



HAL
open science

Etude de l'endommagement et de la tenue en fatigue d'un matériau composite à matrice acrylique et fibres de verre

Eileen Boissin

► **To cite this version:**

Eileen Boissin. Etude de l'endommagement et de la tenue en fatigue d'un matériau composite à matrice acrylique et fibres de verre. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Université de Bordeaux, 2019. Français. NNT : 2019BORD0105 . tel-02289304

HAL Id: tel-02289304

<https://theses.hal.science/tel-02289304>

Submitted on 16 Sep 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.

THÈSE PRÉSENTÉE
POUR OBTENIR LE GRADE DE
DOCTEUR DE
L'UNIVERSITÉ DE BORDEAUX

ÉCOLE DOCTORALE
SCIENCES PHYSIQUES ET DE L'INGENIEUR

Par Eileen BOISSIN

**Etude de l'endommagement et de la tenue en fatigue d'un
matériau composite à matrice acrylique et fibres de verre**

Sous la direction de : Christophe BOIS
(co-directeur : Thierry PALIN-LUC)

Soutenue le 05 Juillet 2019

Membres du jury :

M. GRANDIDIER, Jean-Claude	PU, Pprime, ENSMA Poitiers	Président
M. LAHELLEC, Noel	MCF HDR, LMA, Université Aix-Marseille	Rapporteur
M. KERYVIN, Vincent	PU, IRDL, Université Bretagne Sud	Rapporteur
M. MARTIN, Eric	PU, LCTS, Université de Bordeaux	Examinateur
M. GORNET, Laurent	MCF HDR, GeM, Centrale Nantes	Examinateur
M. BOIS, Christophe	MCF HDR, I2M, Université de Bordeaux	Examinateur
M. PALIN-LUC, Thierry	PU, I2M, Arts & Métiers Paris Tech	Examinateur
M. WAHL, Jean-Christophe	MCF, I2M, Université de Bordeaux	Examinateur
M. GERARD, Pierre	Ingénieur R&D, Arkema	Invité

REMERCIEMENTS

Je tiens à remercier mes encadrants de thèse, le Directeur de Recherche Christophe Bois, le Professeur Thierry PALIN-LUC et le Maître de Conférence Jean-Christophe WAHL pour m'avoir offert l'opportunité de réaliser une thèse au sein du laboratoire I2M dans un domaine et sur un sujet qui m'intéressaient tout particulièrement. Je les remercie aussi pour leur grande disponibilité, leur confiance et leur soutien, et les nombreux conseils qu'ils m'ont donnés tout au long de mes travaux de thèse.

Je remercie aussi tous les membres du jury de ma thèse pour l'intérêt qu'ils ont porté à mes travaux, et plus particulièrement le Professeur Jean-Claude Grandidier pour avoir accepté de présider ce jury et le Professeur Vincent KERYVIN et le Directeur de Recherche Noel Lahellec pour avoir accepté de rapporter mon mémoire de thèse.

Je remercie la Région Nouvelle Aquitaine, l'ADEME ainsi que les différents partenaires du projet EFFIWIND pour leur participation financière et technique à mon projet de thèse. Plus particulièrement, je remercie Pierre GERARD d'ARKEMA et Damien CAOUS et Julien VALETTE de TENSYL pour le suivi et l'aide qu'ils m'ont apporté dans le cadre de ma thèse, ainsi que les différents collaborateurs de Canoë qui m'ont apporté leurs connaissances techniques et mis à disposition leur atelier pour la fabrication des plaques de composites indispensables pour mener à bien mes travaux de recherche.

Je souhaite aussi remercier tous les chercheurs, post-doctorants et doctorants que j'ai pu croisés au cours de ma thèse, notamment au cours de conférences, et plus particulièrement les différents membres de l'équipe Fatigue du laboratoire I2M pour toutes les discussions enrichissantes que j'ai pu avoir avec eux et les conseils qu'ils m'ont donnés.

Je remercie aussi tous les collaborateurs qui ont permis d'assurer le bon déroulement de la thèse sur l'aspect expérimental, à savoir le personnel technique du département Science et Génie des Matériaux et du Génie Mécanique et Productique, et plus particulièrement Mathieu PEDROS, Jean-Marc TALON, Patrice LOEILLET, Michel PRIMAULT et Victor POUGET-CHABROLLE, ainsi que les maîtres de conférence Claire GUILLEBAUD et Jalal EL YAGOUBI. Je remercie aussi Nicolas LENOIR, Jérôme MALVESTIO et Brice GUILLOT pour l'aide précieuse qu'ils m'ont apportée dans le cadre des observations par micro-tomographie aux rayons X. Enfin, je remercie Béatrice DESOUDIN pour avoir

assuré le bon déroulement de ma thèse au niveau administratif, ainsi que Catherine FONFRIDE pour toutes les fois où elle a pris le relais lorsque Béatrice était indisponible. Je remercie aussi Florian pour le soutien et l'aide qu'il m'a apportés au cours des derniers mois de ma thèse, notamment pour la préparation orale de ma soutenance.

Je remercie aussi l'ensemble des collègues chercheurs ainsi que tous les doctorants, post-doc et stagiaires du site IUT pour m'avoir permis de travailler dans de bonnes conditions tout au long de ma thèse et pour tout le soutien apporté. Je remercie notamment FX, Stéphane et Olivier pour la bonne ambiance constante qu'ils ont amenée à la cafétéria et je remercie tout particulièrement Jorge, Paul, Tanguy, Cassiopée, Michele et Jacques pour tous les bons moments passés ensemble au cours de ces quatre dernières années.

Je remercie aussi les personnes que j'ai rencontrés au sein de l'association des doctorants SPIDoc et surtout celles qui ont été membres actifs de cette dernière à mes côtés et qui nous ont ainsi permis d'organiser de nombreuses sorties et événements festifs à destination des doctorants de l'EDSPI. Je remercie tout particulièrement Diane, Cassiopée et Paul.

Enfin, je remercie Julien pour le soutien sans faille qu'il m'a apporté au quotidien et surtout dans les moments les plus compliqués de ma thèse.

TABLE DES MATIERES

NOMENCLATURE.....	11
INTRODUCTION.....	17
Chapitre I. INFLUENCE DE LA TEMPERATURE ET DE LA TENEUR EN EAU SUR LE COMPORTEMENT MECANIQUE DES MATERIAUX COMPOSITES.....	21
I.1. Généralités sur les matériaux composites.....	23
I.1.1. Définitions.....	23
I.1.2. Scénario d’endommagement des composites stratifiés.....	24
I.1.3. Rôle de l’ensimage.....	26
I.1.4. Les composites à matrice organique.....	27
I.2. Transition de comportement des résines polymères avec la température et l’absorption d’eau.....	29
I.2.1. Avec la température.....	29
I.2.2. Avec l’absorption d’eau.....	32
I.2.3. Synthèse sur les transitions de comportement des résines polymères.....	38
I.3. Impact de la température et de l’absorption d’eau sur le comportement mécanique des CMO stratifiés.....	40
I.3.1. Sur les propriétés mécaniques des CMO stratifiés.....	40
I.3.2. Sur le scénario d’endommagement dans les CMO stratifiés.....	50
I.3.3. Synthèse.....	55
I.4. Impact du vieillissement en milieu humide sur le comportement mécanique des CMO stratifiés.....	57
I.4.1. Sur les propriétés mécaniques des CMO stratifiés.....	57
I.4.2. Sur le scénario d’endommagement dans les CMO stratifiés.....	63
I.4.3. Synthèse.....	69
I.5. Conclusion du chapitre.....	70
Chapitre II. DE LA FABRICATION DU COMPOSITE AUX METHODES DE CARACTERISATION EXPERIMENTALE.....	73
II.1. Le composite stratifié étudié.....	75
II.1.1. La matrice acrylique Elium 188™.....	75
II.1.2. Les renforts en fibres de verre continues G-Ply™.....	75
II.1.3. Mise en œuvre par infusion sous vide.....	77
II.2. Santé matière du composite stratifié.....	78
II.2.1. Taux volumique de fibres.....	78

II.2.2.	Analyse de la méso- et micro-structure	81
II.2.3.	Taux de porosité.....	82
II.2.4.	Variation de l'épaisseur des plaques.....	83
II.2.5.	Structure des renforts	84
II.2.6.	Capacité d'absorption d'eau de la résine et du composite stratifié	87
II.3.	Caractérisation mécanique expérimentale de la résine et du composite	91
II.3.1.	Démarche d'étude.....	91
II.3.2.	Analyse mécanique dynamique	92
II.3.3.	Essais mécaniques en température.....	94
II.3.4.	Essais de traction quasi-statique	95
II.3.5.	Essais de fatigue uniaxiale.....	103
II.3.6.	Méthode de calcul des incertitudes sur les valeurs des grandeurs expérimentales ..	111
II.4.	Conclusion du chapitre.....	112
Chapitre III. MODELISATION DE L'ENDOMMAGEMENT A L'ECHELLE DU PLI.....		115
III.1.	Introduction.....	117
III.2.	Description du modèle d'endommagement	118
III.2.1.	Loi d'évolution de la rigidité sous un chargement quasi-statique seul.....	120
III.2.2.	Loi d'évolution de la résistance résiduelle en présence d'un endommagement matriciel.....	121
III.2.3.	Loi d'évolution de la rigidité en fatigue cumulé à un endommagement en quasi-statique.....	122
III.2.4.	Loi d'évolution de la déformation résiduelle	123
III.3.	Identification des paramètres du modèle en quasi-statique à 20°C.....	124
III.3.1.	Détermination des propriétés élastiques initiales du composite	124
III.3.2.	Loi d'évolution de l'endommagement matriciel	130
III.3.3.	Couplage endommagement matriciel – résistance dans le sens des fibres.....	140
III.3.4.	Comparaison modèle-essais expérimentaux	143
III.4.	Identification des paramètres du modèle dans le cas d'un chargement en fatigue à 20°C	148
III.4.1.	Evolution de l'endommagement dans la direction des fibres.....	149
III.4.2.	Evolution de l'endommagement matriciel dans le cas d'un chargement engendrant majoritairement du cisaillement	155
III.4.3.	Evolution de l'endommagement matriciel en couplage cisaillement-transverse.....	159
III.5.	Synthèse des paramètres du modèle identifiés à 20°C.....	161
III.6.	Conclusion du chapitre.....	162
Chapitre IV. EFFET DE LA TEMPERATURE SUR LE COMPORTEMENT MECANIQUE DU COMPOSITE EN TRACTION QUASI-STATIQUE		165
IV.1.	Effet de la température sur les propriétés viscoélastiques de la résine et du composite..	167

IV.2.	Effet de la température sur le comportement mécanique de la résine pure	169
IV.3.	Effet de la température sur le comportement mécanique du composite	175
IV.3.1.	Dans la direction des fibres	175
IV.3.2.	Sous un chargement prépondérant en cisaillement	179
IV.3.3.	Dans la direction transverse	188
IV.3.4.	Sous un chargement couplé cisaillement-transverse.....	191
IV.4.	Effet de la température sur le scénario d'endommagement du composite.....	195
IV.5.	Conclusion du chapitre.....	209
Chapitre V.	EFFET DE LA TEMPERATURE SUR LE COMPOSITE SOUMIS A UN CHARGEMENT EN FATIGUE	211
V.1.	Effet de la température sur le comportement sens fibre	213
V.2.	Effet de la température sous un chargement engendrant principalement du cisaillement.....	216
V.3.	Effet de la température sur le comportement couplé cisaillement-transverse.....	222
V.4.	Effet de la température sur le scénario d'endommagement en fatigue.....	229
V.4.1.	Choix de la stratification étudiée	229
V.4.2.	Influence de la température sur le scénario d'endommagement en fatigue	229
V.5.	Effet de la température sur les paramètres du modèle.....	233
V.6.	Conclusion du chapitre.....	234
CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES		237
REFERENCES		241
ANNEXES.....		249

NOMENCLATURE

CONVENTIONS

x scalaire

\vec{x} ou \bar{x} ou $\{x\}$ vecteur

$\bar{\bar{x}}$ tenseur d'ordre 2

$[x]$ matrice

$\langle x \rangle_+$ partie positive de la variable x

$\langle x \rangle_-$ partie négative de la variable x

$|x|$ valeur absolue de de la variable x

Δx variation de la variable x

\dot{x} dérivée temporelle de la variable x

\tilde{x} valeur effective de la variable x

x^{el} l'exposant el désigne la partie élastique de la variable x

x^f l'exposant f désigne la partie de la variable x engendré par un chargement en fatigue

x^p l'exposant p désigne la partie résiduelle de la variable x

x^0 l'exposant 0 désigne la valeur initiale de la variable (avant endommagement)

x^s l'exposant s désigne la partie de la variable x engendré par un chargement en quasi-statique

x^{ult} valeur de la variable x à rupture en traction

x_a l'indice a désigne l'amplitude la variable x lors d'un essai de fatigue

x_k valeur de la variable x du pli d'indice k exprimée dans le repère du pli

$(x)_k$ valeur de la variable x du pli d'indice k exprimée dans le repère du stratifié

x_{moy} l'indice moy désigne la moyenne de la variable x lors d'un essai de fatigue

NOTATIONS

a [MPa^{-m}] paramètre du modèle d'endommagement : couplage entre les forces thermodynamiques pilotant l'endommagement matriciel en statique

a_1 [MPa^{-11-12}] paramètre du modèle d'endommagement : pilotage de l'endommagement en fatigue dans la direction des fibres

a_2 [MPa^{-m1-m2}] paramètre du modèle d'endommagement : influence de la sollicitation transverse sur l'endommagement matriciel en fatigue

$[A], A_{ij}$ [MPa] matrice de raideur de membrane et terme de la matrice de raideur de membrane du stratifié dans le repère du stratifié

b [MPa⁻ⁿ] paramètre du modèle d'endommagement : couplage entre les forces thermodynamiques pilotant l'endommagement matriciel en statique

b_2 [MPa⁻ⁿ¹⁻ⁿ²] paramètre du modèle d'endommagement : influence de la sollicitation transverse sur l'endommagement matriciel en fatigue

c [-] paramètre du modèle d'endommagement : couplage entre l'endommagement transverse et l'endommagement en cisaillement

c [-] cosinus de l'angle θ

d [-] variable d'endommagement de la résine polymère

d_1 [-] variable d'endommagement du pli dans la direction des fibres

d_{12} [-] variable d'endommagement du pli en cisaillement

d_2 [-] variable d'endommagement du pli dans la direction transverse

d_m [-] paramètre du modèle d'endommagement : couplage entre l'endommagement matriciel et la résistance dans le sens des fibres

d_x [-] perte de raideur longitudinale du stratifié

d_λ [-] paramètre du modèle d'endommagement : couplage entre l'endommagement matriciel et la résistance dans le sens des fibres

D [m²/s] coefficient de diffusion

e_k épaisseur du pli n°k

E_D [MPa] énergie de déformation élastique

E_S [GPa] module d'élasticité sécant déterminé sur un cycle de charge-décharge en traction quasi-statique ou module d'élasticité sécant de la matrice

E_S^0 [GPa] module d'élasticité sécant initial

E^* [GPa] module dynamique

E' [GPa] module de stockage

E'' [GPa] module de perte

E_x [GPa] module élastique d'un stratifié dans la direction de chargement

E_m [GPa] module d'Young de la matrice d'un composite

E_f [GPa] module d'Young des fibres composant les renforts d'un composite

E_1 [GPa] module du pli dans le sens des fibres

E_2 [GPa] module du pli dans la direction transverse aux fibres

f [-] fonction de charge pilotant l'écrouissage

f [Hz] fréquence de sollicitation des éprouvettes

F_{max} [N] force maximale imposée lors des essais de fatigue

F_{min} [N] force minimale imposée lors des essais de fatigue
 G_f [GPa] module de cisaillement initial des fibres composant les renforts d'un composite
 G_m [GPa] module de cisaillement initial de la matrice d'un composite
 G_{12} [GPa] module en cisaillement initial du pli
 G_{12s} [GPa] module en cisaillement sécant initial du pli
 h [mm] épaisseur des éprouvettes
 h_{ei} [mm] hauteur des fissures transverses
 k [$s^{-1/2}$] pente initial de la courbe de M_t en fonction de \sqrt{t}
 K [MPa] paramètre du modèle d'endommagement : coefficient linéaire de la loi d'écroutissage cinématique
 $[K], K_{ij}$ [MPa] matrice de raideur et terme de la matrice de raideur du pli dans le repère du pli
 $[K]_k, (K_{ij})_k$ [MPa] matrice de raideur et terme de la matrice de raideur du pli dans le repère du stratifié
 l_1 [-] paramètre du modèle d'endommagement : influence de la sollicitation maximale sur l'endommagement en fatigue dans la direction des fibres
 l_2 [-] paramètre du modèle d'endommagement : influence de l'amplitude de la sollicitation sur l'endommagement en fatigue dans la direction des fibres
 L_0 [mm] longueur de référence d'un extensomètre longitudinal
 L_{0T} [mm] longueur de référence d'un extensomètre transversal
 L_{obs} [mm] longueur de la zone d'observation des endommagements sur la tranche des éprouvettes de composite
 m [-] paramètre du modèle d'endommagement : couplage entre les forces thermodynamiques pilotant l'endommagement matriciel en statique
 m_1 [-] paramètre du modèle d'endommagement : influence de la sollicitation maximale transverse sur l'endommagement matriciel en fatigue
 m_2 [-] paramètre du modèle d'endommagement : influence de l'amplitude de la sollicitation sur l'endommagement en fatigue dans la direction des fibres
 m_{of} [g/m^2] grammage des renforts composant un composite
 m_0 [g] masse initiale des éprouvettes avant conditionnement
 m_p [g] masse d'une plaque de composite
 m_r [g] masse des renforts après imprégnation avec la résine
 m_t [g] masse des éprouvette à un instant t pendant le conditionnement
 M_f [%] taux massique de fibres d'un composite ou d'une éprouvette de composite
 M_m [%] taux massique de matrice d'un composite ou d'une éprouvette de composite

M_t [%] variation relative de la masse des éprouvettes au cours du conditionnement
 M_∞ [%] variation relative de la masse des éprouvettes à saturation
 n [-] paramètre du modèle d'endommagement : couplage entre les forces thermodynamiques pilotant l'endommagement matriciel en statique
 n_1 [-] paramètre du modèle d'endommagement : influence de la sollicitation maximale transverse sur l'endommagement matriciel en fatigue
 n_2 [-] paramètre du modèle d'endommagement : influence de l'amplitude de la sollicitation sur l'endommagement en fatigue dans la direction des fibres
 n_i nombre de fissures transverses de hauteur h_{ei}
 N [-] nombre de cycles à rupture des éprouvettes
 \tilde{p} [mm/mm] variable d'endommagement modélisant l'écrouissage du pli
 R [MPa] variable du modèle d'endommagement modélisant l'écrouissage du pli
 R [-] rapport de charge des essais de fatigue
RH [%] humidité relative
 R_0 [MPa] paramètre du modèle d'endommagement : seuil d'écrouissage
 s [-] sinus de l'angle θ
 t [s] variable représentant le temps
 T_g [°C] température de transition vitreuse des matériaux polymères
 V_f [%] taux volumique de fibres d'un composite ou d'une éprouvette de composite
 Y_A [MPa] paramètre du modèle d'endommagement : couplage entre l'endommagement matriciel et la résistance dans la direction des fibres
 Y_B [MPa] paramètre du modèle d'endommagement : couplage entre l'endommagement matriciel et la résistance dans la direction des fibres
 Y_{Af} [MPa] paramètre du modèle d'endommagement : couplage entre l'endommagement matriciel et la résistance dans la direction des fibres
 Y_{Bf} [MPa] paramètre du modèle d'endommagement : couplage entre l'endommagement matriciel et la résistance dans la direction des fibres
 Y_{d_1} [MPa] force thermodynamique associée à l'endommagement en statique dans la direction des fibres
 Y_{d_2} [MPa] force thermodynamique associée à l'endommagement statique dans la direction transverse aux fibres
 $Y_{d_{12}}$ [MPa] force thermodynamique associée à l'endommagement statique en cisaillement plan
 Y_{eq} [-] force thermodynamique équivalente, calculée à partir de a , n , b , m , Y_{d_2} et $Y_{d_{12}}$
 Y_0 [-] paramètre du modèle d'endommagement : seuil d'endommagement matriciel statique

α [-] paramètre du modèle d'endommagement : couplage entre la sollicitation transverse et la sollicitation prépondérante en cisaillement pour le pilotage de la déformation résiduelle

α_{moy} [°] angle de désorientation des torons de fibres par rapport à l'angle théorique θ

γ [-] paramètre du modèle d'endommagement : exposant de la loi d'érouissage cinématique

γ_1 [-] paramètre du modèle d'endommagement : influence de l'endommagement dans la direction des fibres sur le taux de croissance de l'endommagement dans la direction des fibres en fatigue

γ_2 [-] paramètre du modèle d'endommagement : influence de l'endommagement matriciel sur le taux de croissance de l'endommagement matriciel en fatigue

Transition γ

δ [°] déphasage entre les signaux sinusoïdaux de la contrainte et de la déformation lors d'un essai cyclique

$\tan \delta$ [-] facteur de perte

ε_f^S [mm/mm] contrainte minimale atteinte à la fin d'un cycle de charge-décharge avec paliers de maintien en traction quasi-statique

ε_p [mm/mm] valeur du palier de déformation lors d'un essai de traction quasi-statique

ε_{max} [mm/mm] déformation maximale atteinte pendant un cycle de fatigue

ε_{max}^S [mm/mm] déformation maximale atteinte pendant un cycle de charge-décharge avec paliers de maintien en traction quasi-statique

ε_{max}^{el} [mm/mm] déformation élastique maximum atteinte pendant un cycle de fatigue

$\{\varepsilon_{strat}\}_{(\vec{x}, \vec{y}, \vec{z})} = \begin{Bmatrix} \varepsilon_{xx} \\ \varepsilon_{yy} \\ \gamma_{xy} = 2\varepsilon_{xy} \end{Bmatrix}$ [mm/mm] déformations planes du stratifié dans le repère du stratifié (\vec{x} étant la direction de chargement)

$\{(\varepsilon)_k\}_{(\vec{x}, \vec{y}, \vec{z})} = \begin{Bmatrix} (\varepsilon_{xx})_k \\ (\varepsilon_{yy})_k \\ (\gamma_{xy})_k = 2(\varepsilon_{xy})_k \end{Bmatrix}$ [mm/mm] déformations planes du pli d'indice k dans le repère du stratifié (\vec{x} étant la direction de chargement)

$\{\varepsilon\}_{(\vec{1}, \vec{2}, \vec{3})} = \begin{Bmatrix} \varepsilon_{11} \\ \varepsilon_{22} \\ \gamma_{12} = 2\varepsilon_{12} \end{Bmatrix}$ [mm/mm] déformations planes du pli dans le repère du pli ($\vec{1}$ étant la direction de chargement)

ν_{12} [-] coefficient de Poisson du pli entre les directions 1 et 2 du pli unidirectionnel

ν_{21} [-] coefficient de Poisson du pli entre les directions 2 et 1 du pli unidirectionnel (coefficient de Poisson secondaire)

ν_f [-] coefficient de Poisson des fibres composant les renforts d'un composite

ν_m [-] coefficient de Poisson de la matrice d'un composite

ρ [kg/m³] masse volumique d'un matériau

ρ_f [kg/m³] masse volumique des fibres composant les renforts d'un composite

ρ_m [kg/m³] masse volumique de la matrice d'un composite

$\bar{\rho}_c$ [-] densité de fissures transverses complètes adimensionnée

$\bar{\rho}_p$ [-] densité de fissures transverses partielles adimensionnée

$\bar{\rho}_t$ [-] densité totale de fissures transverses adimensionnée

θ orientation des fibres du pli unidirectionnel par rapport à la direction dans laquelle il est chargé / angle entre les axes du repère d'un pli et les axes du repère du stratifié

σ_f^S [MPa] contrainte minimale atteinte à la fin d'un cycle de charge-décharge avec paliers de maintien en traction quasi-statique

σ_{max} [MPa] contrainte maximale imposée lors des cycles de fatigue

σ_{max}^S [MPa] contrainte maximale atteinte pendant un cycle de charge-décharge en traction quasi-statique

σ_{min} [MPa] contrainte minimale imposée lors des cycles de fatigue

$\{\sigma_{strat}\}_{(\vec{x},\vec{y},\vec{z})} = \begin{pmatrix} \sigma_{xx} \\ \sigma_{yy} \\ \tau_{xy} \end{pmatrix}$ [MPa] contraintes planes du stratifié dans le repère du stratifié, (\vec{x} étant la direction de chargement)

$\{(\sigma)_k\}_{(\vec{x},\vec{y},\vec{z})} = \begin{pmatrix} (\sigma_{xx})_k \\ (\sigma_{yy})_k \\ (\tau_{xy})_k \end{pmatrix}$ [MPa] contraintes planes du pli d'indice k dans le repère du stratifié, (\vec{x} étant la direction de chargement)

$\{\sigma\}_{(\vec{1},\vec{2},\vec{3})} = \begin{pmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \tau_{12} \end{pmatrix}$ [MPa] [MPa] contraintes planes du pli unidirectionnel dans le repère du pli, ($\vec{1}$ étant la direction de chargement)

τ_{12}^{max} [MPa] contrainte en cisaillement maximale prise à 5% de déformation longitudinale

INTRODUCTION

Du fait de leurs nombreux avantages, à savoir notamment leur faible coût, leurs meilleures possibilités de recyclage et de réparation, leur légèreté et leur bonne tenue en fatigue, de nouvelles résines polymères thermoplastiques ont été développées au cours des dernières années pour être employées dans l'industrie des matériaux composites. Ainsi, le projet EFFIWIND a notamment pour objectif de permettre la mise en œuvre de composites à matrice thermoplastique acrylique pour la fabrication de pales d'éolienne. L'utilisation de ce type de composites a un avantage supplémentaire conséquent pour le secteur éolien par rapport aux autres matrices polymères, à savoir la diminution des coûts de fabrication du fait de la polymérisation à température ambiante de la résine acrylique. Ce projet est financé par la Région Nouvelle Aquitaine et l'ADEME dans le cadre du programme Investissement d'Avenir et regroupe plusieurs partenaires industriels et le laboratoire I2M. Les travaux de thèse présentés ici s'inscrivent dans le cadre de ce projet, et avaient notamment pour objectif « industriel » de caractériser mécaniquement les composites à matrice acrylique utilisés pour la fabrication des pales d'éolienne et de proposer des modèles pour leur dimensionnement et leur certification en fatigue.

Les pales d'éolienne sont amenées à fonctionner dans une plage de température de service comprise entre -20 et 60°C, sur des durées de vie générant l'équivalent de 10^8 à 10^9 cycles de fatigue (Mandell et al., 1992). Mais, du fait de leur nature chimique, la réponse mécanique des résines thermoplastiques dépend de la température, et ce, même dans un intervalle éloigné de leur température de transition vitreuse. Cette dépendance se répercute dans une proportion moindre, mais qui reste significative, sur le comportement mécanique et le scénario d'endommagement des composites à matrice thermoplastique. Or, peu de données sont présentes dans la littérature sur ce point. Il devient donc nécessaire d'étudier l'impact de la température sur le comportement mécanique et le scénario d'endommagement en quasi-statique et en fatigue des composites à matrice thermoplastique, pour permettre notamment de mieux prévoir l'évolution de l'endommagement en fatigue des pales d'éolienne dans l'ensemble de leur intervalle de température de service.

En effet, le dimensionnement de structures telles que les pales d'éolienne est, aujourd'hui encore, réalisé par le biais d'une approche normative, basée sur l'utilisation de lois empiriques permettant de décrire le comportement mécanique à l'échelle des stratifiés de manière globale mais non physique. Cette approche a l'avantage d'être peu chronophage si les données expérimentales sont disponibles

et simple à mettre en œuvre, mais elle permet difficilement de traiter de sollicitations complexes et variées, et implique soit de réaliser des campagnes expérimentales conséquentes pour obtenir le comportement en fatigue de tous les stratifiés composant une structure, soit de formuler des hypothèses fortement conservatives qui nuisent à l'optimisation de la conception de structures telles que les pales d'éolienne. Pour pallier à cela, un modèle d'endommagement en quasi-statique et en fatigue à l'échelle du pli unidirectionnel a été développé et enrichi au cours des dernières années par plusieurs auteurs (Caous, 2017; Pierre Ladeveze and LeDantec, 1992; Miot, 2009; Payan, 2004; Payan and Hochard, 2002; Thollon, 2009). Ce modèle permet notamment de mieux décrire la réalité physique, et de réduire la taille des campagnes expérimentales. Les travaux présentés ici suivent cette logique avec deux objectifs principaux. Le premier consiste à valider l'utilisation de ce modèle dans le cas d'un composite à matrice acrylique renforcé de fibres de verre, utilisé pour la fabrication de certaines pales d'éolienne. Le second consiste à étudier l'effet de la température sur le comportement mécanique et le scénario d'endommagement de ce composite en quasi-statique et en fatigue afin d'évaluer les répercussions sur les paramètres du modèle. La démarche d'étude proposée pour traiter de cela a été divisée en cinq étapes, qui sont présentées ci-dessous.

Dans le premier chapitre, un état de l'art sur l'effet de la température et de l'absorption d'eau sur le comportement mécanique des matériaux polymères et des composites à matrice polymère est réalisé. Il montrera notamment qu'un parallèle peut être fait entre les conséquences d'une augmentation de la température et celles d'une augmentation de la teneur en eau sur le comportement mécanique des matériaux polymères et des composites à matrice polymère.

La seconde étape donne, quant à elle, un aperçu global des constituants, du procédé de fabrication et de la santé matière du composite à matrice acrylique renforcé de fibres de verre étudié, mais aussi des méthodes et protocoles expérimentaux mis en œuvre pour caractériser ce dernier ainsi que la matrice non renforcée.

Suite à cela, le modèle d'endommagement sous un chargement quasi-statique et de fatigue à l'échelle du pli considéré ici est décrit. Il est basé sur la modélisation des pertes de raideur et des déformations résiduelles à l'échelle du pli. Ses paramètres sont ensuite identifiés. Cela permettra notamment de valider ou non l'utilisation de ce modèle pour décrire le comportement mécanique en quasi-statique et en fatigue du composite étudié.

L'étude de l'influence de la température sur le comportement mécanique du composite et de la matrice seule sous un chargement de traction quasi-statique est ensuite présentée. Les températures

d'essais ont été sélectionnées dans l'intervalle de température de service des pales d'éoliennes. Cette étude montrera notamment une transition du scénario d'endommagement du composite entre 15 et 40°C.

Enfin, l'étude de l'influence de la température sur le comportement mécanique du composite sous un chargement de fatigue est présentée. Les températures d'essais ont aussi été sélectionnées dans l'intervalle de température de service des pales d'éolienne. Cette étude montrera notamment une diminution de la cinétique de fissuration du composite avec l'augmentation de la température.

Chapitre I.

INFLUENCE DE LA TEMPERATURE ET DE LA TENEUR EN EAU SUR LE COMPORTEMENT MECANIQUE DES MATERIAUX COMPOSITES

Ce chapitre a pour objectif de réaliser un état de l'art sur l'étude de l'effet de la température et de la teneur en eau sur le comportement mécanique des résines polymères pures (donc non renforcées), et sur le comportement mécanique et le scénario d'endommagement en traction quasi-statique et en fatigue des composites stratifiés à matrice polymère.

SOMMAIRE

I.1.	Généralités sur les matériaux composites	23
I.1.1.	Définitions	23
I.1.2.	Scénario d'endommagement des composites stratifiés	24
I.1.3.	Rôle de l'ensimage.....	26
I.1.4.	Les composites à matrice organique.....	27
I.2.	Transition de comportement des résines polymères avec la température et l'absorption d'eau.....	29
I.2.1.	Avec la température.....	29
I.2.2.	Avec l'absorption d'eau.....	32
I.2.3.	Synthèse sur les transitions de comportement des résines polymères.....	38
I.3.	Impact de la température et de l'absorption d'eau sur le comportement mécanique des CMO stratifiés.....	40
I.3.1.	Sur les propriétés mécaniques des CMO stratifiés.....	40
I.3.2.	Sur le scénario d'endommagement dans les CMO stratifiés	50
I.3.3.	Synthèse	55
I.4.	Impact du vieillissement en milieu humide sur le comportement mécanique des CMO stratifiés.....	57
I.4.1.	Sur les propriétés mécaniques des CMO stratifiés.....	57
I.4.2.	Sur le scénario d'endommagement dans les CMO stratifiés	63
I.4.3.	Synthèse	69
I.5.	Conclusion du chapitre.....	70

I.1. Généralités sur les matériaux composites

I.1.1. Définitions

Un matériau composite est défini comme un assemblage de deux matériaux distincts ou plus. Cet assemblage permet d'obtenir un nouveau matériau dont les performances globales sont meilleures que celles de ses composants pris séparément. Il a généralement deux constituants : le renfort qui a pour rôle d'assurer la tenue mécanique du matériau grâce à ses caractéristiques mécaniques élevées et la matrice qui a pour rôle d'assurer la cohésion de la structure et les transferts de charges aux renforts. La matrice peut également fournir aux renforts une protection contre de potentielles agressions chimiques provenant de l'environnement extérieur.

Il existe différents types de renforts, qui peuvent être séparés en trois grandes catégories : les renforts particuliers ou fibreux, les renforts à fibres courtes (jusqu'à 50mm de long) et les renforts à fibres longues (longueur supérieure à 50mm).

De plus, un composite renforcé de fibres longues est qualifié de « stratifié » lorsqu'il est constitué d'un empilement de plis unidirectionnel comme multidirectionnel. Il existe deux types de stratifiés : les monolithiques composés uniquement de plis renfort-matrice, et les sandwichs, pour lesquels une âme est introduite entre deux stratifiés monolithiques afin de les rendre plus rigides en flexion. Seuls les composites stratifiés monolithiques sont considérés dans le cadre de ces travaux de thèse.

Un stratifié est constitué de plis, eux-mêmes constitués de torons de fibres imprégnés de résine. En conséquence, trois échelles de travail peuvent être définies :

- L'échelle macroscopique correspond à l'échelle du stratifié, pour laquelle le matériau est considéré comme homogène. Les contraintes et les déformations sont alors exprimées dans le repère $(\vec{x}, \vec{y}, \vec{z})$ (Figure I-1).
- L'échelle mésoscopique correspond à l'échelle du pli unidirectionnel composant le stratifié, pour laquelle chaque couche est considérée comme homogène (pas de distinction entre les fibres et la matrice). Les contraintes et déformations sont alors exprimées dans le repère $(\vec{1}, \vec{2}, \vec{3})$ (Figure I-1).
- L'échelle microscopique correspond à l'échelle des constituants du stratifié, pour laquelle une distinction entre les fibres et la matrice est faite.

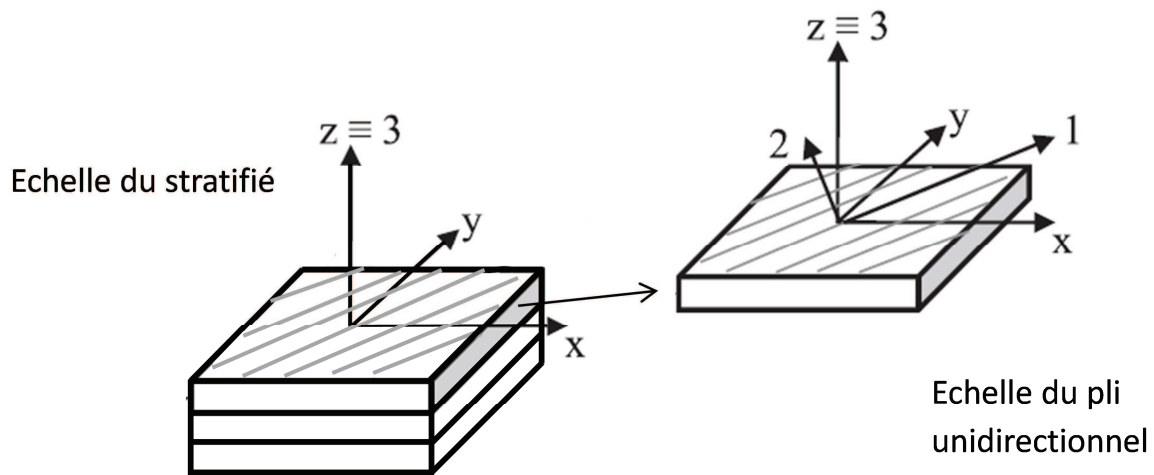


Figure I-1 : Définition du repère du stratifié et du repère d'un pli unidirectionnel composant ce stratifié

Le comportement mécanique d'un stratifié étant déterminé par le comportement mécanique des plis qui le composent, on se place le plus souvent à l'échelle du pli. La relation entre le comportement du stratifié et celui des plis est ensuite obtenue en utilisant la théorie des stratifiés (présentée en ANNEXE A), en faisant l'hypothèse des petites déformations, d'un état de contraintes plan et d'interfaces entre plis parfaites (Gay, 1997).

Dans le repère du pli $(\vec{1}, \vec{2}, \vec{3})$, la direction $\vec{1}$ correspond généralement à la direction des fibres. Ainsi, du fait de l'hypothèse des contraintes planes, le comportement sens fibres est défini comme le comportement dans la direction $\vec{1}$, le comportement transverse comme celui dans la direction $\vec{2}$, et le comportement hors-axes comme celui dans une direction quelconque dans le plan $(\vec{1}, \vec{2})$, autre que les directions $\vec{1}$ et $\vec{2}$. Les chargements hors plan (direction quelconque dans les plans $(\vec{1}, \vec{3})$ et $(\vec{2}, \vec{3})$ autre que les directions $\vec{1}$ et $\vec{2}$) ne sont généralement pas considérés dans la théorie des stratifiés.

I.1.2. Scénario d'endommagement des composites stratifiés

Les matériaux composites offrent de très bonnes propriétés mécaniques mais ces dernières peuvent se dégrader très rapidement avec l'apparition d'endommagements dans le matériau, et ce même pour de faibles niveaux de chargement (Calcaterra and Mall, 1999; Praveen and Reddy, 1998; Mahmood M. Shokrieh and Lessard, 1997; Tserpes et al., 2004). Dans le cas de composites stratifiés à plis unidirectionnels, les mécanismes d'endommagements sont caractérisés par l'apparition de décohésions fibre-matrice, de fissures matricielles, de délaminages et de ruptures de fibres (Figure I-2). Ils interviennent à différentes échelles (micro, méso et macro) et peuvent interagir entre eux. La ruine d'un composite n'est donc pas due à un seul mécanisme d'endommagement mais à une combinaison de ces mécanismes (Huchette, 2005; Revest, 2011).

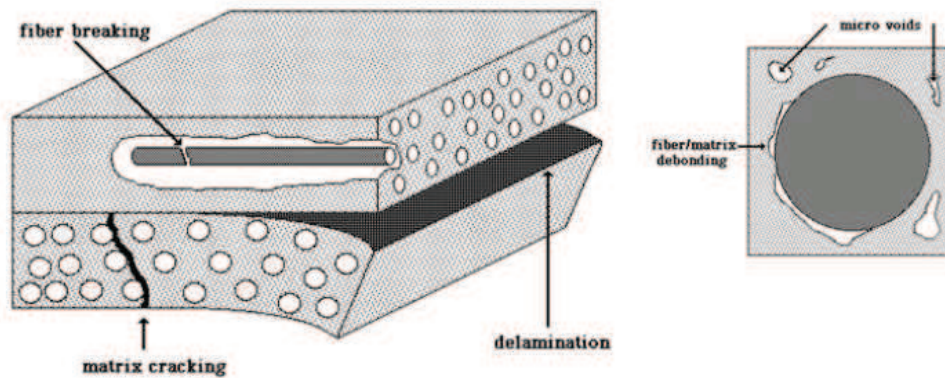


Figure I-2 : Les différents mécanismes d'endommagement observés dans un stratifié (Revest, 2011)

L'apparition et le développement des endommagements dans les stratifiés chargés en traction quasi-statique ou en fatigue ont été étudiés dans de nombreux travaux (Brunner et al., 2015; Calcaterra and Mall, 1999; Diao et al., 1995; O'Brien, 1988; Praveen and Reddy, 1998; Revest, 2011; Mahmood M. Shokrieh and Lessard, 1997; Mahmood M Shokrieh and Lessard, 1997; Tong, 2002, 2001; Tserpes et al., 2004; Varna et al., 1999). Dans le cas d'un stratifié conservé et testé dans l'air ambiant, le scénario communément observé est le suivant : on observe tout d'abord l'apparition de décohésions fibres/matrice à l'échelle microscopique. Ces décohésions peuvent ensuite coalescer en fissures, principalement dans les plis les plus désorientés par rapport à la direction de chargement. Elles vont ensuite se propager parallèlement aux fibres dans l'épaisseur et la largeur du pli dans lequel elles se sont formées, pour former une fissure transverse (Figure I-3).

Les fissures transverses sont généralement stoppées par la présence d'un pli orienté dans une autre direction. Du délaminage peut alors apparaître au niveau des pointes de fissures (Figure I-4), fragilisant ainsi les fibres du pli voisin, qui peuvent alors rompre prématurément. Ce sont ces ruptures multiples de fibres qui entraînent la ruine du stratifié. L'accumulation de ces endommagements inter-fibres génère des redistributions de charge dans et entre les plis. Cependant en quasi-statique, de par le contraste important entre la rigidité des fibres et de la matrice, ces redistributions jouent un rôle assez faible sur la rupture des fibres et donc sur le niveau de rupture du stratifié. En fatigue, l'accumulation des endommagements inter-fibres peut être bien plus important et affecter la capacité de la matrice à répartir les charges entre les renforts, provoquant une rupture séquentielle des fibres qui entraîne la ruine du stratifié (Caous, 2017; Eyer et al., 2017; Hochard et al., 2014).

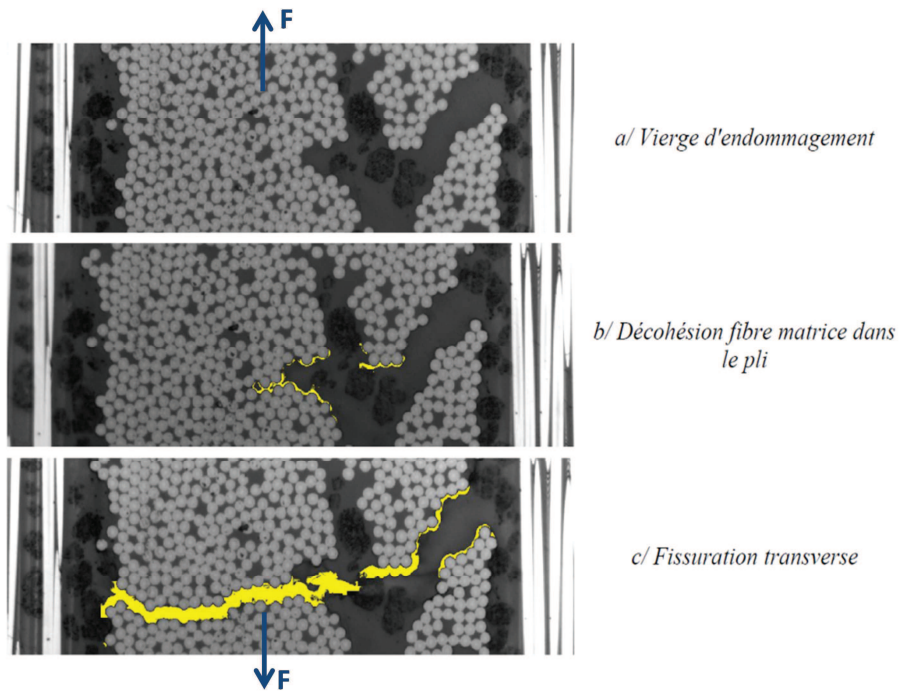


Figure I-3 : Développement de micro-endommagements, coalesçant ensuite en une fissure transverse dans un stratifié $[0_2/90_{12}]_s$ époxy/fibres de carbone (Huchette, 2005)

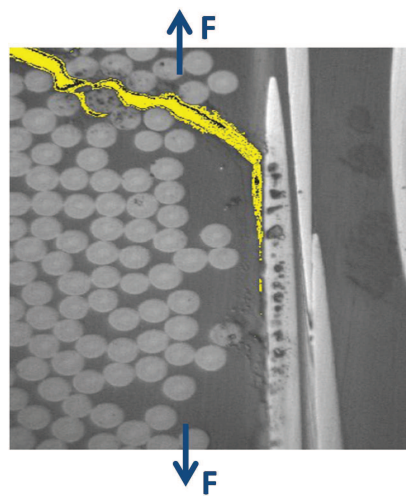


Figure I-4 : Présence d'un micro-délaminage en pointe d'une fissure transverse à cœur d'un stratifié $[0_2/90_3]_s$ époxy/fibres de carbone (Huchette, 2005)

I.1.3. Rôle de l'ensimage

L'ensimage est un traitement de surface appliqué sur la surface des fibres ayant vocation à faciliter les différentes étapes de la mise en œuvre du composite mais aussi à améliorer la cohésion entre les fibres et la matrice, afin notamment d'obtenir de meilleures propriétés mécaniques en repoussant l'apparition des mécanismes d'endommagement inter-fibres. C'est un mélange de plusieurs constituants dont la formulation exacte est propre à chaque fabricant de renforts fibreux. Il est donc assez difficile d'obtenir des informations précises dessus. Toutefois, dans le cas des fibres de verre,

l'ensimage contient souvent du silane, dont le but est de réagir avec le silicium contenu dans les renforts et ainsi augmenter l'accroche entre les fibres et la matrice (Mäder et al., 2007; Dey et al., 2014; Kim et al., 2014; Wu et al., 1997; Feresenbet et al., 2003).

L'agent de couplage permettant la cohésion entre fibres et matrice, n'est donc qu'un constituant de l'ensimage parmi les autres, présent en faible proportion, mais c'est le constituant le plus influent sur la qualité du produit fini. Son efficacité dépend principalement de sa compatibilité chimique avec la matrice (Wu et al., 1997). De nombreux travaux, tels que ceux de (Feresenbet et al., 2003; Cinquin et al., 1990; Tanoglu et al., 2001; Mäder et al., 1994; Thomason, 1995; Mäder et al., 1996; Zhao and Takeda, 2000; Gao and Mäder, 2002; Etcheverry et al., 2008; Boufaïda, 2015), ont mis en évidence le rôle primordial d'un ensimage optimisé pour améliorer au maximum les propriétés mécaniques des composites. Cela souligne la nécessité de considérer les interfaces fibres/matrice séparément de la matrice et des fibres, avec des propriétés mécaniques qui leur sont propres, même si leurs dimensions sont faibles : quelques nanomètres à quelques micromètres (Gao and Mäder, 2002; Kim et al., 2014). On considère alors que les composites sont constitués de trois phases : la matrice, les fibres et les interfaces fibres/matrice.

De plus, comme nous le verrons par la suite, plusieurs travaux ont montré que la qualité de l'ensimage avait un rôle important sur l'impact de la température et du vieillissement par absorption d'eau sur les propriétés mécaniques et la tenue en fatigue des composites stratifiés (Arvanitopoulos and Koenig, 1996; Hu et al., 2014; Sorrentino et al., 2017).

I.1.4. Les composites à matrice organique

Les matériaux composites peuvent être séparés en trois grandes catégories, suivant la nature de leur matrice : les composites à matrice organique (CMO), les composites à matrice métallique (CMM) et les composites à matrice céramique (CMC) (Berthelot, 1996). Seuls les CMO sont considérés dans les travaux présentés ici.

