'équation de fermeture dépend de la nature de l'écoulement, de l'ordre de grandeur des vitesses de cisaillement et de l'orientation des fibres. Une fermeture souvent hybride est utilisée, sa forme étant simple et le comportement dynamique obtenu correct. L'idée de cette approximation est d'établir une expression orthotrope du tenseur du quatrième ordre en excluant les composantes diagonales, en les considérant nulles. Si des conditions de symétrie et de normalisation sont respectées, le nombre de composantes indépendantes diminue de neuf à trois.

L'ajout du paramètre C_I a permis d'améliorer considérablement la prédiction de l'orientation à partir de l'équation de Jeffery qui ne permettait jusqu'alors pas d'obtenir une prédiction qualitative fiable. Aujourd'hui le modèle de Folgar-Tucker offre l'une des modélisations de la prédiction des fibres, la plus pertinente qu'il soit, pour des niveaux de concentration de fibres considérés comme importants (Chung and Know 2002) et (Redjeb 2007). Les interactions entre fibres ont tendance à rendre l'orientation aléatoire. Le modèle étant empirique, il n'y a aucun moyen à part une simulation directe de déduire la valeur de C_I . L'expérience a montré que généralement une valeur inférieure à 10^{-2} offre une bonne prédiction (Chung and Know 2002).

ANNEXE B : APPROCHE D'ELSHELBY DE LA MODELISATION PAR TRANSITION D'ECHELLE

La première étape de la modélisation sert à distinguer les différentes phases du matériau. La géométrie de chaque phase, leur proportion, leur répartition spatiale et leur comportement mécanique respectif doivent être définis. Le comportement du milieu homogène équivalent (MHE) est calculé sur le volume du VER. Deux phases sont identifiées, la matrice polymère d'indice m dans laquelle est immergée la phase notée f qui représente les fibres. Cette dernière est constituée de renforts identiques, soit de même composition chimique et de même géométrie, caractérisée par le facteur de forme r_e ; de plus, les fibres sont supposées être des inclusions ellipsoïdales toutes orientées dans une même direction. Aucun glissement n'est admis au niveau des interfaces fibres/matrice car l'interface est considérée parfaite. La matrice et les fibres ont chacun un comportement linéaire élastique et isotrope. L'étape de localisation doit permettre de déterminer les relations entre les champs locaux de contraintes et déformations et les grandeurs macroscopiques. Les tenseurs locaux de contrainte et déformation de chaque phase $\langle \underline{\underline{\varepsilon}}^i \rangle$ et $\langle \underline{\underline{\sigma}}^i \rangle$, $i = m, f$, sont obtenus comme les moyennes spatiales de $\underline{\underline{\sigma}}(\underline{x})$ et $\underline{\underline{\varepsilon}}(\underline{x})$ contenues dans le volume V du VER, avec \underline{x} un vecteur position, et définies par l'équation B1 :

$$\langle \underline{\underline{\varepsilon}}^i \rangle = \frac{1}{V_i} \int_{V_i} \underline{\underline{\varepsilon}}(\underline{x}) dV \quad \text{et} \quad \langle \underline{\underline{\sigma}}^i \rangle = \frac{1}{V_i} \int_{V_i} \underline{\underline{\sigma}}(\underline{x}) dV \quad (\text{B1})$$

Le volume total des deux phases correspond à la somme des volumes de chaque phase identifiée tel que : $v = v_f + v_m$. La contrainte moyenne dans le composite peut s'exprimer par l'équation B2 :

$$\langle \underline{\underline{\sigma}} \rangle = v_f \langle \underline{\underline{\sigma}}^f \rangle + (1 - v_f) \langle \underline{\underline{\sigma}}^m \rangle \quad (\text{B2})$$

Avec v_f la fraction volumique des fibres. Il en est de même pour la déformation moyenne donnée par l'équation B3.

$$\langle \underline{\underline{\varepsilon}} \rangle = v_f \langle \underline{\underline{\varepsilon}}^f \rangle + (1 - v_f) \langle \underline{\underline{\varepsilon}}^m \rangle \quad (\text{B3})$$

Pour le composite et chacune des phases, les déformations et contraintes moyennes sont reliées entre elles par le tenseur de rigidité et de souplesse. Ainsi, la contrainte moyenne peut également être exprimée par l'équation B4 :

$$\langle \underline{\underline{\sigma}} \rangle = v_f \underline{\underline{\underline{C}}}^f : \langle \underline{\underline{\varepsilon}}^f \rangle + (1 - v_f) \underline{\underline{\underline{C}}}^m : \langle \underline{\underline{\varepsilon}}^m \rangle \quad (\text{B4})$$

Avec $\underline{\underline{C}}^f$ et $\underline{\underline{C}}^m$ respectivement les tenseurs de rigidité des fibres et de la matrice. Par analogie, l'équation B5 donne la déformation moyenne.

$$\langle \underline{\underline{\varepsilon}} \rangle = v_f (\underline{\underline{S}}^f : \langle \underline{\underline{\sigma}}^f \rangle) + (1 - v_f) (\underline{\underline{S}}^m : \langle \underline{\underline{\sigma}}^m \rangle) \quad (\text{B5})$$

Avec $\underline{\underline{S}}^f$ et $\underline{\underline{S}}^m$ respectivement les tenseurs de souplesse de la phase des fibres et de la matrice. Le tenseur de localisation des déformations $\underline{\underline{A}}$ est nécessaire pour déterminer la matrice de rigidité. Le tenseur de localisation des déformations (défini comme une moyenne sur la phase) relie la déformation moyenne au point considéré dans le composite à la déformation moyenne dans la phase i (équation B6).

$$\langle \underline{\underline{\varepsilon}}^i \rangle = \underline{\underline{A}}^i : \langle \underline{\underline{\varepsilon}} \rangle \quad i = m, f \quad (\text{B6})$$

La dernière étape est l'étape d'homogénéisation consistant à effectuer une opération de moyenne pour déterminer le comportement effectif du matériau. Le tenseur de localisation des déformations doit satisfaire alors la relation B2 pour les deux phases (équation B7).

$$\langle \underline{\underline{A}}^i \rangle = \underline{\underline{I}}, i = m, f \quad (\text{B7})$$

avec $\underline{\underline{I}}$ le testeur d'identité d'ordre quatre. L'opération de moyenne s'effectue sur toutes les phases. La connaissance des tenseurs de localisation permet de calculer les constantes d'élasticité du composite. Le tenseur de localisation $\underline{\underline{A}}^m$ s'exprime en fonction du tenseur $\underline{\underline{A}}^f$ et la contrainte macroscopique dans le composite avec l'équation B8:

$$\langle \underline{\underline{\sigma}} \rangle = \left[\underline{\underline{C}}^m + v_f \left(\underline{\underline{C}}^f - \underline{\underline{C}}^m \right) \underline{\underline{A}}^f \right] : \langle \underline{\underline{\varepsilon}} \rangle \quad (\text{B8})$$

L'équation B9 du tenseur effectif de rigidité du composite s'écrit :

$$\underline{\underline{C}} = \underline{\underline{C}}^m + v_f \left(\underline{\underline{C}}^f - \underline{\underline{C}}^m \right) \underline{\underline{A}}^f \quad (\text{B9})$$

Les propriétés élastiques d'un composite peuvent être obtenues à partir des propriétés propres à chaque phase identifiée en s'appuyant sur la détermination de leurs tenseurs de localisation.