Les matrices organiques polymères se divisent en deux grandes familles : les matrices thermodurcissables et les matrices thermoplastiques (Boufaïda, 2015; Carrega, 2000; Paris, 2011).

a- Les matrices thermodurcissables

Une matière thermodurcissable est généralement mise en forme via une réaction chimique exothermique irréversible entre une résine de base et un durcisseur (ou catalyseur), appelée polymérisation. De ce fait, elle ne peut être mise en forme qu'une seule fois, et le produit fini,

généralement rigide, est infusible. C'est ce qui rend les matières thermodurcissables difficilement recyclables. De plus, du fait de leur fragilité, elles sont rarement utilisées sans renfort. Par contre, grâce au réseau de liaison tridimensionnel formé lors de la polymérisation, leurs propriétés thermomécaniques sont meilleures que celles des matières thermoplastiques. C'est ce qui fait qu'elles sont majoritairement utilisées pour la fabrication de pièces et structures intégrant des CMO.

Les résines polyester, époxydes, phénoliques et polyimides sont les plus utilisées (Boufaïda, 2015; Paris, 2011).

b- Les matrices thermoplastiques

Par définition, une matière thermoplastique désigne une matière qui, de manière répétée, se ramollit lorsqu'elle est chauffée au-dessus d'une certaine température et redevient rigide lorsqu'elle est refroidit en-dessous de cette dernière, sans se dégrader. Cette transformation est alors qualifiée de « réversible ». C'est ce qui rend les matières thermoplastiques potentiellement recyclables. Par contre, c'est aussi ce qui leur confère une faible capacité thermomécanique, puisque leurs propriétés mécaniques dépendent de manière significative de la température. De plus, leur résistance aux agressions chimiques est faible et leur vieillissement est peu ou mal connu (Boufaïda, 2015).

Les matières thermoplastiques sont constituées de polymères à chaînes linéaires. Leur structure moléculaire est soit amorphe, soit semi-cristalline (c'est-à-dire constituée d'une partie amorphe et d'une partie cristalline). Les chaînes d'une microstructure amorphe ne sont pas organisées, contrairement à celles d'une microstructure cristalline. Dans un polymère semi-cristallin, ces deux types d'organisation de chaînes cohabitent. Les polymères amorphes sont infusibles et les polymères semi-cristallins ont de meilleures caractéristiques thermomécaniques du fait de la présence d'un réseau cristallin.

Contrairement aux matières thermodurcissables, les matières thermoplastiques ne sont pas transformées par réaction chimique, puisqu'elles peuvent être mises en forme directement lorsqu'elles sont à l'état ramolli. Les principaux avantages de ces matières sont généralement leur faible coût, leur légèreté et leur recyclabilité. C'est ce qui fait qu'elles ne sont de plus en plus souvent employées dans l'industrie composite.

Elles peuvent être séparées en trois catégories, suivant leur utilisation industrielle (Boufaïda, 2015) :

- Les polymères de « grande diffusion » dont les propriétés mécaniques sont plus faibles mais dont le coût est compatible avec la production en grande série.

- Les polymères d'« utilisation technique », dont les propriétés mécaniques sont supérieures à celles de la catégorie précédente et qui sont utilisés pour la fabrication de pièces et de structures industrielles courantes.
- Les polymères de « hautes performances », dont les propriétés mécaniques spécifiques sont élevées, tout comme leur coût.

Les résines à base de polyester thermoplastique, de polyamide, de polycarbonate et de polychlorure de vinyle (PVC) sont les plus utilisées.

I.2. Transition de comportement des résines polymères avec la température et l'absorption d'eau

I.2.1. Avec la température

Les composites à matrice polymère ont de nombreuses propriétés avantageuses telles que leur faible densité, leur résistance élevée à la corrosion, leur rigidité et leur résistance mécanique élevées et leur grande tenue en fatigue. Mais leurs propriétés thermomécaniques sont faibles du fait de la nature de leur matrice. Ainsi, leur température maximum de service est généralement comprise entre 80 et 150°C : celles des résines époxy les plus couramment utilisées se situent autour de 120°C par exemple (Aglan et al., 1992). Il existe toutefois des polymères capables de supporter des températures plus élevées en service, tels que les résines polyimide par exemple, dont la température maximum de service peut atteindre 315°C (Scala, 1987).

La température maximum de service correspond à la température à partir de laquelle le ramollissement du polymère considéré est tel que ses propriétés mécaniques s'effondrent. Ce phénomène se produit lorsque la température d'utilisation se rapproche de sa température de transition vitreuse du polymère (T_g), qui correspond au passage du polymère d'un état vitreux à un état caoutchouteux. Cette transition est associée à d'importants mouvements des chaînes macromoléculaires du polymère qui entraînent le ramollissement du polymère (Hall, 1989). La plage de température de la transition vitreuse est plus ou moins grande suivant le type du polymère considéré. En effet, les polymères amorphes ont une transition plutôt brutale tandis que celle des polymères semi-cristallins est plus progressive.

Un polymère dont la transition vitreuse se situe en-dessous de la température d'utilisation aura un comportement mécanique plutôt ductile, alors qu'un polymère dont la transition vitreuse se situe au-dessus de la température d'utilisation aura un comportement mécanique plutôt fragile. De plus,

lorsque la température diminue dans la plage où il est à l'état vitreux, un polymère peut présenter deux autres transitions de comportement, communément nommées transitions β et γ (Carrega, 2000; Florea et al., 2015; Kaeble, 1987; Salleh et al., 2014). Ces dernières sont vraisemblablement dues, respectivement, à de petits mouvements de chaînes secondaires du polymère (Arridge and Speake, 1972) et à des mouvements locaux de segments du polymère comportant au moins quatre atomes de carbone (Ochi et al., 1982). Ces transitions peuvent être plus ou moins éloignées de la température de transition vitreuse, se produire sur un intervalle de température d'étendue différente et avoir une influence différente sur les propriétés des polymères, du fait de la nature chimique de chaque polymère. Ainsi, le comportement mécanique de deux polymères dont la température de transition vitreuse est similaire et supérieure à la température d'utilisation n'aura pas forcément la même sensibilité à la température du fait de la nature chimique de ces deux polymères.

Plusieurs méthodes permettent de caractériser ces transitions, notamment la Calorimétrie Différentielle à Balayage (DSC) et l'Analyse Mécanique Dynamique (DMA). La DMA permet aussi d'étudier le comportement viscoélastique des polymères. De ce fait, c'est cette méthode qui a été privilégiée dans les travaux présentés ici. Elle est décrite brièvement ci-dessous.

Le viscoanalyseur utilisé pour la DMA permet d'appliquer à un échantillon une force sinusoïdale à une fréquence donnée et de mettre en évidence les variations de la raideur et de la capacité d'amortissement en mesurant la réponse en déformation du matériau. Ainsi, le module dynamique E^* est défini comme le rapport entre l'amplitude des contraintes σ_a et l'amplitude des déformations ε_a et correspond à la raideur du matériau. Les phénomènes d'amortissement engendrant un déphasage δ entre les signaux sinusoïdaux de la contrainte et de la déformation, la raideur du matériau est représenté par un module complexe. Par conséquent, le module dynamique est constitué d'une partie réelle définie comme le module de stockage E' et d'une partie imaginaire, définie comme le module de perte E'' :

$$E^* = \frac{\sigma_a}{\varepsilon_a} = E' + iE'' \quad (1.1)$$

Le déphasage δ est, quant à lui, défini comme l'écart de phase entre les réponses sinusoïdales de la contrainte et de la déformation, et sa tangente $\tan \delta$, communément nommée facteur de perte, caractérise la capacité d'amortissement du matériau. Elle est définie comme le rapport entre le module de stockage et le module de perte (Feng and Guo, 2016) :

$$\tan \delta = \frac{E''}{E'} \quad (1.2)$$

Une chute brutale du module de stockage accompagnée d'un pic du module de perte et du facteur de perte caractérise la transition vitreuse d'un polymère. Les transitions β et γ se caractérisent de la même manière mais la chute du module de stockage et le pic du module de perte et du facteur de perte sont moins importants (Figure I-5) (Carrega, 2000; Florea et al., 2015; Kaeble, 1987; Salleh et al., 2014).

La température de transition vitreuse peut être déterminée à partir des résultats de DMA selon différentes méthodes (Akay, 1983; Carrega, 2000; Gabbott, 2008). Dans l'étude présentée ici, toutes les températures de transition vitreuses sont définies comme la température correspondant à la valeur maximale du facteur de perte.

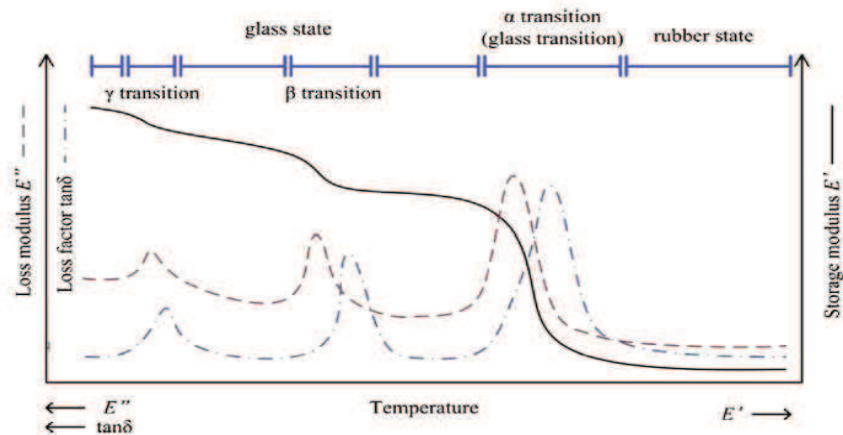


Figure I-5 : Variations typiques des propriétés mécaniques dynamiques des polymères avec la température (Feng and Guo, 2016)

De manière générale, les travaux traitant de l'influence de la température sur les propriétés mécaniques des polymères en traction mettent en évidence une chute de la raideur et de la résistance mécanique, accompagnée d'une augmentation de la déformation à rupture, lorsque la température d'essai se rapproche de la température de transition vitreuse (Andrews, 1968; Crochon, 2012; Riande et al., 1999). Il est important de noter que les variations des propriétés mécaniques peuvent être observées dans des intervalles de températures bien en-dessous de la température de transition vitreuse, comme montré en Figure I-6 pour le PMMA dont la T_g vaut 105°C (Andrews, 1968; Riande et al., 1999). Ainsi, entre 4 et 40°C, le comportement du PMMA est plutôt fragile, alors qu'à partir de 40°C, il est plutôt ductile.

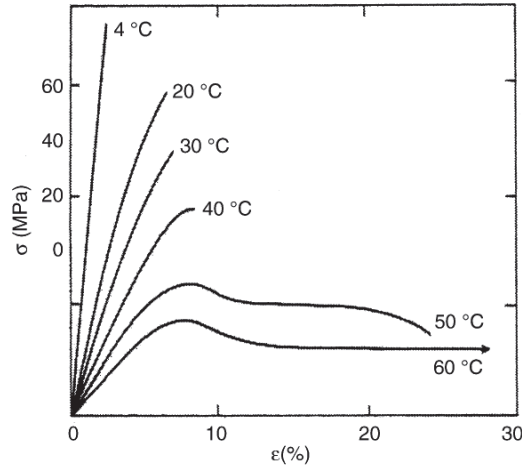


Figure I-6 : Courbes contrainte-déformation du PMMA (T_g de 105°C) chargé en traction monotone quasi-statique (Andrews, 1968; Riande et al., 1999)

I.2.2. Avec l'absorption d'eau

a- Capacité d'absorption d'eau des résines polymères

La capacité d'absorption d'eau d'un polymère dépend principalement de sa nature et est fortement diminuée lorsque ce dernier est renforcé, puisque la résine ne représente qu'une certaine proportion du composite (Davies et al., 2017; Glaskova-Kuzmina et al., 2016; Malpot et al., 2015; Nash et al., 2018). Cette capacité d'absorption d'eau peut être caractérisée en mesurant régulièrement la masse d'échantillons après les avoir immergés dans de l'eau (Malpot et al., 2015; Davies et al., 2017; Nash et al., 2018) ou après les avoir placés dans un dessiccateur à un taux d'humidité relative supérieur à 50% (Glaskova-Kuzmina et al., 2016). Il est alors possible de déterminer leur gain relatif de masse M_t en fonction du temps d'exposition en utilisant la relation suivante :

$$M_t(\%) = \frac{m(t) - m_0}{m_0} * 100 \quad (I.3)$$

où m_0 est la masse initiale de l'échantillon et $m(t)$ sa masse à l'instant t . Les échantillons sont généralement préalablement asséchés, en étuve par exemple, pour que leur état initial de départ soit le même.

Si une saturation du gain relatif de masse est observée, alors la cinétique d'absorption d'eau d'une résine ou d'un composite peut généralement être modélisée par une loi de Fick à une dimension, définie par l'équation suivante :

$$\frac{M_t}{M_\infty} = 1 - \frac{8}{\pi^2} \sum_{n=0}^{\infty} \frac{1}{(2n+1)^2} \exp\left(\frac{-D(2n+1)^2\pi^2 t}{h^2}\right) \quad (1.4)$$

où M_∞ est le gain relatif de masse à saturation, D le coefficient de diffusion, t le temps et h l'épaisseur de l'échantillon (Glaskova-Kuzmina et al., 2016; Malpot et al., 2015). Selon (Shen and Springer, 1975), cette expression peut être, approximée par l'équation :

$$\frac{M_t}{M_\infty} = 1 - \exp\left(-7.3 \left(\frac{Dt}{h^2}\right)^{0.75}\right) \quad (1.5)$$

Le coefficient de diffusion D peut être calculé via l'équation ci-dessous, où k représente la pente initiale de la courbe de M_t en fonction de \sqrt{t} :

$$D = \pi \left(\frac{hk}{4M_\infty}\right)^2 \quad (1.6)$$

Si aucune saturation du gain relatif de masse n'est observée, d'autres modèles peuvent être appliqués, comme par exemple le modèle de Langmuir (Carter and Kibler, 1978; Foulc et al., 2005).

Les résultats obtenus par (Malpot et al., 2015) dans le cas d'une résine PA6.6 pure et validés par d'autres travaux de la littérature (Monson et al., 2008) sont présentés en Figure I-7(a). Ils montrent que ce type de résine absorbe une quantité importante d'eau – sa masse augmente de presque 10% – comparé à d'autres types de polymères telle que la résine acrylique Elium™ par exemple, où la prise en masse maximum reste inférieure à 2% (Figure I-8) (Davies et al., 2017). De plus, de manière générale, les polymères thermodurcissables absorbent plus d'eau que les polymères thermoplastiques (Ma and Yur, 1991; Selzer and Friedrich, 1997) et atteignent leur niveau de saturation plus rapidement (Franco et al., 2008). Ainsi, la cinétique d'absorption d'eau et la capacité d'absorption maximale dépendent fortement de la nature du polymère (Li, 2000).

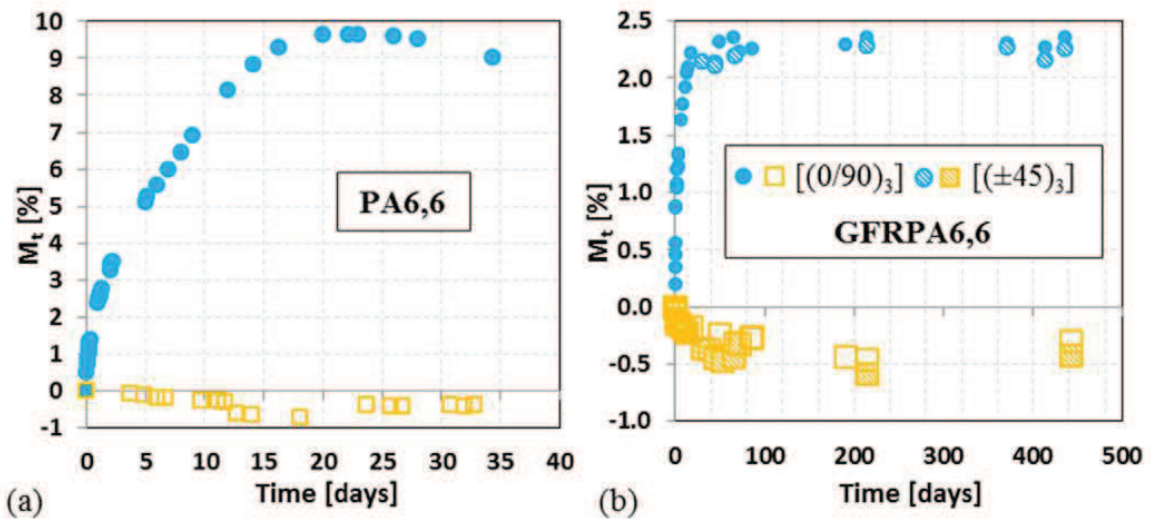


Figure I-7: Evolution du gain relatif de masse en fonction du temps lors de l'assèchement (\square jaune) et de l'immersion dans l'eau (\circ en bleu) d'échantillon de résine PA6.6 (a) pure et (b) renforcé de fibres de verre courtes (Malpot et al., 2015)

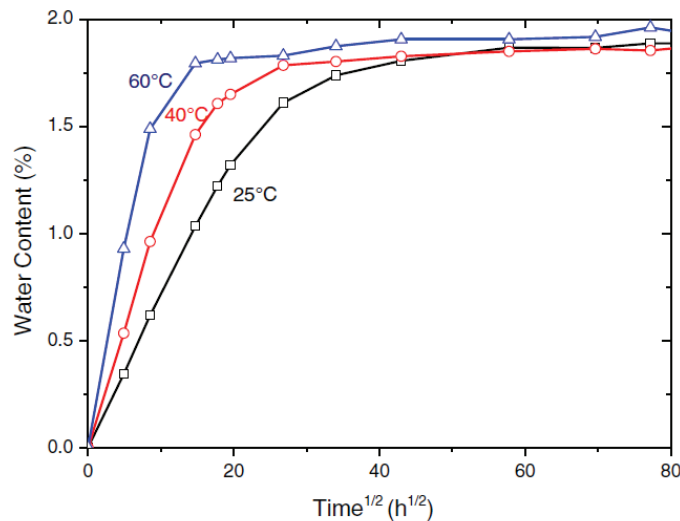


Figure I-8 : Evolution du gain relatif de masse dans le cas d'une immersion dans de l'eau de mer à 25, 40 et 60°C d'échantillons de résine acrylique Elium™ (Davies et al., 2017)

b- Phénomènes engendrés par l'absorption d'eau dans les résines polymères

La teneur en eau d'un polymère peut avoir un effet sur le comportement mécanique de ce dernier. En effet, l'absorption d'eau par les résines polymères peut engendrer un effet de plastification, du fait, principalement, de la présence de liaisons hydrogène fortes dans ces dernières (Arif et al., 2014; Malpot et al., 2015). Cet effet se caractérise par une augmentation de la mobilité des chaînes, qui entraîne à la fois une diminution de la température de transition vitreuse (Figure I-9), de la raideur et de la résistance de la résine mais aussi une augmentation de la ductilité de cette dernière (Broudin et al., 2015; Hassan et al., 2012; Jia et al., 2004; Malpot et al., 2015; Rocha et al., 2017).

L'absorption d'eau peut aussi conduire à un effet de gonflement (dilatation hybride), lorsqu'une certaine quantité d'eau est absorbée (Bergeret et al., 2009, 2001; Carrascal et al., 2005; Monson et al., 2008). Enfin, l'absorption d'eau peut aussi conduire à une hydrolyse de la matrice et à l'apparition de microfissures matricielles (Gautier et al., 1999; Ghorbel and Valentin, 1993; Mouzakis et al., 2008). Là où l'effet de plastification est considéré comme réversible, le vieillissement chimique, qui correspond à une hydrolyse se produisant pendant une longue durée et qui fragilise le matériau en provoquant des scissions de chaînes macromoléculaires, est, quant à lui, généralement irréversible (Launay et al., 1994). Il est en de même pour la microfissuration matricielle.

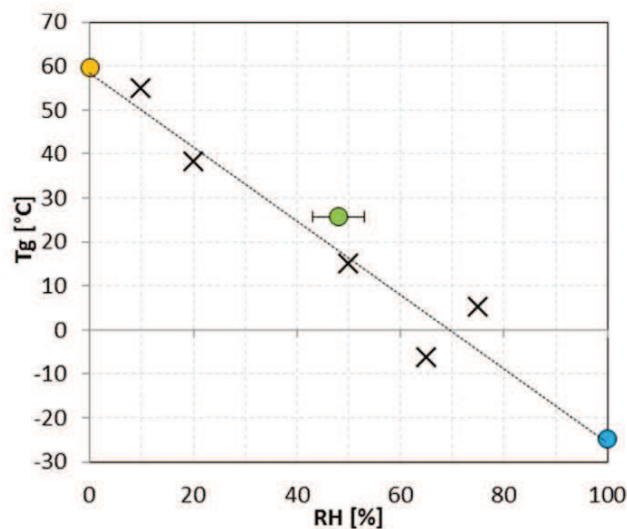


Figure I-9 : Evolution de la température de transition vitreuse en fonction de la teneur en eau pour un composite stratifié à matrice PA6,6 renforcé de fibres de verre (ronds) - Comparaison avec une étude de (Launay et al., 2013) sur un composite PA6,6GF35 (croix x) (Malpot et al., 2015)

Ainsi, l'absorption d'eau peut faire apparaître à la fois des phénomènes réversibles et des phénomènes irréversibles dans le polymère. La courbe d'absorption d'eau peut alors se séparer en deux phases : la première où seuls des phénomènes réversibles se sont produits, et la seconde où les deux types de phénomènes sont présents et où on parle alors de vieillissement du matériau (Figure I-10). Pour une épaisseur d'échantillons donnée, la première phase est plus ou moins longue suivant la nature du polymère considérée, ce qui fait que pour certains polymères, la seconde phase n'est jamais observée du fait des échelles de temps mises en jeu (Davies et al., 2017). L'épaisseur des échantillons jouent aussi un rôle : plus l'épaisseur est faible, plus la première phase est courte (El Yagoubi et al., 2012).

Toutefois, il reste envisageable que des phénomènes irréversibles aient été engendrés au cours de la première phase mais que leurs effets sur le comportement mécanique du polymère ne soient pas significatifs. Il est aussi possible d'imaginer que des phénomènes irréversibles se soient produits mais

que leurs conséquences sur le comportement mécanique du polymère se compensent. Une manière de savoir si des phénomènes irréversibles majeurs (i.e. qui entraînent une dégradation des propriétés mécaniques) se sont produits lors de l'absorption d'eau par un polymère consiste à obtenir les propriétés mécaniques de ce dernier après l'avoir sorti du milieu d'exposition et asséché de façon à ce qu'il retrouve sa teneur en eau de référence. Si les propriétés mécaniques initiales sont recouvrées suite à l'assèchement, alors aucun phénomène irréversible majeur ne s'est produit. En répétant cette opération à différents temps d'exposition, il est possible de déterminer le seuil temporel d'apparition des phénomènes irréversibles majeurs. Cependant, comme nous le verrons dans la suite du chapitre, cette méthode reste peu appliquée dans la littérature, que ce soit pour les polymères ou les CMO stratifiés.

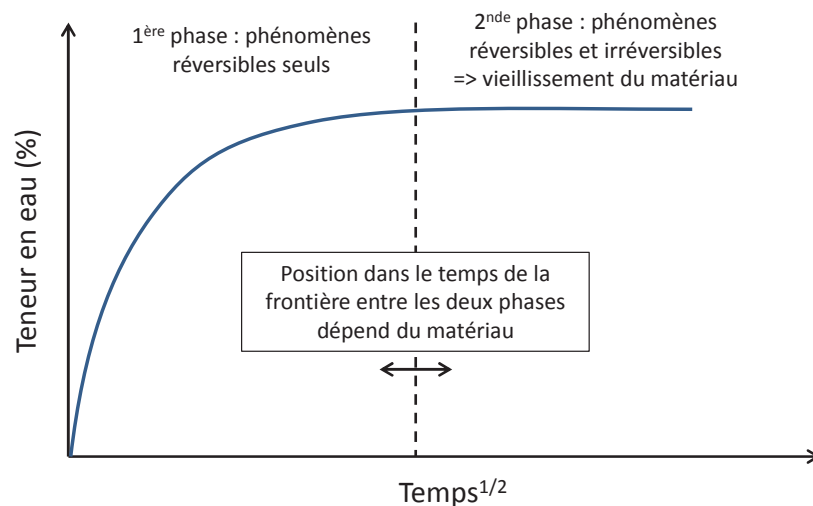


Figure I-10 : Phases de la courbe d'absorption d'eau d'un matériau

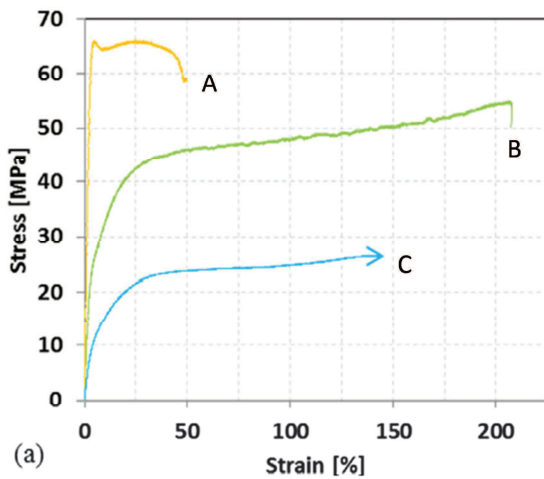
Enfin, des travaux de la littérature ont montré que plus la température de l'environnement dans lequel le composite se trouve est élevée, plus son absorption d'eau est rapide et plus le délai d'apparition du ou des premiers phénomènes irréversibles peut se raccourcir (Davies et al., 2017; Ellyin and Rohrbacher, 2003; Kotsikos et al., 2000). En conséquent, la probabilité que des mécanismes de dégradation se soient produits dans le polymère augmente drastiquement lorsque l'absorption d'eau se fait en température. De plus, au-delà d'un seuil de température, des mécanismes de dégradation propres à la température élevée de l'eau peuvent apparaître (Kotsikos et al., 2000). De ce fait, l'accélération de la cinétique d'absorption des polymères en laboratoire par l'augmentation de la température de l'air ou de l'eau d'immersion pour réduire le temps d'exposition doit se faire prudemment, afin de rester représentatif de ce qu'il se passe à température ambiante (Kotsikos et al., 2000).

c- Impact sur les propriétés mécaniques

De nombreux travaux de la littérature ont étudié l'effet de la teneur en eau sur le comportement mécanique en quasi-statique des polymères, et certains d'entre eux portent sur des résines acryliques Elium™ (Davies et al., 2017; Nash et al., 2018).

Ainsi, les travaux de (Davies et al., 2017) ont consisté à déterminer l'influence de l'absorption d'eau de mer sur les propriétés mécaniques en traction quasi-statique de la résine acrylique Elium™, après immersion en eau de mer pendant 16, 77 et 365 jours, à trois températures différentes : 25, 40 et 60°C, avec un renouvellement régulier de l'eau de mer. La saturation de la masse des éprouvettes a été atteinte à chaque température mais à des temps différents : environ 75 jours à 25°C et environ 140 jours à 40 et 60°C. Les résultats des essais de traction quasi-statique ont mis en évidence une diminution d'environ 20% du module et de la résistance mécanique de la résine acrylique pure quelle que soit la température de l'eau. La déformation à rupture ne varie, quant à elle, pas significativement avec l'augmentation de la teneur en eau. De plus, (Davies et al., 2017) montrent que les propriétés mécaniques initiales du polymère sont recouvrées après assèchement des éprouvettes, ce qui semble indiquer qu'aucun mécanisme de dégradation majeur ne s'est produit au cours de la phase d'absorption d'eau.

Les mêmes tendances ont été observées au niveau du module d'élasticité et de la contrainte à rupture par (Malpot et al., 2015) sur une matrice PA6.6, mais les variations sont plus importantes puisque le module chute de 85% et la contrainte à rupture de 60% (Figure I-11). La déformation à rupture, elle, augmente de plus de 76%. Ces résultats peuvent s'expliquer par un effet de plastification plus important dans le cas de la matrice PA6.6, puisque sa capacité d'absorption est environ 5 fois plus importante que celle de la résine Elium™ (cf. Figure I-7 & Figure I-8). Cependant, aucun commentaire n'est fait sur la réversibilité ou non des propriétés mécaniques de cette résine PA6.6. Il n'est donc pas possible d'exclure que des mécanismes de dégradations aient participé à la plus grande sensibilité à la teneur en eau de la résine PA6.6.



(b)	Dry	Reference	Wet
E [MPa]	1980 ± 150	779 ± 200	291 ± 90
σ^{\max} [MPa]	66 ± 10	55 ± 10	> 26
ϵ^R [%]	50 ± 5	207 ± 20	> 136

A/ éprouvettes asséchée en étuve à 35°C jusqu'à saturation de la masse
 B/ éprouvettes de référence (lâchées en zone de stockage)
 C/ éprouvettes immergées dans de l'eau à 20°C jusqu'à saturation de la masse

Figure I-11 : Influence de la teneur en eau sur les propriétés mécaniques d'un résine PA6,6 pure (Malpot et al., 2015)

De même, (Davies, 2016) met en évidence un abaissement plus important des propriétés d'une résine époxy par rapport à celles d'une résine acrylique dans les mêmes conditions expérimentales (Figure I-12), qui peut aussi s'expliquer par le fait que l'époxy absorbe plus d'eau que l'acrylique. Mais, encore une fois, aucun commentaire n'est fait sur la réversibilité ou non des variations des propriétés mécaniques de la résine époxy considérée.

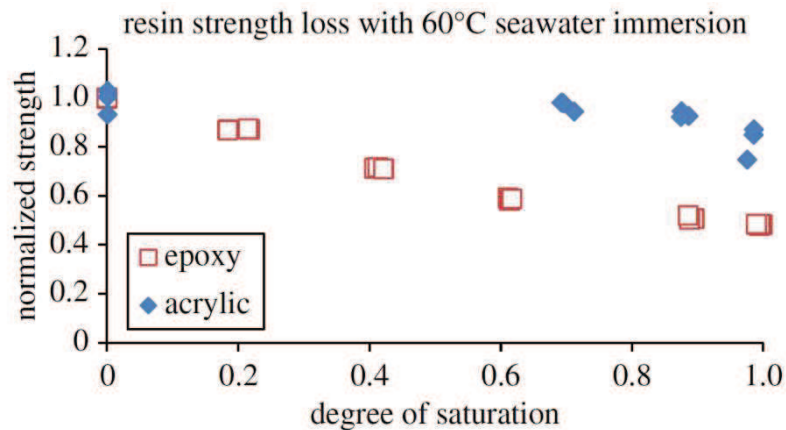


Figure I-12 : Comparaison de la chute de résistance obtenue pour une résine acrylique et une résine époxy après saturation en eau de mer à 60°C (Davies, 2016)

I.2.3. Synthèse sur les transitions de comportement des résines polymères

Nous avons vu que les effets de la température et de l'absorption d'eau sur la réponse contrainte-déformation et les propriétés mécaniques telles que le module d'élasticité, la résistance mécanique et la déformation à rupture en traction monotone des résines polymères non renforcées peuvent être étudiés et caractérisés via des essais de traction quasi-statique. Et même si chaque matériau polymère a sa propre sensibilité à ces deux effets, la taille de la campagne expérimentale nécessaire pour déterminer l'influence de la température et de l'absorption d'eau sur leur comportement mécanique reste raisonnable.

Ensuite, les travaux de la littérature portant sur les transitions de comportement mécanique des polymères montrent qu'un parallèle peut être fait entre l'effet de la température et celui de l'absorption d'eau dans la mesure où ces derniers ont des conséquences similaires sur le comportement mécanique des polymères (Andrews, 1968; Crochon, 2012; Davies, 2016; Malpot et al., 2015). En effet, ils entraînent tous deux une chute de la rigidité et de la résistance du polymère, tout en augmentant sa ductilité. Ces variations sont réversibles si aucun mécanisme de dégradation ne s'est produit, ce qui est toujours le cas lors de variations de température se produisant en-dessous de la température de transition vitreuse des matériaux polymères (ce qui se passe au-dessus n'ayant, mécaniquement parlant, pas ou peu d'intérêt). Dans le cas de l'absorption d'eau, cela dépend principalement de la nature chimique du polymère (Li, 2000) et de la température à laquelle s'est faite l'absorption (Davies et al., 2017; Ellyin and Rohrbacher, 2003; Kotsikos et al., 2000). Deux phases peuvent alors être distinguées : celle où le comportement mécanique initial peut être recouvert après assèchement des éprouvettes, et celle où il ne peut l'être du fait de l'apparition de phénomènes irréversibles (microfissuration matricielle et/ou hydrolyse par exemple). Dans ce dernier cas, on parle alors de vieillissement du matériau.

Cependant, peu d'articles donnent d'indication sur l'apparition ou non de mécanismes de dégradation au cours de l'absorption d'eau par la résine polymère qu'ils étudient. Il est donc souvent compliqué de séparer les variations des propriétés mécaniques des polymères dues aux phénomènes réversibles et celles provoquées par les mécanismes de dégradation irréversibles. La suite de ce chapitre a pour vocation de différencier l'impact des phénomènes réversibles de celui des phénomènes irréversibles dans le cas des composites stratifiés à matrice polymère. La température et la phase réversible de l'absorption d'eau ayant des conséquences similaires sur le comportement mécanique des résines polymères, leur influence sur le comportement mécanique des composites stratifiés à matrice polymère sera traitée dans une même partie. L'impact du vieillissement sera, lui, traité à part et dans un second temps, dans le but de bien différencier l'évolution du comportement mécanique propre à l'augmentation de la teneur en eau de celle propre aux mécanismes de dégradation.

I.3. Impact de la température et de l'absorption d'eau sur le comportement mécanique des CMO stratifiés

I.3.1. Sur les propriétés mécaniques des CMO stratifiés

a- Sous un chargement quasi-statique

Tout d'abord, différents travaux de la littérature montrent que la température et l'absorption d'eau sans vieillissement n'influencent pas significativement le comportement mécanique des composites à matrice polymère chargés en traction quasi-statique dans la direction des fibres. Ceci a, par exemple, été montré pour un composite tressé triaxial à matrice polyimide dont 20% des fibres de carbone sont orientées dans la direction chaîne (i.e. 0°) et 80% sont orientées à parts égales dans les directions $\pm 60^\circ$, qui a été testé à température ambiante et à 225°C (Montesano et al., 2014), alors même qu'une étude menée par (Crochon, 2012) sur la même résine polyimide ($T_g > 200^\circ\text{C}$ (Gay, 1997)) a mis en évidence une chute du module d'approximativement 35% à 225°C et une ductilité plus importante des éprouvettes de résine pure. Ceci a aussi été montré dans le cas d'un stratifié quasi-isotrope [90/0/45/-45/0/90] (QX) à matrice acrylique renforcé de fibres de carbone par (Davies et al., 2017), qui n'observent aucun changement significatif du comportement mécanique après immersion en eau de mer à 25, 40 et 60°C jusqu'à saturation de la masse des éprouvettes (Figure I-13). Ceci est cohérent avec le fait que le comportement mécanique du composite est dominé par celui des fibres, la stratification testée contenant des plis orientés dans la direction du chargement.

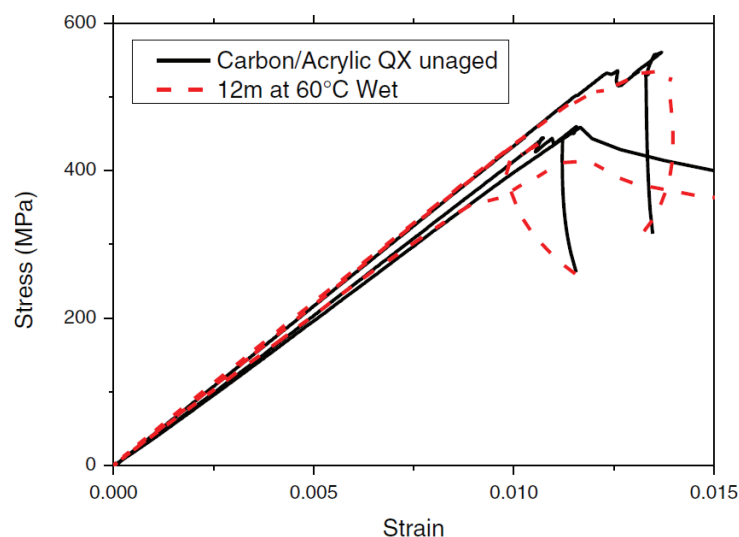


Figure I-13 : Courbes contrainte-déformation en fonction du temps d'immersion en eau de mer dans le cas d'un stratifié acrylique/fibres de carbone quasi-isotrope [90/0/45/-45/0/90] (QX) (Davies et al., 2017)

Par contre, le comportement hors-axes est généralement fortement dépendant de la température et de la quantité d'eau absorbée, le chargement étant réalisé dans une direction qui sollicite principalement la matrice (Montesano et al., 2012; Hyer et al., 1983; Cormier, 2017). De ce fait, le comportement mécanique du composite a tendance à varier de la même manière que celui des résines pures. Par exemple, la Figure I-14, extraite de (Montesano et al., 2012), illustre l'influence de la température sur le comportement mécanique d'un composite $[45]_7$ à matrice bismaleimide renforcé de fibres de carbone, pour laquelle la température de transition vitreuse est de 271°C. La raideur et la résistance mécanique sont respectivement 63% et 34% plus élevées à température ambiante qu'à 205°C et la déformation à rupture est 631% plus élevée à 205°C qu'à température ambiante. Ces variations traduisent un comportement non-linéaire plus fort à haute température qu'à température ambiante, de la même manière que cela est observé pour les matériaux polymères purs. Des variations similaires ont été obtenues pour le module d'élasticité transverse et le module de cisaillement d'un composite à matrice époxy et fibres de graphite (Hyer et al., 1983).

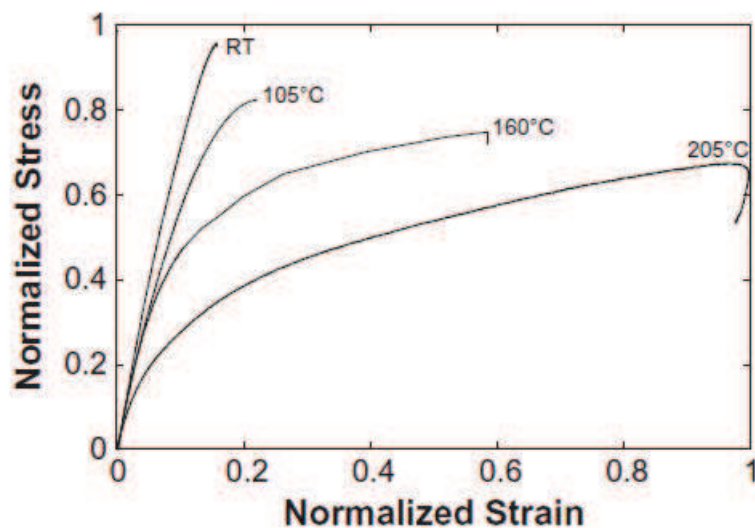


Figure I-14 : Courbes contrainte-déformation à plusieurs températures obtenus lors d'essais de traction quasi-statique sur un composite $[45]_7$ à matrice bismaleimide renforcé de fibres de carbone, T_g à 271°C (Montesano et al., 2012)

(Davies et al., 2017) montrent, quant à eux, qu'aucune variation significative du module d'élasticité n'est observée dans le cas d'un stratifié $[\pm 45]$ à matrice acrylique renforcé de fibres de carbone immergé en eau de mer à 25, 40 et 60°C jusqu'à saturation de la masse des éprouvettes, mais une chute de la résistance mécanique et de la déformation à rupture est mise en évidence (Figure I-15). La valeur de la contrainte à rupture initiale est majoritairement recouverte après assèchement des éprouvettes (-6% seulement), permettant de conclure que la chute de la contrainte à rupture après immersion est principalement provoquée par un effet de plastification de la résine acrylique, du fait de l'absorption d'eau. Cependant, la chute de la déformation à rupture et le fait qu'elle ne soit pas

totalemment recouvrée après assèchement (-28% environ) semble indiquer qu'un mécanisme de dégradation a eu lieu.

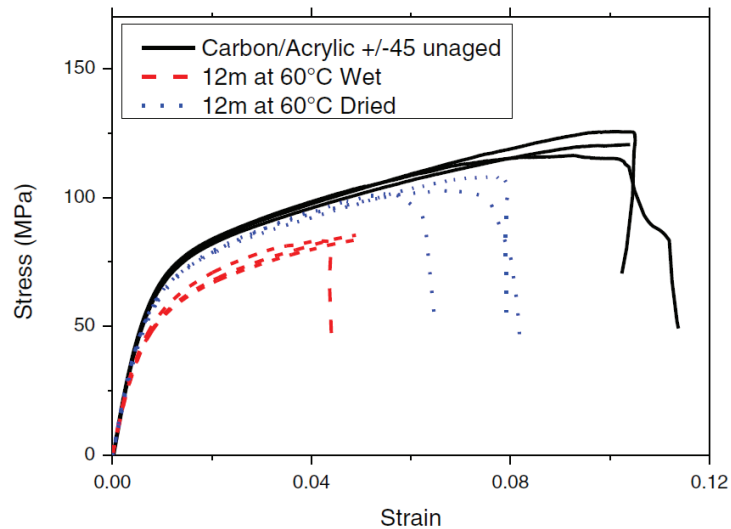


Figure I-15 : Courbes contrainte-déformation en fonction du temps d'immersion en eau de mer dans le cas d'un stratifié acrylique/fibres de carbone [± 45] (Davies et al., 2017)

De plus, certains travaux mettent en évidence la dépendance de la sensibilité à la teneur en eau et à la température des CMO stratifiés à la nature de leur renfort et/ou matrice.

C'est le cas des essais de flexion 3 points réalisés par (Sorrentino et al., 2017) sur des composites à matrice polyéthylène naphthalate (PEN) homopolymère renforcés de tissus avec une structure en toile, soit en fibres de carbone, soit en fibres de basalte, soit en fibres d'aramide, soit en fibres Vectran. Ces essais ont été réalisés à 20, 60 et 100°C, et la température de transition vitreuse de la résine PEN est de 120°C. Tous les composites ont un taux volumique de fibres entre 39 et 41%. Tout d'abord, même si le chargement longitudinal induit par l'essai de flexion est aligné dans une des deux directions de fibre des tissus, les résultats ont montré que le module équivalent de flexion et la résistance de tous les composites testés ont chuté avec l'augmentation de la température.

Selon (Sorrentino et al., 2017), ces résultats sont principalement dus à la diminution de la résistance des interfaces fibres/matrices, pilotée par le procédé de fabrication (imprégnation des fibres et ensimage). Cependant, la flexion 3 points induit des contraintes de compression et dans une moindre mesure des contraintes de cisaillement hors plan. Or, de nombreux travaux ont montré que le comportement en compression des composites est principalement dominé par celui de la matrice, surtout au niveau de la résistance en compression (Budiansky and Fleck, 1993; Cormier, 2017). Cette analyse n'est pas explicitement mentionnée dans (Sorrentino et al., 2017), mais les observations post-mortem des éprouvettes et les résultats présentés en Figure I-16 valident cet argument,

puisque l'influence de la température sur la résistance en flexion est plus importante que celle sur le module de flexion. Ensuite, leurs résultats mettent en évidence une sensibilité différente à la température du module et de la résistance en flexion des quatre composites testés.

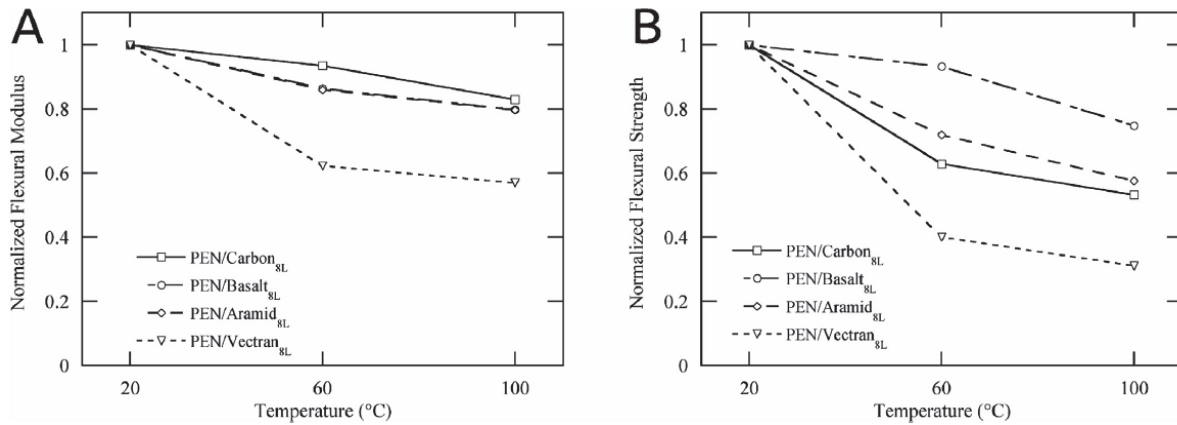


Figure I-16 : (A) Module de flexion normalisé et (B) résistance en flexion normalisée en fonction de la température pour quatre composites à matrice PEN (Sorrentino et al., 2017)

Les mêmes tendances ont été obtenues par (Sethi et al., 2015) pour des composites tissés à matrice époxy, renforcés avec soit des fibres de carbone, soit des fibres de verre, soit des fibres de Kevlar et soumis à des essais SBS (Short Beam Shear) servant à évaluer la résistance au cisaillement interlaminaire (ILSS – Interlaminar Shear Strength). La température de transition vitreuse de ces composites se situe autour de 70°C. Les résultats, présentés en Figure I-17, mettent en évidence la complexité des phénomènes impliqués puisque l'impact du type de renfort est différent suivant si la température d'essai est en dessous ou au-dessus de la température ambiante.

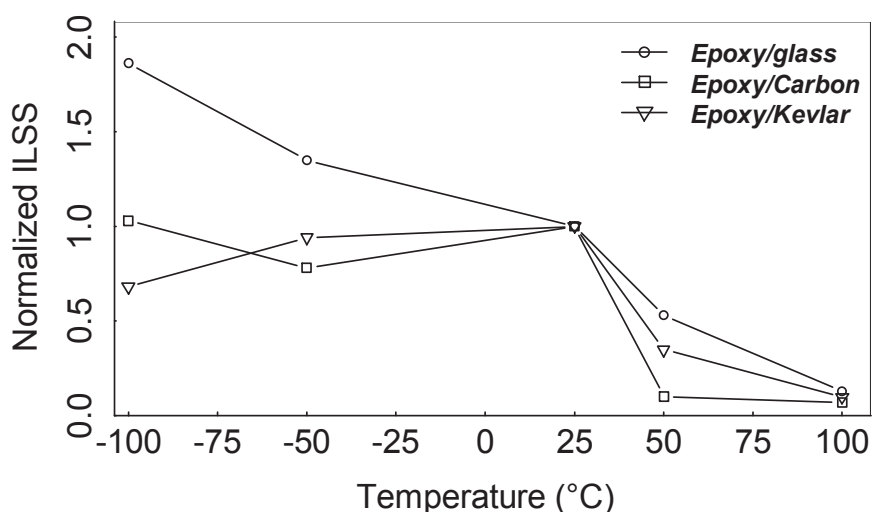


Figure I-17 : ILSS normalisée en fonction de la température pour trois composites à matrice époxy (vitesse de déplacement de 1mm/min) – résultats extraits de (Sethi et al., 2015)

(Davies et al., 2017) ont, quant à eux, mis en évidence l'influence de la nature de la matrice sur la sensibilité du comportement mécanique des CMO stratifiés à l'absorption d'eau en comparant leurs travaux avec ceux de (Tual et al., 2015), comme montré en Figure I-18. Ces résultats sont cohérents avec ceux qui peuvent être obtenus sur des résines polymères non renforcées (cf. partie I.2.2).

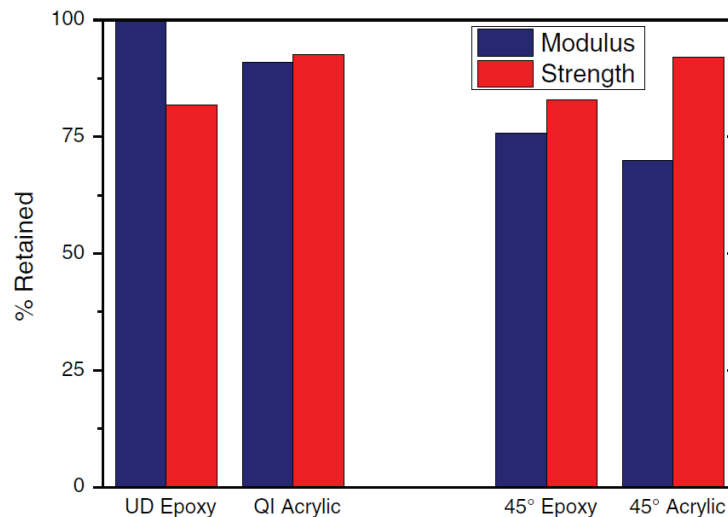


Figure I-18 : Comparaison entre un composite à matrice époxy et un composite à matrice acrylique, tous deux renforcés de fibres de carbone, après saturation en eau de mer, de la contrainte à rupture (en rouge) et du module (en bleu) exprimés comme un pourcentage des valeurs initiales (i.e. avant immersion) – (Davies et al., 2017) à partir des données de (Tual et al., 2015)

b- Sous un chargement de fatigue

L'effet de la température et de l'absorption d'eau sur la tenue en fatigue des composites stratifiés dépend fortement de la nature de la matrice et des renforts, de l'ensimage et du procédé de fabrication, quelle que soit la direction de chargement (Branco et al., 1994; Franco et al., 2008; Jen et al., 2008; Kawai et al., 2001; Kawai and Taniguchi, 2006).

Ainsi, pour ce qui est de l'effet de la température, (Franco et al., 2008) mettent en évidence une diminution de la tenue en fatigue avec l'augmentation de 20 à 80°C, dans le cas d'un composite stratifié $[0/90/45]_s$ à matrice polysulfure de phénylène (PPS) renforcée de fibres de carbone (T_g à $195 \pm 3^\circ\text{C}$), testé à $R = 0.1$. Les travaux de (Jen et al., 2008) et de (Kawai and Taniguchi, 2006) montrent eux aussi un abaissement de la tenue en fatigue avec l'augmentation de la température respectivement de 25 à 150°C dans le cas d'un composite stratifié $[(0/90)_4]_s$ à matrice PEEK (T_g à 143°C) renforcée de fibres de carbone et de 25 à 100°C dans le cas d'un composite tissé à matrice époxy (T_g à 130°C) renforcée de fibres de carbone orientées à 15° par rapport à la direction de chargement. Les essais ont été effectués à $R = 0.1$ et respectivement $f = 5\text{Hz}$ et $f = 10\text{Hz}$. Les courbes S-N correspondantes sont illustrées respectivement en Figure I-19 et en Figure I-20. De plus, (Franco et al., 2008) mettent en évidence une chute d'environ trois décades de la tenue en fatigue à

-55°C par rapport à celle obtenue à 20 et 80°C, pour le composite stratifié cité précédemment. (Cormier, 2017) obtient, quant à lui, une tenue en fatigue similaire à -40 et 23°C pour un composite stratifié $[90/0_2/90]_s$ à matrice époxy (T_g à 85°C, prise au départ de la chute du module de stockage) renforcée de fibres de verre testé à $R = 0.1$ (Figure I-21(a)). Mais, dans le cas d'un stratifié $[(+45)_2]_s$ ayant la même matrice et les mêmes renforts, la tenue en fatigue augmente d'environ une décade à -40°C par rapport à celle obtenue à 23°C (Figure I-22(a)).

Ces travaux mettent en évidence, de la même façon que dans le cas d'un chargement quasi-statique, la complexité des phénomènes impliqués puisque l'effet de la température est différent suivant si la température d'essai est en dessous ou au-dessus de la température ambiante. Ainsi, au-dessus de cette dernière, l'augmentation de la température conduit à un abaissement de la tenue en fatigue, du fait de l'augmentation de la ductilité et de la diminution de la résistance de la matrice. Mais en-dessous de la température ambiante, l'effet de la température est très dépendant du composite considéré, et donc de la nature des constituants de ce dernier, des contraintes résiduelles générées par le procédé de fabrication, ainsi que de la stratification du composite.

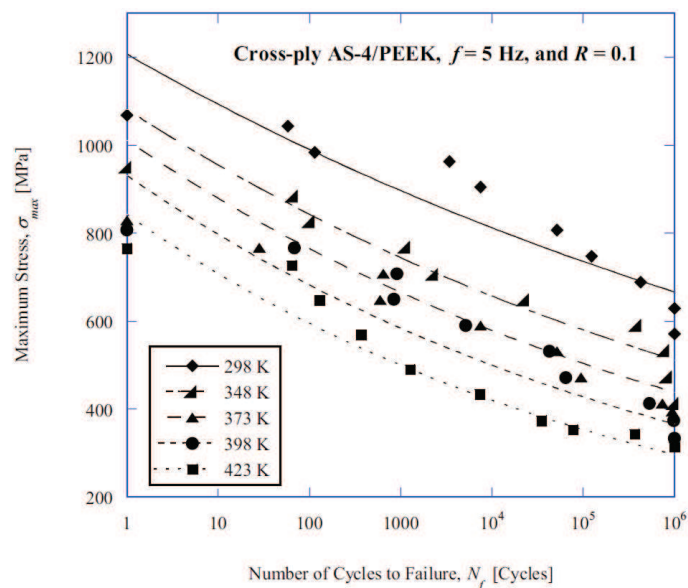


Figure I-19 : Courbes S-N obtenues pour un AS-4/PEEK $[(0/90)_4]_s$ testé en fatigue à $R=0,1$ et $f=5\text{Hz}$ à 298, 348, 373, 398 et 423K (25, 75, 100, 125 et 150°C) - T_g à 143°C (Mivehchi and Varvani-Farahani, 2010) – Données expérimentales extraites de (Jen et al., 2008)

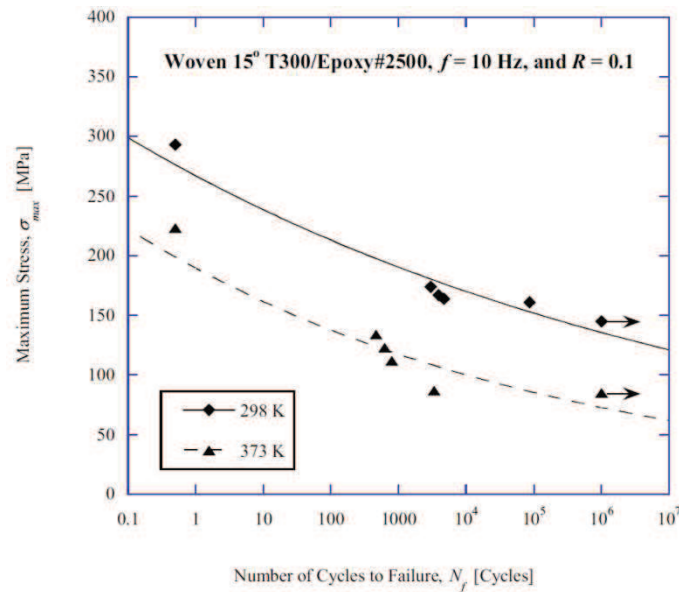
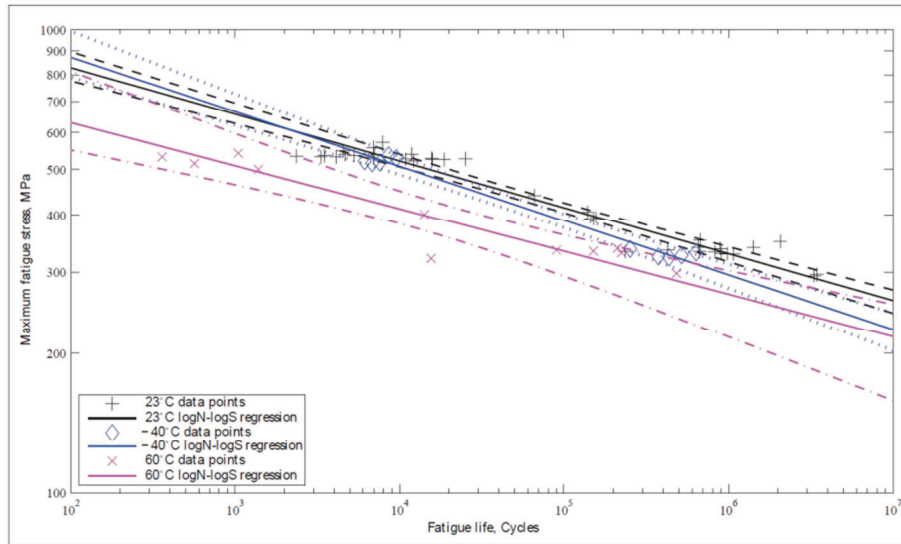
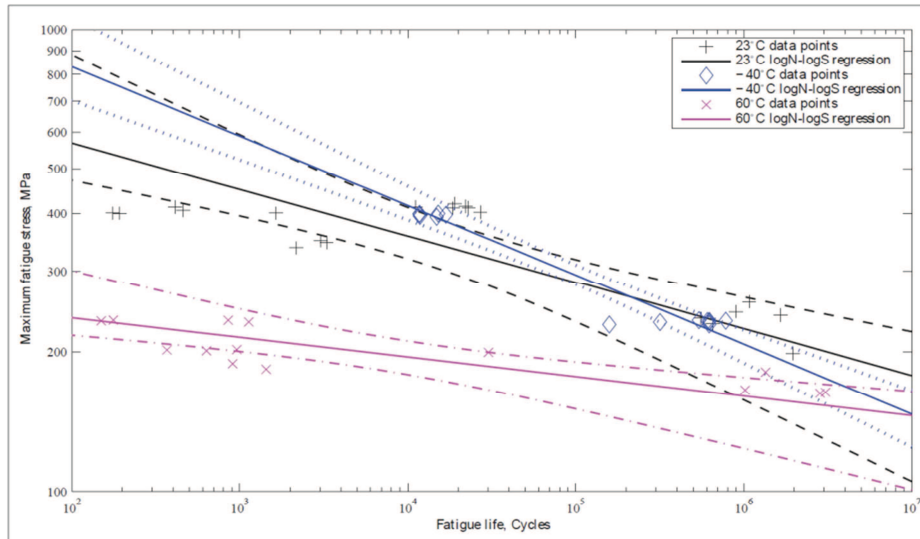


Figure I-20 : Courbes S-N obtenues pour un tissu T300/Epoxy orienté à 15° par rapport à la direction de chargement, et testé en fatigue à $R=0,1$ et $f=10\text{Hz}$, à 298 et 373K (25 et 100°C) (Mivehchi and Varvani-Farahani, 2010) - Données expérimentales extraites de (Kawai and Taniguchi, 2006)

De plus, les travaux de (Cormier, 2017) montrent que l'effet de la température sur la tenue en fatigue des CMO stratifiés peut aussi dépendre du rapport de charge. En effet, dans le cas du stratifié $[90/0_2/90]_s$ à matrice époxy renforcé de fibres de verre, testé à 60°C, les résultats expérimentaux montrent que la durée de vie en fatigue est réduite d'une décade à $R = 0.1$ par rapport à celle obtenue à 23°C, alors qu'à $R = -1$, elle l'est d'environ trois décades (Figure I-21). De plus, à $R = 0.1$, la durée de vie de fatigue est similaire à -40 et à 23°C, tandis qu'à $R = -1$, la tenue en fatigue à -40°C soit inférieure à celle à 23°C pour des chargements inférieurs à environ 250MPa. Cependant, il est important de noter la dispersion importante des résultats expérimentaux à 23°, qui peut amener à reconsidérer les conclusions faites précédemment. Dans le cas du stratifié $[(\pm 45)_2]_s$ (même matrice et même renfort) testé à $R = 0.1$, la tenue en fatigue augmente d'environ une décade à -40°C par rapport à celle obtenue à 23°C et la courbe S-N conserve une pente similaire (Figure I-22(a)). Par contre, à $R = -1$, la tenue en fatigue est similaire à -40 et 23°C pour un chargement en fatigue maximum d'environ 35MPa mais elle est meilleure d'environ deux décades à -40°C pour un chargement d'environ 55MPa (Figure I-22(b)).



(a)



(b)

Figure I-21 : Courbes S-N à -40, 23 et 60°C d'un composite stratifié $[90/0_2/90]_s$ à matrice époxy renforcée de fibres de verre testé en fatigue à (a) $R=0,1$ et (b) $R=-1$ (Cormier, 2017)

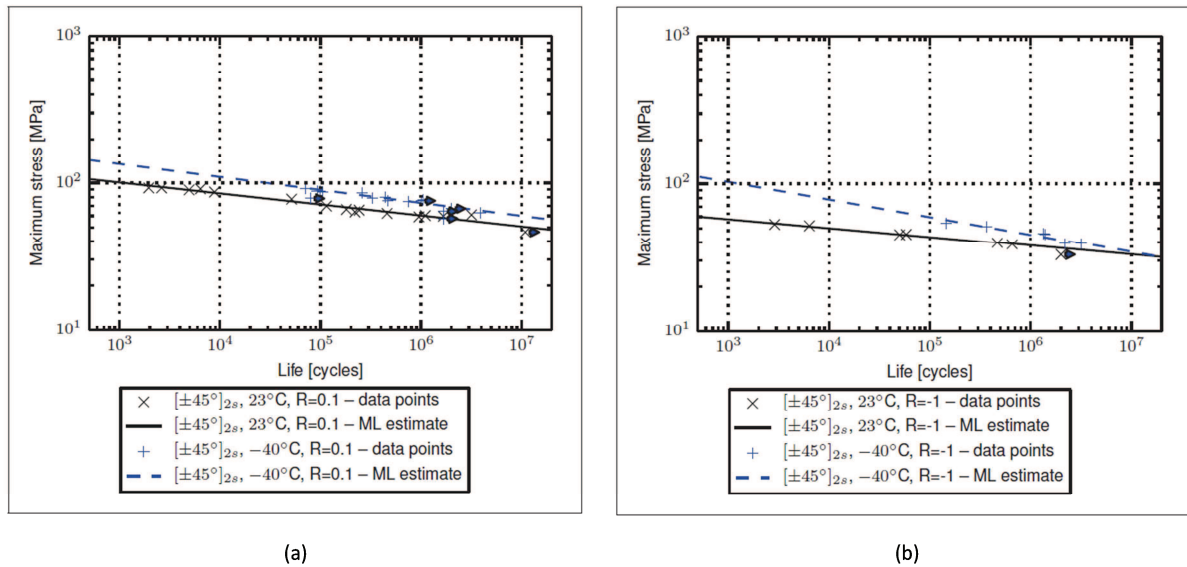


Figure I-22 : Courbes S-N à -40 et 23°C d'un composite stratifié $[(\pm 45)_2]_s$, à matrice époxy renforcée de fibres de verre testé en fatigue à (a) $R=0,1$ et (b) $R=-1$ (Cormier, 2017)

Ensuite, les travaux présents dans la littérature permettent d'affirmer que l'absorption d'eau par les CMO stratifiés n'influence pas significativement leur tenue en fatigue après absorption tant que cette dernière n'a pas entraîné l'apparition de mécanismes de dégradation majeurs dans le stratifié. C'est presque toujours le cas lorsque la prise en humidité se fait dans l'air, et ce, quelle que soit la température. Pour certains composites stratifiés, cela peut être aussi le cas lorsque la prise en eau se fait en immersion à une température proche de la température ambiante ou même parfois en température (Hofer et al., 1978; Kotsikos et al., 2000; Vauthier et al., 1997).

Ces conclusions se vérifient notamment pour les CMO stratifiés à matrice époxy renforcée de fibres de carbone (Boisseau and Peyrac, 2015; Davies, 2016; Davies et al., 2013; Hofer et al., 1978; Jones et al., 1983). Ainsi, la tenue en fatigue des stratifiés $[0/90]$ et $[\pm 45]$ testés par (Jones et al., 1983) reste inchangée que le composite soit sec ou ait absorbé de l'eau dans un air à 65% d'humidité relative (RH) ou pendant son immersion dans de l'eau bouillante (Figure I-23(a)). Dans le cas des travaux de (Davies, 2016; Davies et al., 2017, 2013), le fait qu'aucun mécanisme de dégradation ne se soit produit est confirmé par le fait que les propriétés mécaniques en traction quasi-statique initiales sont recouvrées après assèchement des éprouvettes.

En ce qui concerne les CMO stratifiés à matrice époxy renforcée de fibres de verre, (Vauthier et al., 1997) montrent que la tenue en fatigue d'un stratifié unidirectionnel testé en flexion 3 points à $R = 0.1$ n'est pas significativement altérée par une exposition à un air à 50°C et 68%RH pendant 160 jours, contrairement à ce qu'il se passe après immersion à 90°C pendant 11 jours ou à 60°C pendant 77 jours (Figure I-24). Des résultats similaires sont obtenus par (Jones et al., 1983) sur des stratifiés $[0/90]$ et $[\pm 45]$ après exposition à un air à 65%RH à température ambiante pendant 3 mois, alors que

l'immersion en eau bouillante provoque une chute de la tenue en fatigue (Figure I-23(b)). (Hofer et al., 1978) montrent, quant à eux, que la tenue en fatigue à $R = 0.1$ de stratifiés $[0]_6$, $[90]_8$ et $[0/\pm 45/90_2/\pm 45/0]$ reste inchangée après exposition à environ 50°C et $98\pm 2\%$ pendant 500h (gain de masse d'environ 0.5%), tandis qu'elle diminue après exposition dans le même milieu pendant 1000h (gain de masse d'environ 1,0%), du fait de l'apparition de mécanismes de dégradation (qui ne sont pas précisés). Ainsi, la sensibilité à l'absorption d'eau du comportement mécanique des composites stratifiés renforcés de fibres de verre semble être beaucoup plus importante que celle des composites stratifiés renforcés de fibres de carbone, ce qui confirme l'influence de la nature du renfort et des interfaces fibres/matrice.

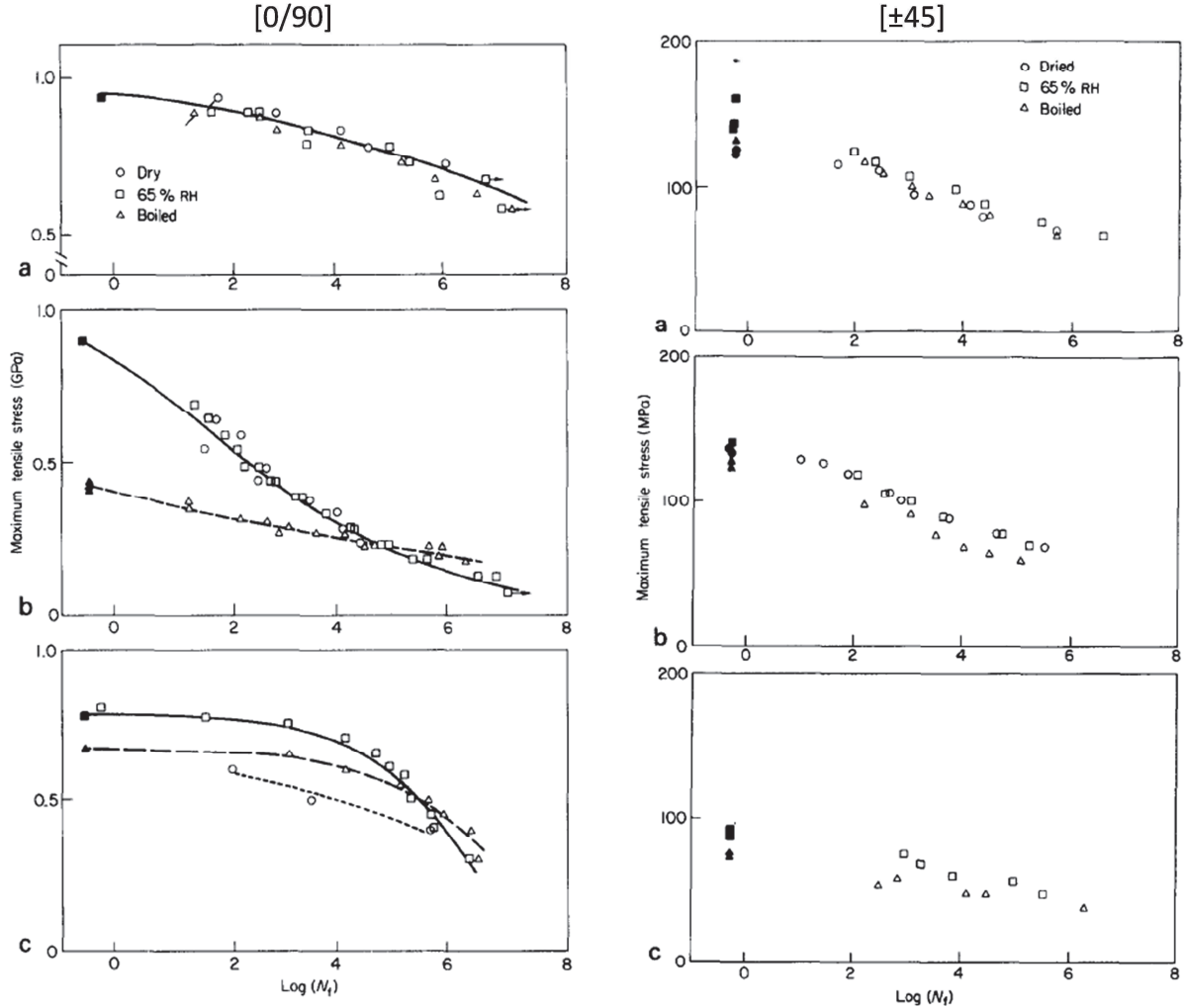


Figure I-23 : Courbes S-N pour des stratifiés $[0/90]$ et $[\pm 45]$ à matrice époxy renforcée (a) de fibres de carbone, (b) fibres de verre et (c) fibres de Kevlar (Jones et al., 1983)

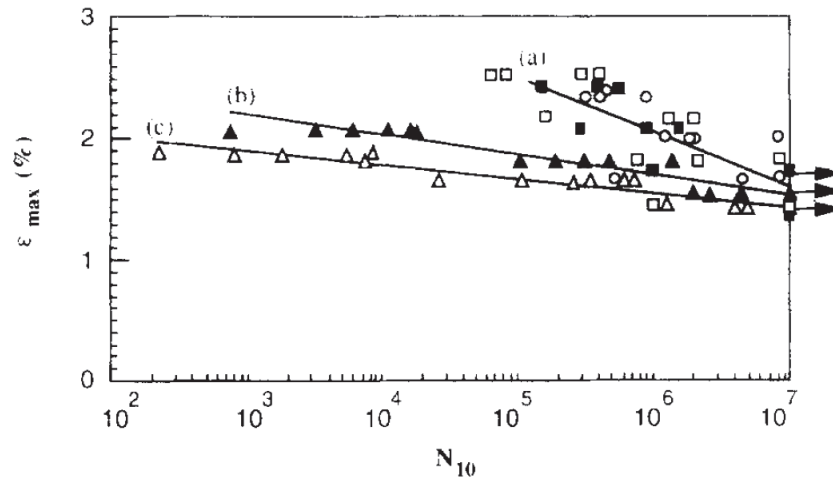


Figure I-24 : Courbes S-N à $R = 0.1$ en flexion 3 points d'un composite stratifié unidirectionnel à matrice époxy renforcée de fibres de verre (a) non vieilli (carrés pleins), vieilli pendant 160 jours à 50°C et 60%RH (carrés vides), vieillis pendant 180 jours à 70°C et 60%RH (ronds vides) ; (b) immergés pendant 11 jours à 90°C (triangles vides) ; (c) immergés à 60°C pendant 77 jours (triangles pleins) (Vauthier et al., 1997)

I.3.2. Sur le scénario d'endommagement dans les CMO stratifiés

a- Sous un chargement quasi-statique

Plusieurs auteurs ont étudié de manière indirecte l'effet de la température et de l'absorption d'eau sur le scénario d'endommagement dans les composites stratifiés à matrice polymère, via par exemple la détermination de la perte de raideur ou l'utilisation de l'émission acoustique. Par exemple, les travaux de (Vallons, 2009) portent sur un composite à matrice époxy renforcé de fibres de carbone et testé en traction quasi-statique à température ambiante, 60 et 85°C, pour une température de transition vitreuse de 105°C. Le seuil d'initiation de l'endommagement a été déterminé par émission acoustique in-situ. Les résultats montrent que ce seuil ne varie pas significativement entre 25 et 60°C mais qu'il est plus élevé à 85°C, et que la déformation correspondante au début de la rupture finale des éprouvettes est plus élevée lorsque la température augmente entre 25 et 85°C. Ces résultats sont cohérents avec l'augmentation de la ductilité du composite lorsque la température s'approche de sa température de transition vitreuse.

Les travaux de (Komai et al., 1989) portent, quant à eux, sur un composite stratifié $[(\pm 45)_6]_s$ thermorésistant à matrice époxy MM-1/982X renforcée de fibres de carbone, testé en traction quasi-statique avant et après immersion en eau déionisée à 80°C pendant environ 2 mois. Les résultats de ces essais montrent que l'absorption d'eau par ce composite ne modifie pas significativement le comportement mécanique de ce dernier. Ainsi, le module reste inchangé, la contrainte à rupture diminue de seulement 13% et la déformation à rupture de seulement 7%. La chute de la déformation à rupture, qui va à l'encontre de ce qui est communément observé, est expliquée par les auteurs par

le fait que l'absorption d'eau diminue la résistance des interfaces fibre/matrice. De plus, ces faibles variations s'expliquent par le fait que le composite n'absorbe qu'une faible quantité d'eau (moins de 1% pour un taux volumique de fibres de 59.0%), et indiquent qu'aucun mécanisme de dégradation majeur ne semble s'être produit dans le composite. Cette conclusion est appuyée par le fait que l'effet de gonflement de la matrice dû à l'absorption d'eau n'est observé qu'après une immersion d'environ 6 mois. L'enregistrement des évènements acoustiques montre alors une diminution de l'activité acoustique après immersion des éprouvettes pendant 2 mois. Cela peut facilement s'expliquer par l'augmentation de la ductilité de la matrice au fur et à mesure que l'eau est absorbée par le composite.

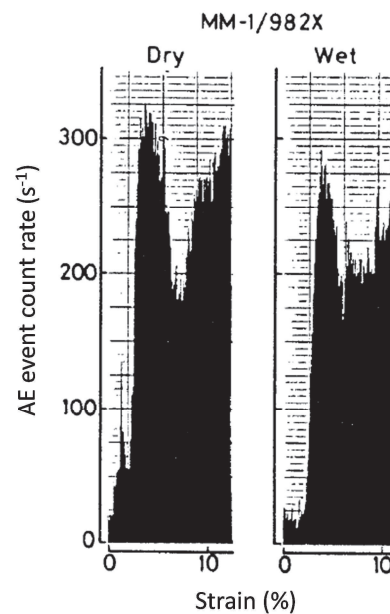


Figure I-25 : Evolution du taux d'évènements acoustiques au cours d'un essai de traction sur un composite à matrice époxy MM-1/982X renforcé de fibres de carbone, avant et après immersion en eau de mer à 80°C pendant 2 mois (Komai et al., 1989)

Par contre, peu de travaux étudient l'influence de la température et/ou de l'absorption d'eau sur le scénario d'endommagement des CMO stratifiés chargés en traction quasi-statique par observation directe des endommagements (i.e. par microscopie optique, micro-tomographie à rayons X, etc.). Les travaux de (El Mourid et al., 2016; Montesano et al., 2014) montrent que la variation de la température peut avoir un effet sur le scénario d'endommagement du fait de la modification de la répartition des contraintes locales dans le stratifié, même si ce dernier a une partie de ses fibres orientée dans la direction de chargement. Ainsi, dans le cas d'un composite tissé 3D à matrice polyimide renforcée de fibres de carbone [(0/±60)] testé à température ambiante et à 225°C, la densité de fissures dans les torons à ±60° est plus importante à température ambiante qu'à 225°C lorsque le composite est chargé dans la direction des fibres à 0° (Figure I-26). De plus, le seuil

d'endommagement initial est plus élevé à température ambiante qu'à 225°C lorsque le composite est chargé perpendiculairement aux fibres à 0° (Figure I-27), ce qui conduit même à un mode de rupture différent (Figure I-28).

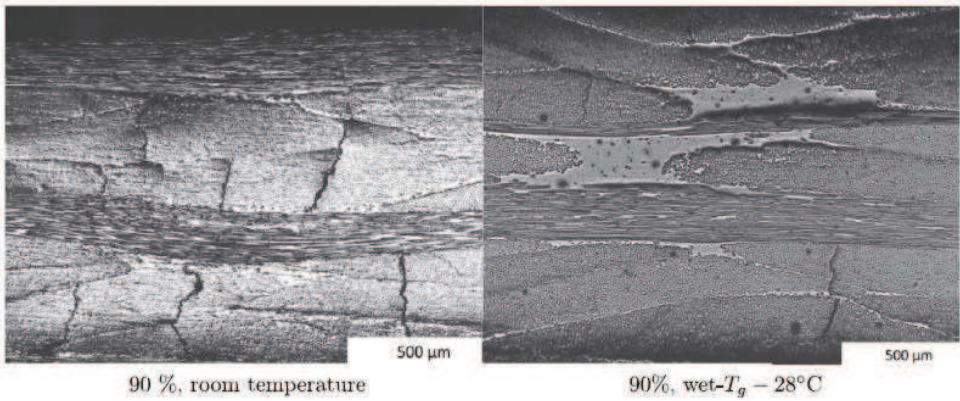


Figure I-26 : Endommagements présents sur la tranche d'un échantillon chargé dans la direction des torons de fibres à 0°, à 90% de la contrainte à rupture, à température ambiante et à 225°C (El Mourid et al., 2016)

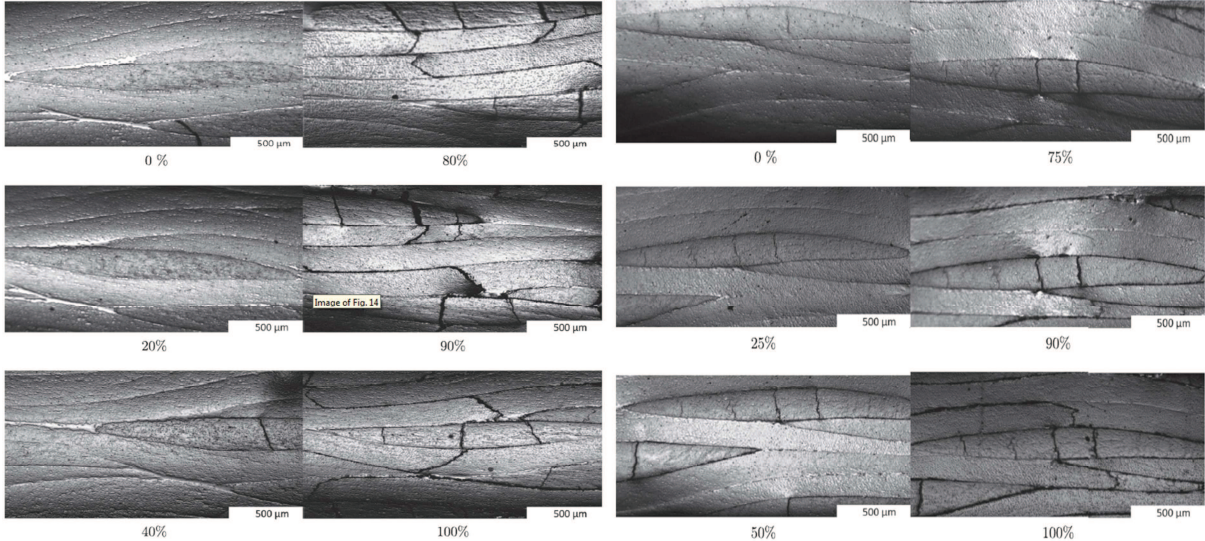


Figure I-27 : Scénario d'endommagement observé sur la tranche d'un échantillon chargé perpendiculairement aux torons de fibres à 0° (a) à température ambiante, (b) à 225°C (El Mourid et al., 2016)

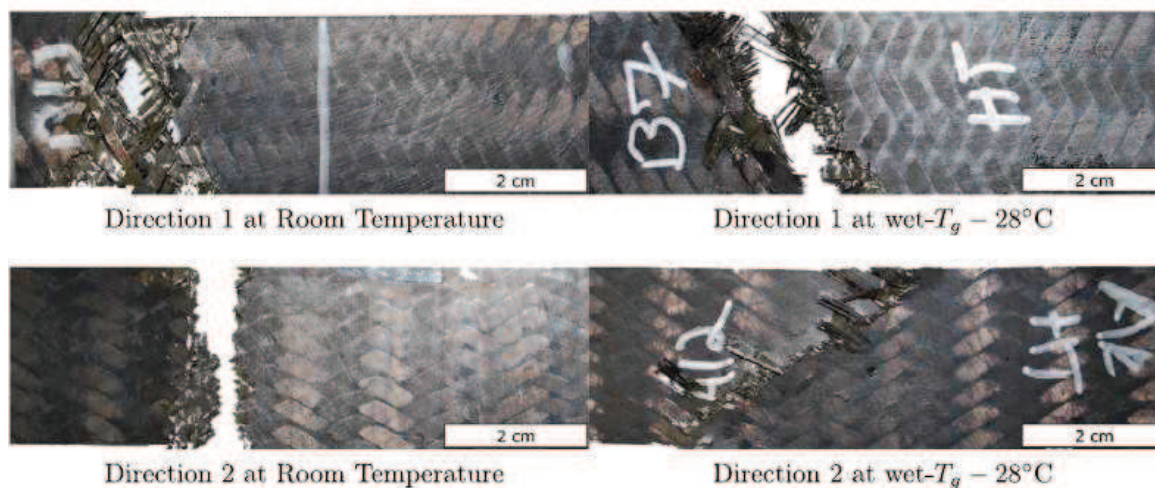


Figure I-28 : Mode de rupture des échantillons chargés dans la direction des torons de fibres à 0° (direction 1) et perpendiculairement à ces derniers (direction 2), à température ambiante et 225°C (El Mourid et al., 2016)

b- Sous un chargement de fatigue

Comme dans le cas d'un chargement de traction quasi-statique, peu de travaux portent sur l'effet de la température et de l'absorption d'eau sur le scénario d'endommagement en fatigue des CMO stratifiés. On peut citer ceux de (Sun et al., 2003) réalisés sur deux stratifiés à matrice époxy renforcée de fibres de carbone à un rapport de charge R de 0.5 et une fréquence f de 4Hz. Ces travaux mettent en évidence une densité de fissures plus élevée dans les plis transverses à 149°C qu'à 24°C pour le stratifié $[0/90_4]_s$, alors que la tendance inverse est observée dans le cas du stratifié $[0/90_2]_s$. Cependant, aucune raison n'est donnée pour expliquer cette différence de comportement. Les travaux de (Montesano et al., 2013), montrent, quant à eux, que l'augmentation de la densité de fissures dans un composite tissé $[(0/\pm 60)]$ à matrice polyimide, renforcé de fibres de carbone et chargé à $R = 0.1$ dans la direction des fibres à 0° , est plus graduelle à 225°C qu'à 20°C (Figure I-29). Enfin, (Jones et al., 1983) étudient un stratifié à matrice époxy renforcé de fibres de verre et comparent le taux d'évènements acoustiques à l'état de réception, après assèchement à 60°C pendant 4 semaines et après exposition à un air à 65%RH pendant au minimum 3 mois à température ambiante. Ils montrent que le seuil d'apparition des premières fissures transverses est retardé et que le taux d'évènements acoustiques correspondant à ce seuil est de plus en plus faible avec l'augmentation de la teneur en eau dans le composite, alors même que la tenue en fatigue n'est pas impactée (comme montré précédemment en Figure I-23).

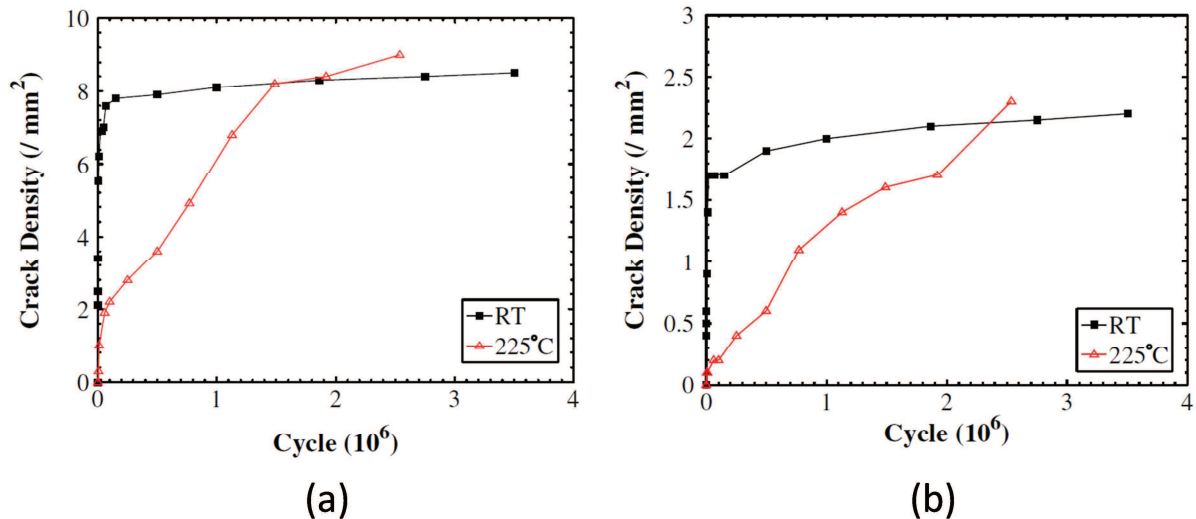


Figure I-29 : Evolution-type de la densité de fissures (a) dans les torons (b) aux interfaces entre torons lors d'un essai de fatigue à $\sigma_{max}=50\%$ UTS dans le cas d'un composite tissé [(0/±60)] à matrice polyimide renforcé de fibres de carbone, chargé à $R = 0.1$ dans la direction des fibres à 0° (Montesano et al., 2013)

Toutefois, plusieurs auteurs ont étudié l'effet de la température sur la perte de raideur de ces composites. Ainsi, (Branco et al., 1994) montrent que l'augmentation de la température a une légère influence sur la perte de raideur d'un composite [0°] à matrice phénolique ($T_g > 120^\circ\text{C}$) renforcé de fibres de verre, testé à un rapport de charge R de 0 et une fréquence de 1.5Hz. En effet, à 20°C, il n'y a pas de chute de la raideur pendant les premiers 75% de la durée de vie en fatigue, et la réduction se fait majoritairement dans les derniers 10% (-10% environ). Par contre, à 100°C, à la même contrainte maximale, la raideur chute progressivement dès les premiers 25% de la durée de vie en fatigue, et le plus gros de la chute se fait dans les derniers 20% (-15% environ). Des résultats similaires sont trouvés par (Jen et al., 2008) dans le cas d'un stratifié [0/45/90/-45]₂₅ à matrice polyéther-éthercétone (PEEK) renforcé de fibres de carbone et par (Bureau and Denault, 2004) dans le cas de deux stratifiés renforcés de fibres de verre, l'un à matrice polypropylène et l'autre à matrice polyester, testés à $R = 0.1$ en flexion 3 points. Dans les travaux de (Branco et al., 1994), des observations des zones de rupture des éprouvettes au MEB ont mis en évidence l'apparition de nombreuses décohésions fibres/matrice à 200°C, qui n'ont pas été observées à 20°C. En conséquence, la perte de raideur plus progressive avec l'augmentation de la température semble pouvoir s'expliquer par une baisse des propriétés mécaniques des interfaces fibres/matrice.

Par contre, (Song et al., 2017) montrent une influence significative de la température sur la chute de raideur d'un composite tissé 2,5D à matrice bismaleimide ($T_g=256^\circ\text{C}$) renforcé de fibres de carbone (Figure I-30). Des résultats similaires sont trouvés par (Montesano et al., 2013) dans le cas d'un composite tissé [(0/±60)] à matrice polyimide renforcé de fibres de carbone, chargé dans la direction des fibres à 0° et testé à température ambiante et 225°C. Ces deux composites ont été testés à

$R = 0.1$. Ces résultats sont directement liés au fait qu'à température élevée, la densité de fissures dans les torons de fibres et au niveau des interfaces torons/matrice est plus faible et augmente plus graduellement avec l'augmentation du nombre de cycles qu'à température ambiante, et au fait que la densité de fissures dans les torons ne saturent pas à température élevée, alors c'est le cas à température ambiante.

Enfin, à notre connaissance, pas ou peu de travaux montrent l'effet de l'absorption d'eau sans vieillissement sur la perte de raideur en fatigue des CMO stratifiés.

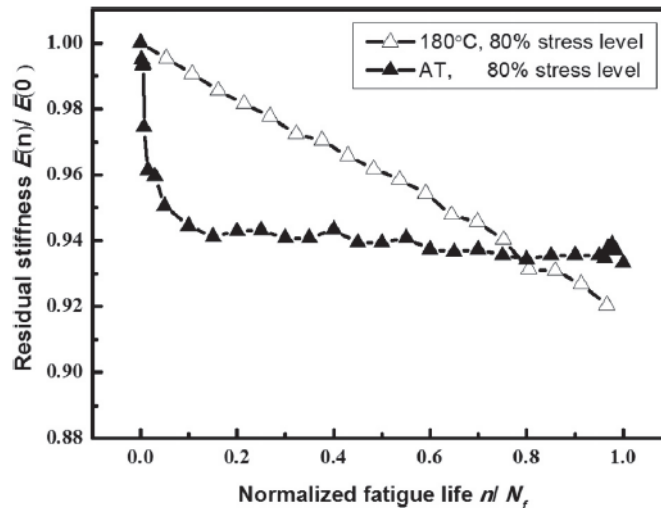


Figure I-30 : Influence de la température sur la chute de raideur d'un stratifié bismaleimide/carbone durant un essai de fatigue à une contrainte maximale valant 80% de la contrainte à rupture, à $R = 0.1$ et $f = 10Hz$ (Song et al., 2017)

I.3.3. Synthèse

Contrairement aux résines polymères non renforcées, un grand nombre de facteurs et de phénomènes sont impliqués dans le degré d'impact qu'aura la température et l'absorption d'eau sur leur réponse mécanique en traction quasi-statique des composites à matrice polymère (i.e. résines renforcées). Tout d'abord, la direction du chargement par rapport à l'orientation des fibres définit le degré de sensibilité. De ce fait, l'effet de la température et de l'absorption d'eau selon les différentes directions de chargement concorde avec l'anisotropie du composite. De plus, comme mentionné dans (Sethi et al., 2015), chaque association entre un type de renfort, un type d'ensimage, une résine polymère et un procédé de fabrication conduira à une sensibilité à la température différente. Cette dernière dépendra alors du comportement de chaque constituant, mais aussi des micro- et méso-structures formées par l'association de ces constituants, puisque ce sont ces structures qui piloteront les distributions de contraintes et les propriétés des interfaces fibre/matrice. Il en est de même pour la sensibilité des stratifiés à l'absorption d'eau (Pritchard and Speake, 1987; Tual et al., 2015).

Il est aussi important de noter que, les fibres et la matrice pouvant avoir des coefficients de dilatation thermique très différents, les contraintes thermiques induites par l'écart entre la température de fabrication et celle d'essai peuvent avoir une influence significative sur le scénario et les mécanismes d'endommagement aux échelles méso- et microscopique (Sethi et al., 2015). Un composite peut alors être vu comme un système complexe qui génère un scénario d'endommagement unique qui dépend de la température de sollicitation (El Mourid et al., 2016; Vallons, 2009). Par exemple, l'augmentation de la température conduit à une diminution de la résistance mécanique de la matrice mais à une augmentation de sa ductilité et ainsi, à une meilleure distribution de contraintes dans la microstructure. Ces deux phénomènes pris séparément ont un effet contradictoire sur le comportement mécanique et ils interagissant avec tous les autres facteurs mentionnés précédemment. Il est alors difficile de prévoir l'effet qu'ils auront sur le comportement mécanique. Dans le cas d'un chargement où le comportement de la matrice est prédominant, le scénario d'endommagement peut passer d'une fissuration matricielle fragile à une fissuration matricielle ductile, à des décohésions fibre/matrice diffuses ou à de la plasticité matricielle (El Mourid et al., 2016; Montesano et al., 2014). La modification du scénario d'endommagement est aussi associée à un décalage du seuil d'endommagement initial et du seuil de rupture (Montesano et al., 2014; Vallons, 2009).

Pour un chargement de fatigue, une complexité similaire à celle mise en évidence dans le cas d'un chargement quasi-statique est retrouvée. Ainsi, au-dessus de la température ambiante, l'augmentation de la température engendre une chute de la résistance et une augmentation de la ductilité de la matrice, qui conduisent à un abaissement de la tenue en fatigue. Mais en-dessous de la température, des résultats très variables sont obtenus d'un composite à un autre. Il en va de même pour l'effet de la température sur le scénario d'endommagement, comme le montre (Sun et al., 2003) dans le cas de deux stratifiés à matrice époxy renforcée de fibres de carbone testés dans les mêmes conditions, pour lesquels la densité de fissures est plus élevée dans les plis transverses à 149°C qu'à 24°C dans le cas du stratifié $[0/90_4]_s$, alors que la tendance inverse est observée dans le cas du stratifié $[0/90_2]_s$. En conséquence, la sensibilité à la température en fatigue des composites stratifiés à matrice polymère dépend aussi fortement de l'association qui est faite entre un type de renfort, un type de stratification, un type d'ensimage, une résine polymère et un procédé de fabrication.

L'augmentation de la teneur en eau dans les CMO stratifiés n'impacte quant à elle pas significativement la tenue en fatigue de ces derniers, tant qu'aucun mécanisme de dégradation irréversible n'a été engendré par l'absorption d'eau, et ce, quel que soit le CMO stratifié considéré. Mais si c'est généralement le cas des CMO stratifiés renforcés de fibres de carbone quel que soit le

conditionnement (Boisseau and Peyrac, 2015; Davies, 2016; Hofer et al., 1978; Jones et al., 1983), cela est beaucoup moins vrai dans d'autres cas tels que celui des stratifiés renforcés de fibres de verre. En effet, les travaux de la littérature mettent en évidence l'apparition quasi-systématique de mécanismes de dégradation dans ce type de composite, comme cela va être montré dans la partie suivante.