(Eshelby 1957, 1959) considère que les inclusions sont entourés d'un milieu infini aux propriétés de la matrice et qu'il n'y a pas interaction possible entre les inclusions. La déformation moyenne dans le matériau est identique à la déformation appliquée et la déformation dans une fibre est uniforme.

Ainsi, le tenseur de localisation des déformations d'Eshelby pour le renfort est donné par l'équation B10.

$$\underline{\underline{A}}^{Eshelby} = \left[\underline{\underline{I}} + \underline{\underline{E}} \underline{\underline{S}}^m \left(\underline{\underline{C}}^f - \underline{\underline{C}}^m \right) \right]^{-1} \quad (\text{B10})$$

avec $\underline{\underline{E}}$ le tenseur d'Eshelby selon le rapport de forme de l'inclusion ainsi que des propriétés élastiques de la matrice.

ANNEXE C : ESSAIS DE TRACTION UNIAXIALE POUR DIFFERENTES CONFIGURATIONS ET A DIFFERENTES TEMPERATURES

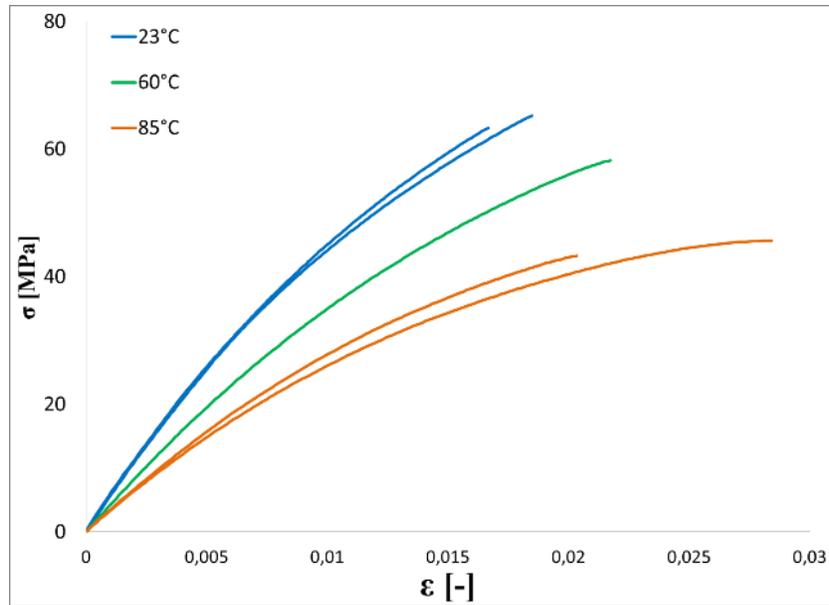


Figure C1 : Essais de traction jusqu'à rupture à différentes températures pour la configuration 45-2

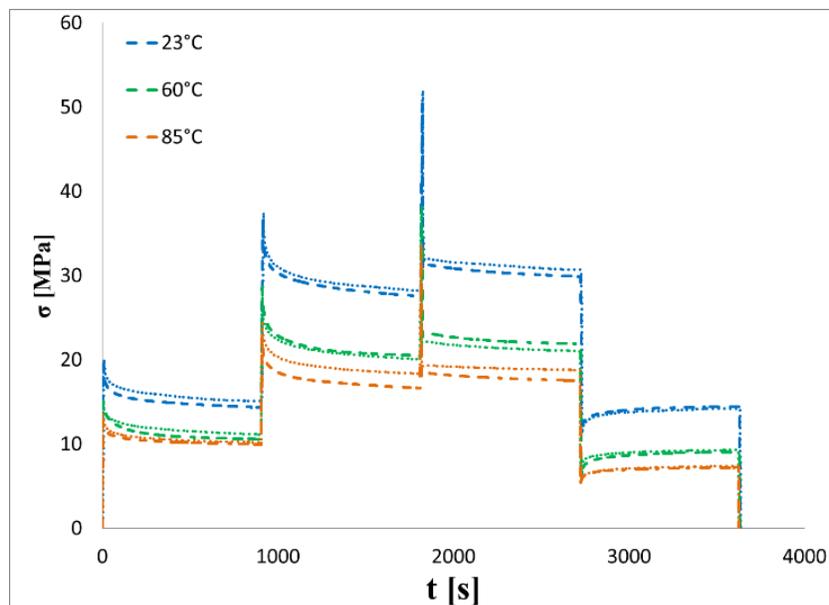


Figure C2 : Contrainte en fonction du temps à température ambiante pour la configuration L3.

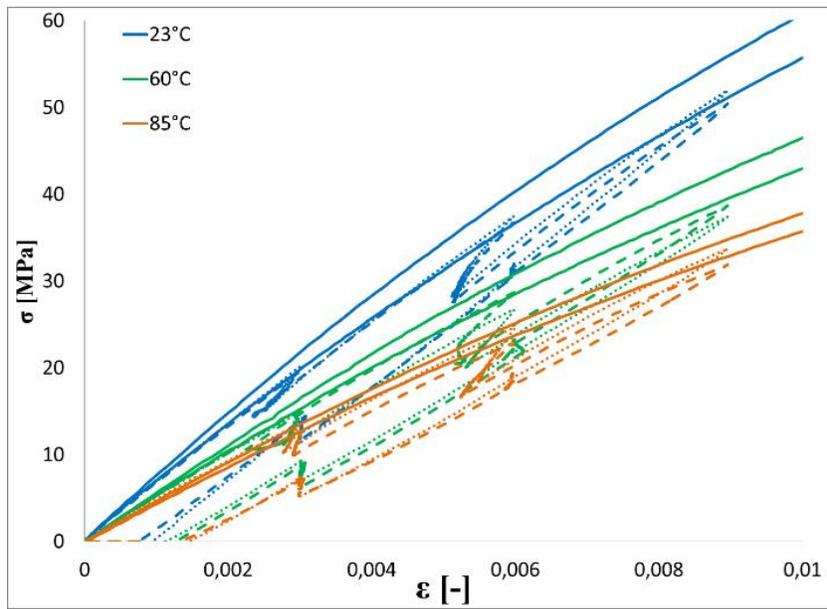


Figure C3 : Essais jusqu'à rupture et de charges-décharges-relaxations pour la configuration L3 à différentes températures.

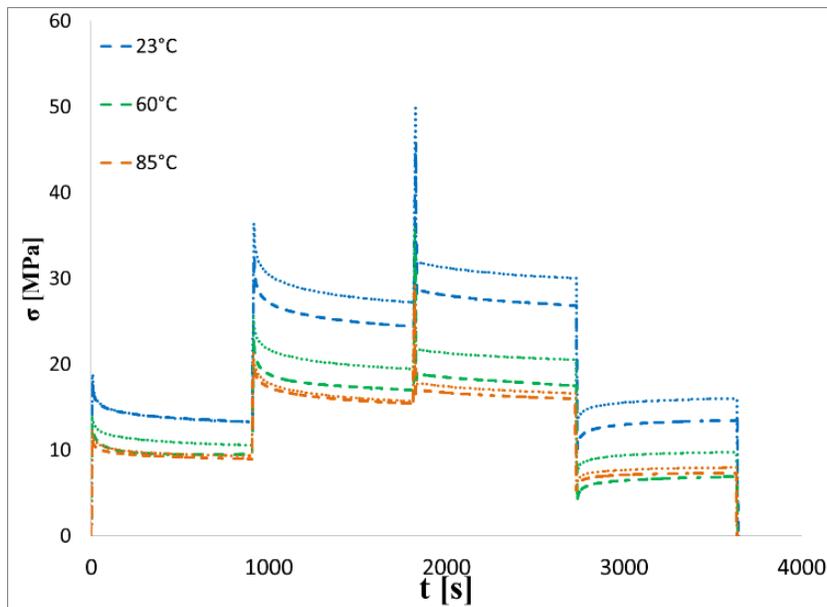


Figure C4 : Essais de charges-décharges-relaxations pour la configuration T1 à différentes températures.

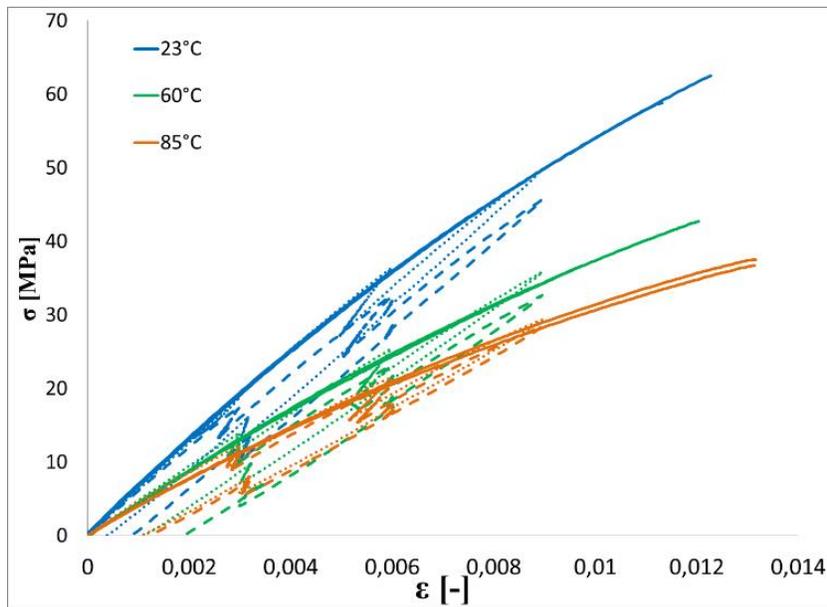


Figure C5 : Essais de traction jusqu'à rupture et de charges-décharges-relaxations pour la configuration T1 à différentes températures.

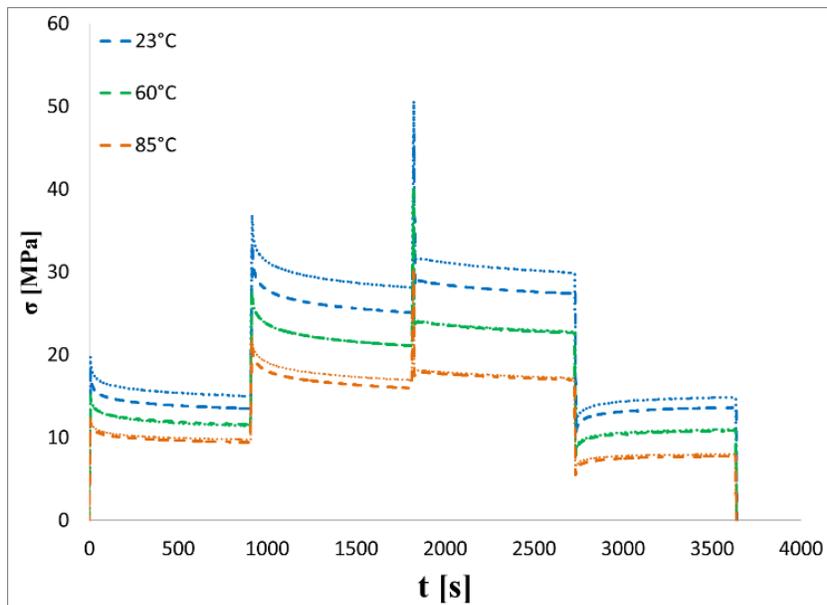


Figure C6 : Essais de charges-décharges-relaxations jusqu'à rupture et de charge-décharge pour la configuration T2 à différentes températures.

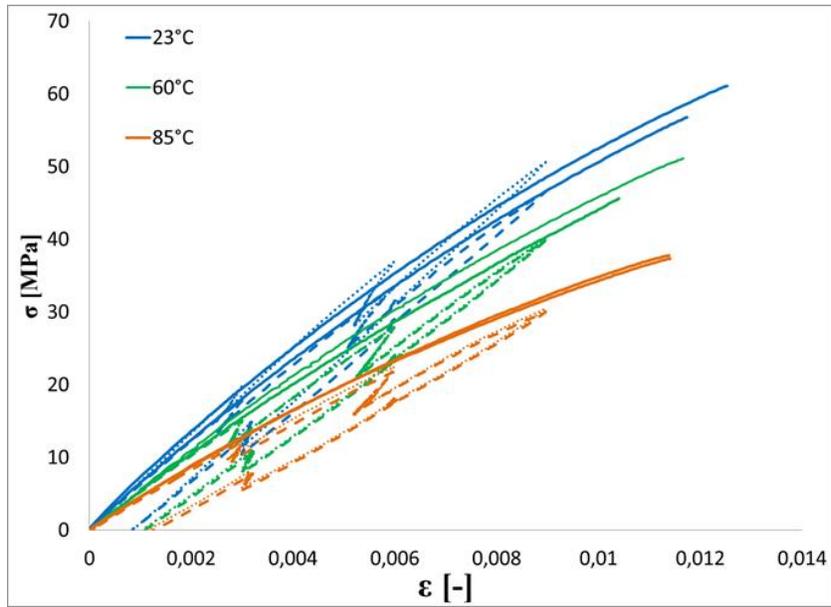


Figure C7 : Essais jusqu'à rupture et de charge-décharge pour la configuration T2 à différentes températures.