En conclusion, l'effet de la température et l'effet de l'absorption d'eau sans vieillissement ont des effets qualitativement très similaires sur la réponse mécanique des CMO stratifiés en traction quasi-statique. Ainsi un parallèle entre les deux peut être fait de la même manière que dans le cas des résines polymères non renforcées. Par contre, il est compliqué d'en faire autant en fatigue dans la mesure où l'augmentation de la teneur en eau n'a pas d'effet significatif sur la durée de vie des CMO stratifiés alors que la température en a un. Cette différence peut s'expliquer par le fait que l'augmentation de la ductilité de la matrice entre la température ambiante et les températures auxquelles les composites sont testés dans la littérature est plus importante que celle engendrée par l'absorption d'eau. En effet, la variation de température appliquée aux composites dans ces travaux est généralement conséquente par rapport à l'augmentation de la teneur en eau, qui elle, est limitée par la capacité d'absorption maximale de la matrice polymère.

I.4. Impact du vieillissement en milieu humide sur le comportement mécanique des CMO stratifiés

I.4.1. Sur les propriétés mécaniques des CMO stratifiés

a- Sous un chargement quasi-statique

Dans le cas où des mécanismes de dégradation apparaissent dans un CMO stratifié du fait de l'absorption d'eau, les conséquences sur la réponse contrainte-déformation et les propriétés mécaniques peuvent amplifier ou contrecarrer celles engendrées par les phénomènes réversibles seuls quelle que soit la direction de chargement. Ainsi, (Davies et al., 2017) montrent que les propriétés mécaniques dans la direction de chargement peuvent être impactées dans le cas d'un stratifié [0/90] à matrice acrylique renforcé de fibres de verre immergé en eau de mer à 60°C. En effet, la contrainte et à la déformation à rupture de ce dernier chutent. Le module d'élasticité reste, quant à lui, inchangé. L'apparition de mécanismes de dégradation pendant la phase d'immersion est confirmée par le fait que les propriétés mécaniques initiales ne sont pas recouvrées après assèchement des éprouvettes (Figure I-31). Ces résultats peuvent s'expliquer par l'absence d'ensimage spécifique à la matrice acrylique sur les fibres de verre, qui a conduit à une dégradation importante des interfaces fibres/matrice durant la phase d'absorption d'eau (Figure I-32). Les travaux de (Nash et al., 2018) sur un composite similaire, à savoir un stratifié [0]₄ constitué d'une matrice

acrylique Elium™ 150 renforcé de fibres de verre, confirment cette hypothèse puisqu'ils mettent aussi en évidence une dégradation des interfaces fibres/matrice après une immersion du matériau dans de l'eau à 35°C pendant 28 jours (-37.5%), via la détermination de l'ILSS. De plus, les observations effectuées au microscope électronique à balayage montrent des zones localisées pauvres en résine, qui pourrait indiquer qu'un mécanisme d'hydrolyse de la résine s'est produit au niveau des interfaces fibres/matrice du fait de l'absorption d'eau. La dégradation des interfaces fibres/matrice est aussi observé pour d'autres types de CMO stratifiés, comme, par exemple, dans le cas d'un composite unidirectionnel à matrice époxy renforcé de fibres de verre, comme montré en Figure I-33 (Rocha et al., 2017), ou dans le cas d'un composite [(0/90)₃] à matrice PA6.6 renforcé de fibres de verre, avec là aussi une chute de la contrainte et de la déformation à rupture alors que le module reste lui inchangé (Malpot et al., 2015). Dans ce dernier cas, ces phénomènes seraient dus à la rupture des liaisons hydrogène présentes dans les polyamides sous l'action de l'eau.

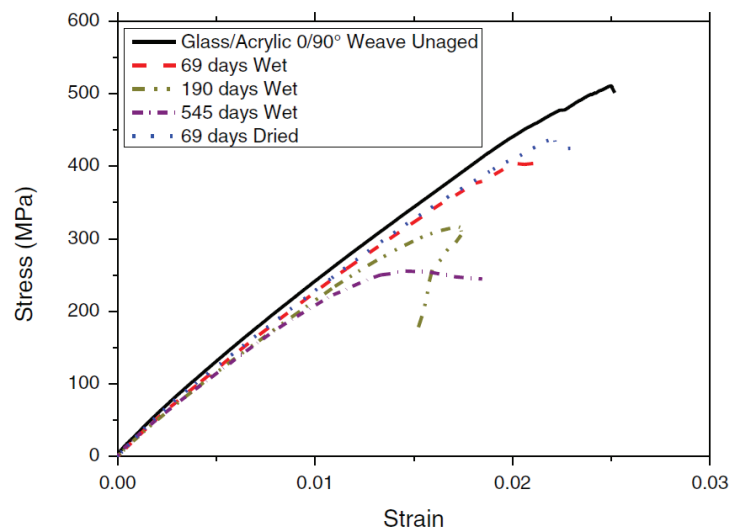


Figure I-31 : Courbes contrainte-déformation en fonction du temps d'immersion en eau de mer dans le cas d'un stratifié acrylique/fibres de verre [0/90] (Davies et al., 2017)

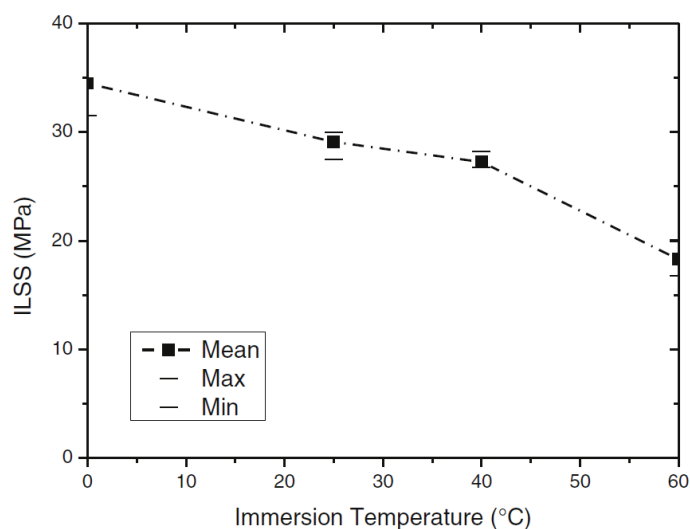


Figure I-32 : Mesures de l'ILSS pour un stratifié acrylique/fibres de verre non vieilli et testé après une immersion en eau de mer de 18 mois à 25, 40 et 60°C (Davies et al., 2017)

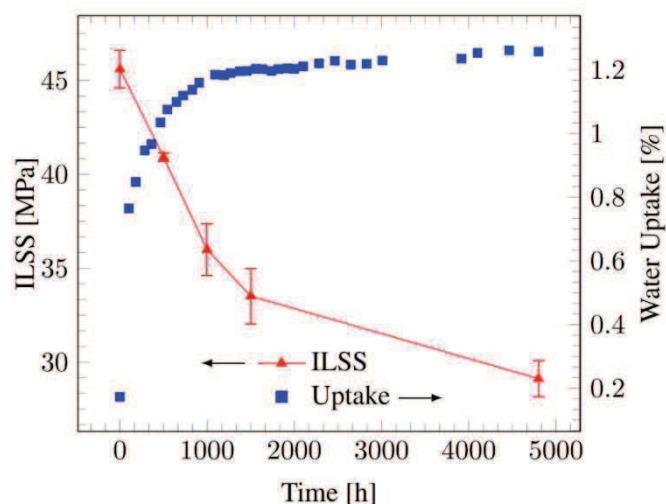


Figure I-33 : Evolution de l'ILSS en fonction de la teneur en eau d'un composite stratifié à matrice époxy et fibres de verre (Rocha et al., 2017)

Dans le cas d'un chargement hors-axe, les observations sont similaires, à savoir une chute de la contrainte et de la déformation à rupture tandis que le module reste inchangé, comme montré par (Davies et al., 2017) sur un composite stratifié immergé dans de l'eau de mer à 60°C (Figure I-34) et par (Nash et al., 2018) dans le cas d'un stratifié unidirectionnel $[0]_4$ à matrice acrylique EliumTM 150 renforcé de fibres de verre immergé dans de l'eau à 35°C et testé en flexion 3 points. Pour rappel, un chargement de flexion 3 points induit des contraintes de compression et dans une moindre mesure des contraintes de cisaillement hors plan. Or, de nombreux travaux ont montré que le comportement en compression des composites est principalement dominé par celui de la matrice, surtout au niveau de la résistance en compression (Budiansky and Fleck, 1993; Cormier, 2017). De ce fait, il est cohérent d'observer des tendances similaires entre des stratifiés de type $[(\pm 45)_n]_s$ chargés

en traction quasi-statique et des stratifiés de type $[0]_n$ chargés en flexion 3 points. Enfin, dans le cas des travaux de (Davies et al., 2017), l'apparition de mécanismes de dégradation pendant l'immersion du composite est confirmé par le fait que les propriétés mécaniques initiales se soient pas totalement recouvrées après assèchement des éprouvettes.

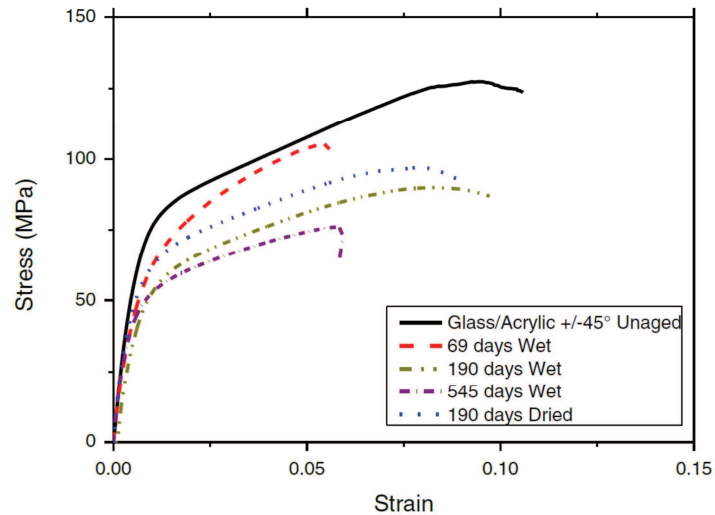


Figure I-34 : Courbes contrainte-déformation en fonction du temps d'immersion en eau de mer dans le cas d'un stratifié acrylique/fibres de verre $[\pm 45]$ (Davies et al., 2017)

b- Sous un chargement de fatigue

Un certain nombre de travaux de la littérature portent sur l'effet du vieillissement sur la tenue en fatigue des CMO stratifiés renforcés de fibres de verre, sous un rapport de charge R de 0.1 (Boisseau and Peyrac, 2015; Ellyin and Rohrbacher, 2003; Hu et al., 2014; Jones et al., 1983; Malpot et al., 2016; Rocha et al., 2017; Vauthier et al., 1997). Ils montrent généralement, à température ambiante, une réduction de la tenue en fatigue après vieillissement d'autant plus importante que le chargement de fatigue maximum augmente. Cela est illustré en Figure I-24 dans le cas d'un composite stratifié unidirectionnel à matrice époxy testé en flexion 3 points avant et après immersion pendant 11 jours à 90°C ou pendant 77 jours à 60°C (Vauthier et al., 1997). Des résultats similaires sont obtenus par (Kennedy, 2013) dans le cas d'un stratifié $[45/135/90/0]_s$ à matrice époxy testé après immersion dans une eau à 30°C . Certains travaux obtiennent quant à eux une tenue en fatigue similaire avant et après immersion pour des grandes durées de vie, tel que (Boisseau and Peyrac, 2015) dans le cas d'un stratifié $[\pm 45]$ à matrice époxy ; voire dans certains cas, une meilleure tenue en fatigue, comme montré en Figure I-23(a) dans le cas d'un stratifié $[0/90]$ à matrice époxy, avant et après immersion en eau bouillante (Jones et al., 1983). Ces tendances sont aussi retrouvées par (Franco et al., 2008) sur un stratifié $[0/90/45]_s$ à matrice PPS renforcé de fibres carbone.

(Malpot et al., 2016) obtiennent aussi des tendances similaires pour des composites stratifiés $[(45)_3]$, $[(0/90)_3]$ et $[(90/0)_3]$ à matrice PA6,6 après immersion en eau à 20°C jusqu'à saturation de la masse,

mais l'effet de la teneur en eau a une influence moindre sur la tenue en fatigue (Figure I-35). Ces résultats peuvent s'expliquer par la température de l'eau d'immersion, qui n'est que de 20°C. En effet, dans les travaux cités précédemment, l'immersion se fait en température, ce qui accélère le vieillissement du composite du fait de l'activation de processus chimiques qui entraîne l'apparition de défauts à la surface du composite et peut conduire à une chute de la résistance des fibres de verre. En effet, la lixiviation (dissolution chimique de certains constituants d'un matériau) et l'hydrolyse du durcisseur peuvent modifier le pH de l'environnement en le rendant fortement basique et ainsi, activer l'apparition de ces défauts et dégrader l'ensimage (Kotsikos et al., 2000; Vauthier et al., 1997).

De plus, il faut savoir que plusieurs travaux tels que ceux de (Arvanitopoulos and Koenig, 1996) ont montré que la qualité de l'ensimage jouait un rôle sur l'impact qu'aura le vieillissement par absorption d'eau sur la tenue en fatigue des CMO stratifiés. Tout d'abord, les propriétés des interfaces fibres/matrice sans ensimage étant généralement faibles, les phénomènes engendrés par l'absorption d'eau provoquent facilement des décohésions fibres/matrice, qui elles-mêmes, favorisent l'absorption d'eau par le composite par capillarité (Hu et al., 2014). Ainsi, plus la résistance des interfaces fibres/matrice sera importante du fait d'un ensimage adapté, plus la capacité d'absorption d'eau du composite diminuera. Cela est d'autant plus vrai si l'ensimage est lui-même conçu pour résister aux effets d'environnement. Ainsi, l'influence de la teneur en eau sur la durée de vie en fatigue d'un composite dépend fortement des propriétés des interfaces fibres/matrice de ce dernier (Li, 2000; Schultheisz and Waas, 1996). C'est pour cette raison que la réduction de l'ILSS du fait de l'absorption d'eau dépend de l'ensemble des constituants d'un composite (Boisseau and Peyrac, 2015; Davies et al., 2017; Rocha et al., 2017).

Toutefois, il semble que la diminution de la résistance des fibres et la dégradation des interfaces fibres-matrice causées par l'activation thermique des processus chimiques mentionnés auparavant n'ait qu'une influence limitée pour des stratifiés dont le comportement mécanique en fatigue est dominé par celui de la matrice. En effet, certains travaux mettent en évidence une faible diminution de la tenue en fatigue de ce type de stratifiés après vieillissement, alors même que quand ils sont testés avec des plis orientés dans la direction de chargement, des tendances similaires à celles présentées précédemment sont obtenues. C'est le cas pour les stratifiés [0/90] et [± 45] à matrice époxy testés par (Jones et al., 1983) avant et après immersion en eau bouillante. Des résultats similaires sont obtenus par (Ellyin and Rohrbacher, 2003) dans le cas de stratifié [$\pm 45/90_3$]_s et [0₂/90₃]_s à matrice époxy renforcées de fibres de verre après immersion dans une eau à 20°C.

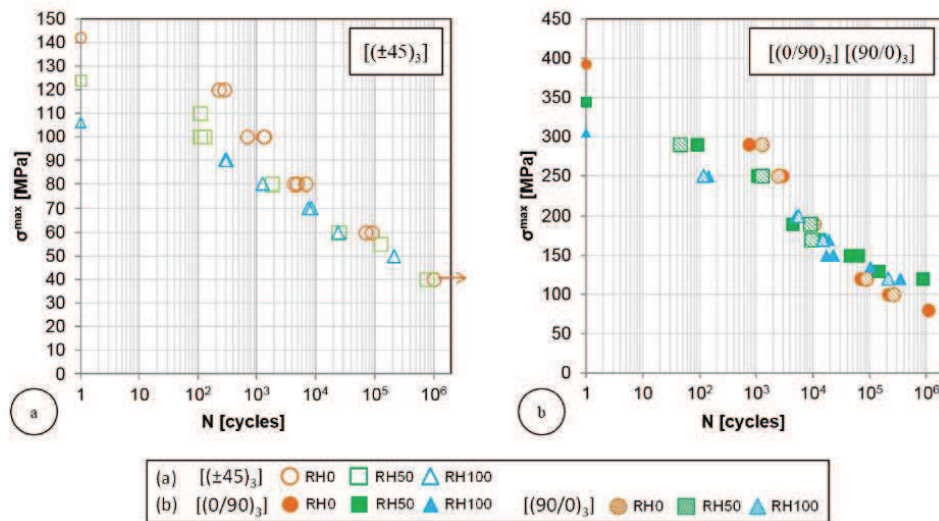


Figure I-35 : Courbes S-N obtenues pour un composite stratifié à matrice PA6,6 renforcé de fibres de verre (a) $[(\pm 45)_3]$ et (b) $[(0/90)_3]$ et $[(90/0)_3]$, pour trois teneurs en eau : RH0, RH50 et RH100, à $R = 0.1$ et $f = 1\text{Hz}$ (Malpot et al., 2016)

Enfin, d'autres mécanismes de dégradation propres à certains CMO stratifiés peuvent aussi se produire et conduire à une réduction drastique de la tenue en fatigue après vieillissement, comme, par exemple, dans le cas d'un stratifié $[\pm 45]$ à matrice hybride polyester/époxy renforcé de fibres de verre testé en flexion 3 points à $R = 0.1$ (Figure I-36 - composite 3), qui serait due à une réaction délétère entre l'eau et la matrice polyester (Boisseau and Peyrac, 2015). En effet, les propriétés des interfaces fibres/matrice se dégradent autant que celles des deux autres composites testés dans les mêmes conditions (Figure I-36 - composite 1&2) et le composite absorbe deux fois moins d'eau que ces derniers.

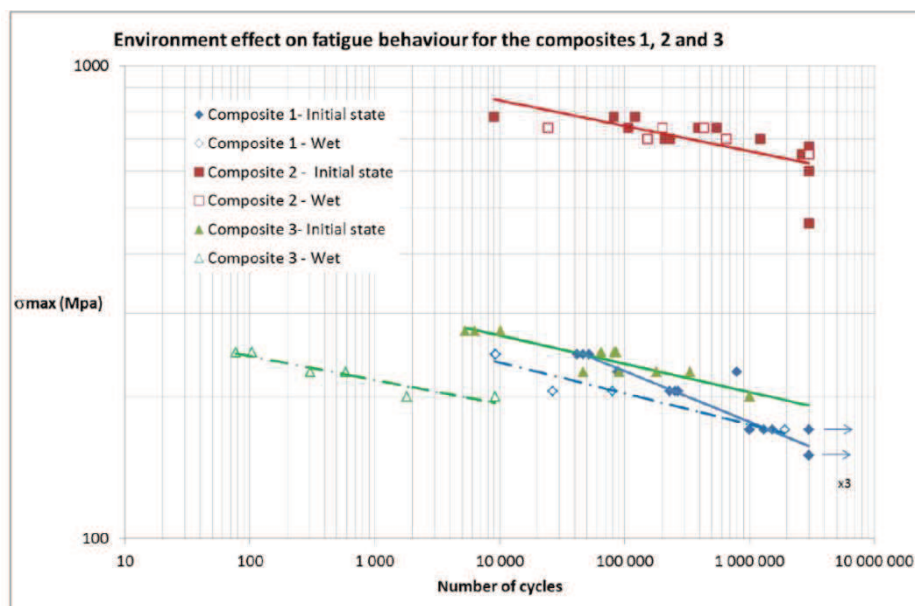


Figure I-36 : Courbe S-N pour trois composites à l'état initial et à l'état saturé en eau de mer testés en flexion 3 points à $R = 0.1$ et à une fréquence maximum f de 5Hz – composite 1 : époxy/verre, composite 2 : époxy/carbone et composite 3 : époxy+polyester/verre (Boisseau and Peyrac, 2015)

I.4.2. Sur le scénario d'endommagement dans les CMO stratifiés

a- Sous un chargement quasi-statique

A notre connaissance, peu de travaux concernant l'influence du vieillissement des CMO stratifiés sur leur scénario d'endommagement en traction quasi-statique sont présents dans la littérature. Toutefois, on peut citer les travaux de (Kotsikos et al., 2000) sur un composite tissé [0/90] à matrice polyester renforcé de fibres de verre, immergé en eau de mer à 35°C pendant 6 mois et testé en flexion 4 points et de (Komai et al., 1989) sur un composite stratifié $[(\pm 45)_6]_s$ à matrice époxy renforcé de fibres de carbone testé après immersion en eau déionisée à 80°C. Ils mettent tous les deux en évidence une augmentation du niveau d'endommagement des éprouvettes avec l'augmentation de la teneur en eau, du fait des conséquences des mécanismes de dégradation qui se sont produits au cours de l'absorption : décohésion fibres-matrice du fait de la chute des propriétés des interfaces fibres-matrice et délaminage. Dans ces deux articles, l'augmentation du niveau d'endommagement des éprouvettes immergées est mise en évidence par une activité acoustique plus importante (Figure I-37). De plus, (Kotsikos et al., 2000) montrent que cette augmentation de l'activité acoustique se fait principalement dans un intervalle d'amplitude compris entre 40 et 60dB, associé à de la fissuration matricielle et à des décohésions fibres/matrice (Figure I-38). Les événements compris entre 85 et 100dB sont, quant à eux, associés à des ruptures de fibres et se produisent à la fin des essais. Leur nombre est équivalent quel que soit le conditionnement considéré. Ces résultats confirment donc que la chute des propriétés mécaniques des interfaces fibres-matrice conduit à un nombre plus important de décohésions fibre-matrice.

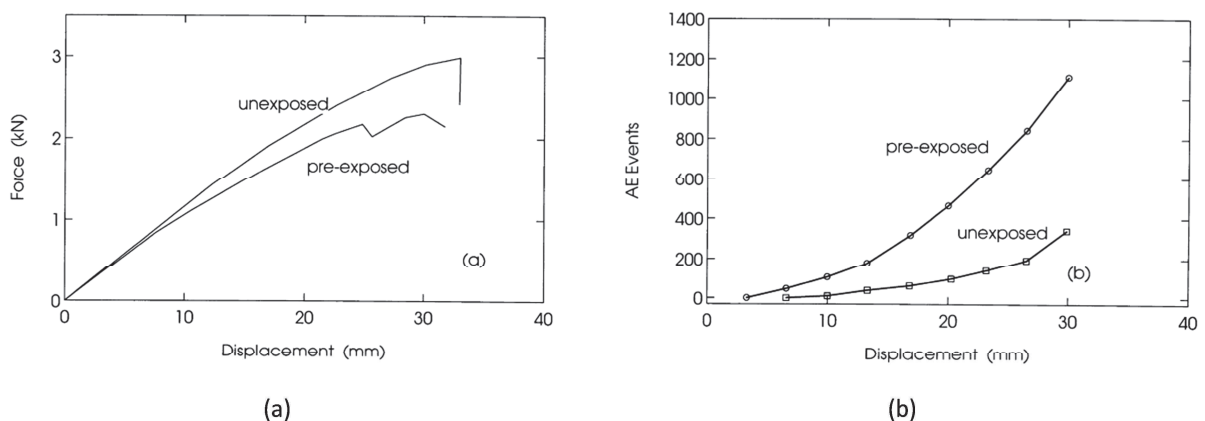


Figure I-37 : Résultats des essais de flexion 4 points quasi-statique sur un composite tissé [0/90] à matrice polyester avant et après immersion en eau de mer à 35°C avec (a) la force et (b) le nombre d'évènements acoustiques en fonction du déplacement (Kotsikos et al., 2000)

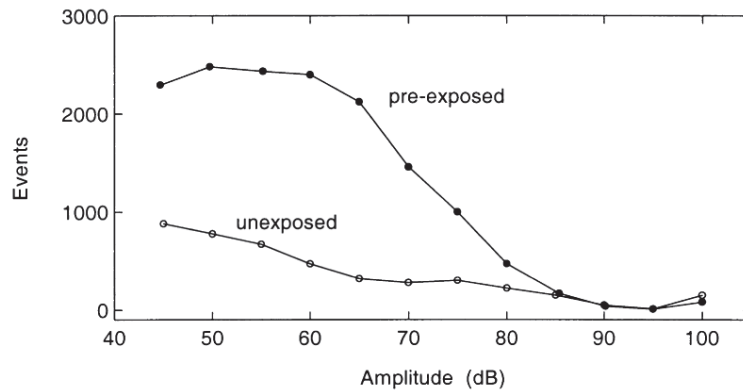


Figure I-38 : Nombre d'évènements par amplitude durant un essai de flexion 4 points quasi-statique sur un composite tissé [0/90] à matrice polyester avant été après immersion en eau de mer à 35°C (Kotsikos et al., 2000)

Cependant, les travaux de (Malpot et al., 2015) qui expliquaient la chute des propriétés mécaniques des interfaces fibres/matrice d'un stratifié [(0/90)₃] à matrice PA6.6 renforcé de fibres de verre après immersion à 20°C jusqu'à saturation de la masse, par la rupture des liaisons hydrogène présentes dans les polyamides sous l'action de l'eau, mettent en évidence une activité acoustique après immersion (RH100) environ 4 fois plus faible que pour une conservation à air ambiant (RH50) et environ 3 fois plus faibles qu'après assèchement à 35°C (RH0). De plus, les premiers évènements acoustiques sont enregistrés après 10% de l'essai pour les éprouvettes RH100, alors qu'ils le sont dès le début pour les éprouvettes RH0 et RH50. Ainsi, le seuil d'initiation de l'endommagement, défini comme étant la déformation atteinte lorsque 2% du nombre total d'évènements acoustiques se sont produits, est retardé avec l'augmentation de la teneur en eau dans le composite (Figure I-39(a)). Enfin, l'énergie cumulée des évènements enregistrés est beaucoup plus importante pour les éprouvettes RH50 que pour les éprouvettes RH0 et RH100 (Figure I-39(b)). Ces résultats sont plus proches de ce qui peut être observé dans le cas où l'absorption d'eau ne provoque que des phénomènes réversibles. En effet, ces phénomènes réversibles, à savoir notamment les effets de plastification et de gonflement de la matrice (cf. section I.3.2.a-), se traduisent, sous un chargement de traction quasi-statique, par un retard de l'initiation de l'endommagement et une diminution du nombre d'endommagement avec l'augmentation de la teneur en eau (cf. section I.3.2).

Pour rappel, nous avons vu dans la section I.4.1a- que les travaux de (Malpot et al., 2015) mettaient en évidence une chute de la contrainte et de la déformation à rupture avec l'augmentation de la teneur en eau, au contraire à ce qu'on aurait pu s'attendre pour un chargement dans la direction des fibres. Cela semblait donc indiquer l'apparition d'un mécanisme de dégradation dans le composite. Mais aucune étude ne semble avoir été réalisée sur la possibilité de recouvrer ou non les propriétés mécaniques initiales. En conséquence, en admettant que ce mécanisme de dégradation se soit produit, deux hypothèses sont possibles : soit ses conséquences sur le scénario d'endommagement

sont négligeables contrairement à celles sur les propriétés mécaniques, soit elles sont compensées par d'autres mécanismes.

Enfin, les résultats présentés en Figure I-39 montrent aussi que l'activité acoustique est plus faible à RH0 qu'à RH50, et les évènements de moindre énergie, contrairement, une nouvelle fois, à ce qu'on pourrait s'attendre. Ces résultats démontrent donc qu'il est difficile de prévoir l'effet qu'aura le vieillissement d'un CMO stratifié sur le scénario d'endommagement en traction quasi-statique de ce dernier, du fait de tous les phénomènes mis en jeu, qui peuvent avoir des conséquences opposées.

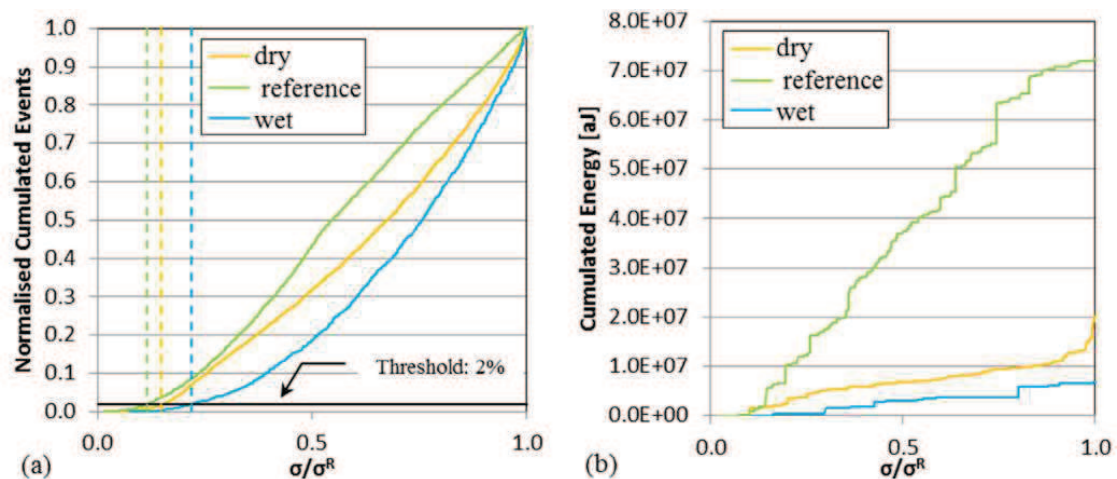


Figure I-39 : (a) Nombre d'évènements normalisé et (b) énergie cumulé mesurée par émission acoustique durant des essais de traction quasi-statique dans le cas d'un composite [(0/90)₃] GFRPA6,6 sous deux conditionnements différents et l'état de référence (éprouvettes exposées à l'air ambiant non contrôlé) (Malpot et al., 2015)

b- Sous un chargement de fatigue

Comme en traction quasi-statique, quelques travaux mettent en évidence un niveau d'endommagement plus important après le vieillissement des CMO stratifiés (Hu et al., 2014; Kotsikos et al., 2000). Ainsi, (Kotsikos et al., 2000) étudient un composite stratifié [0/90] à matrice polyester renforcé de fibres de verre et observe une augmentation du nombre d'évènements acoustiques correspondant à du délaminage et des décohésions fibres/matrice avec l'augmentation de la teneur en eau, lors d'essais de fatigue à $R = 0.1$. De plus, des observations visuelles (le composite étant transparent) et au microscope confirment ces observations. (Hu et al., 2014), quant à eux, étudient un composite à matrice époxy et fibres de verre [0]₂ et montrent que l'endommagement est beaucoup plus diffus et que le nombre d'évènements acoustiques associé à l'endommagement est plus important quel que soit le type de mécanisme lorsque la teneur en eau augmente. Les essais ont été effectués à $R = 0.1$ et $f = 10\text{Hz}$.

Cependant, les travaux de (Malpot et al., 2017) à $R = 0.1$ sur des stratifiés $[(0/90)_3]$, $[(90/0)_3]$ et $[(\pm 45)_3]$ à matrice PA6.6 renforcé de fibres de verre montrent des résultats quelque peu différents. En effet, quelle que soit la stratification considérée, l'enregistrement des événements acoustiques montre que le vieillissement entraîne une augmentation des endommagements aux interfaces fibre-matrice et du nombre de rupture de fibres, mais une diminution des endommagements matriciels (Figure I-40). Il est important de noter que leurs résultats de thermographie infrarouge mettent en évidence des ruptures de fibres localisées au niveau de la zone de rupture des éprouvettes et des endommagements matriciels et aux interfaces diffus dans le cas des stratifiés $[(0/90)_3]$ et $[(90/0)_3]$, confirmant le fait que la rupture finale des éprouvettes est provoquée par celles des fibres (Figure I-41(a)). Dans le cas du stratifié $[(\pm 45)_3]$, les ruptures de fibres sont plus diffuses, mais tendent tout de même à s'accumuler au niveau de la zone de rupture et les endommagements de la matrice et des interfaces sont eux aussi diffus (Figure I-41(b)). Ces résultats sont donc cohérents vis-à-vis du type de stratifications testées.

Enfin, certains travaux montrent que la perte de raideur des CMO stratifiés peut être impactée par le vieillissement de ces derniers ((Ellyin and Rohrbacher, 2003; Ferreira et al., 2007; Hu et al., 2014; Kotsikos et al., 2000), comme montré en Figure I-42.

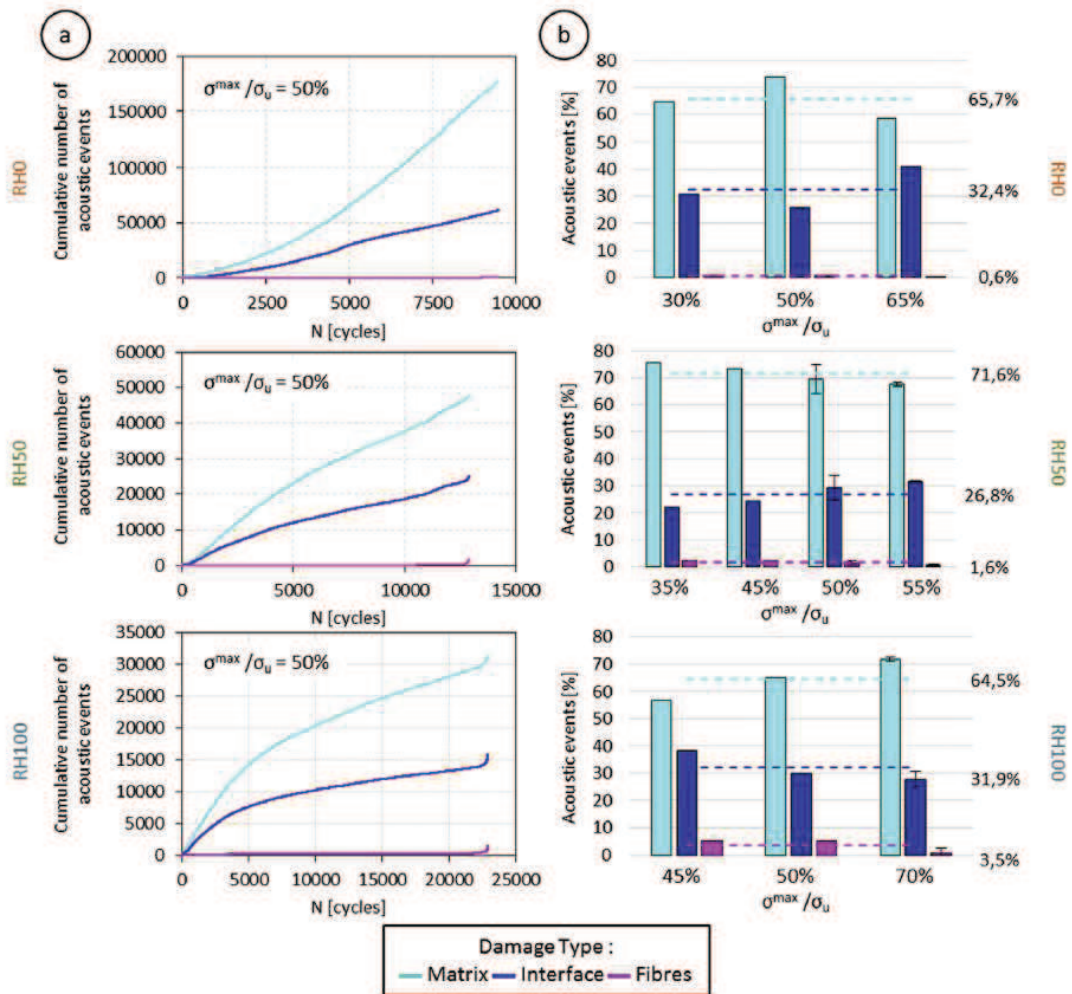


Figure I-40 : Analyse des événements acoustiques enregistrés durant des essais de fatigue à $R = 0.1$ sur des éprouvettes $[(0/90)_3]$ conditionnées à RH0, RH50 et RH100 (a) Nombre cumulé d'évènements à $\sigma_{max}50\%UTS$ pour les trois types d'endommagement (b) Distribution des événements à la fin des essais de fatigue pour différentes contraintes maximale (Malpot et al., 2017)

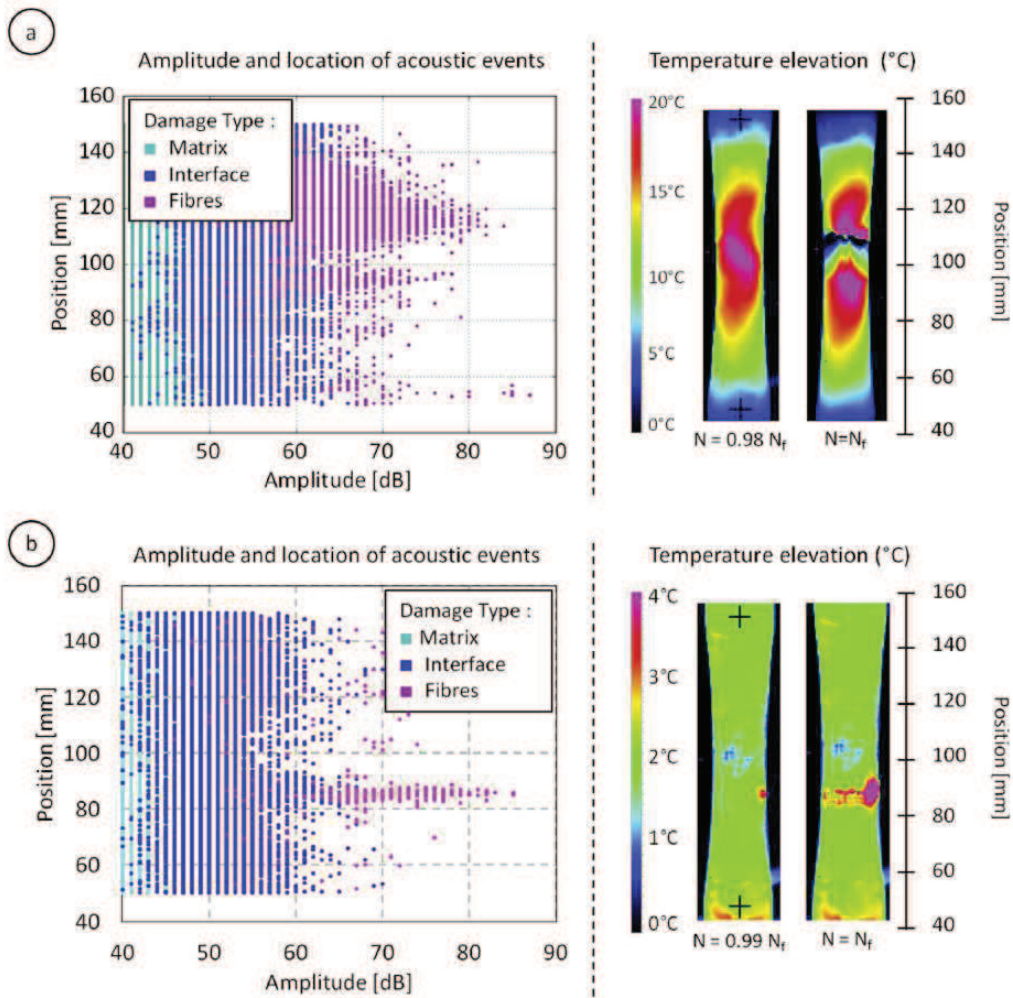


Figure I-41 : Localisation des événements acoustiques enregistrés lors d'essais de fatigue à $R = 0.1$ et $f = 1\text{Hz}$ (a) sur une éprouvette $[(\pm 45)_3]$ à RH50 à 50%UTS et (b) sur une éprouvette $[(0/90)_3]$ à RH50 et 55%UTS. Comparaison avec les cartographies d'élévation de la température (thermographie infrarouge) (Malpot et al., 2017)

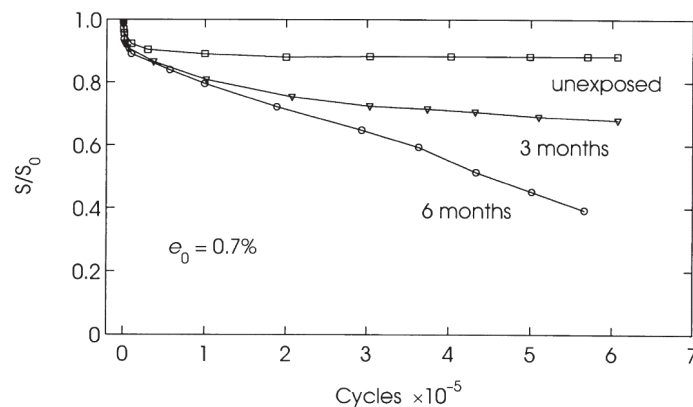


Figure I-42 : Influence du vieillissement en eau de mer à 35°C pendant 6 mois sur la perte de raideur en fatigue à $R = 0.1$ d'un composite stratifié à matrice polyester renforcé de fibres de verre (Kotsikos et al., 2000)

I.4.3. Synthèse

L'absorption d'eau par les CMO stratifiés peut engendrer un certain nombre de phénomènes dont les conséquences peuvent être réversibles ou non. Dans ce dernier cas, on parle alors de vieillissement du matériau. L'apparition de mécanismes de dégradation telles que des décohésions fibres-matrice, de la microfissuration matricielle ou encore une hydrolyse de la matrice peut alors avoir des conséquences délétères sur les propriétés mécaniques en traction quasi-statique et sur la tenue en fatigue des CMO stratifiés. Ils peuvent parfois contrecarrer les modifications engendrées par les phénomènes réversibles. Ainsi, dans le cas d'un chargement hors-axes en traction quasi-statique, l'effet de plastification engendré par l'absorption d'eau, dont les conséquences sont réversibles, augmente la ductilité de la matrice et donc la déformation à rupture. Mais lorsqu'un vieillissement du stratifié est observé, la déformation à rupture se trouve généralement fortement réduite (Davies et al., 2017; Malpot et al., 2015). De plus, lors d'un chargement dans la direction des fibres, le vieillissement provoque une chute de la contrainte et de la déformation à rupture, qui n'est pas observée dans le cas où aucun mécanisme de dégradation majeur ne s'est produit, c'est-à-dire lorsque l'effet de plastification est à l'origine de la totalité ou de la quasi-totalité des variations du comportement mécanique. En fatigue, le vieillissement peut diminuer plus ou moins fortement la tenue en fatigue des CMO stratifiés suivant la sévérité des dégradations engendrées, alors que lorsqu'aucun mécanisme de dégradation majeur ne s'est produit, la tenue en fatigue n'est pas significativement impactée. Enfin, l'absorption d'eau sans apparition de phénomènes irréversibles conduit à une diminution des mécanismes de fissuration, tandis que le vieillissement du stratifié peut amener à l'effet inverse.

Ainsi, il est encore plus difficile de prévoir l'effet qu'aura le vieillissement sur le comportement mécanique et le scénario d'endommagement des CMO stratifiés, dans la mesure où la sévérité des mécanismes de dégradation mis en jeu dépendra à la fois de la qualité de l'ensimage, de la nature des renforts et de la matrice et de la distribution des contraintes résiduelles induites par le procédé de fabrication. Aussi, il est important de noter qu'arriver à séparer les effets engendrés par l'absorption d'eau de ceux engendrés par un vieillissement n'est pas une chose évidente. En effet, ces effets peuvent notamment se compenser. De plus, l'absorption d'eau dans l'épaisseur d'une éprouvette se fait de manière graduelle. Ainsi, plus l'épaisseur est grande, plus le gradient de la teneur en eau dans l'épaisseur est fort. Les mécanismes de dégradation apparaissent alors en premier dans les plis extérieurs, avant d'atteindre les plis centraux. Attendre qu'une éprouvette ait atteint son niveau de saturation en eau pour étudier les effets de cette dernière sur le comportement mécanique du composite signifie alors subir aussi potentiellement les effets des

mécanismes de dégradation apparus dans les plis extérieurs. Un moyen de pallier ce problème consiste alors à étudier l'influence de l'absorption d'eau et du vieillissement sur des éprouvettes dont l'épaisseur est très faible, pour lesquelles la phase d'absorption d'eau se fait de manière quasi-instantanée, et donc sans vieillissement (El Yagoubi et al., 2012). Mais cela n'est pas possible pour les résines polymères renforcées.

Enfin, si un parallèle est possible entre l'effet de la température et l'effet de l'absorption d'eau sans vieillissement sur les propriétés mécaniques et le scénario d'endommagement des CMO stratifiés en traction quasi-statique, cela n'est plus le cas lorsque des mécanismes de dégradation apparaissent. Par contre, en fatigue, ce parallèle peut être fait, puisque le vieillissement et l'augmentation de la température au-dessus de la température ambiante engendrent tous les deux une diminution de la tenue en fatigue.

I.5. Conclusion du chapitre

Même si les résines polymères ont leur propre sensibilité à la température et à l'absorption d'eau, l'effet qu'auront ces derniers sur le comportement mécanique des résines polymères est facilement prévisible, que des mécanismes de dégradation se soient produits ou pas. En effet, ces deux effets d'environnement ont des conséquences similaires sur les propriétés mécaniques des résines polymères, à savoir une chute du module et de la contrainte à rupture et une augmentation de la déformation à rupture, du fait notamment de l'augmentation de la ductilité des résines polymères. Ainsi, l'effet de la température et l'effet de l'absorption d'eau sont comparables dans le cas des résines polymères non renforcées.

En ce qui concerne les composites stratifiés à matrice polymère (i.e. résines renforcées), un grand nombre de facteurs et de phénomènes sont impliqués dans le degré d'impact qu'aura la température et l'absorption d'eau sur leur réponse mécanique. En effet, chaque association entre un type de renfort, un type d'ensimage, une résine polymère et un procédé de fabrication conduira à une sensibilité à la température et à la teneur en eau différente. Ainsi, la sévérité des phénomènes engendrés sera différente d'un composite à un autre, de la même façon que ces phénomènes seront observés dans certains composites mais pas dans d'autres. Comme souligné notamment par (Franco et al., 2008), il n'est alors pas évident de comparer deux études qui ne portent pas exactement sur le même système composite {matrice/renfort/ensimage/procédé de fabrication}. En effet, cela peut amener à des conclusions erronées. La seule possibilité reste de regrouper de nombreuses études pour en sortir des tendances globales. Il faut aussi noter que l'apparition de mécanismes de dégradation irréversibles tels que de la fragilisation des interfaces fibres/matrice, de la décohésion

fibres/matrice et/ou de la microfissuration matricielle notamment, est bien plus délétère pour la tenue mécanique des CMO stratifiés que l'apparition de phénomènes dont les effets sont réversibles.

Une vue schématique des phénomènes engendrés par l'augmentation de la température et l'absorption d'eau et leurs conséquences sur le comportement mécaniques des CMO stratifiés est proposée en Figure I-43. Elle permet de mieux visualiser les parallèles qui peuvent être faits entre les phénomènes engendrés par l'augmentation de la température et ceux engendrés par l'absorption d'eau. Ainsi, lorsque la température ou la teneur en eau augmente sans qu'aucun mécanisme de dégradation ne soit engendré, le comportement mécanique des CMO stratifiés lors d'un chargement de traction quasi-statique varient suivant les mêmes tendances que celles obtenues pour les résines polymères non renforcées (excepté dans le cas d'un chargement dans la direction des fibres). Par contre, en fatigue, l'absorption d'eau sans vieillissement a un impact négligeable sur la durée de vie des CMO stratifiés, alors que le vieillissement la diminue fortement, de même qu'une augmentation de la température. Cela s'explique notamment par le fait que l'impact de l'augmentation de la température sur la ductilité est plus important que celui de l'augmentation de la teneur en eau, du fait des variations de température conséquentes appliquées aux composites là où l'augmentation de la teneur en eau est limitée par la capacité d'absorption maximale des matrices polymères. Ainsi, si ces deux facteurs environnementaux ont un impact qualitatif similaire en traction quasi-statique (sans vieillissement hydrique), il existe un delta de température par rapport à la température ambiante à partir duquel les variations des propriétés mécaniques ne sont plus quantitativement comparables.

L'influence de la température et de l'absorption d'eau sur le comportement mécanique et le scénario d'endommagement des composites à matrice polymères renforcés de fibres de verre n'est donc pas négligeable. En effet, l'absorption d'eau ne se fait généralement pas sans engendrer de vieillissement dans ce type de composite. Cet impact se doit donc d'être étudié et pris en compte pour le dimensionnement de structures fabriquées avec ces composites et soumises à des variations de température et/ou amenées à travailler en immersion. Les premiers essais sur le composite étudié ayant montré que ce dernier était particulièrement sensible aux variations de la température autour de la température ambiante, les travaux de thèse présentés ici portent sur l'impact de cet effet d'environnement. Il est étudié dans le cas d'un chargement de traction quasi-statique au Chapitre IV, et dans le cas d'un chargement de fatigue au Chapitre V.

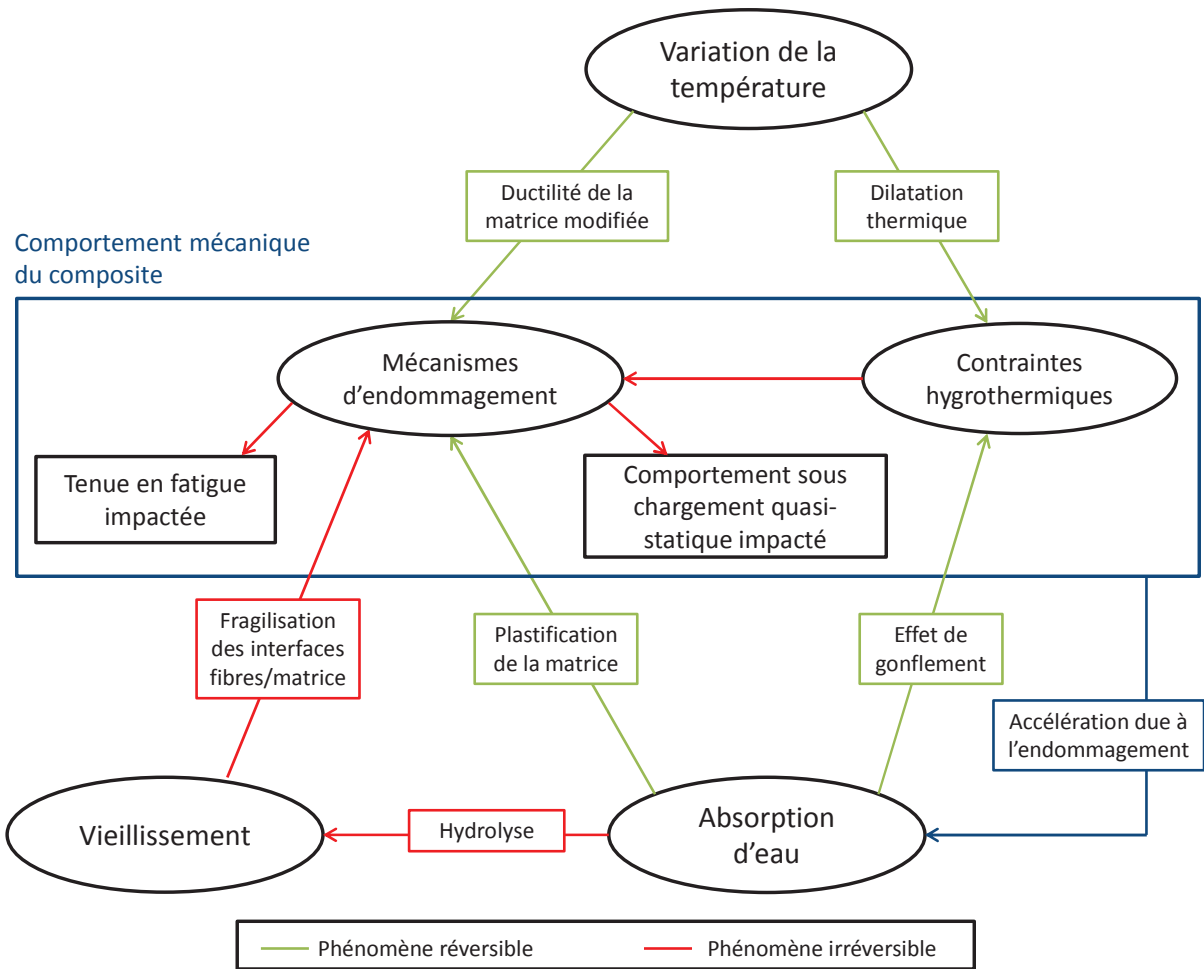


Figure I-43 : Schéma représentant l'influence de la température et de la teneur en eau sur le comportement mécanique des CMO stratifiés

Chapitre II.

DE LA FABRICATION DU COMPOSITE AUX METHODES DE CARACTERISATION EXPERIMENTALE

Ce chapitre a pour objectif de donner un aperçu global des constituants, du procédé de fabrication et de la santé matière du composite à matrice acrylique renforcé de fibres de verre étudié, mais aussi des méthodes et protocoles expérimentaux mis en œuvre pour caractériser ce dernier ainsi que la matrice non renforcée.

SOMMAIRE

II.1.	Le composite stratifié étudié.....	75
II.1.1.	La matrice acrylique Elium 188™	75
II.1.2.	Les renforts en fibres de verre continues G-Ply™	75
II.1.3.	Mise en œuvre par infusion sous vide	77
II.2.	Santé matière du composite stratifié.....	78
II.2.1.	Taux volumique de fibres	78
II.2.2.	Analyse de la méso- et micro-structure	81
II.2.3.	Taux de porosité.....	82
II.2.4.	Variation de l'épaisseur des plaques.....	83
II.2.5.	Structure des renforts	84
II.2.6.	Capacité d'absorption d'eau de la résine et du composite stratifié	87
II.3.	Caractérisation mécanique expérimentale de la résine et du composite	91
II.3.1.	Démarche d'étude.....	91
II.3.2.	Analyse mécanique dynamique	92
II.3.3.	Essais mécaniques en température.....	94
II.3.4.	Essais de traction quasi-statique	95
II.3.5.	Essais de fatigue uniaxiale	103
II.3.6.	Méthode de calcul des incertitudes sur les valeurs des grandeurs expérimentales ..	111
II.4.	Conclusion du chapitre.....	112

II.1. Le composite stratifié étudié

Le matériau étudié dans le cadre de ces travaux est un composite stratifié à matrice thermoplastique acrylique Elium 188TM renforcé de fibres de verre continues, utilisé dans le cadre du projet EFFIWIND pour la fabrication de pales d'éolienne.

II.1.1. La matrice acrylique Elium 188[®]

La résine thermoplastique acrylique Elium[®] 188 est produite par le groupe ARKEMA. Cette résine amorphe est obtenue après combinaison de la résine acrylique Elium[®] 180 avec un catalyseur à base de peroxyde de dibenzoyl qui active la polymérisation de la résine à température ambiante et un additif qui permet d'inhiber la réaction de la résine avec l'oxygène de l'air, qui est délétère pour la polymérisation. Ce mélange entraîne la polymérisation de la résine Elium[®] 180 dans un délai d'1h-1h30. De ce fait, la résine est stockée à l'état brut, et le mélange est réalisé juste avant la fabrication du composite. Les propriétés physiques et mécaniques de la résine Elium[®] 180, fournies par le fabricant, sont répertoriées dans le Tableau II-1. Cette résine est adaptée au procédé d'infusion sous vide du fait notamment de sa faible viscosité à température ambiante. Dans l'ensemble des travaux de thèse présentés ici, seule la résine acrylique Elium[®] 188 est étudiée.

Propriétés mécaniques	Valeur
Masse volumique (kg/m ³)	1183
Viscosité à 25°C (MPa.s)	100
Densité	1.19
Coefficient de dilatation thermique (mm/m/°C)	0.065
Température de transition vitreuse (°C)	109
Module d'Young (MPa)	3 300
Résistance mécanique en traction quasi-statique (MPa)	76
Déformation maximale en traction quasi-statique (%)	6

Tableau II-1 : Données fabricant de la résine acrylique Elium[®] 180

II.1.2. Les renforts en fibres de verre continues G-PlyTM

Pour la fabrication des pales d'éolienne du projet EFFIWIND, deux types de renforts en fibres de verre de type « E » sont utilisés : les nappes unidirectionnelles (UD) [0] (Figure II-1(a)), de référence G-PLYTM U960 CT3,8 (AC4) et les nappes biaxiales (BXS) [(±45)] (Figure II-1(b)), de référence BXS1000 C3,4 (AC4). Ils sont tous les deux fournis par l'entreprise CHOMARAT. L'ensimage AC4 présent sur les fibres a été optimisé pour être compatible avec la résine Elium[®] 188TM. Les principales propriétés de

ces deux renforts sont présentées dans le Tableau II-2. Ces dernières mettent en évidence que les plis unidirectionnels comportent tout de même des torons de fibres dans le sens trame, à hauteur de 3.6%, et que les plis biaxiaux à $\pm 45^\circ$ comportent des torons de fibres dans le sens de la chaîne à hauteur de 0.2%. La présence de ces torons est nécessaire pour assurer la tenue des renforts lors des opérations de fabrication des plaques de composite ou d'une structure telle que qu'un pale d'éolienne.

Propriétés	Nappes unidirectionnelles UD	Nappes biaxes $\pm 45^\circ$ BXS
Masse surfacique d'une nappe (g/m ²)	1007 \pm 5%	1005 \pm 5%
Masse surfacique Chaîne 0° (g/m ²) - Verre	960 \pm 5%	2 \pm 5%
Masse surfacique Trame (g/m ²) - Verre	35 \pm 5%	/
Masse surfacique Diagonale 45° (g/m ²) - Verre	/	500 \pm 5%
Masse surfacique Diagonale -45° (g/m ²) - Verre	/	500 \pm 5%
Masse surfacique Liage (g/m ²) - Polyester	12 \pm 5%	3 \pm 5%

Tableau II-2 : Propriétés des nappes UD et BXS utilisées dans le cadre du projet EFFIWIND (CHOMARAT, 2016a, 2016b)

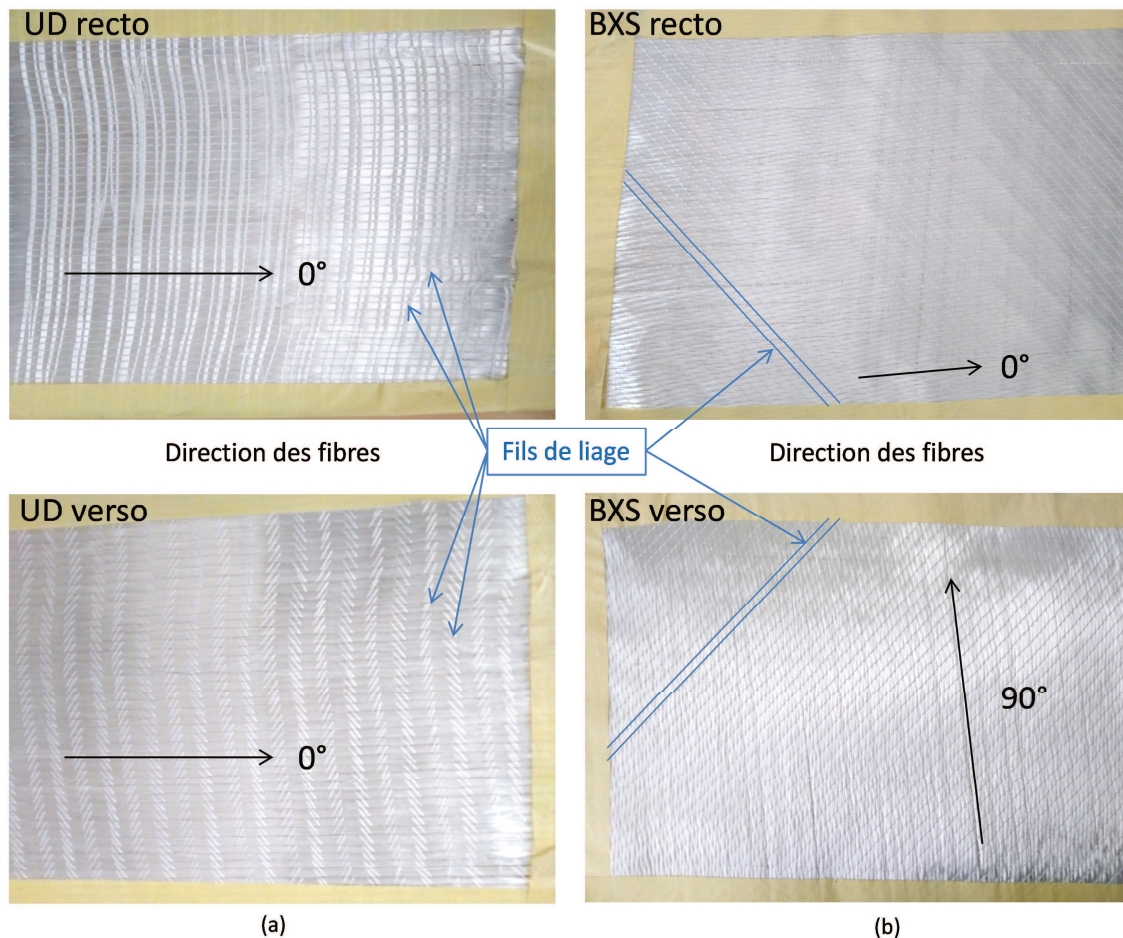


Figure II-1 : Photographies recto-verso des renforts en fibre de verre utilisés pour la fabrication du composite à matrice acrylique : (a) renforts unidirectionnels (UD) et (b) renforts biaxiaux (BXS)

II.1.3. Mise en œuvre par infusion sous vide

La fabrication des pales d'éolienne par infusion sous vide est grandement facilitée par la faible viscosité de la résine Elium 188™ avant polymérisation. Toutes les plaques stratifiées utilisées pour la caractérisation ont été fabriquées suivant le même procédé dans le centre R&D Canoë (Figure II-2). Les empilements de plis, surmontés d'un tissu drainant accélérant l'imprégnation de la résine, sont déposés sur un marbre en verre préalablement nettoyé et ciré. Ils sont recouverts par une bâche à vide dont les bords sont collés au marbre via l'apposition d'un joint. Cette bâche est ensuite mise sous vide grâce à une pompe à vide. Pour que tout l'empilement de renforts soit imprégné de résine et que la bâche ne se décompacte pas au cours de l'infusion, il est nécessaire d'avoir une pression inférieure à 100mbar sous la bâche, ainsi qu'une vitesse de décompaction inférieure à 0.5 mbar/min lorsque la pompe est coupée. Une fois ces deux conditions validées, le tuyau d'alimentation est ouvert pour permettre le passage de la résine. Il sera refermé une fois la totalité des renforts imprégnée.

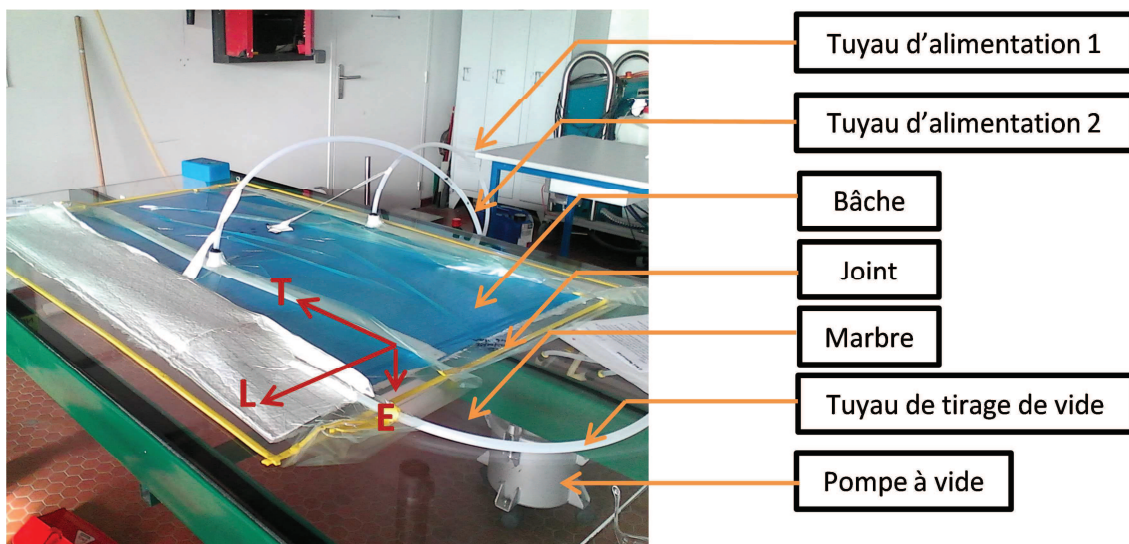


Figure II-2 : Infusion d'une plaque de stratifié à matrice acrylique Elium®188 renforcée de nappes biaxiales de fibres de verre E dans le centre R&D Canoë – la direction L correspond à la direction d'infusion

Si les renforts ont une dimension supérieure à 500mm dans le sens de l'infusion, il y a un risque que la résine ne puisse pas imprégner la totalité des renforts sur cette distance. Pour éviter ce problème potentiel, un deuxième tuyau d'alimentation est placé à 500mm, et est ouvert lorsque la résine a entièrement imprégné la première partie des renforts (le premier tuyau d'alimentation est alors fermé).

Pour la fabrication de plaques composite, suivant les dimensions de l'empilement de renforts (longueur, largeur et épaisseur), l'imprégnation des renforts peut durer entre 2 et 10 minutes. Une

fois tous les tuyaux d'alimentation fermés, tout est laissé tel quel pendant au minimum 12 heures afin d'être certain que la polymérisation de la résine soit totalement terminée avant le démoulage.

Les infusions ont toutes été réalisées à température ambiante. Des thermocouples placés au-dessus de la bêche ont permis de mesurer l'élévation de la température due à la réaction exothermique qui se produit lors de la phase de polymérisation de la résine. Cependant, le fait qu'ils soient au-dessus de la bêche et non au plus proche des renforts conduit à de fortes incertitudes et à une sous-estimation de la température des plaques. Suivant les plaques et l'emplacement des thermocouples sur ces plaques, une élévation de température comprise entre 15 et 20°C a été observée (cf. Figure II-3 dans le cas des plaques n°2 à 6). Du fait de cette élévation de température durant la polymérisation de la résine, des contraintes résiduelles d'origine thermique peuvent être induites dans les plaques stratifiées à la suite de la phase de refroidissement.

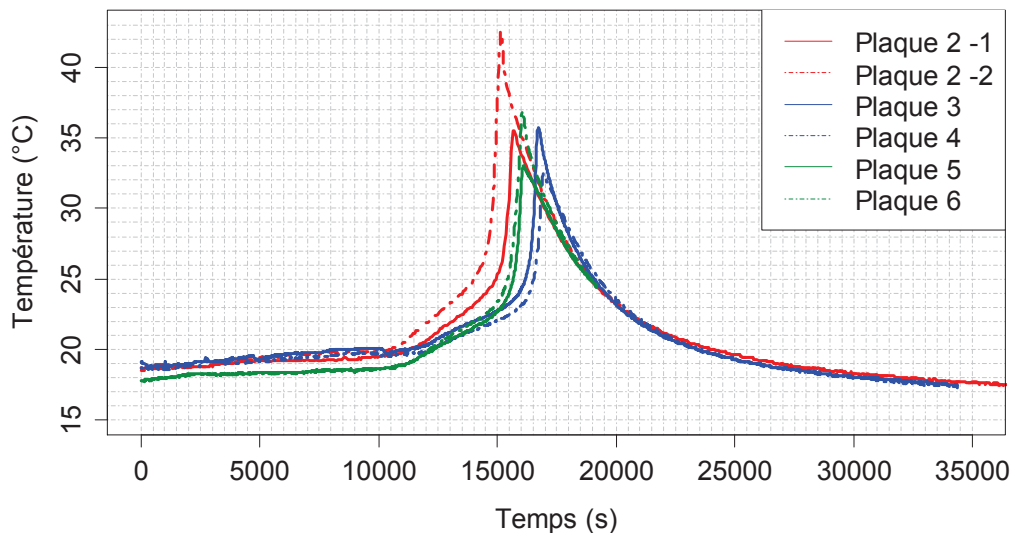


Figure II-3 : Elévation de la température des plaques lors de la polymérisation de la résine acrylique Elium 188®

II.2. Santé matière du composite stratifié

Cette partie a pour vocation de décrire les contrôles de l'état matière après fabrication des plaques stratifiées.

II.2.1. Taux volumique de fibres

Trois méthodes peuvent être utilisées pour déterminer le taux volumique de fibres des plaques. La première consiste à déterminer le taux volumique de fibres globale de la plaque en effectuant deux pesées lors de la fabrication : la première pour obtenir la masse des renforts relatifs à chaque plaque m_r et la seconde pour obtenir la masse des plaques finales m_p . En effet, ces deux données

permettent de calculer le taux massique de fibres M_f (en % massique), en supposant qu'il n'y a pas de porosités, en utilisant l'équation ci-dessous :

$$M_f = 100 * \frac{m_r}{m_p} \quad (II.1)$$

A partir de l'équation (II.1), il est possible de remonter au taux volumique de fibres V_f (en %), via la relation ci-dessous :

$$V_f = 100 * \frac{\frac{M_f}{\rho_f}}{\frac{M_f}{\rho_f} + \frac{(100 - M_f)}{\rho_m}} \quad (II.2)$$

où la masse volumique de la résine ρ_m et des fibres de verre ρ_f ont été considérées respectivement égales à 1183 kg/m³ (ARKEMA, 2015) et 2600 kg/m³ (Gay, 1997).

La seconde méthode consiste à estimer le taux volumique de fibres global de la plaque à partir de l'épaisseur moyenne de cette dernière via la relation ci-dessous :

$$V_f = \frac{m_{of}}{h_p * \rho_f} \quad (II.3)$$

où h_p est l'épaisseur moyenne d'un pli et m_{of} est le grammage du renfort, c'est-à-dire la masse du renfort pour une surface d'1m² (Gay, 1997). L'épaisseur moyenne est calculée à partir de 30 mesures d'épaisseur faites sur le contour des plaques.

A partir de ces deux méthodes, le taux volumique moyen de fibres des plaques stratifiées réalisées à partir de plis BXS a été évalué entre 47 et 60%, et celui des plaques de stratifié renforcées de plis UD entre 53 et 61%. En dehors de la variabilité provenant du procédé de fabrication, ces différences importantes d'une plaque à une autre peuvent s'expliquer par la présence de zones de matrice seule sur les extrémités des plaques (dues au procédé de fabrication) qui fausse l'estimation du taux volumique moyen de fibres des plaques, et par le fait que les mesures d'épaisseur faites sur le contour de la plaque ne sont pas toujours représentatives de l'épaisseur en tout point de la plaque, ce qui fausse l'estimation de l'épaisseur moyenne de la plaque. Ainsi, les valeurs du taux volumique de fibres des plaques calculées à partir de ces deux méthodes peuvent être sous- ou sur- estimées de manière importante.

La troisième méthode consiste à déterminer le taux volumique moyen de fibres de chacune des éprouvettes testées à partir de la mesure de l'épaisseur de ces dernières, via l'Equation (II.3). Cette

méthode est plus précise dans la mesure où elle donne des valeurs locales à l'échelle de l'éprouvette du taux volumique de fibres. Il suffit ensuite de calculer le taux volumique moyen des éprouvettes provenant d'une même plaque pour connaître le taux volumique de fibres global de cette dernière. Cette méthode permet aussi de corriger les propriétés mécaniques des éprouvettes par rapport à leur taux volumique de fibres de manière plus précise. Cela permet notamment de s'affranchir de l'influence de ce dernier sur les propriétés mécaniques du composite et donc de pouvoir comparer les propriétés mécaniques des éprouvettes testées à iso-taux volumique de fibres.

Une comparaison entre les valeurs obtenues après fabrication par les deux méthodes présentées précédemment et celles obtenues à partir de la mesure de l'épaisseur des éprouvettes est faite dans le Tableau II-3 pour quelques plaques. Dans ce tableau, le nombre d'éprouvettes pris en compte correspond au nombre d'éprouvettes découpées dans chaque plaque et testées mécaniquement, ce qui explique que ce nombre soit variable d'une plaque à une autre. Comme prévu, la détermination du taux volumique de fibres global des plaques à partir des deux premières méthodes entraînent une sous ou une surestimation non négligeable de ce dernier pour certaines plaques. Dans la suite des travaux présentés ici, c'est donc systématiquement la troisième méthode qui a été utilisée.

Numéro de la plaque	Taux volumique de fibres de la plaque déterminé après fabrication (%)	Moyenne taux volumique de fibres des éprouvettes découpées dans la plaque (%)	Nombre d'éprouvettes pris en compte	Ecart relatif entre les deux valeurs de taux volumique (%)
BXS - 01	47	51.3 ± 1.6	12	+8.4
UD - 08	59	57.4 ± 0.6	12	-3.1
UD - 09	60	56.7 ± 1.3	11	-4.9
BXS - 23	47	48.1 ± 1.4	10	+2.7
UD - 22	53	52.5 ± 1.4	5	-1.3
BXS - 38	56	51.3 ± 0.7	13	-8.4
UD - 48	61	56.3 ± 0.6	6	-8.1
UD - 52	58	57.8 ± 1.0	6	-0.2

Tableau II-3 : Comparaison des résultats donnés par les deux méthodes de détermination du taux volumique de fibres – les valeurs données en ± correspondent aux incertitudes de mesures

II.2.2. Analyse de la méso- et micro-structure

La microscopie optique a été utilisée pour analyser la microstructure des différentes plaques fabriquées. Pour cela, des échantillons de composite ont été découpés dans ces dernières et polis sur une de leurs tranches. La procédure de polissage utilisée est présentée dans le Tableau II-4. A noter qu'il existe d'autres procédures de polissage pouvant amener au même résultat.

Abrasif utilisé	Durée de polissage	Lubrifiant utilisé
Papier carbure de silicium P80	2-3 min	Eau du robinet
Papier carbure de silicium P180	2-3 min	Eau du robinet
Papier carbure de silicium P600	4-5 min	Eau du robinet
Papier carbure de silicium P1200	4-5 min	Eau du robinet
Tissu trident avec solution diamantée 6 μ m	4-5 min	Eau déionisée
Tissu trident avec solution diamantée 3 μ m	4-5 min	Eau déionisée

Tableau II-4 : Procédure de polissage pour le composite à matrice acrylique et fibres de verre étudié

L'utilisation d'un microscope optique permet ensuite d'obtenir des micrographies telles que celle présentée en Figure II-4, où une tranche d'un échantillon est observée dans le plan (L,E) (repère (L,T,E) défini en Figure II-2). Ainsi, il est possible d'observer la microstructure de l'échantillon. L'élément le plus visible correspond à l'empilement de plis. La Figure II-4 montre ainsi que les frontières entre plis se distinguent très facilement sur les micrographies (d'autant plus lorsque l'orientation entre deux plis n'est pas la même). De même, les torons de fibres parallèles à la direction d'observation se distinguent bien les uns des autres, puisqu'ils sont presque toujours séparés par une poche de résine. Enfin, les torons de fibres des fils de liage sont aussi facilement observables.

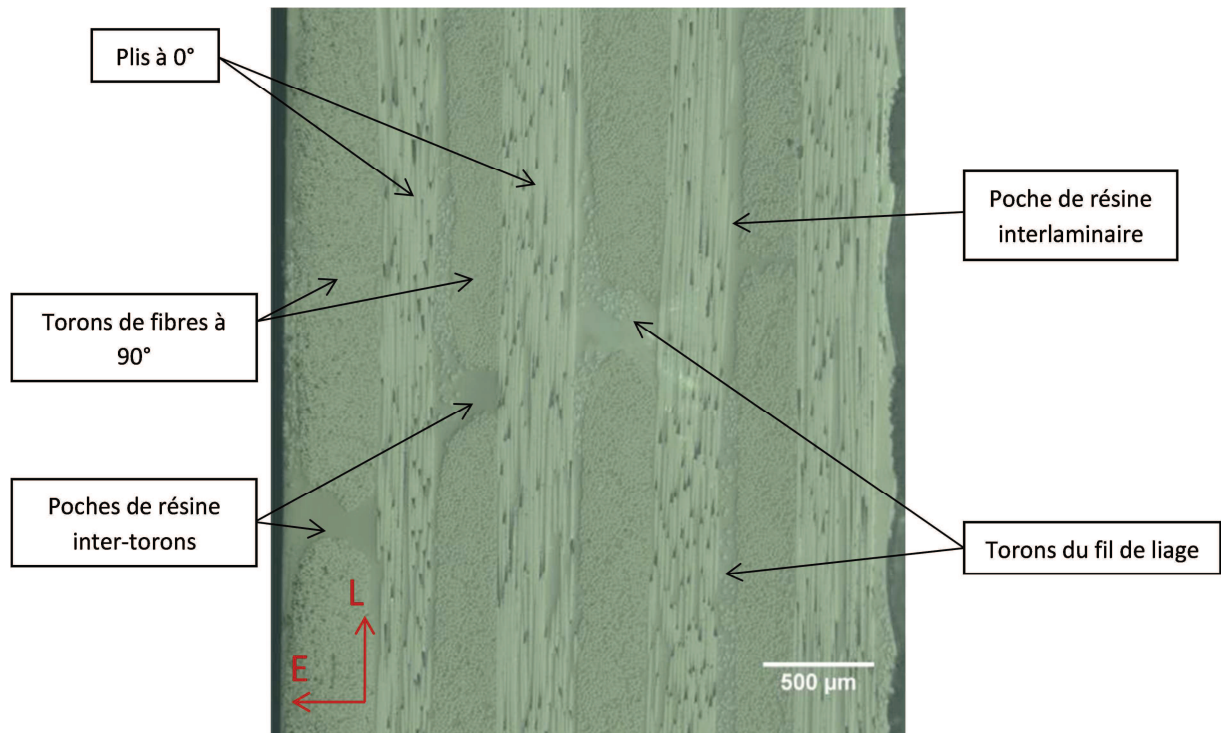


Figure II-4 : Micrographie de la tranche d'un morceau de plaque BXS [(0/90)₄] observée au microscope optique (objectif x200)

II.2.3. Taux de porosité

Afin de déterminer la santé matière des plaques fabriquées, des mesures du taux de porosité ont été effectuées sur chacune des plaques avant la découpe des éprouvettes. Ainsi, des morceaux de bande ont été prélevés soit dans le sens de la longueur soit dans le sens de la largeur des plaques, comme le montre la Figure II-5 pour la plaque P09-2 (BXS [(0/90)₄]). Ces morceaux ont ensuite été polis à la fois dans le plan (L,E) et dans le plan (T,E) et observés au microscope optique. Le taux de porosité est alors obtenu via une analyse d'image à l'aide du logiciel ImageJ. Il est estimé en divisant le nombre de pixels associés aux porosités, obtenu par seuillage manuel en N&B, par le nombre total de pixels de la zone étudiée (Caous, 2017; El Moussaid, 2016; Pilato, 2011). Ainsi, c'est un taux de porosité surfacique qui est mesuré.

Pour certaines plaques, aucune porosité n'a été détectée (Figure II-4). Pour d'autres plaques, des micro- et des macro-porosités ont été décomptées (Figure II-6). Cependant, elles représentent moins de 5% du volume total des plaques, ce qui est classique pour une fabrication par infusion sous vide. Ce taux de porosité a été confirmé par le polissage de tranches d'éprouvettes dans le cadre des essais de traction quasi-statique et de fatigue avec observation des endommagements (cf. sections II.3.4.f- et II.3.5.c-).

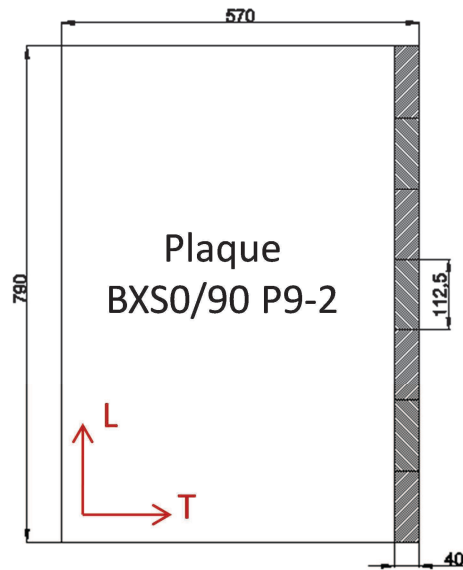


Figure II-5 : Exemple de prélèvement de morceaux de bande sur une plaque de composite pour l'étude du taux de porosité (dimensions en mm) – la direction L correspond à la direction d'infusion

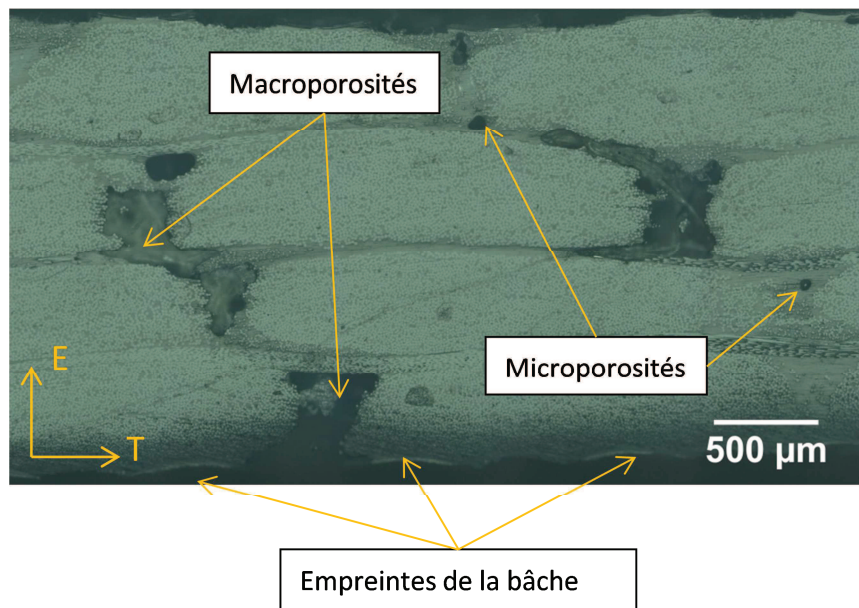


Figure II-6 : Observation de micro- et macro-porosités dans l'épaisseur d'un échantillon provenant d'une plaque UD [0]₄

II.2.4. Variation de l'épaisseur des plaques

Pour une épaisseur de plaque comprise entre 3 et 6mm, le procédé d'infusion engendre des variations d'épaisseur pouvant aller jusqu'à plusieurs millimètres, et qui peuvent être très variables d'une plaque à une autre. Ces variations d'épaisseur peuvent être divisées en deux catégories :

- Les variations inférieures à 200μm localisées sur le pli extérieur, généralement dues à l'empreinte de la bâche et/ou du tissu d'arrachage (Figure II-6)

- Les variations comprises entre 200 μm et plusieurs millimètres, qui peuvent être dues soit à un pli dont un coin s'est retourné sur lui-même (ce qui augmente localement l'épaisseur), soit à un appui ponctuel d'un opérateur lors de la préparation de l'infusion, qui provoque un écrasement local de l'empilement des renforts, soit encore, à un décompactage local de la bâche lors de l'infusion, qui est engendré, le plus souvent, par des perforations microscopiques de la bâche.

L'impact de la première catégorie de variation d'épaisseur est négligeable à l'échelle des éprouvettes, contrairement à celui de la seconde catégorie. Le but des travaux n'étant pas d'étudier l'influence de défauts localisés, il a été décidé d'éliminer les zones concernées par la seconde catégorie de variation d'épaisseur lors de la découpe des éprouvettes dans les plaques stratifiées. Ainsi, lorsqu'une variation d'épaisseur de seconde catégorie était présente sur la totalité d'une plaque, cette dernière a été systématiquement mise au rebut (Figure II-7). Cependant, la majorité des plaques fabriquées a présenté une variation d'épaisseur inférieure à 200 μm .

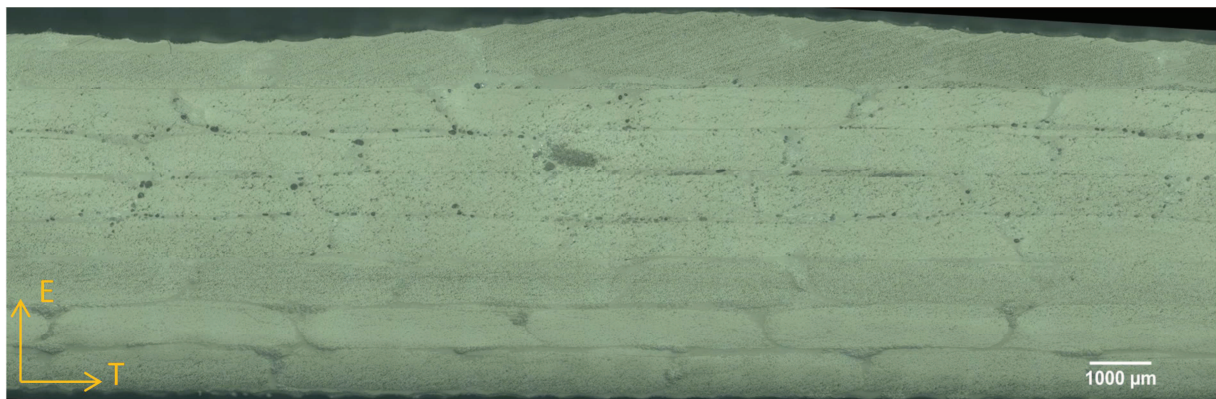


Figure II-7 : Variation d'épaisseur de l'ordre de 200 μm dans une plaque BXS $[(\pm 45)_2]_s$, localisée sur le pli extérieur, pour une épaisseur de pli moyenne de 375 μm

II.2.5. Structure des renforts

L'utilisation de la micrographie ne permettant pas d'étudier en 3D la structure des renforts et d'observer facilement certains défauts de fabrication, des échantillons ont été observés par microtomographie aux rayons X. Dans un premier temps, l'objectif était de valider la faisabilité de cette méthode d'observation dans le cas du composite étudié (distinction fibres/matrice possible). Dans un second temps, il s'agissait de valider les observations de la microstructure effectuées en 2D par micrographie. Enfin, le but final était de pouvoir observer la structure des renforts en 3D, et de pouvoir détecter les types de défauts de fabrication présents dans les plaques, tels que les poches de résine, les ondulations et/ou variations d'épaisseur et/ou désorientations d'un pli.

Les images présentées en Figure II-8 ont montré que la distinction fibres-matrice était bien possible et ont confirmé les observations effectués par micrographie. De même, les résultats ont montré qu'il était possible de distinguer les porosités des fibres et de la matrice, permettant de confirmer le faible taux de porosité dans les plaques.

De plus, les images obtenues pour plusieurs éprouvettes de type BXS $[(0/90)_4]$ ont permis d'observer deux défauts structurels dans les renforts BXS : une ondulation systématique des torons de fibres due au passage du fil de liage qui tient les deux nappes unidirectionnelles tous les 5 à 6mm (Figure II-8), mais aussi parfois un défaut d'orientation entre ces dernières, l'angle de décalage ne correspondant pas à la valeur théorique de 90° (Figure II-9). Dans le cas des renforts UD, les plis étant unidirectionnels, seul le premier défaut a été observé. Ces défauts étant dus à la structure même des renforts, ils font partie des variabilités inhérentes au procédé de fabrication. De ce fait, il n'y a pas eu vocation dans ces travaux à chercher à les supprimer.

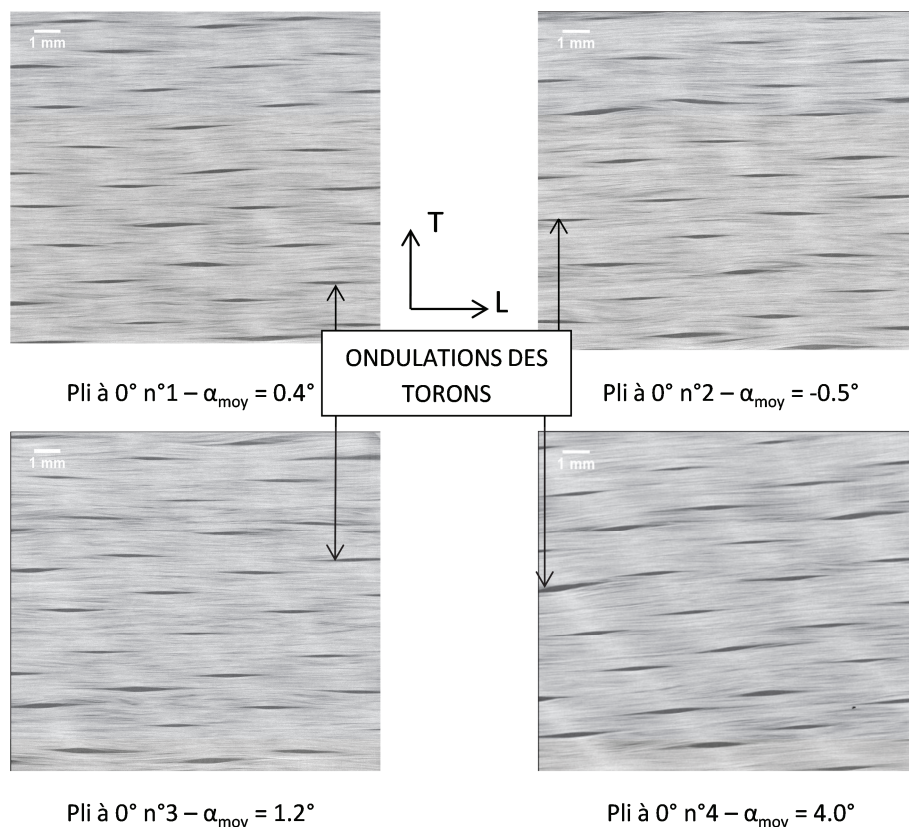
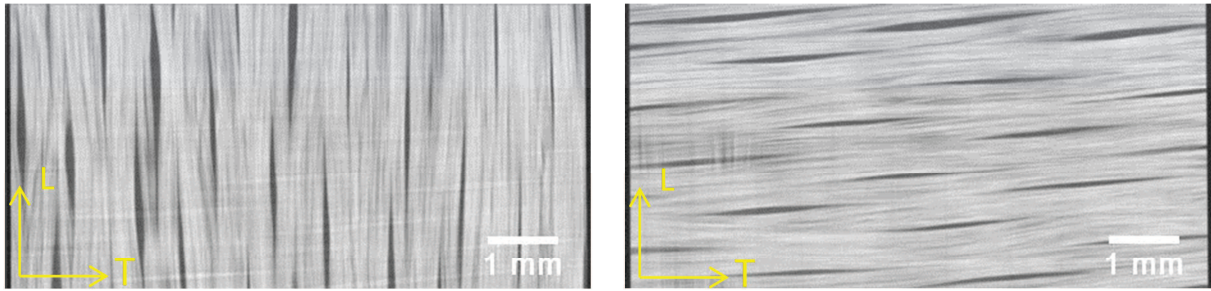


Figure II-8 : Coupes dans des plans parallèles à la stratification extraites d'une observation en micro-tomographie mettant en évidence l'ondulation des torons de fibres et la désorientation des plis par rapport à la direction d'infusion (direction L sur le repère des images) dans un échantillon BXS $[(0/90)_4]$



Pli à 0° (dans la direction de chargement)

Pli théoriquement à 90° par rapport au pli à 0° mais désorienté de -4°

Figure II-9 : Défaut d'orientation entre les deux plis unidirectionnels d'un renfort BXS [0/90]

Les images obtenues ont aussi permis d'observer trois principaux défauts de fabrication (lors de l'infusion des renforts avec la résine):

- Présence de zones riches en résine (i.e. sans présence de fibres) dans certains échantillons, correspondant à des torons de fibres qui ont pu être écartés les uns des autres lors de la mise en place des renforts sur le marbre, ou qui viennent d'un défaut de fabrication des nappes
- Présence de plis qui ondulent dans l'épaisseur ou qui n'ont pas une épaisseur constante sur toute leur longueur, ce qui pourrait être dû à un appui ponctuel de l'opérateur sur les renforts lors de la préparation de l'infusion, comme mentionné dans la section précédente
- Présence, dans certaines plaques, d'une désorientation importante (plus de 2°) d'un renfort UD ou BXS par rapport aux autres, due à une erreur de positionnement lors de l'empilement des différentes nappes. Un exemple de désorientation est montré en Figure II-8 où l'angle α_{moy} représente l'angle moyen de désorientation des torons de fibres par rapport à la direction de chargement.

Cet angle a été déterminé à l'aide du logiciel ImageJ, en suivant la méthode suivante : dans un premier temps, l'ensemble des images provenant du scan de tomographie est réorienté dans les trois directions de l'espace de façon à faire coïncider la direction de chargement avec l'axe longitudinal de l'éprouvette. Ensuite, une seule image est sélectionnée et est tournée d'un certain angle, de façon à ce que l'axe moyen des ondulations successives des torons s'aligne avec la direction d'infusion des plaques (direction L du plan (L,T)), qui coïncide avec l'axe horizontal du cadre des images considérées ici (Figure II-10). Cette opération est répétée au minimum sur une dizaine d'images pour chaque pli, de façon à obtenir un angle moyen α_{moy} .

S'il semble difficile de ne pas avoir de déplacements de torons de fibres et d'appuis ponctuels sur les renforts (bien que limitables), il est par contre possible d'éviter une désorientation importante d'un

ou plusieurs plis par rapport aux autres lors de la fabrication des plaques, en dehors des désorientations présentent entre les deux nappes unidirectionnelles d'un pli biaxial. Pour cela, il faut s'assurer que les orientations des différents plis de renfort coïncident bien lors de l'empilement de ces derniers sur le marbre avant la phase d'infusion sous vide.

Il est important de considérer ces défauts lors de la caractérisation mécanique du matériau afin de pouvoir différencier les endommagements qui sont dus à la configuration même des renforts de ceux qui sont dus à un défaut de fabrication. En effet, un pli à 0° légèrement désorienté par rapport à la direction de chargement pourra entraîner le développement de délaminages entre les plis du fait des effets de bord, qui pourront conduire à une rupture prématurée des éprouvettes, notamment lors d'un chargement en fatigue (cf. sections II.3.4.h- et II.3.5.c-)

Ces observations ont aussi servi de travail préliminaire à l'utilisation de la micro-tomographie à rayons X pour l'étude et le suivi de l'endommagement dans des échantillons soumis à des chargements de traction quasi-statique et de fatigue.