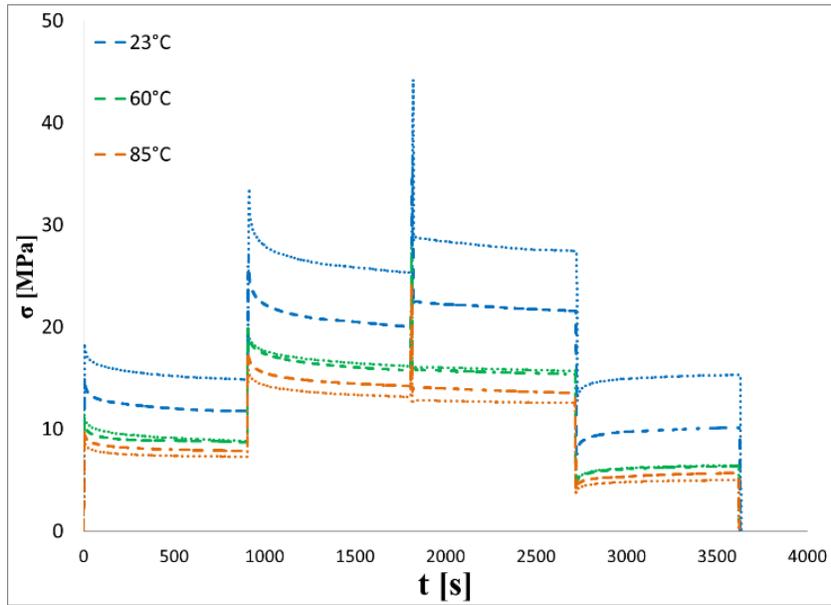


Figure C8 : Contrainte en fonction du temps pour les essais jusqu'à rupture et de charge-décharge pour la configuration 45-2 à différentes températures.

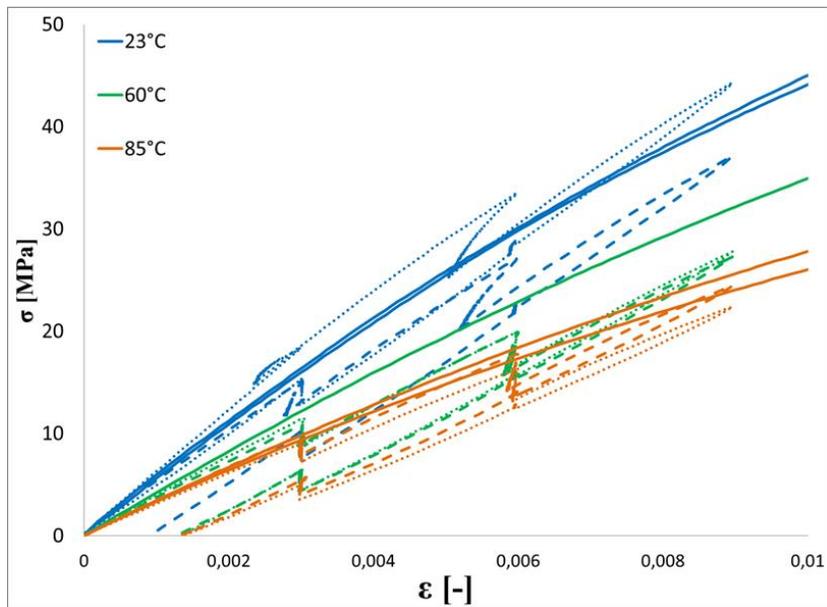


Figure C9 : Contrainte en fonction de la déformation pour les essais jusqu'à rupture et de charge-décharge pour la configuration 45-2 à différentes températures.

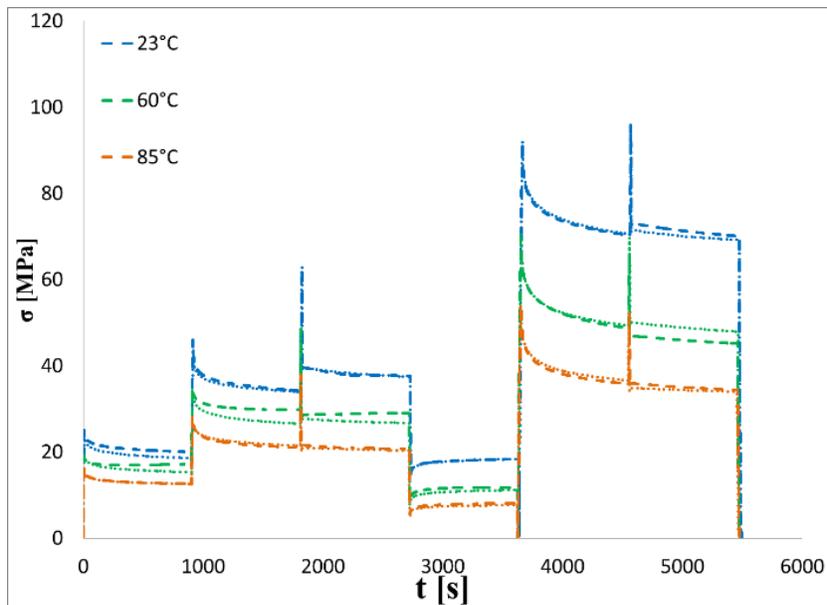


Figure C10 : Contrainte en fonction du temps des essais de charges-décharges-relaxations menés sur la configuration L1 à différentes températures.

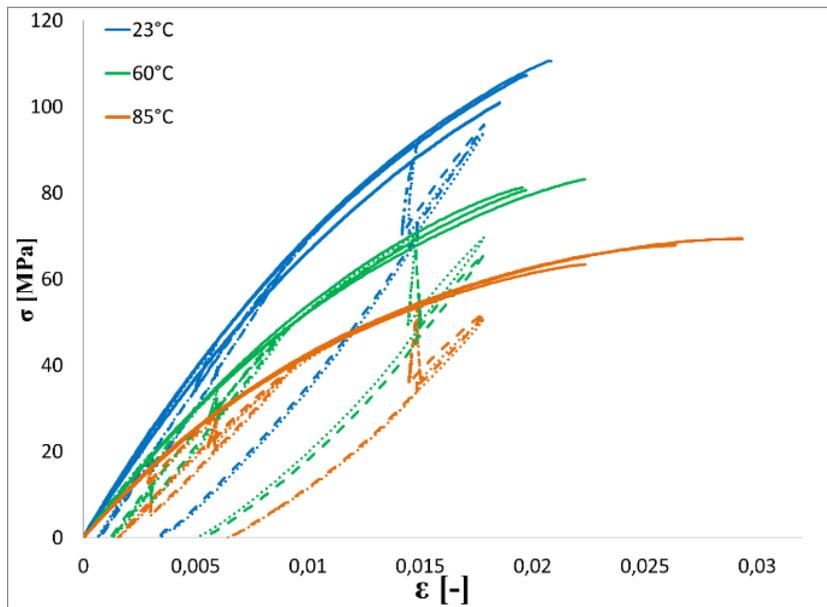


Figure C11 : Contrainte en fonction de déformation des essais de charges-décharges-relaxations menés sur la configuration L1 à différentes températures.