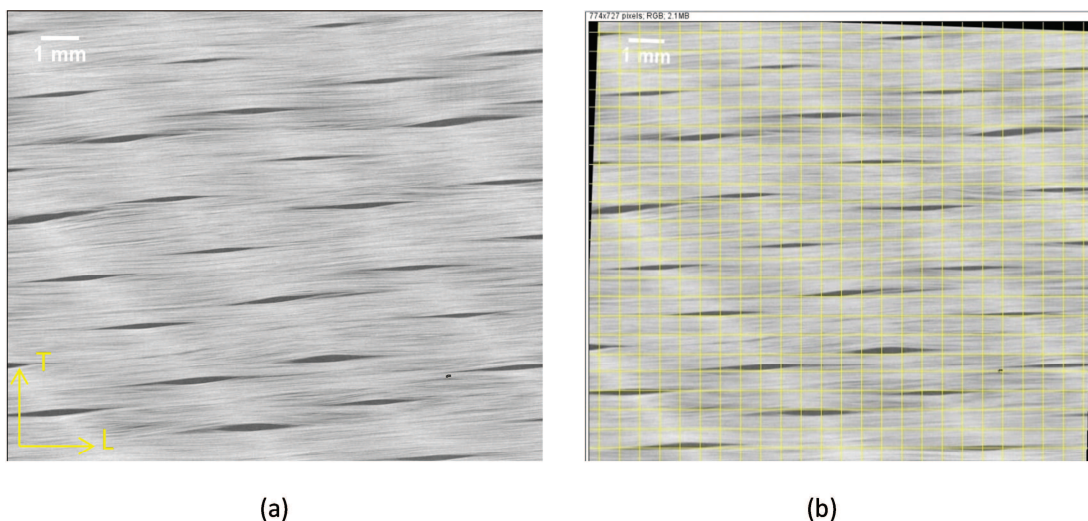


Figure II-10 : Détermination de l'angle de désorientation moyen α_{moy} des torons de fibres par rapport à la direction de chargement (représentée par les traits horizontaux jaune), sur le logiciel ImageJ, à partir de (a) l'image de départ et (b) l'image réorientée

II.2.6. Capacité d'absorption d'eau de la résine et du composite stratifié

La matrice du stratifié étudié est une résine thermoplastique acrylique. De ce fait, l'absorption d'eau par la résine et le composite peut conduire à une variation des propriétés mécaniques de ces derniers, comme montré au Chapitre I. Si les éprouvettes sont stockées dans un local où ni la température ni le taux d'humidité relative ne sont contrôlés, elles sont exposées aux variations du

taux d'humidité et leur teneur en eau peut donc être impactée. De plus, lors d'un essai en température sous chambre environnementale, le taux d'humidité relative peut aussi varier. De ce fait, pour des essais de traction quasi-statique dont la durée peut atteindre une à plusieurs journées, ou des essais de fatigue dont la durée peut atteindre une à plusieurs semaines, la teneur en eau des éprouvettes peut être impactée. En conséquence, il est important de connaître les cinétiques d'absorption et de désorption de la résine et du composite étudié pour s'assurer que la méthode de stockage des éprouvettes et les protocoles expérimentaux permettent de réaliser les essais à iso-condition au niveau de la teneur en eau.

Dans ce but, quatre échantillons de résine d'environ 45mmx5.5mmx2.3mm, présentés en Figure II-11(a), et six éprouvettes de composite (dont la géométrie est présentée ultérieurement dans la section II.3.3.) ont été préalablement asséchés dans une étuve à 40°C jusqu'à stabilisation de leur masse avant d'être placés dans une armoire de dessiccation à 99% d'humidité relative. Cet environnement est créé grâce à des solutions saturées en sulfate de potassium placées dans l'armoire de dessiccation (Glaskova-Kuzmina et al., 2016). Deux éprouvettes qui n'ont pas été préalablement asséchées ont aussi été placées dans cette armoire de dessiccation pour comparaison. Les éprouvettes de composite ont toutes des talons en composite polyester/fibres de verre, sauf une (Figure II-11(b)).

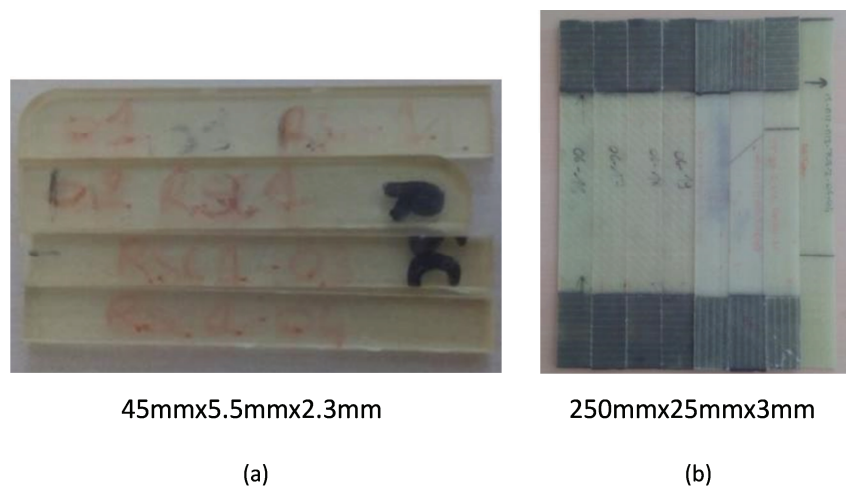


Figure II-11 : Échantillons de (a) résine et (b) composite utilisés dans le cadre de l'étude de la capacité d'absorption de la résine et du composite

La variation de la teneur en eau a été quantifiée en pesant régulièrement les échantillons sur une balance précise à 0.0002g, comme cela a pu être fait dans un certain nombre de travaux (Foulc et al., 2005; Gautier et al., 1999; Glaskova-Kuzmina et al., 2016; Malpot et al., 2015) et en calculant ensuite la variation relative en masse M_t , définie par l'Equation (I.3). Dans ce chapitre, seule une synthèse

des résultats sur la cinétique d'absorption d'eau sur les échantillons de résine et les éprouvettes de composite préalablement asséchés est proposée. De ce fait, la masse initiale m_0 correspond ici à la masse des éprouvettes à la sortie de l'étuve. Pour des résultats plus détaillés sur la cinétique d'absorption d'eau et les résultats sur la cinétique de désorption d'eau, se référer à l'ANNEXE B.

Les résultats obtenus pour les échantillons de résine sont présentés en Figure II-12. La cinétique d'absorption d'eau peut alors être modélisée par une loi de Fick (cf. Equation (I.5)), dont les paramètres k et M_∞ ont été déterminés séparément pour chaque échantillon par le biais d'une régression des moindres carrés, et ont ensuite été moyennés sur l'ensemble des échantillons. Les valeurs moyennes obtenues sont données dans le Tableau II-5. Les éprouvettes atteignent ainsi un gain relatif de masse d'environ 1.26%, après 792 à 1582 heures d'exposition.

Les résultats obtenus pour les éprouvettes de composite montrent que ces dernières absorbent environ 4.2 fois moins d'eau que les échantillons de résine ce qui peut s'expliquer par le fait que la masse de résine ne représentent que 30% de la masse totale des éprouvettes de composite. Pour pouvoir comparer la cinétique d'absorption des échantillons de résine à celle des éprouvettes de composite en prenant en compte la proportion de résine dans ces dernières, le gain relatif de masse doit être déterminé à partir de la masse initiale de la résine présente dans les éprouvettes de composite et non à partir de la masse totale de ces dernières. Il est alors supposé que l'absorption d'eau par les fibres et les interfaces fibres/matrice est négligeable. Cette démarche est détaillée en ANNEXE B.

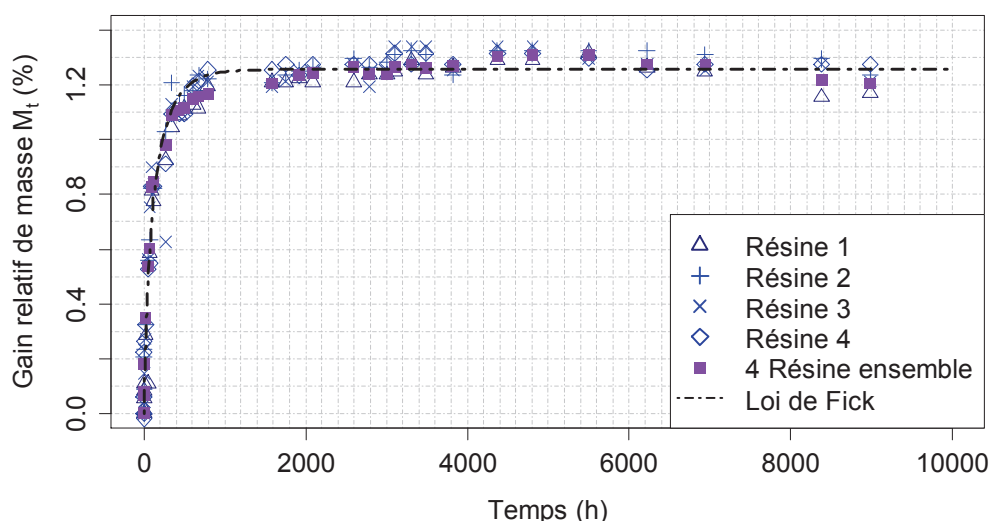


Figure II-12 : Gain relatif de masse des échantillons de résine placés dans un dessiccateur à 99% d'humidité relative et 20°C après assèchement préalable en étuve à 40°C

Paramètres	Résine	Composite
k (-)	0.07	0.02
M_{∞} (%)	1.26	1.20

Tableau II-5 : Paramètres de la loi de Fick déterminés

dans le cas des échantillons de résine pure et des éprouvettes de composite

Les résultats sont présentés en Figure II-13, où le temps a été divisé par l'épaisseur de chacun des échantillons de résine et de composite. En effet, l'épaisseur n'étant pas la même entre les échantillons de résine et les éprouvettes de composite (cf. Figure II-11), il est nécessaire de s'affranchir de son effet pour pouvoir comparer leur cinétique d'absorption d'eau respective. De plus, comme pour les échantillons de résine, les paramètres de la loi de Fick ont été déterminés pour chacune des éprouvettes de composite par régression des moindres carrés, et les valeurs moyennes obtenues sont présentées dans le Tableau II-5. Ces résultats montrent alors un gain relatif de masse d'environ 1,20% pour les éprouvettes de composite, qui est donc similaire à celui obtenu pour les échantillons de résine, à savoir environ 1,26%. Par contre, la cinétique d'absorption d'eau des échantillons de résine est plus rapide, puisque le gain relatif de masse maximum est atteint après 344 à 688 h/mm d'exposition, contre 1834 à 2073 h/mm pour le composite. Ces résultats s'expliquent par le fait que pour un même volume de résine, le volume du composite est environ 2 fois plus important du fait de la présence des fibres. Ainsi, pour se rendre au cœur du volume, les molécules d'eau parcourent une distance plus importante dans les éprouvettes de composite que dans les échantillons de résine. De plus, la présence de ces fibres peut potentiellement modifier leur trajectoire.

En conclusion, la variation de la teneur en eau des éprouvettes de composite comme des échantillons de résine est négligeable lors des essais mécaniques effectués dans ces travaux, qui peuvent durer jusqu'à deux-trois semaines (i.e. 336-504 heures – 112-168 h/mm) pour le composite, et jusqu'à une semaine pour la résine pure (i.e. 168 heures – 73 h/mm), dans un environnement dont le taux d'humidité relative se stabilise entre 20 et 70% (cf. ANNEXE B pour les résultats sur la cinétique de désorption d'eau).

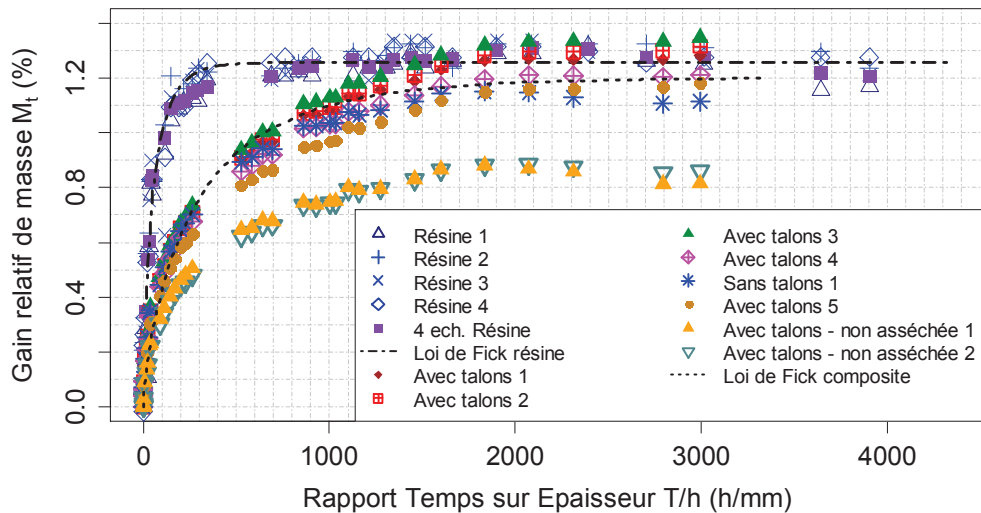


Figure II-13 : Comparaison du gain relatif en masse des échantillons de résine et des éprouvettes de composite en prenant en compte le taux massique de résine dans le composite

II.3. Caractérisation mécanique expérimentale de la résine et du composite

Cette partie présente la démarche et les méthodes expérimentales employées pour caractériser le comportement mécanique de la résine acrylique et du composite étudiés. Dans un premier temps, la démarche globale mise en place sera expliquée, et dans un second temps, les méthodes et protocoles expérimentaux seront décrits.

II.3.1. Démarche d'étude

L'objectif de ces travaux est, dans un premier temps, de valider l'utilisation d'un modèle d'endommagement à l'échelle du pli à température ambiante pour le composite étudié, et, dans un second temps, d'étudier l'effet de la température sur les principaux mécanismes d'endommagement affectant le comportement mécanique des composites stratifiés soumis à des chargements plans. Comme mis en évidence au Chapitre I, le comportement mécanique des composites à matrice organique peut dépendre fortement de la matrice polymère qui les constitue. Cela implique donc de réaliser des essais à la fois sur la résine polymère pure (i.e. non renforcée) et sur le composite.

Tout d'abord, des Analyses Mécaniques Dynamiques (DMA) ont été effectuées pour étudier l'influence de la température et de la fréquence de sollicitation sur le comportement viscoélastique de la résine acrylique et du composite. Ensuite, des essais de traction quasi-statique ont été effectués sur la résine acrylique à différentes températures prises dans l'intervalle des températures de service des pales d'éolienne, à savoir entre -20 et 60°C , dans le but d'étudier l'effet de la température sur son comportement mécanique.

Le modèle d'endommagement considéré dans ces travaux étant formulé à l'échelle du pli (cf. Chapitre III), les essais de traction quasi-statique et de fatigue sur le composite ont été réalisés à

cette échelle de manière à pouvoir identifier les paramètres du modèle à différentes températures d'essais. Ainsi, des stratifications de type UD $[0]_n$ et $[90]_n$ ont été considérées pour déterminer les propriétés mécaniques du pli unidirectionnel dans la direction des fibres et dans la direction transverse aux fibres. De plus, des stratifications de type UD $[(+45/-45)]_n$ et $[(+60/-60)]_n$ ont été considérées pour étudier l'évolution de l'endommagement dans le cas respectivement d'un chargement engendrant majoritairement du cisaillement, et d'un chargement couplé cisaillement-transverse. Il est important de noter que l'expression « chargement couplé cisaillement-transverse » qualifie dans ce mémoire un chargement engendrant à la fois des contraintes de cisaillement et des contraintes transverses à l'échelle du pli dans le stratifié testé.

L'identification des paramètres du modèle a aussi été effectuée dans le cas des renforts biaxiaux, pour comparaison. Pour cela, les comportements mécaniques sens fibres et sens transverse des plis unidirectionnels constituant les renforts biaxiaux sont considérées comme équivalents à ceux obtenus dans le cas des plis unidirectionnels simples. Pour l'identification des paramètres correspondant à un chargement engendrant majoritairement du cisaillement, et à un chargement couplé cisaillement-transverse, des stratifications de type BXS $[(\pm 45)]_n$ et BXS $[[(+67.5/-22.5)/(-67.5/+22.5)]]_n$ ont été considérées. Ces dernières ont aussi été utilisées pour comparer l'évolution de l'endommagement et l'influence de la température entre renforts BXS et renforts UD.

Enfin, pour étudier les modes de dégradation du stratifié (décohésions fibre-matrice, fissuration transverse et délaminage), des stratifications de type UD $[0/90_n/0]$, BXS $[(0/90)_n]$ et $[(0/90)]_n$ ont été considérées. En effet, les stratifications de type $[90]_n$ ne permettent pas d'étudier l'évolution des endommagements telles que la fissuration transverse et le délaminage car la première fissure qui s'initie se propage, en général, immédiatement dans l'épaisseur et la largeur de l'éprouvette, conduisant à la ruine de cette dernière. L'ajout de plis à 0° autour des plis à 90° permet de contenir les fissures, et ainsi d'étudier le cumul progressif des endommagements dans l'éprouvette.

II.3.2. Analyse mécanique dynamique

L'utilisation d'un viscoanalyseur permet d'étudier le comportement viscoélastique d'un matériau en fonction notamment de la température (cf. Chapitre I – section I.2.2) et de la fréquence de sollicitation.

a- Balayage en température

Pour ce type d'essai, la norme ASTM D7028-07 (*ASTM D7028-07 - Standard Test Method for Glass Transition Temperature (DMA Tg) of Polymer Matrix Composites by Dynamic Mechanical Analysis (DMA)*, 2015) recommande de commencer le balayage au moins 50°C en-dessous de la température de transition vitreuse présumée du polymère testé, et de le terminer au moins 50°C au-dessus de cette dernière, tout en restant inférieur à la température de décomposition. Elle recommande aussi de tester les échantillons à une fréquence de sollicitation de 1Hz et à déformation imposée. Les températures en-dessous de la température ambiante sont atteintes grâce à l'injection d'azote liquide dans l'enceinte du viscoanalyseur.

b- Balayage en fréquence

Ce type d'essai permet d'obtenir les variations des propriétés mécaniques dynamiques d'un polymère en fonction de la fréquence, à une température donnée, mais peut aussi permettre de caractériser la structure moléculaire en donnant des informations sur sa masse molaire moyenne et sa distribution de masse molaire.

De plus, le balayage en fréquence peut être couplé à un balayage en température de façon à obtenir les variations des propriétés mécaniques dynamiques en fonction de la fréquence à différentes températures, et par conséquent le décalage de la plage de température de la transition vitreuse en fonction de la fréquence.

c- Conditions d'essai

Dans le cadre de cette analyse, des échantillons de dimensions 5mm x 25mm x 2 à 3mm, ont été utilisés. Ces dimensions sont définies de façon à ce qu'elles soient inférieures aux dimensions maximales permises par le montage et de façon à ce que la raideur des échantillons soit inférieure à la raideur maximale mesurable par le capteur du viscoanalyseur. Les échantillons sont découpés dans les plaques de résine et de composite via une scie diamantée avec refroidissement à l'eau. Les échantillons ont été sollicités en traction-compression cyclique dans le cas des balayages en température et en flexion cyclique 3 points dans le cas des balayages en fréquence (Figure II-14). En effet, la raideur des éprouvettes devient trop élevée pour le capteur du viscoanalyseur avec l'augmentation de la fréquence pour qu'elles soient testées en traction-compression cyclique comme dans le cas des balayages en température. Tous les essais ont été effectués à déplacement imposé ($\pm 10\mu\text{m}$).

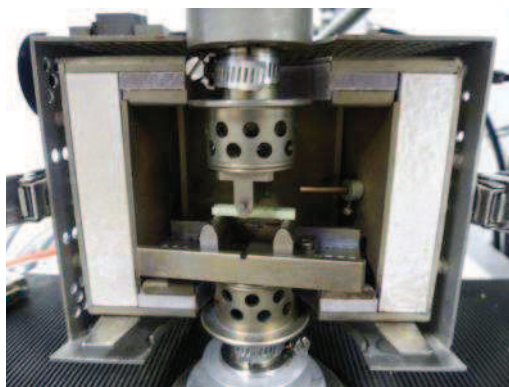


Figure II-14 : Essais DMA en flexion 3 points libre pour balayage en fréquence

II.3.3. Essais mécaniques en température

Sauf mention contraire, la température a été contrôlée lors des essais via l'utilisation d'une chambre environnementale. Quatre thermocouples ont été utilisés : deux pour mesurer la température aux extrémités de la zone utile des éprouvettes, et deux pour mesurer celle de chacun des mors (Figure II-15). Les essais ont été commencés après stabilisation de la température de l'ensemble expérimental complet, c'est-à-dire l'éprouvette, les mors et l'enceinte environnementale. De plus, le taux d'humidité dans l'enceinte a été mesuré et enregistré via un capteur. Ces mesures ont montré qu'augmenter la température dans l'enceinte via le système de chauffe de l'enceinte ou la diminuer à l'aide d'un pistolet à air froid entraînait une chute du taux d'humidité relative de 50 à environ 20%RH. Par contre, la diminuer via l'injection d'azote liquide entraînait une augmentation du taux d'humidité relative de 50 à environ 70%RH. Cependant, les mesures de vitesse de désorption et d'absorption d'eau du composite présentées en section II.2.6 ont permis de s'assurer que l'effet de la température ne serait pas couplé à celui d'une variation importante de la teneur en eau des éprouvettes durant les essais (qui peuvent durer plusieurs semaines, notamment dans le cas des essais de fatigue).

Les températures d'essais ont été sélectionnées dans l'intervalle de température de service des pales d'éolienne, à savoir entre -20 et 60°C.

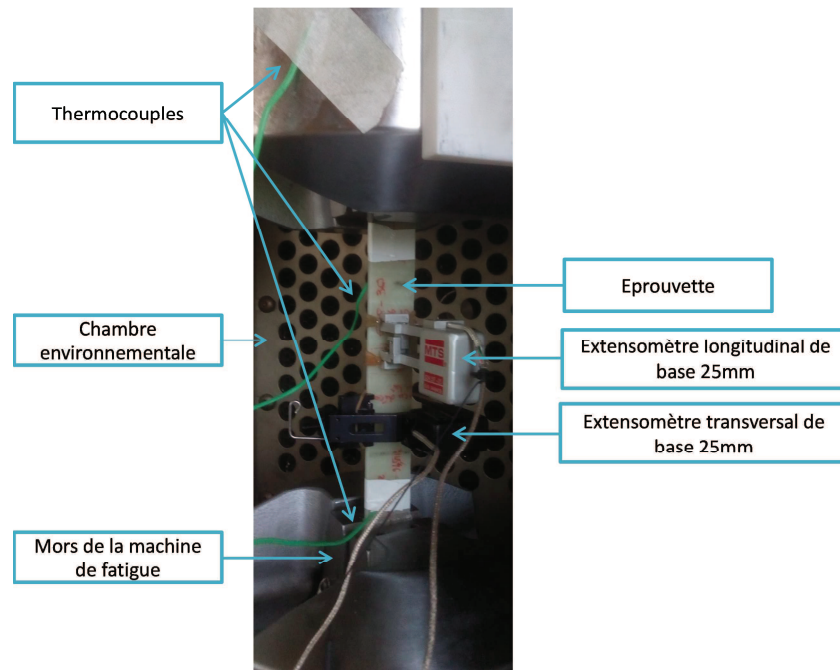


Figure II-15 : Instrumentation d'un essai de fatigue en température dans une chambre environnementale sur un éprouvette composite Elium 188/fibres de verre

II.3.4. Essais de traction quasi-statique

Les essais ont été effectués soit sur :

- une machine électromécanique MTS équipée d'un capteur de force de capacité $\pm 100\text{kN}$ et d'un extensomètre longitudinal INSTRON de longueur de référence de 12.5mm (extensible à 50mm)
- une machine électromécanique MTS équipée d'un capteur de force de capacité $\pm 100\text{kN}$ et d'un extensomètre longitudinal MTS de longueur de référence de 25mm
- deux machines servo-hydraulique MTS équipée d'un capteur de force de capacité $\pm 100\text{kN}$ dont l'une est aussi équipée d'un extensomètre longitudinal MTS de longueur de référence de 20mm et d'un extensomètre transversal MTS de longueur de référence 25mm

Pour certains essais, en remplacement ou en complément des extensomètres, des jauges de déformation biaxiales de 350Ω et de taille de grille de 36mm^2 ont été utilisées pour mesurer la déformation longitudinale et transversale des éprouvettes. Les jauges de 350Ω sont préférables à celles de 120Ω , avec une tension d'alimentation maximale de 2V pour limiter l'échauffement de la jauge et du composite à son voisinage. En effet, les matériaux composites à matrice organique renforcés de fibres de verre sont généralement beaucoup moins conducteurs de la chaleur que les matériaux métalliques et ont donc plus de difficultés à évacuer la chaleur dissipée par les jauges.

Dans le cas des essais effectués sur la machine servo-hydraulique, la pression de serrage des mors a été adaptée à la stratification testée, de façon à ce qu'elle soit suffisamment faible pour que les endommagements dus au serrage soient minimisés et ne provoquent pas de rupture au niveau des talons, mais suffisamment élevée pour éviter que les éprouvettes ne glissent des mors. Ainsi, la pression de serrage a varié de 5MPa (pour les stratifications ne présentant aucun pli orienté dans la direction de chargement) à 12MPa (pour les stratifications ne comportant que des plis orientés dans la direction de chargement). Ces valeurs ont été déterminées empiriquement.

a- Géométrie des éprouvettes de résine pure

Les éprouvettes testées, dont les dimensions sont présentées en Figure II-16, sont échancrées de type M-I (ASTM D638). Elles ont été fabriquées par le fournisseur de la résine, Arkema. Leur épaisseur est de $4.08 \pm 0.03\text{mm}$.

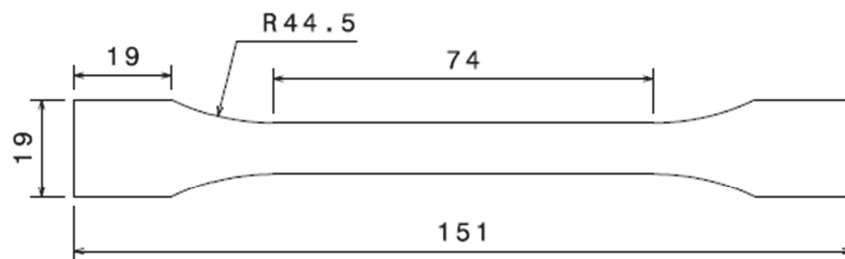


Figure II-16 : Dimensions des éprouvettes haltères utilisées pour les essais de traction quasi-statique sur résine pure (épaisseur de $4.08 \pm 0.03\text{mm}$)

b- Géométrie des éprouvettes de composite

Les éprouvettes testées ont été découpées à la scie diamantée avec refroidissement à l'eau dans les plaques stratifiées obtenues par infusion. Leur géométrie est présentée en Figure II-17. A noter que dans la suite de ce mémoire, il sera fait référence à ce type d'éprouvettes par les termes « éprouvettes droites » ou « éprouvettes à bords parallèles ». Des talons de 50mm de long, constitués d'une matrice polyester et de renforts en fibres de verre orientés à $\pm 45^\circ$ par rapport à l'axe longitudinal des éprouvettes, ont été collés à chacune des extrémités de ces dernières. Pour cela, une colle époxy de référence BA2216 a été utilisée. L'utilisation de talons est préconisée pour éviter la rupture des éprouvettes à proximité des mors. Les talons sont découpés dans des plaques fabriquées par infusion, et sont collés sur les plaques stratifiées avant découpe des éprouvettes.

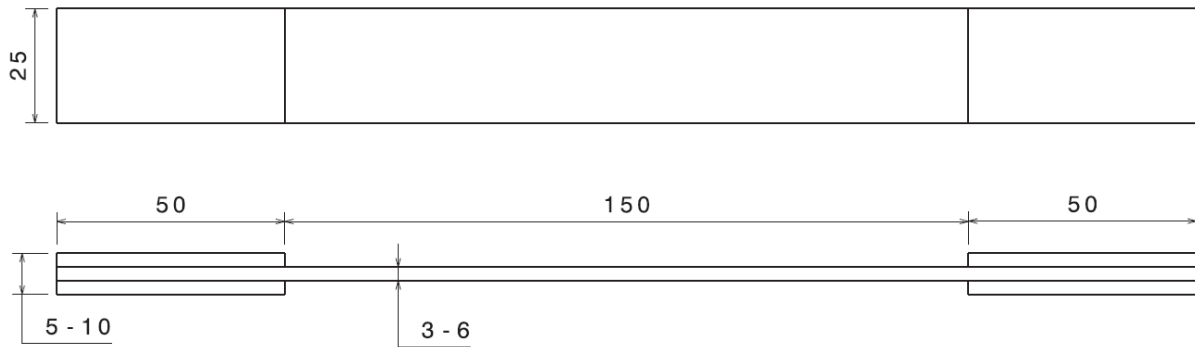


Figure II-17 : Géométrie des éprouvettes de composite testées en traction quasi-statique (dimensions en mm)

c- Essais de traction quasi-statique monotone

Pour ce type d'essai, un chargement continu et croissant a été appliqué aux éprouvettes à une vitesse de déplacement imposée. De manière générale, la rupture de l'éprouvette, ou dans certains cas, une déformation longitudinale supérieure à 5%, a entraîné l'arrêt de l'essai. L'enregistrement de la courbe force-déformation (ou contrainte-déformation) permet de déterminer le module d'élasticité, la résistance mécanique et la déformation à rupture de chaque éprouvette testée.

d- Essais de traction quasi-statique avec cycles de charge-décharge

Ce type d'essai permet d'obtenir l'évolution de la perte de raideur et de la déformation résiduelle en fonction de la déformation appliquée à chaque palier par le biais des cycles de charge-décharge. Ainsi, les éprouvettes ont été chargées jusqu'à un certain palier de déformation, puis déchargées jusqu'à un effort nul (en pratique, 10N) et chargées jusqu'à un deuxième palier de déformation, plus élevé que le premier, et ainsi de suite (Figure II-18). De manière générale, la rupture de l'éprouvette, ou, dans certains cas, une déformation longitudinale supérieure à 5%, a entraîné l'arrêt de l'essai. Les essais ont tous été effectués à une vitesse de déplacement imposée.

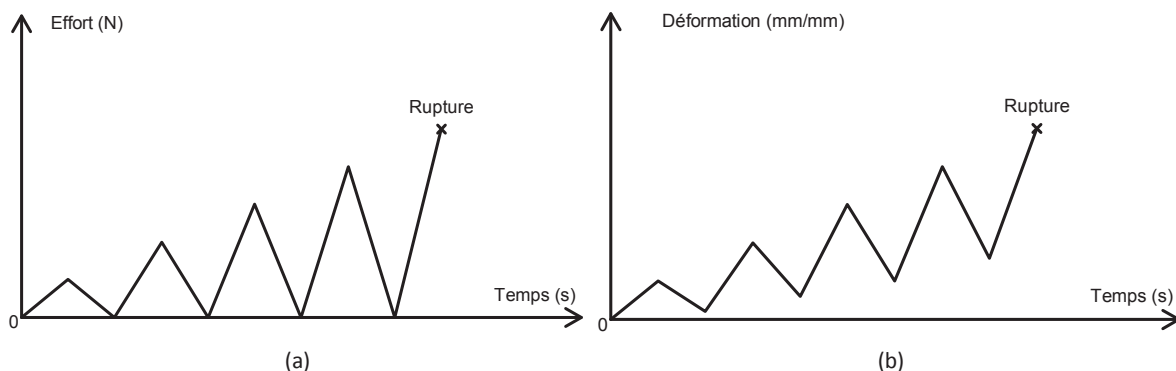


Figure II-18 : Evolution schématique (a) de l'effort et (b) de la déformation en fonction du temps lors d'un essai de traction quasi-statique avec cycles de charges-décharges, à vitesse de déplacement imposée

e- *Essais de traction quasi-statique avec cycles de charge-décharge avec paliers de maintien (fluage)*

Les essais de traction quasi-statique avec cycles de charge-décharge décrits dans la section précédente ne permettent pas de prendre en compte l'influence des phénomènes visqueux qui se produisent dans les polymères. Or, les phénomènes visqueux peuvent avoir une influence non négligeable sur le comportement mécanique des polymères et des composites à matrice polymère. Dans le but de quantifier l'influence de ces derniers pour la résine et le composite étudiés ici, un nouveau protocole d'essai de traction quasi-statique avec cycles de charge-décharge a été défini. Ainsi, un palier à effort constant a été imposé à la fin de chaque charge et décharge : les éprouvettes sont chargées jusqu'à un certain palier de déformation, puis sont maintenues en charge à la valeur de l'effort atteint pour ce palier de déformation. Elles sont ensuite déchargées et maintenues à un effort nul (en pratique, 10N). La durée des paliers a été définie empiriquement de manière à être suffisamment longue pour que la déformation puisse se stabiliser. Le niveau de déformation augmentant à chaque cycle, les paliers sont plus courts pour les premiers cycles que pour les derniers cycles des essais. Les charges et décharges sont effectuées à vitesse de chargement imposée pour les éprouvettes de résine. Par contre, du fait de l'impossibilité de trouver des paramètres de PID permettant de contrôler correctement l'effort lors des essais sur les éprouvettes de composite, les charges et décharges ont été effectuées à une vitesse de déplacement imposée. Cette dernière a été fixée de façon à avoir un taux de déformation identique à celui imposé lors des essais sur les éprouvettes de résine.

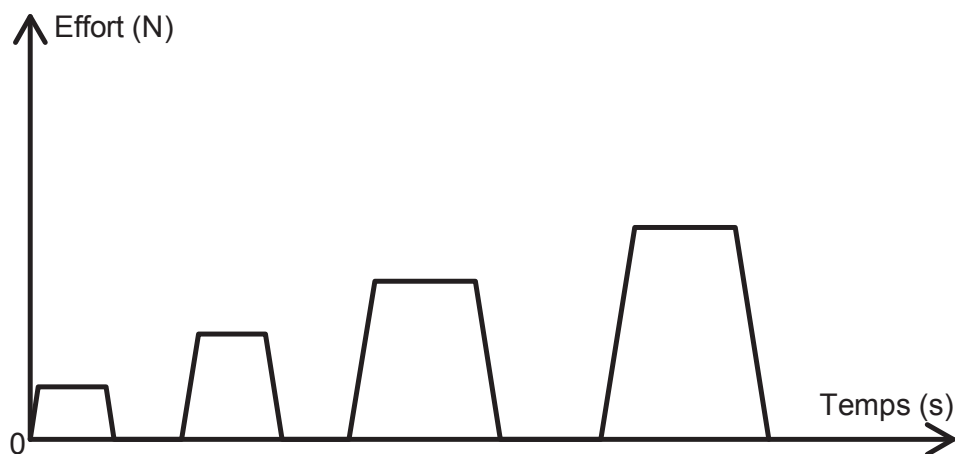


Figure II-19 : Evolution schématique de l'effort en fonction du temps lors d'un essai de traction quasi-statique avec cycles de charges-décharges et paliers de maintien, à vitesse de chargement imposée

f- Essais de traction avec observation in-situ des endommagements par microscopie optique

Le même protocole d'observation in-situ de l'endommagement a été suivi pour toutes les éprouvettes (Bois et al., 2014; Huchette, 2005; Laeuffer et al., 2015; Revest, 2011). Il consiste à charger ces dernières jusqu'à un certain palier de déformation pour créer de l'endommagement, puis à les décharger légèrement afin de prévenir d'éventuelles évolutions dues aux phénomènes visqueux. Une zone des éprouvettes testées est ensuite observée et photographiée à l'aide d'une caméra montée sur un microscope optique (Figure II-20). Ce dernier est lui-même monté sur des tables micrométriques pouvant se déplacer dans les trois directions de l'espace. Ainsi, les images, prises avec une zone de recouvrement, peuvent ensuite être assemblées pour reconstruire le champ d'observation des éprouvettes sur des dimensions de l'ordre du centimètre (Figure II-21). Les éprouvettes sont ensuite chargées jusqu'au palier de déformation suivant. Cette méthode permet de réduire considérablement la durée des essais et permet d'éviter les erreurs de positionnement lors du remplacement des éprouvettes, puisqu'il n'est pas nécessaire de démonter ces dernières après chaque palier de sollicitation. Enfin, elle facilite l'observation et la détection des endommagements, puisque ces derniers sont plus ouverts sous charge.

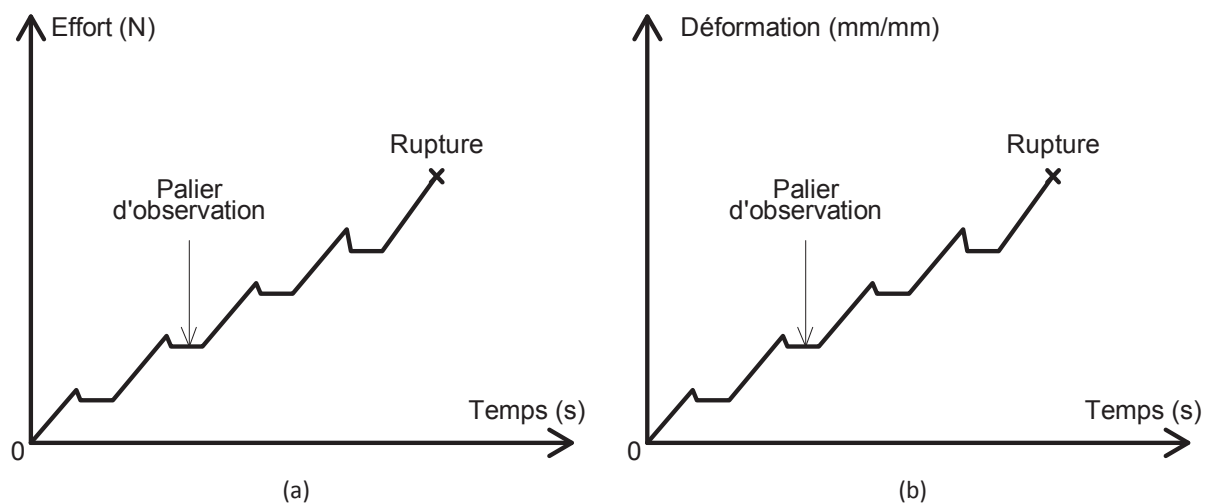


Figure II-20 : Evolution schématique (a) de l'effort et (b) de la déformation en fonction du temps dans le cas d'un essai de traction quasi-statique avec observation in-situ des endommagements, à vitesse de déplacement imposée

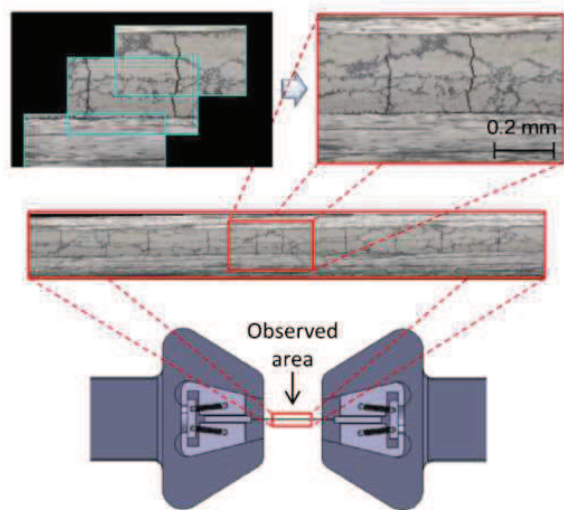


Figure II-21 : Reconstruction du champ d'observation d'une éprouvette (Bois et al., 2014)

Les endommagements ont été observés sur la tranche des éprouvettes, dans une zone aussi large que l'épaisseur des éprouvettes et longue de 30mm. Cette longueur d'observation a permis de trouver un compromis entre le temps passé à faire l'assemblage des images de la zone d'observation et la nécessité de rester représentatif de l'ensemble de l'échantillon. Elle a été déterminée grâce à des essais préliminaires sur des éprouvettes BXS [(0/90)₄], qui ont permis de calculer la densité de fissures transverses linéique pour plusieurs longueurs de zone d'observation. Pour rappel, cette dernière est définie comme le rapport entre le nombre de fissures transverses observés dans une zone et la longueur de cette zone. Les résultats sont présentés en Figure II-22 pour un niveau de déformation de 2.4%. Ils montrent que la densité de fissure linéique devient constante pour une zone d'observation d'une longueur supérieure à environ 20mm. Ainsi, en observant une zone de 30mm de long, les mesures sont bien représentatives de l'éprouvette.

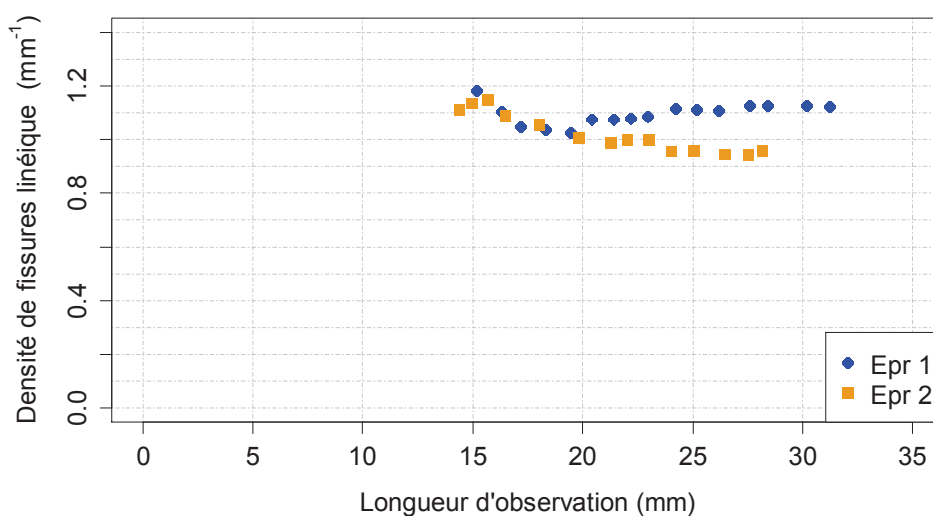


Figure II-22 : Valeur de la densité de fissures linéique en fonction de la longueur de la zone observée sur la tranche de deux éprouvettes BXS [(0/90)₄] à $\epsilon=2.4\%$

g- Observations des endommagements par coupes successives après chargement en traction quasi-statique

Cette méthode permet de comparer les endommagements observés sur la tranche des éprouvettes à ceux présents au cœur de ces dernières, à différents stades du chargement en traction. Pour cela, un effort correspondant à un certain pourcentage de l'effort à rupture est appliqué à l'éprouvette testée. Puis, les endommagements qui sont apparus sur la tranche de l'éprouvette sont observés au microscope optique, tel que présenté dans la section II.3.4.f-. Cette tranche est ensuite polie successivement sur plusieurs millimètres afin de comparer les endommagements observés sur la tranche et ceux observés à cœur. Ainsi, cette méthode permet de mettre en évidence les effets de bord.

Cette méthode est relativement simple à mettre en œuvre mais a l'inconvénient d'être destructive et fastidieuse. En conséquence, elle n'a été utilisée qu'après avoir observé in-situ les endommagements présents sur la tranche des éprouvettes au microscope optique jusqu'à une contrainte proche de la contrainte à rupture (cf. section II.3.4.f-).

h- Observations des endommagements par micro-tomographie aux rayons X après chargement en traction quasi-statique

Cette méthode a l'avantage de permettre l'observation simultanée en 3D des endommagements présents sur les tranches des éprouvettes et de ceux présents à cœur, tout en étant non destructive. Cependant, elle présente une difficulté dans la mesure où la résolution maximum permettant d'observer une zone représentative de l'éprouvette ne permet pas de voir les endommagements lorsque le matériau n'est pas sous charge, car ces derniers sont fermés. Pour remédier à cela, un système de mise sous charge développé dans le cadre des travaux de thèse de (Laeuffer, 2017) a été utilisé. Il est présenté en Figure II-23 et Figure II-24. Il permet de charger des éprouvettes d'une longueur comprise entre 200 et 250mm et d'une largeur maximum de 25mm jusqu'à un effort nominal d'environ 12 000N pour ouvrir les endommagements. Ce dispositif est constitué de deux mors placés dans des tubes en aluminium. Le mors du haut est mobile verticalement, sa position dans le tube est pilotée par l'écrou de serrage, tandis que le mors du bas est fixe verticalement mais libre en rotation. L'éprouvette est positionnée entre les deux tubes en aluminium, à l'intérieur d'un tube en PMMA, transparent aux rayons X. Le déplacement du mors mobile vers le haut engendre un effort de traction dans l'éprouvette et un effort de compression dans le tube en PMMA. La progressivité du chargement est assurée par une série de rondelles élastiques. Pour ne pas

engendrer de torsion dans l'éprouvette, l'écrou est serré en ne tenant le montage que par sa partie haute, les pièces du bas étant libres de tourner.

Cependant, la taille de voxel qu'il est possible d'atteindre avec ce système tout en gardant une zone d'observation raisonnable vis-à-vis du réseau de fissures peut être du même ordre de grandeur ou supérieure au degré d'ouverture de certains endommagements, de l'ordre de 2 à 10 μm (Laeuffer, 2017). En effet, par exemple, pour un volume observé de l'ordre de $11 \times 11 \times 11 \text{ mm}^3$, la taille de voxel ne peut être inférieure à $5,5\mu\text{m}$. De ce fait, cette méthode ne permet pas d'observer les endommagements dans leur totalité.