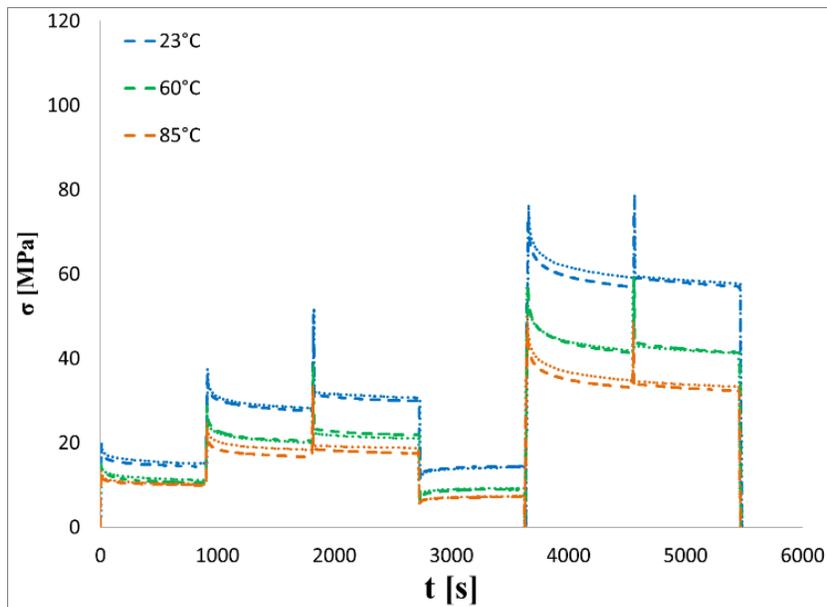


Figure C12 : Contrainte en fonction du temps des essais de charges-décharges-relaxations menés sur la configuration L1 à différentes températures.

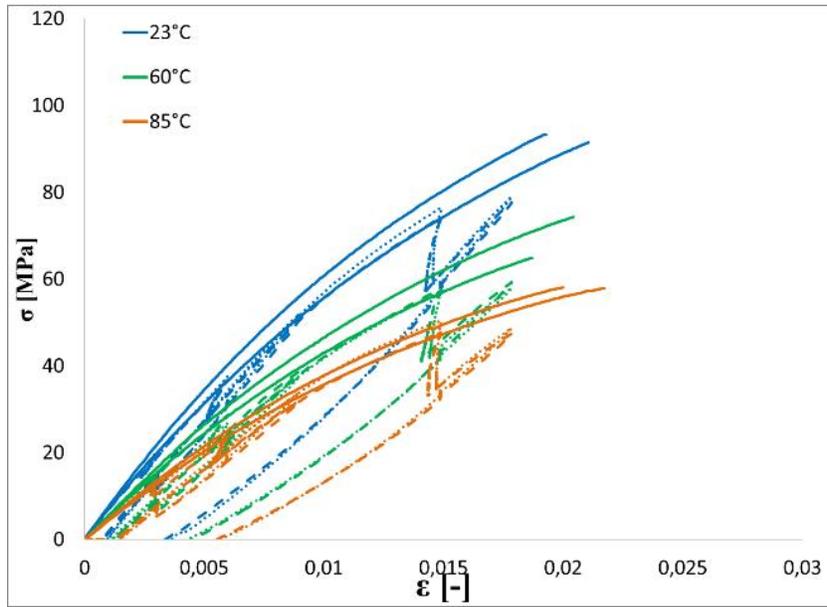


Figure C13 : Contrainte en fonction de la déformation des essais de charges-décharges-relaxations menés sur la configuration L3 à différentes températures.

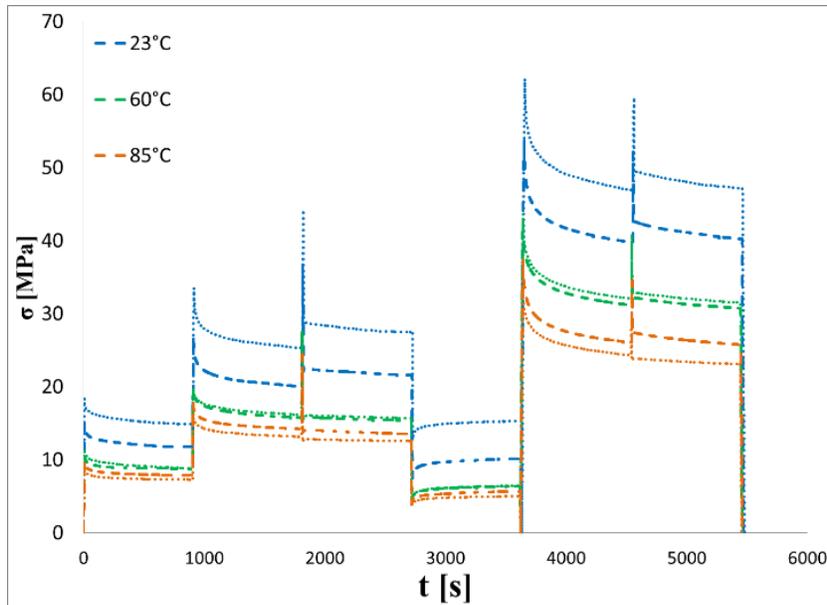


Figure C14 : Contrainte en fonction du temps des essais des charges-décharges-relaxations menés sur la configuration 45-2 à différentes températures.

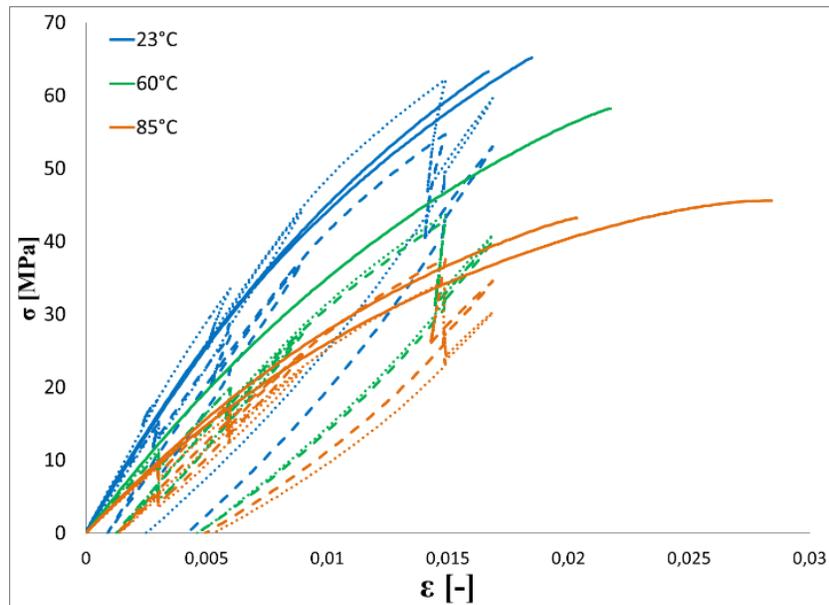


Figure C15 : Contrainte en fonction de la déformation des essais charges-décharges-relaxations menés sur la configuration 45-2 à différentes températures.