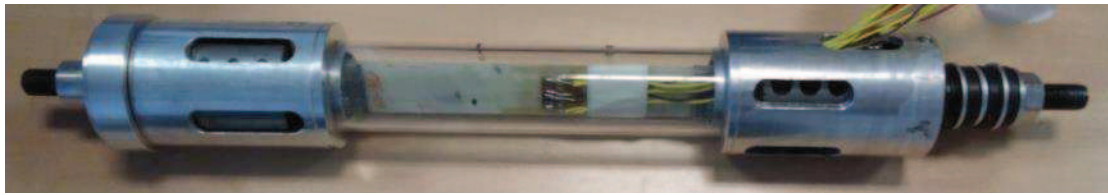


Figure II-23 : Epreuve serrée dans les mors du système de mise sous charge pour observation des endommagements au micro-tomographe à rayons X

Enfin, de la même manière que la méthode d'observation sous charge par microscopie optique (cf. section II.3.4f-), les observations via cette méthode peuvent se faire in-situ en générant les endommagements dans le tomographe. Cependant, pour cela le système de mise sous charge doit atteindre un effort d'environ 40kN, ce qui est 4 fois plus élevé que la limite du système développé au laboratoire. Les contraintes d'encombrement du tomographe utilisé (Phoenix GE V/TOME/SX) ne permettent pas de concevoir un système de mise sous charge plus performant. Ainsi, le protocole mis en place consiste à alterner les chargements sur une machine de traction et les observations sous charge avec le micro-tomographe sur une même éprouvette. Mais, ce protocole est chronophage et nécessite de mettre en place un système de repères sur l'éprouvette afin de pouvoir toujours suivre l'évolution des endommagements dans le même volume prédéfini. Pour ces raisons, l'observation des endommagements par microtomographie aux rayons X n'a été utilisée que sur quelques éprouvettes afin de valider les observations in-situ des endommagements par microscopie optique (cf. section II.3.4.f-)

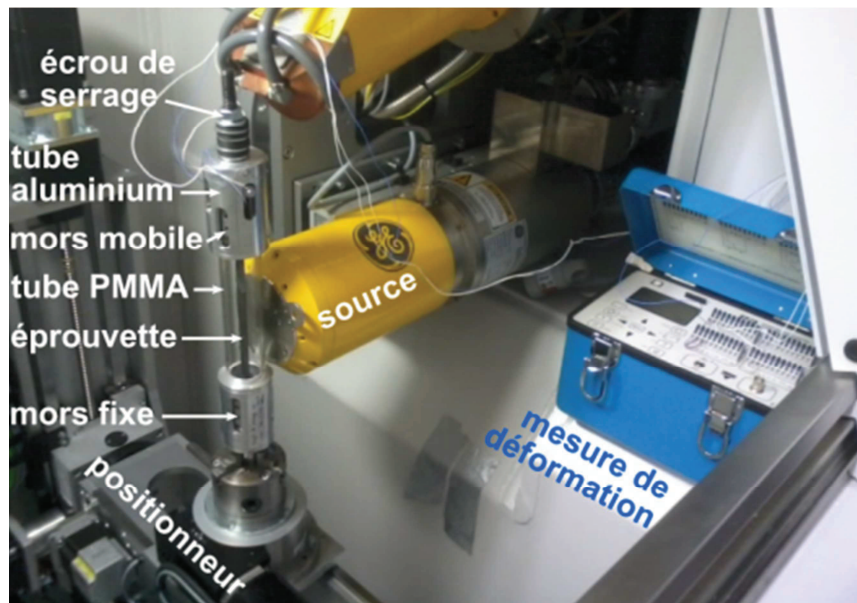


Figure II-24 : Système de mise sous charge des éprouvettes placé dans le micro-tomographe à rayons X pour observation des endommagements à cœur des éprouvettes (Laeuffer, 2017)

II.3.5. Essais de fatigue uniaxiale

Tous les essais de fatigue ont été effectués sur deux machines servo-hydraulique MTS équipées d'un capteur de force de capacité 100kN. Si mesurées, les déformations longitudinale et transversale ont été effectuées via respectivement, un extensomètre longitudinal de longueur de référence 20mm et un extensomètre transversal de longueur de référence 25mm. Les jauges de déformation ayant une durée de vie en fatigue beaucoup plus courte que les éprouvettes, elles n'ont pas été utilisées. De plus, pour minimiser les endommagements engendrés par le serrage des mors, la pression de serrage a été diminuée au maximum, tout en la gardant suffisamment élevée pour que éviter tout glissement des éprouvettes dans les mors. Ainsi, la pression des mors a été fixée à 5MPa (valeur déterminée empiriquement). Les essais ont été effectués à force imposée, avec un signal sinusoïdal. Ils débutent par une rampe quasi-statique permettant d'atteindre la valeur de la force moyenne désirée. Dans la présente étude, tous les essais ont été menés à rupture ou arrêtés après 10^7 cycles de fatigue.

a- Géométrie des éprouvettes

Trois géométries d'éprouvettes ont été considérées. La première, à bords parallèles, a été décrite précédemment dans le cadre des essais de traction quasi-statique sur des éprouvettes de composite (Figure II-17). Elle a été utilisée pour tous les essais sur une stratification ne contenant pas de plis orientés dans la direction du chargement (i.e. plis à 0°). En effet, les concentrations de contrainte générées à la frontière entre les talons et la zone utile entraînent presque systématiquement une

rupture prématurée des éprouvettes contenant un ou plusieurs plis orientés dans la direction du chargement.

Pour remédier à ce problème, des éprouvettes échancrées, dont la géométrie est présentée en Figure II-25, ont été utilisées (De Baere et al., 2011). Du fait de ses bords curvilignes et des biseaux sur les talons, les concentrations de contrainte à la frontière entre ces derniers et la zone utile sont diminuées. Cette géométrie favorise donc la rupture des éprouvettes dans la zone utile. Par contre, cette géométrie a un inconvénient puisque les tranches des éprouvettes sont difficiles à polir du fait du rayon de courbure. De ce fait, pour tous les essais de fatigue avec observation de l'endommagement au microscope optique, la première géométrie a été préférée. En effet, même si ce type d'éprouvette a tendance à rompre prématurément lorsque la stratification comporte des plis à 0°, plusieurs travaux ont montré que le principal mécanisme d'endommagement que l'on cherche à observer, à savoir la fissuration transverse, arrivait à saturation bien avant la rupture des éprouvettes dans le cas de stratifications de type $[0/90_n/0]$ et $[(0/90)_n]_s$ (Caous, 2017; Revest, 2011). Ainsi, l'utilisation d'éprouvettes droites ne pose pas de problèmes majeurs pour l'étude de la cinétique de fissuration. Par contre, elle peut en poser pour l'étude de l'évolution de la densité de délaminages, qui, elle ne sature pas toujours (Caous, 2017). Mais nous verrons dans le Chapitre IV et le Chapitre V que le composite étudié délamine très peu.

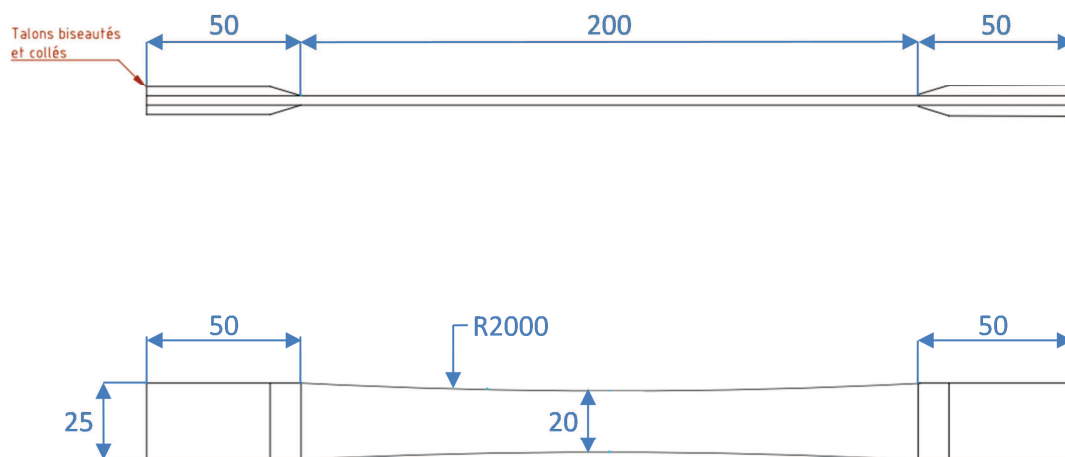


Figure II-25 : Géométrie utilisée pour les essais de fatigue sur des éprouvettes contenant des plis orientés dans la direction du chargement (dimensions en mm)

Dans le cadre des essais de fatigue alternés symétriques (rapport de charge de -1) sur la stratification UD $[0]_4$, l'effort critique de flambement des éprouvettes échancrées s'est trouvé être trop faible malgré le dispositif anti-flambement (décrit ultérieurement en section II.3.5.d-). Une seconde géométrie d'éprouvettes échancrées a donc été utilisée. La longueur des éprouvettes a été réduite

de 300 à 250mm, tout en gardant une longueur de talons de 50mm à chaque extrémité et une largeur au centre de la zone utile de l'éprouvette de 20mm. De ce fait, le rayon de courbure des bords des éprouvettes a été réduit de 2000mm à 1126.25mm. Contrairement aux autres types d'essais de fatigue, les talons ne sont ici pas biseautés, dans le but de minimiser la distance libre entre le dispositif anti-flambement et les mors, et ainsi éviter un flambement au niveau des biseaux lors des phases de compression.

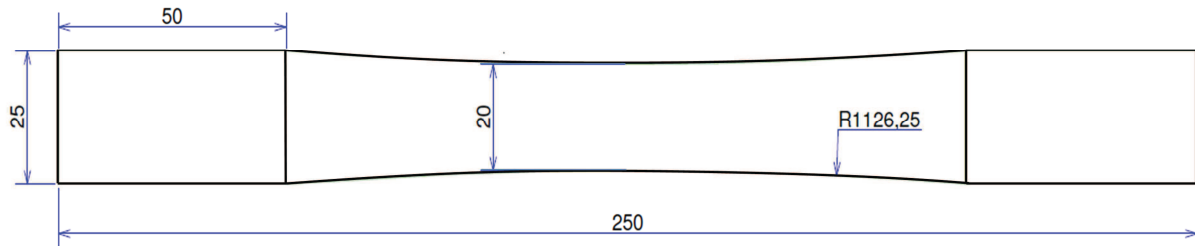


Figure II-26 : Géométrie utilisée dans le cadre des essais de fatigue à un rapport de charge de -1 sur des éprouvettes UD [0]₄ (dimensions en mm)

b- Essais par blocs avec suivi de la perte de raideur des éprouvettes

Des essais de fatigue uniaxiaux interrompus ont été effectués dans le but de suivre la perte de raideur des éprouvettes en cours d'essai. Plusieurs blocs de cycles de fatigue sont appliqués successivement, avec entre chaque bloc, une décharge quasi-statique de l'éprouvette jusqu'à un effort nul suivie d'un plateau à effort nul permettant de recouvrir la déformation engendrée par les phénomènes visqueux puis d'une charge quasi-statique jusqu'à l'effort maximal des cycles de fatigue (Figure II-27). Les essais débutent par une rampe quasi-statique jusqu'à la valeur de la force maximale des cycles de fatigue. La raideur des éprouvettes est alors déterminée à partir de la réponse contrainte-déformation correspondant aux phases de charge quasi-statique précédant chaque bloc de cycles.

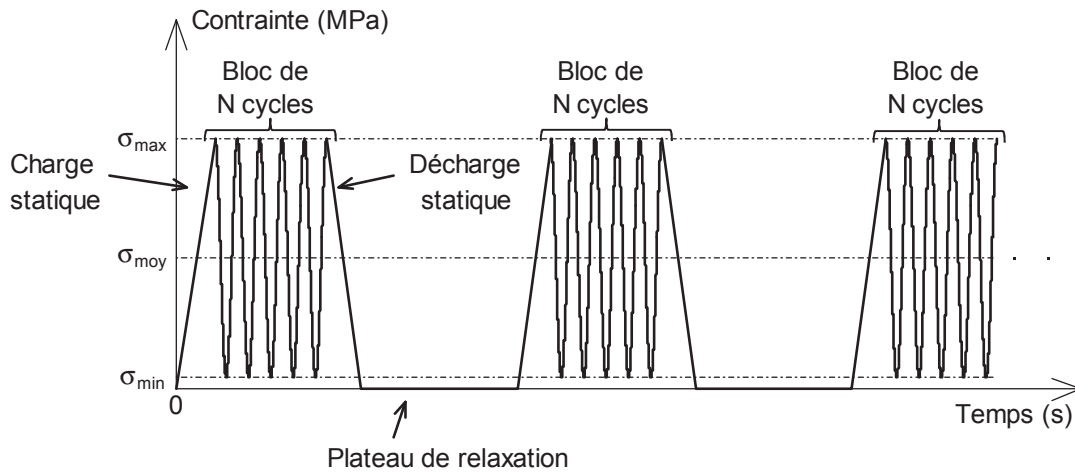


Figure II-27 : Evolution du chargement dans le cas d'un essai de fatigue uniaxial avec interruptions pour le suivi de la perte de raideur, à un rapport de charge $R > 0$

c- Essais par blocs avec observation de l'évolution des endommagements

Des essais de fatigue uniaxiaux avec interruptions ont aussi été effectués dans le but d'observer l'évolution des endommagements au sein des éprouvettes en cours d'essai. Ainsi, plusieurs blocs de cycles de fatigue ont été appliqués successivement, avec entre chaque bloc, une observation des endommagements effectuée soit sur la tranche des éprouvettes au microscope optique, soit dans le volume des éprouvettes par micro-tomographie aux rayons X (Figure II-28).

Pour les observations au microscope optique, les éprouvettes ont été enlevées des mors de la machine d'essai pour être observées sous charge sur une machine électromécanique, puis remontées dans les mors de la machine de fatigue. En effet, la présence de la chambre environnementale ne permettait pas d'installer le microscope optique sur la machine de fatigue pour réaliser les observations in-situ (cf. section II.3.3).

A noter que souvent, les essais de fatigue uniaxiaux par blocs avec suivi de la perte de raideur des éprouvettes et ceux avec observation de l'évolution des endommagements ont été combinés : les éprouvettes ont alors été observées à la fin de chaque plateau de relaxation des essais avec suivi de la perte de raideur (Figure II-28). Cela a l'avantage de pouvoir faire deux essais en un, et donc de réduire le nombre d'éprouvettes testées.

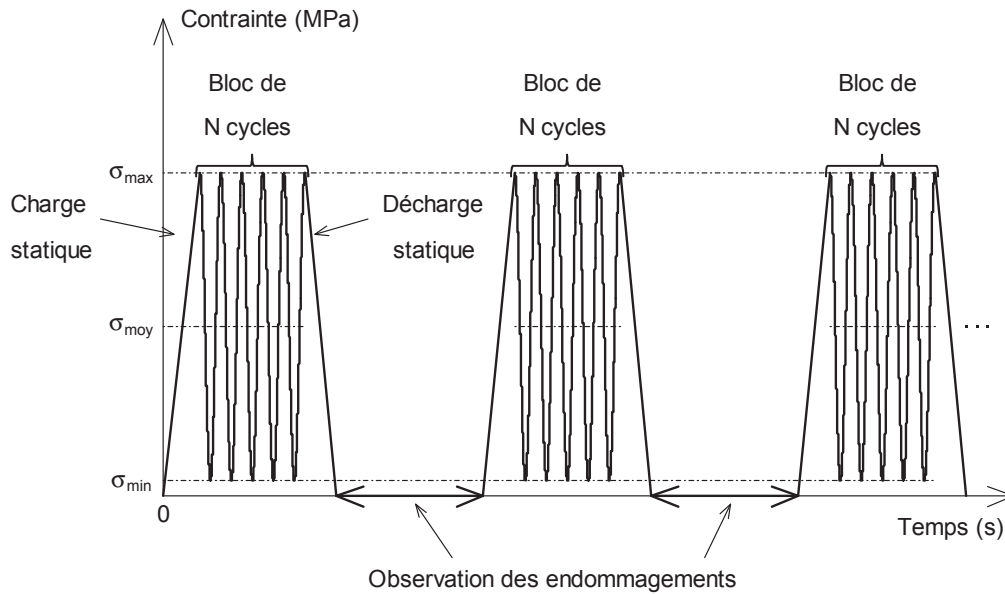


Figure II-28 : Evolution du chargement dans le cas d'un essai de fatigue uniaxial interrompu avec suivi de l'évolution des endommagements dans les éprouvettes, pour un rapport de charge $R > 0$

d- Essais de fatigue en traction-compression ($R=-1$)

Pour éviter tout flambement des éprouvettes durant les phases de compression des cycles lors des essais de fatigue à $R = -1$, un système anti-flambement a été mis au point et utilisé (Figure II-30). Du fait de la présence de ce système, les déformations longitudinale et transversale n'ont pas pu être mesurées via un extensomètre ou une jauge de déformation.

Le système anti-flambement utilisé est inspiré du système conçu par Elizabeth Boyum durant sa thèse (Figure II-29) (Boyum, 1993). Ce choix a été motivé par son efficacité à empêcher le flambement des éprouvettes tout en limitant les frottements et leurs effets. En effet, les problèmes de frottements en fatigue sont faibles avec ce système parce qu'il est composé de deux parties supérieures et deux parties inférieures indépendantes, qui peuvent coulisser les unes par rapport aux autres au gré de la déformation de l'éprouvette (Boyum, 1993). Ainsi, le dispositif a une influence négligeable sur les résultats des essais de fatigue (Boyum and Mall, 1995; Kraabel et al., 1997; Sanders et al., 1999).

Par contre, du fait des efforts importants nécessaires pour la réalisation des essais et de la longueur des éprouvettes, le système avait tendance à flamber au niveau de la zone de coulissement dès que l'effort critique de flambement des éprouvettes était atteint. Pour remédier à ce problème, une pièce en U serrée par deux vis autour des parties supérieures du système a été ajoutée (Figure II-30).

De plus, pour limiter au maximum les frottements entre les pièces métalliques du système et les éprouvettes, des films de téflon ont été interposés (Figure II-30).

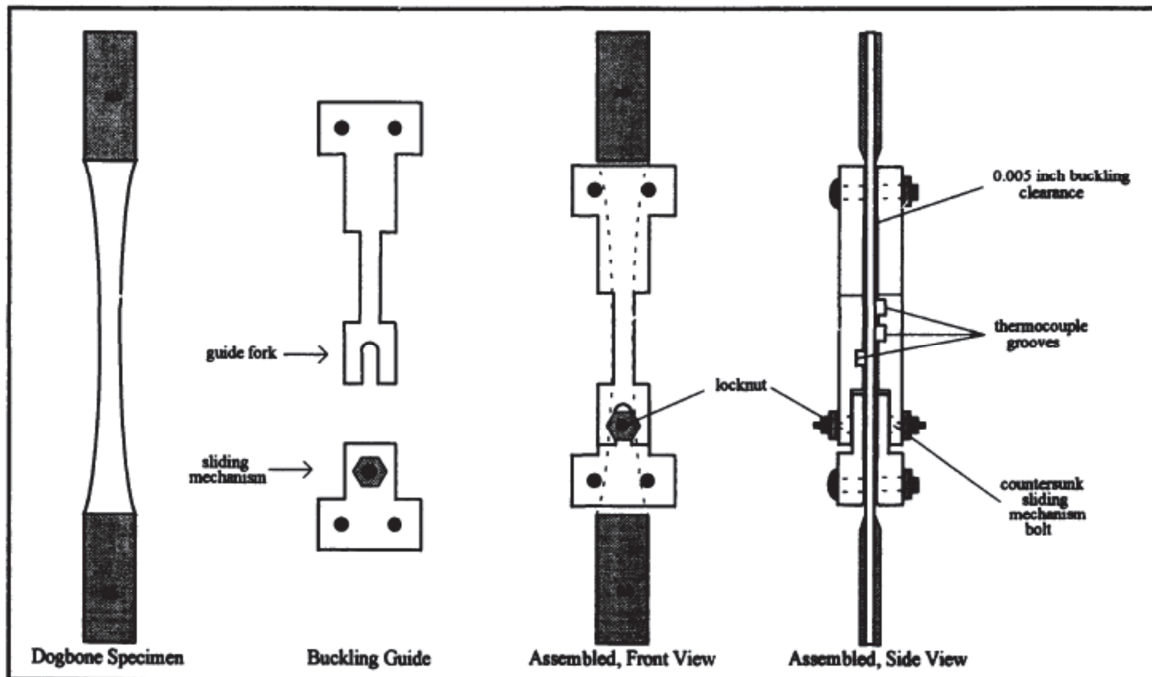


Figure II-29 : Système anti-flambement utilisé par Elizabeth Boyum pour des essais de fatigue à $R=-1$ sur des éprouvettes échanrées (Boyum, 1993)

L'utilisation de ce dispositif anti-flambement a été validé dans un premier temps en s'assurant que les durées de vie en fatigue et l'auto-échauffement des éprouvettes testées en traction-traction ($R = 0.1$) avec ou sans le dispositif soient similaires. Ensuite, des essais de fatigue en traction-compression ($R = -1$) ont été réalisés préalablement afin de s'assurer de l'absence de flambement des éprouvettes lors des phases de compression, caractérisé par une dérive des crêtes-vallées du signal sinusoïdal de déplacement donné par la machine d'essai. Enfin, l'évolution de la température du dispositif et des éprouvettes testées a été mesurée tout au long des essais via des thermocouples collés à l'éprouvette au niveau des encoches du système prévues à cet effet (cf. Figure II-29), pour s'assurer de ne pas avoir une élévation de la température du dispositif et un auto-échauffement anormal de l'éprouvette. En effet, ces deux phénomènes auraient été signes de frottements significatifs entre le dispositif et l'éprouvette.

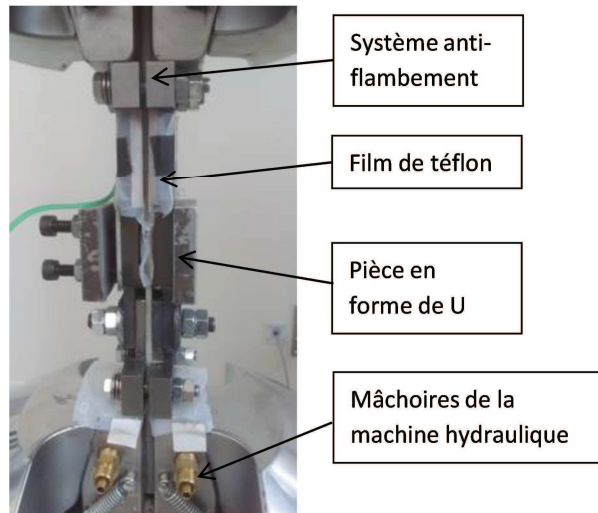


Figure II-30 : Epreuve testée en fatigue en traction-compression ($R = -1$) avec le système anti-flambement et la pièce supplémentaire en forme de U serrée par deux vis

e- Choix de la fréquence de sollicitation

Le choix de la fréquence de sollicitation impacte fortement la durée des essais de fatigue, mais elle influe également sur différents phénomènes pouvant perturber la pertinence et l'analyse des résultats (Rakotoarisoa, 2014). Lorsque la fréquence est faible et la contrainte moyenne non nulle, le composite est sollicité, pour un même nombre de cycles, pendant une durée plus importante que dans le cas d'une fréquence élevée. Cela peut induire du fluage notamment dans le cas de sollicitations hors-axes. Par contre, quand la fréquence est élevée, le composite s'auto-échauffe du fait des dissipations provoquées par les phénomènes visqueux dans la matrice et la présence éventuelle d'endommagements, ce qui réduit la durée de vie en fatigue (Kelkar and Whitcomb, 2009; Vallons et al., 2013).

Le niveau d'auto-échauffement dépend donc de la fréquence d'essai, mais aussi du type de stratification, du niveau et de l'amplitude du chargement et du niveau d'endommagement. La suite de ce paragraphe porte sur des éprouvettes testées à un rapport de charge $R = 0.1$. La Figure II-31 montre que, dans le cas du composite étudié, un auto-échauffement de moins de 3°C est observé pour une fréquence de 5Hz pour les stratifications ne comportant que des plis orientés dans la direction de chargement (i.e. plis à 0°), quelle que soit la contrainte maximale appliquée. Cela s'explique par le fait que les phénomènes visqueux sont peu présents puisque la matrice est faiblement sollicitée. De même, à la même fréquence, l'auto-échauffement est faible dans le cas des stratifications de type UD $[90]_n$, UD $[(\pm 60)]_n$, et BXS $[(67.5/-22.5)/(-67.5/22.5)]_s$ du fait des efforts beaucoup plus faibles mis en jeu. En effet, les contraintes à rupture de ces stratifications sont faibles devant celles des stratifications contenant des plis à 0° . Ainsi, une contrainte maximale égale à 40%

de la contrainte à rupture donne une contrainte maximale de 340MPa pour la stratification $[0]_4$, alors que celles dans le cas des stratifications UD $[90]_4$, UD $[(\pm 60)_2]_s$ et BXS $[(67.5/-22.5)/(-67.5/22.5)]_s$ ne seront respectivement que de 19MPa, 35MPa et 130MPa. Par contre, l'auto-échauffement devient plus important dans le cas de stratifications composées à la fois de plis dans la direction de chargement et de plis hors-axes, telles que les stratifications de type $[(0/90)_n]$ et $[(0/90)_n]_s$ par exemple. En effet, les déformations mises en jeu dans les plis à 90° sont plus importantes du fait de la présence de plis orientés dans la direction de chargement. Ainsi, les plis à 90° , qui ne sont sollicités qu'à une déformation d'environ 0.11% dans le cas de la stratification $[90]_4$ pour un chargement maximum de 40% de la contrainte à rupture, le sont, par exemple, à une déformation d'environ 1.2% dans le cas de la stratification BXS $[(0/90)_4]$ pour le même niveau de chargement. Les phénomènes visqueux dans les plis hors-axes sont donc plus importants lorsque ces derniers sont combinés à des plis orientés dans la direction de chargement. Enfin, à la même fréquence de sollicitation, le niveau d'auto-échauffement des stratifications hors-axes de type $[(\pm 45)_n]_s$ est très élevé, puisqu'il peut atteindre plus de 60°C à une fréquence de 3Hz. Cela s'explique par les importants phénomènes visqueux engendrés par le fait que la matrice est principalement sollicitée en cisaillement.

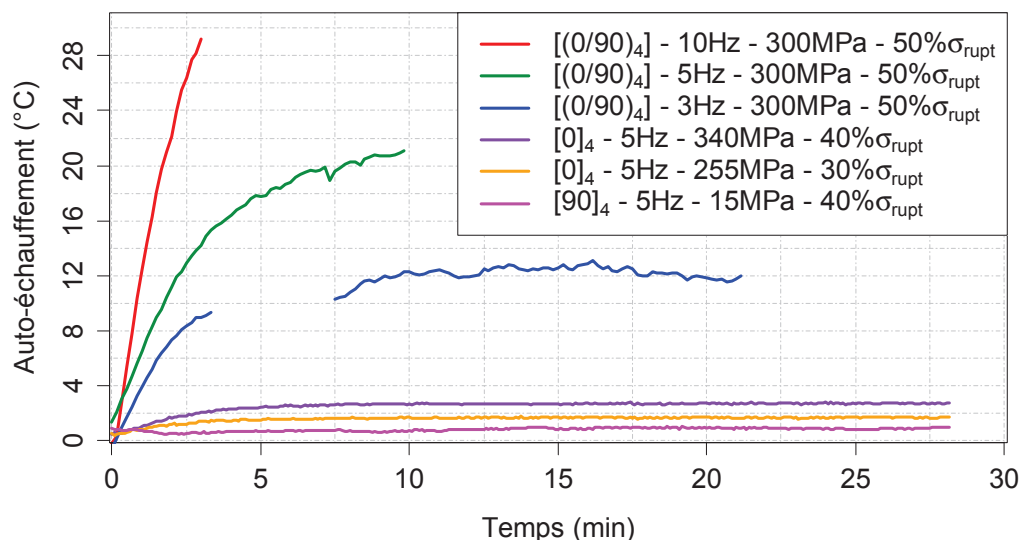


Figure II-31 : Courbes d'auto-échauffement d'éprouvettes testées en fatigue en fonction de la stratification considérée, la fréquence de sollicitation et la contrainte maximale appliquée, à un rapport de charge R de 0.1

Ayant vu précédemment au Chapitre I que la température pouvait affecter significativement le comportement des composites à matrice acrylique, le niveau maximum d'auto-échauffement a été fixé à 5°C dans le cadre de la présente étude. La fréquence de sollicitation a donc été choisie de façon à respecter ce critère. A noter que, dans la mesure du possible, tous les essais de fatigue sur une même stratification ont été réalisés à la même fréquence de sollicitation, afin de s'affranchir au maximum de l'influence potentielle de cette dernière sur les résultats.

II.3.6. Méthode de calcul des incertitudes sur les valeurs des grandeurs expérimentales

Sauf mention contraire explicite, les incertitudes données sur les valeurs des différentes grandeurs déterminées dans ce mémoire ont été calculées par propagation des incertitudes, avec les incertitudes de base (i.e. considérées comme indépendantes) suivantes:

- incertitude de 5% sur les valeurs de la masse volumique de la matrice ρ_m , de la masse volumique des fibres ρ_f et du grammage des renforts m_{0f} (cf. Tableau II-2)
- incertitude sur la valeur donnée par les machines d'essai pour la force considérée comme négligeable
- incertitude de $5 \cdot 10^{-5}$ mm/mm sur les valeurs de déformation longitudinale et transversale données par les extensomètres, et les jauges de 350Ω

Les incertitudes sur les valeurs de l'épaisseur et de la largeur des éprouvettes testées ont été déterminées via une loi de Student, qui donne pour une variable x , l'intervalle de confiance suivant :

$$\left[\bar{x} - t_{1-\frac{\alpha}{2}}^{n-1} \sqrt{\frac{S}{n}}; \bar{x} + t_{1-\frac{\alpha}{2}}^{n-1} \sqrt{\frac{S}{n}} \right] \quad (\text{B.4})$$

Avec :

- \bar{x} l'estimateur de l'espérance qui correspond, pour une variable aléatoire réelle, à la valeur que l'on s'attend à trouver, en moyenne, si l'on répète un grand nombre de fois la même expérience aléatoire :

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i \quad (\text{B.5})$$

- n le nombre de répétition de la même expérience aléatoire
- S l'estimateur non biaisé de la variance, défini comme suit :

$$S = \frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2 \quad (\text{B.6})$$

- $t_{1-\frac{\alpha}{2}}^{n-1}$ le quantile d'ordre $1 - \frac{\alpha}{2}$ de la loi de Student pour $k = n - 1$ degrés de liberté dont certaines valeurs sont répertoriées dans le Tableau II-6. Pour une valeur de α , le quantile donné est tel que la probabilité pour qu'une variable X qui suit une loi de Student à k degrés de liberté lui soit inférieur est de $1 - \alpha$. Ainsi, pour un intervalle bilatéral à 98%, il faut prendre le quantile à 99%. Si X suit une loi à 10 degrés de liberté, on aurait alors $P(X \in$

$[-2.764, 2.764]) < 0.99$. Pour k très grand (voir dernière ligne du Tableau II-6), la loi de Student est équivalente à la loi normale centrée et réduite.

Pour ce qui de l'incertitude sur l'épaisseur et la largeur des éprouvettes, le quantile à 99,50% a été choisi, pour 50 répétitions de mesure sur une éprouvette, ce qui correspond à une valeur de quantile de 2.678 (cf. Tableau II-6). La valeur de S obtenue à partir de ces 50 mesures a été considérée comme étant la même pour toutes les éprouvettes testées, même si cette supposition n'a pas été vérifiée.

$1-\alpha$	75 %	80 %	85 %	90 %	95 %	97,5 %	99 %	99,5 %	99,75 %	99,9 %	99,95 %
k											
1	1,000	1,376	1,963	3,078	6,314	12,71	31,82	63,66	127,3	318,3	636,6
2	0,816	1,061	1,386	1,886	2,920	4,303	6,965	9,925	14,09	22,33	31,60
3	0,765	0,978	1,250	1,638	2,353	3,182	4,541	5,841	7,453	10,21	12,92
4	0,741	0,941	1,190	1,533	2,132	2,776	3,747	4,604	5,598	7,173	8,610
5	0,727	0,920	1,156	1,476	2,015	2,571	3,365	4,032	4,773	5,893	6,869
6	0,718	0,906	1,134	1,440	1,943	2,447	3,143	3,707	4,317	5,208	5,959
7	0,711	0,896	1,119	1,415	1,895	2,365	2,998	3,499	4,029	4,785	5,408
8	0,706	0,889	1,108	1,397	1,860	2,306	2,896	3,355	3,833	4,501	5,041
9	0,703	0,883	1,100	1,383	1,833	2,262	2,821	3,250	3,690	4,297	4,781
10	0,700	0,879	1,093	1,372	1,812	2,228	2,764	3,169	3,581	4,144	4,587
11	0,697	0,876	1,088	1,363	1,796	2,201	2,718	3,106	3,497	4,025	4,437
12	0,695	0,873	1,083	1,356	1,782	2,179	2,681	3,055	3,428	3,930	4,318
13	0,694	0,870	1,079	1,350	1,771	2,160	2,650	3,012	3,372	3,852	4,221
14	0,692	0,868	1,076	1,345	1,761	2,145	2,624	2,977	3,326	3,787	4,140
15	0,691	0,866	1,074	1,341	1,753	2,131	2,602	2,947	3,286	3,733	4,073
20	0,687	0,860	1,064	1,325	1,725	2,086	2,528	2,845	3,153	3,552	3,850
25	0,684	0,856	1,058	1,316	1,708	2,060	2,485	2,787	3,078	3,450	3,725
30	0,683	0,854	1,055	1,310	1,697	2,042	2,457	2,750	3,030	3,385	3,646
50	0,679	0,849	1,047	1,299	1,676	2,009	2,403	2,678	2,937	3,261	3,496
60	0,679	0,848	1,045	1,296	1,671	2,000	2,390	2,660	2,915	3,232	3,460
120	0,677	0,845	1,041	1,289	1,658	1,980	2,358	2,617	2,860	3,160	3,373
∞	0,674	0,842	1,036	1,282	1,645	1,960	2,326	2,576	2,807	3,090	3,291

Tableau II-6 : Valeurs du quantile $t_{1-\frac{\alpha}{2}}^{n-1}$ d'ordre $1 - \frac{\alpha}{2}$ de la loi de Student pour certaines valeurs de k degrés de liberté

Enfin, les incertitudes sur toutes les autres grandeurs ont été déterminées en utilisant la formule des incertitudes absolues, définie pour une fonction f dépendants des variables indépendantes (x_1, \dots, x_n) de la manière suivante :

$$\Delta f = \left| \frac{\delta f}{\delta x_1} \right| \Delta x_1 + \dots + \left| \frac{\delta f}{\delta x_n} \right| \Delta x_n \quad (\text{B.7})$$

II.4. Conclusion du chapitre

Ce chapitre a permis de décrire les constituants du matériau composite stratifié étudié, à savoir la matrice acrylique amorphe Elium 188® et les deux types de renforts de fibres de verre de type « E » :

les nappes unidirectionnelles (UD) et les nappes biaxiales (BXS). La fabrication du composite est effectuée par infusion sous vide. Les contrôles de la santé matière du composite conduisent aux conclusions suivantes :

- Le taux volumique de fibres global d'une plaque est déterminé en moyennant les valeurs du taux volumique de fibres obtenues séparément pour chaque éprouvette testée qui provient de cette plaque. Cette méthode a l'avantage de permettre ensuite de corriger les propriétés mécaniques de chaque éprouvette par rapport à son taux volumique de fibres, ce qui permet alors de s'affranchir de son influence.
- La microstructure du composite a pu être observée via l'utilisation de la micrographie, qui permet notamment de faire la distinction entre les différents plis, les torons de fibres de verre, les torons de fils de liage, les poches de résine et les porosités. Cela a ainsi permis de déterminer un taux de porosité conforme au procédé d'infusion, puisqu'inférieur à 5% quel que soit l'endroit considéré dans les plaques de composite utilisées.
- L'épaisseur des plaques fabriquées a été contrôlée pour s'assurer que ses variations étaient négligeables à l'échelle des éprouvettes (variations de moins de 200 μ m). En effet, des variations d'épaisseur supérieures à 200 μ m peuvent entraîner des biais importants sur les résultats des essais expérimentaux. De ce fait, elles ont conduit systématiquement soit au rejet d'un morceau de la plaque si le défaut était localisé soit au rejet de la plaque complète si le défaut était généralisé.
- L'utilisation de la micro-tomographie aux rayons X a permis d'observer la structure des renforts et les défauts de fabrication associés.

Tout d'abord, elle a confirmé les observations faites par micrographie (microstructure et taux de porosité), et permis d'observer des défauts structurels des renforts : ondulation systématique des torons de fibres due au passage du fil de liage et dans le cas des renforts BXS, défaut d'orientation des deux nappes UD l'une par rapport à l'autre (angle théorique de 90° non respecté). Ces défauts étant dus à la structure même des renforts, il n'y a pas eu vocation dans ces travaux à chercher à les supprimer.

Par ailleurs, la micro-tomographie aux rayons X a permis d'observer trois défauts principaux liés aux opérations de fabrication : (i) zones riches en résine ; (ii) plis qui ondulent dans l'épaisseur de la plaque, ou qui n'ont pas une épaisseur constante ; (iii) défauts d'orientation importants d'un ou plusieurs plis par rapport aux autres suite à une erreur de positionnement lors de l'empilement des nappes. Les deux premiers défauts peuvent être limités mais restent difficiles à éliminer complètement. Par contre, il est possible d'éviter assez facilement une erreur de positionnement d'un pli en vérifiant systématiquement la

bonne orientation des plis lors de la phase d'empilement des renforts avant l'infusion sous vide.

Considérer ces défauts est important pour pouvoir ensuite différencier les endommagements dus à la structure même des renforts de ceux dus à des défauts de fabrication, qui ne sont pas représentatifs d'un état nominal du composite. Enfin, ces observations ont aussi servi de travail préliminaire à l'utilisation de la micro-tomographie à rayons X pour l'étude et le suivi de l'endommagement dans des échantillons soumis à des chargements de traction quasi-statique ou de fatigue.

- Les mesures de la capacité d'absorption d'eau des éprouvettes de résine pure et du matériau composite stratifié ont permis de conclure que l'absorption d'eau des éprouvettes de composite qui peut être engendrée lors des essais en température suite à la chute ou à l'augmentation du taux d'humidité dans la chambre environnementale n'aura pas une influence significative sur les résultats.

Enfin, ce chapitre a aussi permis de présenter la démarche d'étude et les méthodes expérimentales mises en place dans le cadre de ce travail pour caractériser le matériau composite et identifier les paramètres d'un modèle d'endommagement à l'échelle du pli sous des chargements plans pour ce matériau composite. Les méthodes proposées mettent l'accent sur l'analyse des mécanismes d'endommagement et sur l'effet de la température sur le comportement mécanique du composite stratifié étudié. Le comportement mécanique des composites à matrice organique dépendant fortement de la matrice polymère qui les constitue, il est important de réaliser des essais à la fois sur la résine pure (i.e. non renforcée) et sur le composite pour mener à bien les analyses.

Le modèle d'endommagement considéré dans ces travaux et présenté au Chapitre III étant formulé à l'échelle du pli, les essais de traction quasi-statique et de fatigue sur le composite ont été réalisés à cette échelle de manière à pouvoir identifier les paramètres du modèle.

Ainsi, des stratifications de type UD $[0]_n$ et $[90]_n$ ont été considérées pour déterminer les propriétés mécaniques du pli unidirectionnel dans la direction des fibres et dans la direction transverse aux fibres, et des stratifications de type UD $[(+45/-45)_n]_s$ et BXS $[(\pm 45)_n]_s$ ont été considérées pour étudier l'évolution de l'endommagement dans le cas, d'un chargement engendrant majoritairement du cisaillement, et de type UD $[(+60/-60)_n]_s$ et BXS $[(+67.5/-22.5)/(-67.5/+22.5)]_s$, dans le cas d'un chargement couplé cisaillement-transverse. Enfin, dans le but d'étudier les modes de dégradation du stratifié (décohésions fibre-matrice, fissuration transverse et délaminage), des observations in-situ ont effectuées sur des stratifications de type UD $[0/90_n/0]$, BXS $[(0/90)]_n$ et $[(0/90)_n]_s$.

Chapitre III.

MODELISATION DE L'ENDOMMAGEMENT A L'ECHELLE DU PLI

Ce chapitre a pour objectif de valider l'utilisation d'un modèle d'endommagement sous un chargement quasi-statique et de fatigue à l'échelle du pli pour le composite étudié, en identifiant les paramètres de ce dernier à partir des résultats obtenus expérimentalement. Ce modèle est basé sur la modélisation des pertes de raideur et des déformations résiduelles à l'échelle du pli, et sur la modélisation du couplage entre la résistance dans la direction des fibres et l'endommagement matriciel.

SOMMAIRE

III.1. Introduction.....	117
III.2. Description du modèle d'endommagement	118
III.2.1. Loi d'évolution de la rigidité sous un chargement quasi-statique seul.....	120
III.2.2. Loi d'évolution de la résistance résiduelle en présence d'un endommagement matriciel.....	121
III.2.3. Loi d'évolution de la rigidité en fatigue cumulé à un endommagement en quasi-statique.....	122
III.2.4. Loi d'évolution de la déformation résiduelle	123
III.3. Identification des paramètres du modèle en quasi-statique à 20°C.....	124
III.3.1. Détermination des propriétés élastiques initiales du composite	124
III.3.2. Loi d'évolution de l'endommagement matriciel	130
III.3.3. Couplage endommagement matriciel – résistance dans le sens des fibres.....	140
III.3.4. Comparaison modèle-essais expérimentaux	143
III.4. Identification des paramètres du modèle dans le cas d'un chargement en fatigue à 20°C	148
III.4.1. Evolution de l'endommagement dans la direction des fibres.....	149
III.4.2. Evolution de l'endommagement matriciel dans le cas d'un chargement engendrant majoritairement du cisaillement	155
III.4.3. Evolution de l'endommagement matriciel en couplage cisaillement-transverse.....	159
III.5. Synthèse des paramètres du modèle identifiés à 20°C.....	161
III.6. Conclusion du chapitre.....	162

III.1. Introduction

Le modèle d'endommagement présenté ici est basé sur la mécanique de l'endommagement et est de type élasto-plastique endommageable avec un endommagement cumulé statique-fatigue. Il est régi par des lois décrivant l'évolution de la rigidité et de la déformation résiduelle par le biais de variables internes. La perte de résistance dans la direction des fibres induite par l'endommagement matriciel est également modélisée.

Le développement de ce modèle s'appuie sur de nombreuses contributions. Un bref historique de ces dernières, reprenant celui proposé par (Caous, 2017), est donné ci-dessous. Le modèle trouve son origine dans les travaux de (P. Ladeveze and LeDantec, 1992), qui proposent un modèle permettant de décrire la rigidité et la déformation résiduelle dans le cas de matériaux composites renforcés de fibres de carbone, soumis à un chargement quasi-statique. Au début des années 2000, l'équipe de C. Hochard du LMA-Marseille reprendra ce modèle pour l'étendre à la fatigue des matériaux composites tissés en fibres de carbone (Payan, 2004; Payan and Hochard, 2002). Les travaux de thèse de (Miot, 2009) et (Thollon, 2009), portant sur des composites tissés à matrice époxy et renforcés de fibres de verre, conduiront ensuite à la définition d'une loi d'évolution de l'endommagement adaptée aux matériaux composites renforcés de fibres de verre, dans le cas d'un chargement quasi-statique. En 2014, la loi d'endommagement en fatigue est complétée et des essais de torsion-traction sur tubes unidirectionnels sont proposés pour déterminer de l'influence de l'endommagement matriciel sur la résistance dans la direction des fibres (Hochard et al., 2014). Ces travaux seront repris par (Caous, 2017; Caous et al., 2017), qui proposera l'utilisation d'une loi continue pour décrire le couplage entre l'endommagement matriciel et la résistance dans la direction des fibres, ainsi que la modélisation d'une perte de raideur dans la direction des fibres en fatigue pour pouvoir prédire la durée de vie dans cette direction.

L'objectif de ce chapitre est de valider l'utilisation de ce modèle pour la prévision du comportement mécanique cumulé statique-fatigue à température ambiante du composite à matrice acrylique étudié, à travers la vérification de la validité des hypothèses formulées dans le modèle par rapport aux données expérimentales et l'identification des paramètres des différentes lois d'évolution de l'endommagement.

Le modèle d'endommagement est décrit dans une première partie. Les deux parties suivantes sont consacrées à l'identification des paramètres du modèle respectivement sous un chargement quasi-

statique et sous un chargement de fatigue. Enfin, la dernière partie du chapitre présente une synthèse globale des paramètres identifiés.

III.2. Description du modèle d'endommagement

L'endommagement est considéré comme homogène dans l'épaisseur du pli, et les pertes de rigidité et les déformations résiduelles du pli sont décrites par quatre variables internes d'endommagement :

- \tilde{p} la déformation plastique (ou permanente ou résiduelle) cumulée qui décrit l'écroutissage isotrope transverse et induit les déformations résiduelles ε_2^p et γ_{12}^p à l'échelle du pli
- d_1 , qui permet de décrire la rupture fragile des fibres quand un chargement est appliqué dans la direction des fibres :

$$E_1 = E_1^0(1 - d_1) \quad (\text{III.1})$$

avec E_1^0 le module d'élasticité initial du pli dans la direction des fibres.

- d_2 , qui permet de décrire la perte de rigidité dans la direction transverse observée lorsqu'un chargement transverse ou de cisaillement est appliqué :

$$\begin{cases} E_2 = E_2^0 \text{ pour } \sigma_2 < 0 \\ E_2 = E_2^0(1 - d_2) \text{ pour } \sigma_2 \geq 0 \end{cases} \quad (\text{III.2})$$

avec E_2^0 le module d'élasticité initial du pli dans la direction transverse aux fibres.

- d_{12} , qui permet de décrire la perte de rigidité en cisaillement observée lorsqu'un chargement transverse ou de cisaillement est appliqué :

$$G_{12} = G_{12}^0(1 - d_{12}) \quad (\text{III.3})$$

avec G_{12}^0 le module d'élasticité initial du pli en cisaillement.

Ainsi, d_2 et d_{12} représentent, tous deux, l'endommagement matriciel, tandis que d_1 représente l'endommagement dans la direction des fibres. De plus, le modèle prévoit qu'en compression transverse, le pli retrouve sa rigidité initiale (Equation (III.2)).

En se plaçant dans le cas des contraintes planes et de petites déformations, et en négligeant les phénomènes d'origine thermique, l'énergie de déformation élastique du pli peut être décrite par l'équation :

$$E_D = \frac{1}{2} \left[\frac{\sigma_1^2}{E_1^0(1 - d_1)} + \frac{\langle \sigma_2 \rangle_+^2}{E_2^0(1 - d_2)} + \frac{\langle \sigma_2 \rangle_-^2}{E_2^0} - 2 \frac{\nu_{12}^0 \sigma_1 \sigma_2}{E_1^0} + \frac{\tau_{12}^0}{G_{12}^0(1 - d_{12})} \right] \quad (\text{III.4})$$

où les énergies de traction et de compression sont séparées dans le but de décrire la nature unilatérale du processus d'endommagement due à la fermeture et l'ouverture des microfissures dans la direction transverse du pli unidirectionnel (Hochard et al., 2006).

Une force thermodynamique peut être associée à chaque variable d'endommagement en dérivant l'équation de l'énergie de déformation élastique par rapport à cette variable. Les relations ci-dessous sont alors obtenues.

$$\begin{cases} Y_{d1} = \frac{\delta E_D}{\delta d_1} = \frac{\sigma_1^2}{2E_1^0(1-d_1)^2} \\ Y_{d2} = \frac{\delta E_D}{\delta d_2} = \frac{\sigma_2^2}{2E_2^0(1-d_2)^2} \\ Y_{d12} = \frac{\delta E_D}{\delta d_{12}} = \frac{\tau_{12}^2}{2G_{12}^0(1-d_{12})^2} \end{cases} \quad (\text{III.5})$$

L'endommagement décrit par les variables internes présentées précédemment peut être engendré aussi bien par un chargement monotone, que par un chargement cyclique. Il est alors considéré dans le modèle que les endommagements générés par ces deux types de chargement se cumulent. Cette hypothèse repose sur le fait que, pour le stratifié étudié, les mêmes mécanismes d'endommagement sont observés sous un chargement statique et sous un chargement de fatigue, au regard des données de la littérature (Payan, 2004). De plus, les fissures étant parallèles aux fibres et leur effet sur la perte de raideur transversale et en cisaillement étant similaire, (P. Ladeveze and LeDantec, 1992) et (Hochard et al., 2014) ont proposé de considérer les variables d'endommagement d_2 et d_{12} proportionnelles entre elles. Ces hypothèses conduisent alors à l'obtention des relations suivantes :

$$\begin{cases} d_1 = d_1^s + d_1^f \\ d_2 = d_2^s + d_2^f \\ d_{12} = cd_2 \end{cases} \quad (\text{III.6})$$

où les lettre « s » et « f » désignent respectivement l'endommagement engendré par un chargement statique et l'endommagement engendré par un chargement en fatigue et où le facteur c représente le coefficient de proportionnalité entre la variable d'endommagement en cisaillement et celle dans la direction transverse.