ANNEXE D : CONTROLE PAR EMISSION ACOUSTIQUE

Les essais mécaniques instrumentés avec des capteurs d'émission acoustique peuvent être utilisés pour déterminer le développement de l'endommagement dans des structures composites (Yudhanto et al. 2016). La présence d'endommagement peut être identifiée à travers la manifestation d'événements détectés à l'aide de deux capteurs et de la vitesse de propagation des ondes acoustiques dans une pièce. Il est ainsi possible d'identifier les mécanismes de l'endommagement à partir de l'amplitude maximale obtenue pour chaque salve d'émission acoustique. L'amplitude d'une salve appartient à une gamme représentative d'un mécanisme caractéristique de l'endommagement. Ces gammes diffèrent selon le matériau (Chandarana et al. 2017). Dans le cas d'un polypropylène renforcé de fibres de verre par extrusion-compression, (Barré and Benzeggagh 1994) ont constaté que la rupture de la matrice intervient entre 40 et 55 dB, la décohésion de l'interface fibre-matrice entre 60 et 65 dB, l'arrachement des fibres et la rupture de celles-ci entre 65 et 95 dB. En complément, il est également possible de localiser spatialement ces événements entre les deux capteurs.

Dans les travaux de la thèse, l'identification des paramètres matériau pour différents modèles mécaniques a été limitée à une déformation maximale d'environ 1 %. Cette valeur limite est choisie en fonction du cahier des charges industriel. Afin de vérifier que le développement de l'endommagement peut être négligé, des tests dédiés d'émission acoustique ont été réalisés pour cinq configurations d'éprouvettes. Il s'agit d'essais de traction interrompus par des étapes de maintien de deux minutes. Ainsi 14 éprouvettes ont été testées et les niveaux de maintien en contrainte varient pour chaque configuration et correspondent à ceux des essais de charges-décharges-relaxations (Tableau D1).

Configuration	σ_1 [MPa]	σ_2 [MPa]	σ_3 [MPa]
45-2	15	25	35
T1	20	35	50
T2	20	35	50
L1	25	50	75
L3	25	40	60

Tableau D1 : Niveau de contrainte σ_1 , σ_2 et σ_3 durant les étapes de maintien pour chaque configuration

Les essais ont été réalisés à température ambiante sur une machine de traction hydraulique avec une cellule de force de 50 kN. Les éprouvettes sont positionnées entre les mors, espacés de 110 mm, et instrumentées pour l'émission acoustique avec des capteurs fixés par une colle grasse. Les capteurs sont écartés de 90 mm, centrés dans la largeur de l'éprouvette comme montré sur la Figure , et reliés à un système d'acquisition. Les essais sont conduits à la vitesse de 200 N.s⁻¹, excepté lors de la dernière charge allant jusqu'à rupture qui est pilotée en déplacement de la traverse pour des raisons de sécurité, à 1 mm.min⁻¹. L'ordre de grandeur de ces vitesses est comparable à celles utilisées pour la caractérisation mécanique. Les vitesses de propagation des ondes acoustiques au sein du matériau sont mesurées à l'aide d'un essai normalisé de « cassé de mine » dans la direction de sollicitation avant chaque essai. Leurs valeurs sont comprises entre 2307 m.s⁻¹ obtenue pour T2 et 3214 m.s⁻¹ pour L1. Un

filtre permet de ne conserver que les évènements localisés entre les deux capteurs permettant ainsi d'éliminer les bruits mécaniques pouvant provenir de la machine de traction et des mors de serrage. De plus, le seuil de détection de l'amplitude est fixé à 40 dB pour tous les essais.

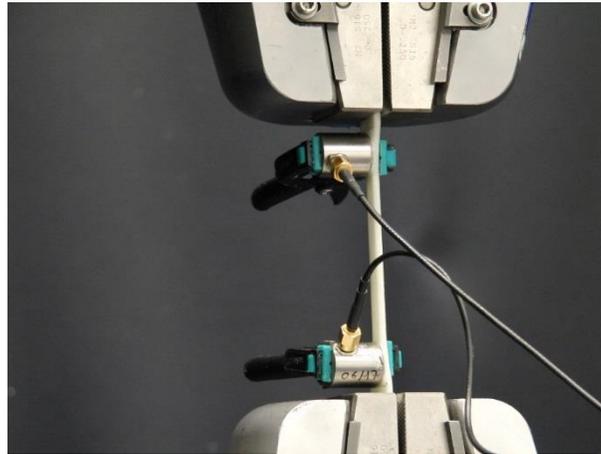


Figure D1 : Essais de traction instrumenté pour l'émission acoustique.

Les Figures allant de la Figure D2 à Figure D7 présentent, sur le graphique du bas, l'évolution de la contrainte en fonction du temps. A l'instant final où la courbe est arrêtée sur ce premier graphique, l'amplitude des salves en fonction de la localisation entre les deux capteurs est donnée sur le graphique du dessus.

Dans le cas de l'éprouvette L1, la Figure D2 montre l'amplitude des salves obtenues en fin d'essai. Cette configuration atteint les niveaux de contrainte les plus élevés parmi toutes les configurations pour un niveau maximal en déformation d'environ 2 % (cf. *chapitre 3*). Un nombre négligeable d'évènements est observé en fin d'essai et l'amplitude des salves n'excède pas 60 dB, ce qui correspond à de l'endommagement de la matrice. Cependant, la manifestation de ces évènements reste marginale et est bien distribuée spatialement sur la longueur de l'éprouvette.

Dans le cas de l'éprouvette OT2 (Figures D3 à D7), les premiers évènements apparaissent seulement lors du second maintien. Dès le début du troisième palier, le nombre d'évènements augmente significativement, et ce, pour des niveaux d'amplitude légèrement plus importants. Entre le début et la fin de ce palier, une augmentation du nombre d'évènements est observée. Néanmoins, l'essentiel de ces évènements sont localisés au niveau des congés, là où la rupture se produit pour une grande majorité des éprouvettes. Ainsi, malgré le nombre élevé d'évènements par rapport à toutes les autres configurations, la quantité d'évènements est limitée au centre de l'éprouvette au niveau où l'extensomètre avait été positionné durant la campagne de tests. Enfin, la rupture intervient pour cette éprouvette à 60 MPa, ce qui est similaire aux valeurs qui avaient été présentées pour cette même configuration.

Pour l'ensemble de la campagne de tests, la dispersion des niveaux de contrainte à rupture et du nombre d'évènements est relativement importante. Pour la configuration L3, par exemple, la contrainte à la rupture est de 72 MPa pour SL3, et atteints 88 MPa et 90 MPa respectivement pour les

épreuves TL3 et RL3. De plus, les premiers évènements n'apparaissent pas au niveau des mêmes paliers pour différents essais d'une même configuration. Néanmoins, les salves restent toutes dans la gamme d'amplitude la plus faible pour un nombre assez limité de manifestations, ne permettant pas de constater de l'endommagement au centre des éprouvettes. A l'approche de la rupture, l'amplitude des salves est majoritairement comprise entre 40 et 60 dB et est limitée à 80 dB, ce qui correspond essentiellement à des évènements au niveau de la matrice, excepté pour OT1 qui atteint presque les 100 dB au niveau d'un des deux congés.

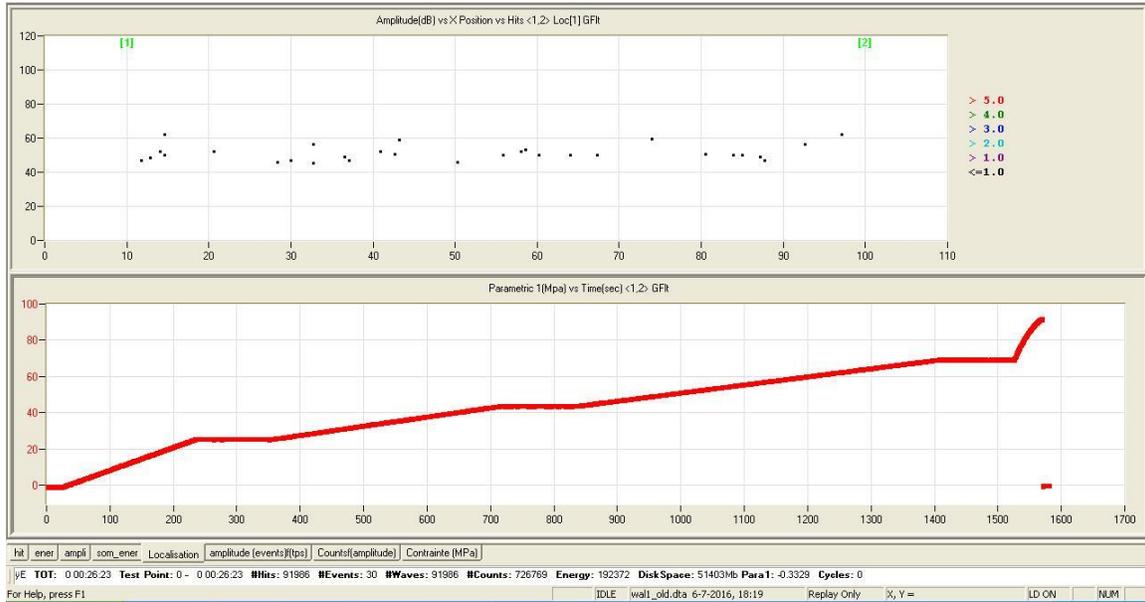


Figure D2 : Visualisation du nombre d'évènements et du niveau d'amplitude associée pour la configuration WaL1 en fin d'essai.

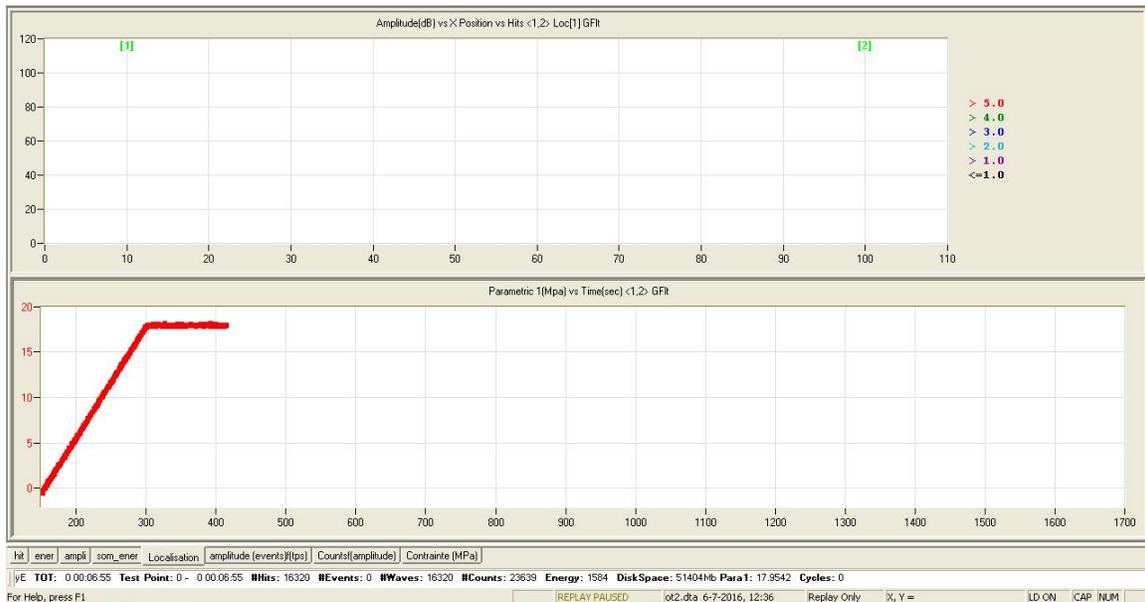


Figure D3 : Visualisation du nombre d'évènements et du niveau d'amplitude associée pour la configuration OT2 en fin du premier maintien.

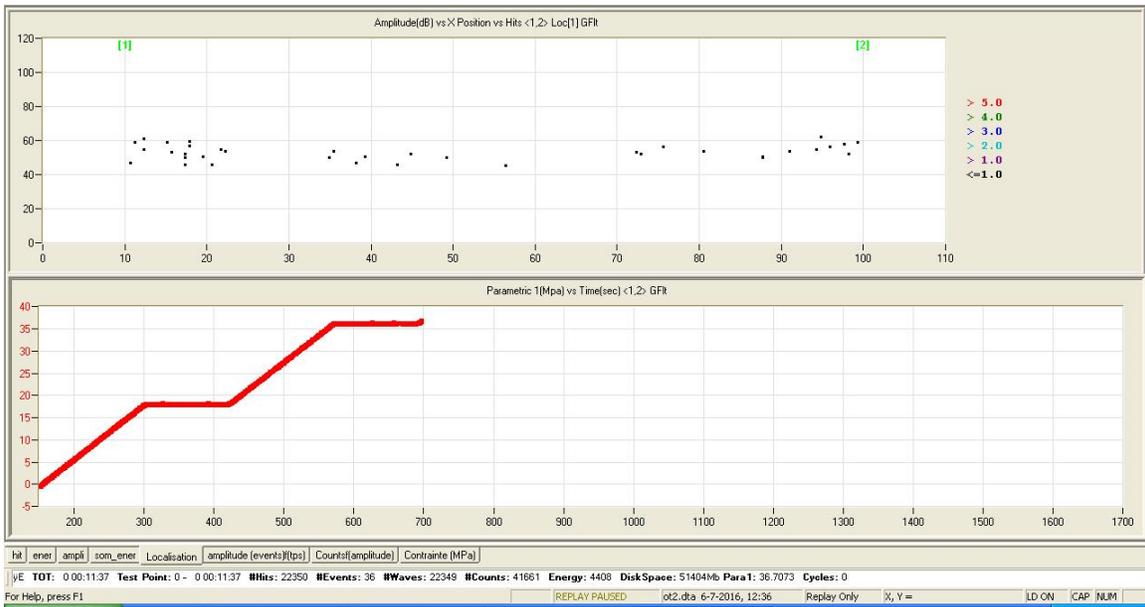


Figure D4 : Visualisation du nombre d'évènements et du niveau d'amplitude associée pour la configuration OT2 en fin du troisième maintien.

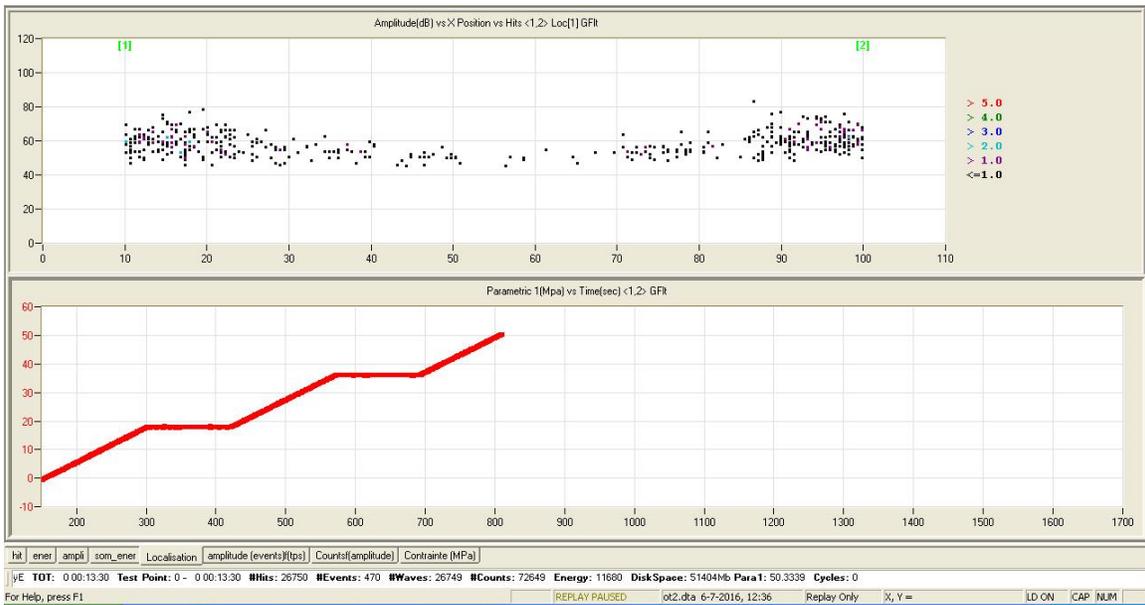


Figure D5 : Visualisation du nombre d'évènements et du niveau d'amplitude associée pour la configuration OT2 en début du troisième maintien.

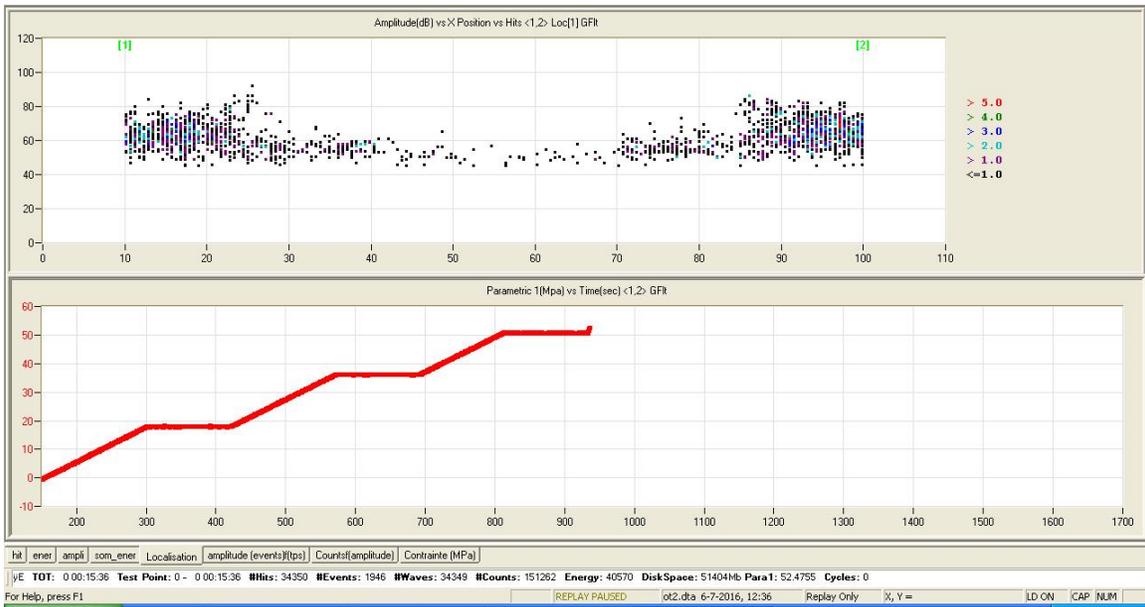


Figure D6 : Visualisation du nombre d'évènements et du niveau d'amplitude associée pour la configuration OT2 en fin du troisième maintien.

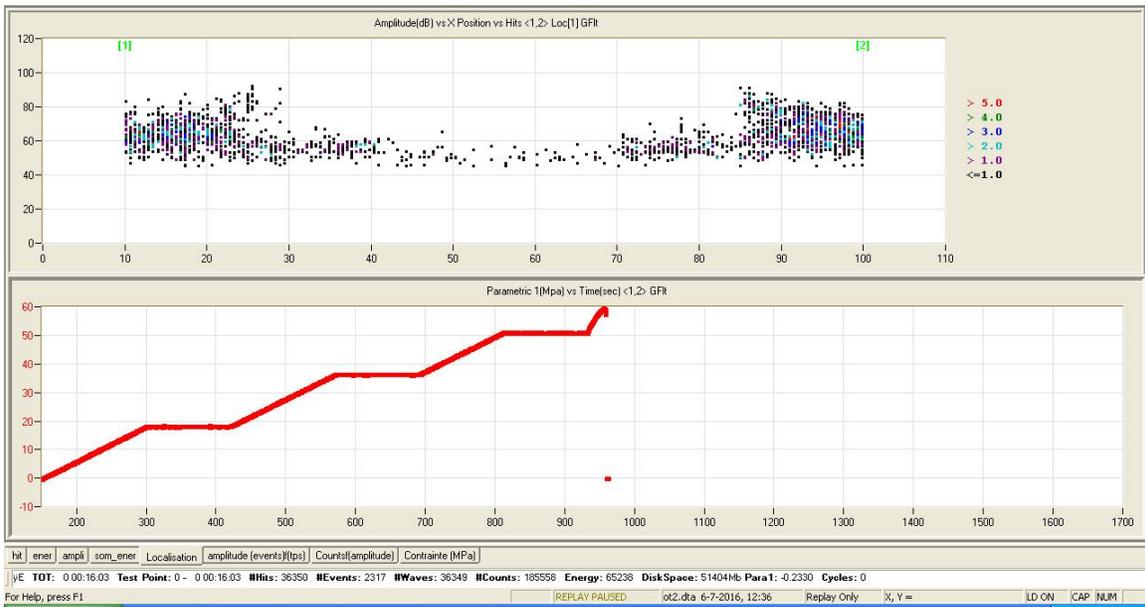


Figure D7 : Visualisation du nombre d'évènements et du niveau d'amplitude associée pour la configuration OT2 en fin d'essai.