De plus, dans ce modèle, la déformation résiduelle n'est pas définie comme la somme d'une composante statique et d'une composante de fatigue. Elle est pilotée par les contraintes et les déformations transverses et de cisaillement effectives, qui dépendent directement de

l'endommagement cumulé statique-fatigue et qui sont définies respectivement par les relations suivantes :

$$\dot{p} = f(d_2^s + d_2^f) \quad (III.7)$$

$$\begin{cases} \tilde{\sigma}_2 = \frac{\sigma_2}{1 - d_2} \text{ si } \sigma_2 > 0 \\ \tilde{\sigma}_2 = \sigma_2 \text{ si } \sigma_2 < 0 \\ \tilde{\tau}_{12} = \frac{\tau_{12}}{1 - d_{12}} \end{cases} \quad (III.8)$$

$$\begin{cases} \tilde{\varepsilon}_2^p = \varepsilon_2^p (1 - d_2) \text{ si } \sigma_2 > 0 \\ \tilde{\varepsilon}_2^p = \varepsilon_2^p \text{ si } \sigma_2 < 0 \\ \tilde{\gamma}_{12}^p = \gamma_{12}^p (1 - d_{12}) \end{cases} \quad (III.9)$$

III.2.1. Loi d'évolution de la rigidité sous un chargement quasi-statique seul

L'évolution des pertes de raideur, représentées par les variables internes d'endommagement d_1 , d_2 et d_{12} , est pilotée par les forces thermodynamiques (Relations (III.5)). On considère dans cette partie qu'aucun chargement en fatigue n'est venu endommager le matériau avant l'application du chargement quasi-statique. Cela implique que les variables d'endommagement d_i^f (Relations (III.6) et (III.7)) sont nulles. En conséquence, de façon à pouvoir modéliser le caractère fragile de la rupture dans la direction des fibres, on obtient la relation suivante pour d_1 :

$$\begin{cases} d_1(t) = d_1^s(t) = 0 \text{ si } Y_{d1}(t) < Y_{d1}^{ult} \\ d_1(t) = d_1^s(t) = 1 \text{ si } Y_{d1}(t) \geq Y_{d1}^{ult} \end{cases} \quad (III.10)$$

où Y_1^{ult} est le seuil de rupture dans la direction des fibres, correspondant, dans ce cas-ci, à la résistance mécanique du pli unidirectionnel dans la direction des fibres.

Pour ce qui est de l'endommagement matriciel, plus progressif, plusieurs relations ont été proposées pour définir la loi d'évolution (Hochard et al., 2014; P. Ladeveze and LeDantec, 1992; Payan, 2004). Mais, afin de décrire au mieux les résultats expérimentaux obtenus dans le cas du stratifié étudié ici, la relation proposée par (Hochard et al., 2014) a été choisie :

$$d_2(t) = d_2^s(t) = \langle 1 - e^{-(Y_{eq}(t) - Y_0)} \rangle_+ \quad (III.11)$$

$$Y_{eq}(t) = a(Y_{d2}(t))^m + b(Y_{d12}(t))^n \quad (III.12)$$

où Y_0 est le seuil d'initiation de l'endommagement matriciel et Y_{eq} est la fonction de couplage des forces thermodynamiques associées à l'endommagement matriciel en quasi-statique (Equation (III.12)). Y_{eq} est souvent appelée force thermodynamique équivalente, mais il est important de noter qu'elle n'est pas homogène à une force thermodynamique, de même que Y_0 . Les paramètres a , b , n et m sont, quant à eux, des constantes à identifier expérimentalement qui dépendent du composite considéré.

III.2.2. Loi d'évolution de la résistance résiduelle en présence d'un endommagement matriciel

Lorsque qu'un chargement quasi-statique est précédé d'un chargement ayant engendré un endommagement matriciel, la résistance mécanique du stratifié est affectée (Eyer et al., 2015; Hochard et al., 2014; Rakotoarisoa, 2014). En effet, cet endommagement matriciel dégrade les capacités de la matrice à transmettre l'effort axial aux fibres. Cela peut conduire à des ruptures prématurées de ces dernières dans la direction de chargement et ainsi amener le stratifié à rompre à un niveau de contrainte plus faible que sa résistance mécanique initiale. En conséquence, la loi d'évolution de l'endommagement en quasi-statique dans la direction des fibres se trouve modifiée, par rapport à un cas de chargement quasi-statique seul :

$$\begin{cases} d_1^s(t) = 0 \text{ si } Y_{d1}(t) < Y_{d1}^{ult}(d_2) \\ d_1^s(t) + d_1^f(t) = 1 \text{ si } Y_{d1}(t) \geq Y_{d1}^{ult}(d_2) \end{cases} \quad (\text{III.13})$$

où le seuil de rupture dans la direction des fibres $Y_{d1}^{ult}(d_2)$ est maintenant dépendant de l'endommagement matriciel. Dans ses travaux de thèse, (Caous, 2017) propose de modéliser cette dépendance par le biais d'une loi continue de la forme de l'équation suivant :

$$Y_{d1}^{ult}(d_2) = \frac{Y_A - Y_B}{1 + e^{(d_2 - d_m)/d_\lambda}} + Y_B \quad (\text{III.14})$$

où Y_A , Y_B , d_m et d_λ sont des paramètres à identifier expérimentalement, qui dépendent du composite considéré (Figure III-1).

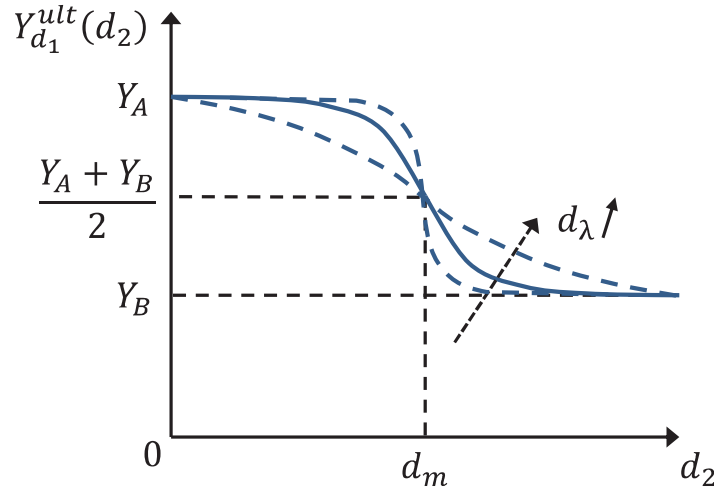


Figure III-1 : Représentation de la loi de couplage entre l'endommagement matriciel et la résistance dans la direction des fibres (Caous, 2017)

III.2.3. Loi d'évolution de la rigidité en fatigue cumulée à un endommagement en quasi-statique

Dans le cas d'un chargement en fatigue, comme proposé par (Hochard et al., 2014; Hochard and Thollon, 2010; Payan, 2004; Payan and Hochard, 2002), l'évolution des pertes de raideur est pilotée par les taux de croissance de l'endommagement définis par les relations :

$$\begin{cases} \frac{\partial d_1^f}{\partial N} = a_1 (1 - d_1)^{\gamma_1} (Y_{d_1^f})^{l_1} (\Delta Y_{d_1^f})^{l_2} \\ \frac{\partial d_2^f}{\partial N} = (1 - d_2)^{\gamma_2} (a_2 (Y_{d_2^f})^{m_1} (\Delta Y_{d_2^f})^{m_2} + b_2 (Y_{d_{12}^f})^{n_1} (\Delta Y_{d_{12}^f})^{n_2}) \end{cases} \quad (\text{III.15})$$

où $a_1, a_2, b_2, \gamma_1, \gamma_2, l_1, l_2, m_1, m_2, n_1$ et n_2 sont des paramètres à identifier expérimentalement qui dépendent du composite considéré, N est le nombre de cycles de fatigue, et $Y_{d_i^f}$ et $\Delta Y_{d_i^f}$ représentent respectivement les forces thermodynamiques associées au chargement maximal et à l'amplitude du chargement, définies respectivement par les relations :

$$\begin{cases} Y_{d_1^f} = \frac{\sigma_1^2 \max}{2E_1^0 (1 - d_1)^2} \\ Y_{d_2^f} = \frac{\langle \sigma_2 \max \rangle_+^2}{2E_2^0 (1 - d_2)^2} \\ Y_{d_{12}^f} = \frac{\tau_{12}^2 \max}{2G_{12}^0 (1 - d_{12})^2} \end{cases} \quad (\text{III.16})$$

$$\begin{cases} \Delta Y_{d_1^f} = \frac{(\sigma_{1max} - \sigma_{1min})^2}{2E_1^0(1-d_1)^2} \\ \Delta Y_{d_2^f} = \frac{((\sigma_{2max})_+ - (\sigma_{2min})_+)^2}{2E_2^0(1-d_2)^2} \\ \Delta Y_{d_{12}^f} = \frac{(\tau_{12max} - \tau_{12min})^2}{2G_{12}^0(1-d_{12})^2} \end{cases} \quad (III.17)$$

La perte de raideur dans la direction des fibres est très faible sur une grande partie du chargement en fatigue et devient rapide sur les derniers cycles précédents la rupture (Figure III-2(a)). Par contre, les pertes de raideur transverse et en cisaillement sont progressives (Figure III-2(b)).

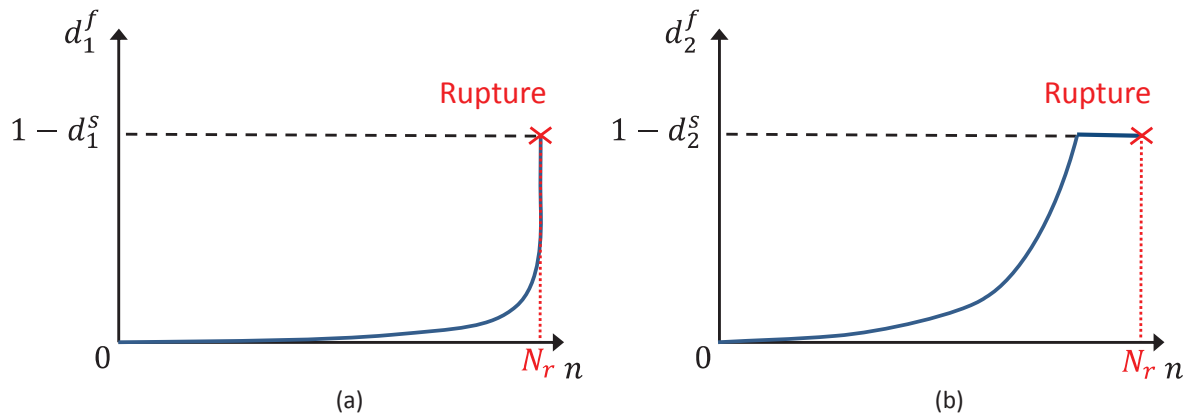


Figure III-2 : Représentations schématiques des lois d'évolution, sous chargement cyclique, de l'endommagement de fatigue (a) dans la direction des fibres et (b) matriciel, jusqu'à rupture du composite ($n = N_r$) (Caous, 2017)

Avec ce modèle, la rupture en fatigue est obtenue soit par rupture des fibres lorsque Y_{d_1} devient égal à $Y_{d_1}^{ult}$, soit par instabilité en sollicitation matricielle (i.e. lorsque les pertes de raideur transverse et en cisaillement sont telles qu'un incrément de déformation entraîne une diminution de la contrainte transmise).

III.2.4. Loi d'évolution de la déformation résiduelle

La déformation résiduelle est pilotée par les quantités effectives des contraintes et des déformations définies comme suit :

$$\tilde{\sigma}_2 = \frac{\sigma_2}{1-d_2} \quad \text{et} \quad \tilde{\varepsilon}_2^p = \varepsilon_2^p (1-d_2) \quad \text{si} \quad \sigma_2 > 0 \quad (III.18)$$

$$\tilde{\sigma}_2 = \sigma_2 \quad \text{et} \quad \tilde{\varepsilon}_2^p = \varepsilon_2^p \quad \text{si} \quad \sigma_2 < 0 \quad (III.19)$$

$$\tilde{\tau}_{12} = \frac{\tau_{12}}{1-d_{12}} \quad \text{et} \quad \tilde{\gamma}_{12}^p = \gamma_{12}^p (1-d_{12}) \quad (III.20)$$

Ces relations vérifient l'équivalence en énergie définie par l'équation ci-dessous :

$$\bar{\sigma} : \bar{\dot{\varepsilon}}^p = \bar{\tilde{\sigma}} : \bar{\dot{\varepsilon}}^p \quad (\text{III.21})$$

La fonction de charge qui pilote l'évolution de l'érouissage isotrope est la suivante :

$$f = \sqrt{\tilde{\tau}_{12}^2 + \alpha^2 \tilde{\sigma}_2^2} - K \tilde{p}^\gamma - R_0 \text{ avec } f \leq 0 \quad (\text{III.22})$$

Si $f < 0$, $\dot{\tilde{p}} = 0$. Lorsque $f = 0$, on obtient l'équation ci-dessous :

$$\tilde{p} = \left(\frac{\sqrt{\tilde{\tau}_{12}^2 + \alpha^2 \tilde{\sigma}_2^2} - R_0}{K} \right)^{\frac{1}{\gamma}} \quad (\text{III.23})$$

Les règles d'écoulement permettent ensuite d'obtenir le système d'équations suivant :

$$\begin{cases} \dot{\tilde{\varepsilon}}_2^p = \frac{\alpha^2 \tilde{\sigma}_2}{K \tilde{p}^\gamma + R_0} \dot{\tilde{p}} \\ \dot{\tilde{\gamma}}_{12}^p = \frac{\tilde{\tau}_{12}}{K \tilde{p}^\gamma + R_0} \dot{\tilde{p}} \end{cases} \quad (\text{III.24})$$

III.3. Identification des paramètres du modèle en quasi-statique à 20°C

III.3.1. Détermination des propriétés élastiques initiales du composite

Pour pouvoir identifier les paramètres de la loi d'évolution de l'endommagement matriciel du modèle, il est nécessaire de connaître la valeur de certaines propriétés mécaniques initiales du pli unidirectionnel, à savoir le module longitudinal initial E_1^0 , le coefficient de Poisson initial ν_{12}^0 , le module transverse initial E_2^0 , le coefficient de Poisson secondaire initial ν_{21}^0 et le module de cisaillement initial G_{12}^0 . Pour cela, les résultats expérimentaux d'un certain nombre d'essais de traction quasi-statique et d'essais de fatigue effectués à 20°C ont été utilisés. De plus, comme expliqué au Chapitre II, le taux volumique de fibres V_f a été déterminé pour chaque éprouvette, en utilisant l'Equation (II.3).

Les résultats obtenus lors des essais de traction quasi-statique permettent alors d'établir l'influence du taux volumique de fibres sur chacune des propriétés mécaniques initiales du pli unidirectionnel et de corriger les valeurs des paramètres mécaniques du modèle correspondant, de façon à réaliser l'identification à un taux volumique de fibres identique. En faisant cela, l'identification du modèle se

fait alors indépendamment du taux volumique de fibres des éprouvettes testées (Caous, 2017). Les relations utilisées pour corriger les paramètres sont issues de la loi des mélanges (Gay, 1997).

a- Détermination du module longitudinal E_1^0

Les données expérimentales proviennent de l'ensemble des essais de traction longitudinale effectués à 20°C sur la stratification UD [0]₄, que ce soit des essais quasi-statiques ou de fatigue. Ainsi, des essais, dont la vitesse de chargement varie entre 0,8 et 2,0 mm/min, effectués sur des éprouvettes à géométrie droite comme échançrée sont mélangés. Mais, comme ces deux paramètres ont une influence négligeable sur le module longitudinal, cela ne pose pas de problème pour l'identification de l'influence du taux volumique de fibre sur ce dernier. Le module longitudinal a été mesuré entre 0,05% et 0,25% de déformation longitudinale pour toutes les éprouvettes (comme recommandé par la norme ISO-527-5). Pour un confort visuel, seule une partie des résultats expérimentaux est représentée en Figure III-3.

La loi des mélanges indique que le module longitudinal initial E_1^0 peut s'exprimer suivant l'équation :

$$E_1^0 = E_f^0 V_f + E_m^0 (1 - V_f) \quad (\text{III.25})$$

avec E_f^0 le module d'élasticité initial des fibres, E_m^0 le module d'élasticité initial de la matrice et V_f le taux volumique de fibres (Gay, 1997).

En prenant en compte le fait que E_m^0 est généralement très inférieur à E_f^0 , il est possible d'approximer cette relation comme suit :

$$E_1^0 = E_f^0 V_f \quad (\text{III.26})$$

Le module d'élasticité initial des fibres E_f^0 a été identifié à partir des données expérimentales par régression des moindres carrés (Figure III-3). Une valeur de 77GPa a ainsi été trouvée, ce qui est en bonne concordance avec la valeur du module d'élasticité généralement donnée dans la littérature pour les fibres de verre de type « E » à savoir 74GPa ±5% (Gay, 1997).

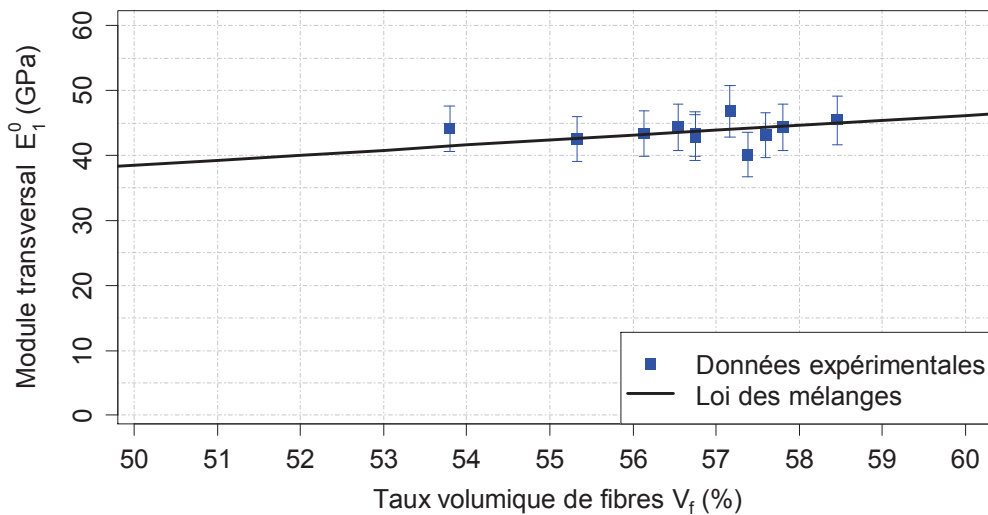


Figure III-3 : Variation du module longitudinal initial du pli unidirectionnel E_1^0 en fonction du taux volumique de fibres V_f , avec la valeur de E_f^0 identifiée par régression des moindres carrés et valant ainsi 77GPa

b- Détermination du coefficient de Poisson ν_{12}^0

Seules quatre mesures du coefficient de Poisson initial du pli unidirectionnel ν_{12}^0 , présentées en Figure III-4, ont été effectuées à 20°C. Elles concernent quatre essais de traction quasi-statique effectués sur des éprouvettes droites UD $[0]_4$ à 1mm/min.

Selon la loi des mélanges, le coefficient de Poisson initial ν_{12}^0 peut s'exprimer suivant l'équation :

$$\nu_{12}^0 = \nu_f^0 V_f + \nu_m^0 (1 - V_f) \quad (\text{III.27})$$

avec ν_f^0 et ν_m^0 les coefficients de Poisson initiaux, respectivement, des fibres et de la matrice (Gay, 1997).

Les valeurs du coefficient de Poisson des fibres et de la matrice ont été identifiées à partir des données expérimentales par régression des moindres carrés. Dans un premier temps, des valeurs respectives de 0,00 et 0,64 ont été trouvées. Devant l'aberrance de ces résultats par rapport à la réalité physique, le coefficient de Poisson des fibres a été pris égal à 0,25 (Gay, 1997). Une valeur de 0,31 est alors identifiée pour le coefficient de Poisson de la matrice (Figure III-4). Cette dernière est en bonne concordance avec les valeurs de coefficients de Poisson des matériaux polymères présentes dans la littérature (Gay, 1997).

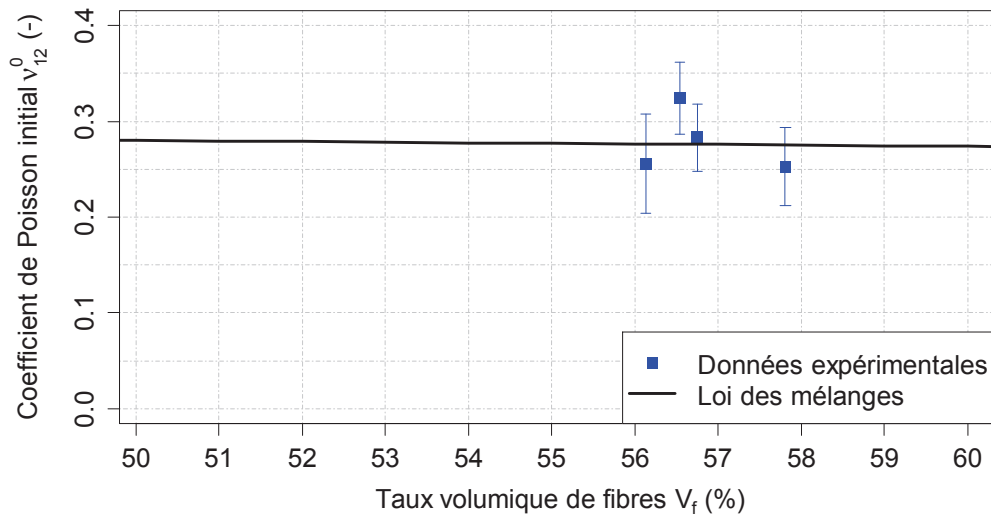


Figure III-4 : Variation du coefficient de Poisson initial du pli unidirectionnel ν_{12}^0 en fonction du taux volumique de fibres V_f , avec la valeur de ν_m^0 identifié par régression des moindres carrés et valant ainsi 0,31

c- Détermination du module transversal E_2^0

Les données expérimentales, présentées en Figure III-5, proviennent de l'ensemble des essais de traction quasi-statique effectués sur la stratification UD [90]₄ à 20°C. Le module longitudinal a été déterminé entre 0,01% et 0,10% de déformation longitudinale pour toutes les éprouvettes. Les essais considérés ont tous été effectués à une vitesse de chargement de 0,1mm/min.

La loi des mélanges indique que le module transversal initial du pli unidirectionnel E_2^0 peut s'exprimer suivant l'équation :

$$E_2^0 = E_m^0 \left(\frac{1}{(1 - V_f) + \frac{E_m^0}{E_{ft}^0} V_f} \right) \quad (\text{III.28})$$

avec E_m^0 le module d'élasticité initial de la matrice et E_{ft}^0 le module d'élasticité transverse initial des fibres (Gay, 1997).

De même que pour le module longitudinal initial du pli unidirectionnel E_1^0 , il est possible d'approximer l'Equation (III.28) par l'équation ci-dessous, en considérant que E_m^0 est généralement très inférieur à E_{ft}^0 .

$$E_2^0 = \frac{E_m^0}{(1 - V_f)} \quad (\text{III.29})$$

Mais, en réalité, le renfort UD utilisé pour le composite est constitué de 95% de fibres dans le sens trame (0°) et 5% de fibres dans le sens chaîne (90°). L'Equation (III.29) a donc été modifiée de façon à prendre en compte ce point, ce qui donne la relation suivante :

$$E_2^0 = 0.95 * \frac{E_m^0}{(1 - V_f)} + 0.05 * E_f^0 V_f \quad (\text{III.30})$$

De la même que pour les paramètres E_f^0 et ν_{12}^0 (cf. sections précédentes), la valeur du module de la matrice E_m^0 a été identifiée à partir des données expérimentales par régression des moindres carrés (Figure III-5). La valeur ainsi obtenue est de 5,5GPa. Cette dernière est environ 40% supérieure à celle spécifiée sur la fiche technique de la résine Elium 188® (ARKEMA, 2015). Elle ne correspond donc pas au module d'élasticité réel de la matrice, mais à la valeur qui permet de retrouver les bonnes propriétés mécaniques du pli.

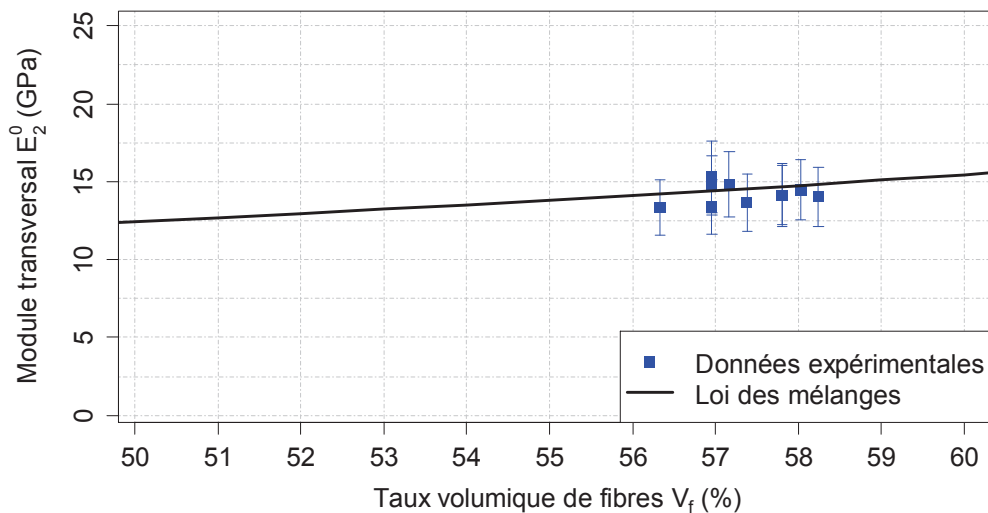


Figure III-5 : Variation du module d'élasticité de la matrice E_2^0 en fonction du taux volumique de fibres V_f avec la valeur de E_m^0 déterminée par régression des moindres carrés et valant ainsi 5,5GPa

d- Détermination du coefficient de Poisson secondaire ν_{21}^0

Seules deux mesures du coefficient de Poisson initial du pli unidirectionnel ν_{21}^0 ont été effectuées à 20°C. Elles concernent deux essais de traction quasi-statique effectués sur des éprouvettes droites $[90]_4$ à 0,1 mm/min et à température ambiante.

Le coefficient de Poisson ν_{21}^0 peut être calculé en utilisant la relation ci-dessous (Gay, 1997) :

$$\frac{\nu_{12}^0}{E_1^0} = \frac{\nu_{21}^0}{E_2^0} \quad (\text{III.31})$$

avec ν_{12}^0 , E_1^0 et E_2^0 obtenus à partir des lois de mélanges décrites dans les paragraphes précédents.

Les deux mesures expérimentales du coefficient de Poisson initial du pli unidirectionnel ν_{21}^0 ont permis de valider l'utilisation de cette relation, justifiant ainsi l'hypothèse d'un comportement orthotrope pour le composite étudié (Figure III-6).

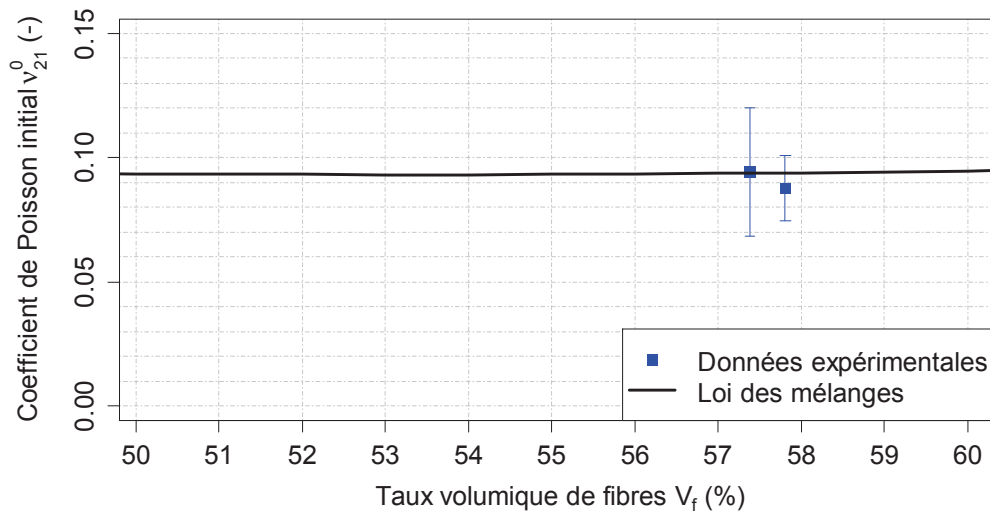


Figure III-6 : Variation du coefficient de Poisson initial du pli unidirectionnel ν_{21}^0 en fonction du taux volumique de fibres V_f

e- Détermination du module de cisaillement G_{12}^0

Les données expérimentales, présentées en Figure III-7, proviennent de l'ensemble des essais de traction quasi-statique effectués sur les stratifications BXS $[(\pm 45)_4]$, BXS $[(\pm 45)_2]_s$ et UD $[(\pm 45)_2]_s$ à 20°C. Le module de cisaillement initial G_{12}^0 a été mesuré entre 0,1 et 0,5% de déformation de cisaillement. Les résultats d'essais pour lesquels la vitesse de chargement varie entre 0,5 et 2mm/min sont mélangés. Mais il a été observé que la vitesse de chargement influençait peu le module de cisaillement initial sur cette plage, par rapport au taux volumique de fibres.

Selon la loi des mélanges, le module de cisaillement initial du pli unidirectionnel G_{12}^0 peut s'exprimer suivant l'équation :

$$G_{12}^0 = \frac{G_m^0}{(1 - V_f) + \frac{G_m^0}{G_f^0} V_f} \quad (\text{III.32})$$

avec G_m^0 le module de cisaillement initial de la matrice et G_f^0 le module de cisaillement initial des fibres (Gay, 1997).

Cette relation peut être approximée par l'Equation (III.33), la valeur de G_m^0 étant généralement très inférieure à celle de G_f^0 .

$$G_{12}^0 = \frac{G_m^0}{(1 - V_f)} \quad (III.33)$$

La valeur de G_m^0 a aussi été identifiée par régression des moindres carrées (Figure III-7). Une valeur de 2,1GPa a été obtenue. Le module de cisaillement initial de la matrice G_m^0 n'étant pas connu, aucune comparaison n'est possible avec le module de cisaillement réel de la matrice. Il faut toutefois noter que cette valeur est cohérente avec celle obtenue via la relation liant le module de cisaillement au module d'Young dans le cas d'un matériau isotrope :

$$G_m^0 = \frac{E_m^0}{2 * (1 + \nu_m^0)} \quad (III.34)$$

où ν_m^0 et E_m^0 sont pris égaux aux valeurs identifiées par régression des moindres carrées dans les sections précédentes (cf. respectivement Figure III-4 et Figure III-5). En effet, cette relation permet aussi d'obtenir une valeur de 2,1GPa pour G_m^0 .

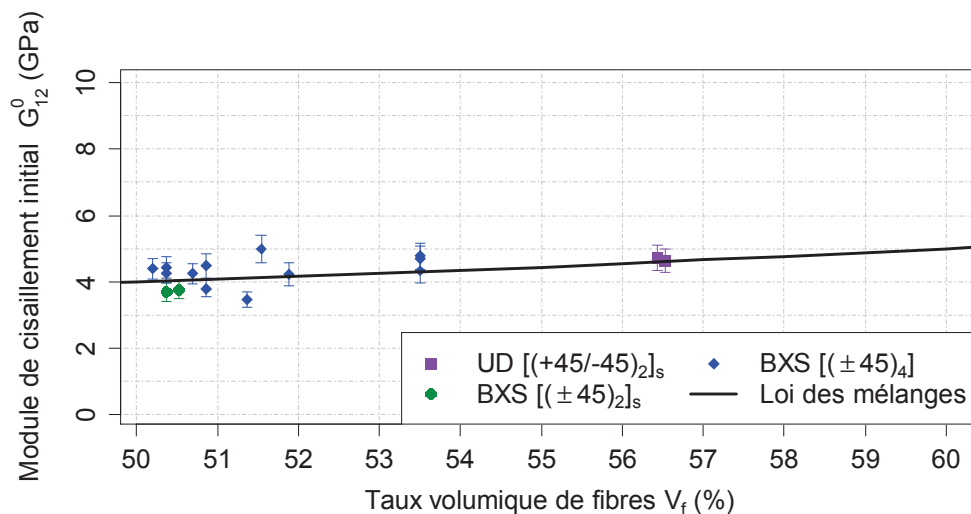


Figure III-7 : Variation du module de cisaillement initial du pli unidirectionnel G_{12}^0 en fonction du taux volumique de fibres V_f avec la valeur de G_m^0 déterminée par régression des moindres carrées et valant ainsi 2,1GPa.

III.3.2. Loi d'évolution de l'endommagement matriciel

a- *Evolution de l'endommagement matriciel pour un chargement engendrant principalement du cisaillement*

La détermination de la loi d'évolution de l'endommagement en cisaillement d'un stratifié peut se faire via des essais de traction quasi-statique avec cycles de charge-décharge sur une stratification de

type $[(\pm 45)_n]_s$ (donc symétrique et équilibrée). En effet, les plis unidirectionnels de cette dernière sont alors principalement sollicités en cisaillement, l'effet des contraintes transverses étant négligeable devant celui des contraintes de cisaillement.

L'obtention du comportement mécanique du pli unidirectionnel à partir des résultats de ces essais se fait via la théorie des stratifiés. Cette dernière permet d'exprimer les déformations du pli dans le repère du pli en fonction des déformations du pli dans le repère du stratifié via une matrice de passage qui dépend de l'angle entre les axes du repère du pli considéré et ceux du repère du stratifié θ (Gay, 1997) :

$$\begin{Bmatrix} \varepsilon_{11} \\ \varepsilon_{22} \\ 2\varepsilon_{12} = \gamma_{12} \end{Bmatrix} = \begin{bmatrix} c^2 & s^2 & cs \\ s^2 & c^2 & -cs \\ -2cs & 2cs & c^2 - s^2 \end{bmatrix} \begin{Bmatrix} \varepsilon_{xx} \\ \varepsilon_{yy} \\ 2\varepsilon_{xy} = \gamma_{xy} \end{Bmatrix} = [P] \begin{Bmatrix} \varepsilon_{xx} \\ \varepsilon_{yy} \\ 2\varepsilon_{xy} \end{Bmatrix} \quad (\text{III.35})$$

où c correspond au cosinus de l'angle θ , s correspond au sinus de l'angle θ et $\varepsilon_{xy} = 0$ dans le cas d'un stratifié symétrique et équilibré (x correspond à la direction de chargement).

De la même façon, il est possible d'exprimer les contraintes à l'échelle du pli prises dans le repère du pli en fonction des contraintes à l'échelle du pli prises dans le repère du stratifié, via la matrice de passage $[Q]$ qui dépend elle aussi de l'angle θ (Gay, 1997) :

$$\begin{Bmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \tau_{12} \end{Bmatrix} = \begin{bmatrix} c^2 & s^2 & 2cs \\ s^2 & c^2 & -2cs \\ -sc & sc & c^2 - s^2 \end{bmatrix} \begin{Bmatrix} \sigma_{xx} \\ (\sigma_{yy})_{k,\theta} \\ (\tau_{xy})_{k,\theta} \end{Bmatrix} = [Q] \begin{Bmatrix} \sigma_{xx} \\ (\sigma_{yy})_{k,\theta} \\ (\tau_{xy})_{k,\theta} \end{Bmatrix} \quad (\text{III.36})$$

L'éprouvette étant testée en traction uniaxiale dans le sens longitudinal, les contraintes transverses et de cisaillement à l'échelle du stratifié sont nulles. Pour un angle $\theta = \pm 45^\circ$, la déformation et la contrainte de cisaillement du pli s'obtiennent alors via les relations ci-dessous :

$$\gamma_{12} = (\varepsilon_{xx} - \varepsilon_{yy}) \quad (\text{III.37})$$

$$\tau_{12} = \frac{1}{2} \sigma_{xx} \quad (\text{III.38})$$

D'après les relations (III.11) et (III.12), l'évolution du comportement est alors définie par les relations suivantes :

$$d_{12}^s(t) = c \cdot \langle 1 - e^{-(b \cdot (\gamma_{d12}(t))^n - \gamma_0)} \rangle_+ \quad (\text{III.39})$$

$$\tilde{\tau}_{12} = K \cdot (\tilde{\gamma}_{12}^p)^\gamma + R_0 \quad (\text{III.40})$$

Pour identifier les paramètres de ces relations, les essais de traction quasi-statique sont effectués avec des cycles de charge-décharge. En effet, ce type d'essai permet d'identifier pour chacun des cycles, l'endommagement d_{12}^s et la déformation résiduelle $\tilde{\gamma}_{12}^p$ associée à la charge maximale atteinte, qui peut s'exprimer à travers Y_{d12} ou $\tilde{\tau}_{12}$. L'endommagement d_{12}^s est alors déterminé à partir de l'Equation (III.3) mais en considérant les modules de cisaillement sécants $G_{12,s}^0$ et $G_{12,s}$. $G_{12,s}$ est calculé comme le rapport entre la contrainte maximale de cisaillement $\tau_{12,max}^s$ et la déformation élastique maximale de cisaillement $\gamma_{12,max}^{el}$ atteintes au cours du cycle de charge-décharge considéré. La déformation élastique maximale atteinte au cours d'un cycle est elle-même définie comme la différence entre la déformation totale atteinte au cours de ce cycle et la déformation minimale atteinte à la fin du cycle. $G_{12,s}^0$ est égal à la valeur de $G_{12,s}$ obtenue pour le premier cycle de charge-décharge.

Les essais ont été effectués sur deux éprouvettes UD $[(\pm 45)_2]_s$ et deux éprouvettes BXS $[(\pm 45)_2]_s$, à une vitesse de chargement de 0.5mm/min et à une température de 20°C. Les cycles de charge-décharge ont été effectués à 0.25%, 0.5%, 1%, 1.5%, 2%, 3% et 4% de déformation longitudinale. Les deux éprouvettes BXS $[(\pm 45)_2]_s$ avaient un taux volumique de fibres moyen de $50,5 \pm 0,1\%$ et les deux éprouvettes UD $[(\pm 45)_2]_s$ un taux volumique de fibres moyen de $56,5 \pm 0,1\%$. Les essais ont été stoppés à une déformation longitudinale de 5%, sans que les éprouvettes n'aient rompu. Les courbes contrainte-déformation de cisaillement sont présentées en Figure III-8.

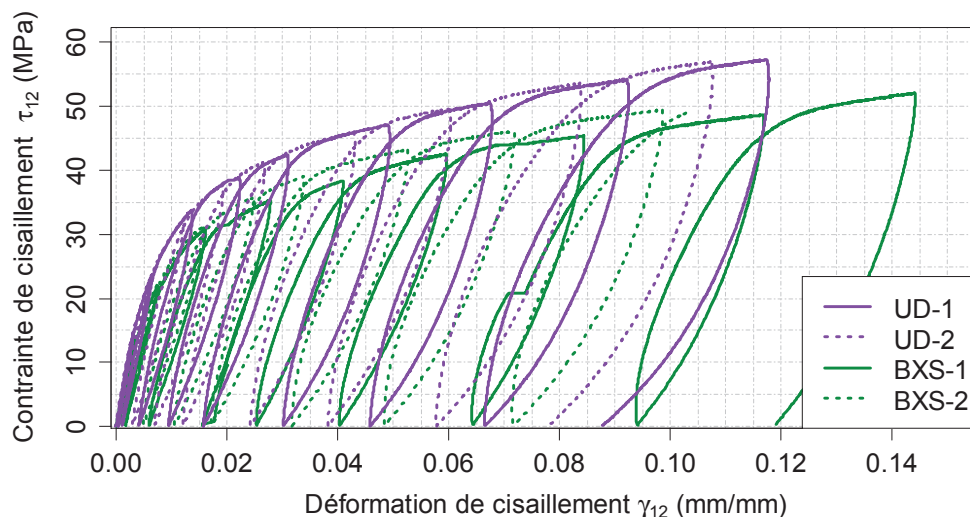


Figure III-8 : Comportement en cisaillement d'éprouvettes UD et BXS $[(\pm 45)_2]_s$ à 20°C sous un chargement de traction quasi-statique avec cycles de charge-décharge

Les paramètres de la loi d'évolution de l'endommagement matriciel sont identifiés séparément pour chaque éprouvette et une moyenne des valeurs obtenues est ensuite effectuée par type de renfort. Le paramètre c de la relation (III.39) est pris égal à 1 (Caous, 2017; Hochard et al., 2014). Les

paramètres b , Y_0 , K , γ et R_0 sont, quant à eux, déterminés via une régression des moindres carrés en fixant le paramètre n à 0.5. Ce choix permet de décrire convenablement le comportement des éprouvettes jusqu'à une déformation de cisaillement de 4%. En effet, au-delà de cette valeur, le chargement n'est plus représentatif de la sollicitation observée dans une structure (Caous, 2017).

Les données expérimentales et les lois d'évolution obtenues pour le modèle sont comparées en Figure III-9 et Figure III-10, par type de renfort. De même, les valeurs des paramètres identifiés sont données dans le Tableau III-1. Plusieurs facteurs peuvent expliquer les différences observées entre les deux types de renfort. Tout d'abord, il a été montré au Chapitre II, que l'angle théorique de 90° entre les orientations des deux plis unidirectionnels constituant les nappes BXS n'est pas toujours retrouvé dans la réalité. Ainsi, les éprouvettes BXS testées peuvent être potentiellement asymétriques et/ou déséquilibrées. Ensuite, les renforts UD et les renforts BXS ont une structure tissée très déséquilibrée différente puisque les renforts UD (à 0°) possèdent des torons de fibres dans le sens trame (i.e. à 90°) à hauteur d'environ 3.5% de leur grammage, tandis que les renforts BXS (à ±45°) possèdent des torons de fibres dans le sens chaîne (i.e. à 0°) à hauteur d'environ 0.2% de leur grammage (cf. Chapitre II).

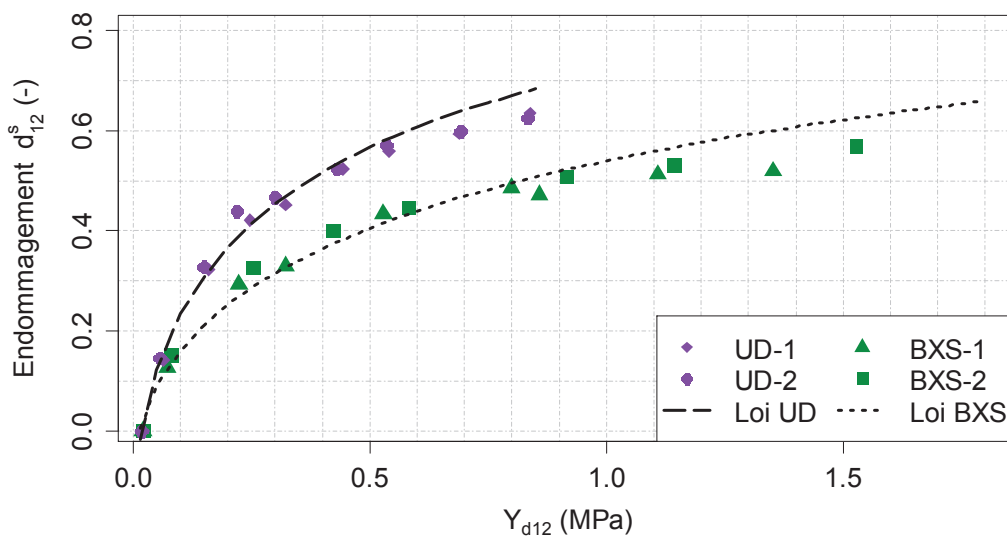


Figure III-9 : Identification des paramètres de la loi d'évolution de la perte de raideur en cisaillement sous un chargement de traction quasi-statique à 20°C, pour les deux types de renfort utilisés

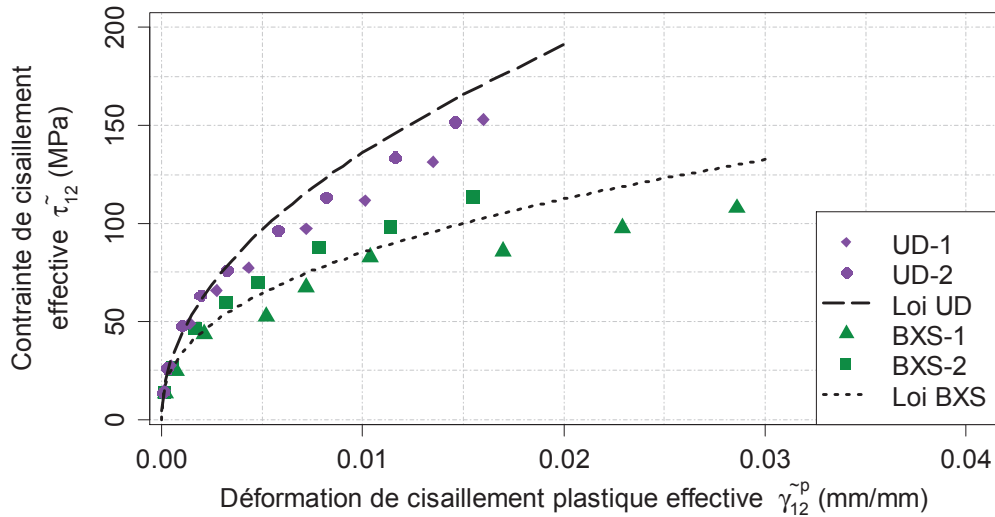


Figure III-10 : Identification des paramètres de la loi d'évolution de l'écroutissage en cisaillement sous chargement de traction quasi-statique à 20°C, pour les deux types de renforts utilisés

Paramètres à T= 20°C	UD $[(\pm 45)_2]_s$		BXS $[(\pm 45)_2]_s$	
	Moyenne	Ecart-type	Moyenne	Ecart-type
c (-)	1	-	1	-
b (MPa ⁻ⁿ)	1,46	0,04	0,88	0,00
n (-)	0,5	-	0,5	-
Y_0 (-)	0,20	0,01	0,11	0,00
R_0 (MPa)	0	0	0	0
γ (-)	0,49	0,03	0,40	0,02
K (MPa)	1310	389	543	134

Tableau III-1 : Paramètres de la loi d'évolution de l'endommagement matriciel dans le cas d'un chargement engendrant principalement du cisaillement, en traction quasi-statique à 20°C, pour les deux types de renforts utilisés

b- Evolution de l'endommagement matriciel pour un chargement couplé cisaillement-transverse

Pour rappel, l'expression « couplé cisaillement-transverse » qualifie un chargement engendrant à la fois des contraintes de cisaillement et des contraintes transverses à l'échelle du pli dans le stratifié testé.

La détermination de la loi d'évolution de l'endommagement couplé cisaillement-transverse peut se faire via des essais de traction quasi-statique sur une stratification de type $[(\pm 60)_n]_s$ ou $[(\pm 67.5)_n]_s$. Par contre, l'obtention du comportement du pli unidirectionnel à partir des résultats de ces essais est plus compliquée que dans le cas d'un chargement engendrant principalement du cisaillement. L'éprouvette étant testée en traction uniaxiale dans le sens longitudinal, les contraintes transverses et de cisaillement à l'échelle du stratifié sont nulles. Par contre, les contraintes de

cisaillement à l'échelle du pli $(\tau_{xy})_{k,\theta}$ ne sont pas nulles. Les valeurs de ces contraintes n'étant pas connues, il n'est pas possible de calculer directement les contraintes à l'échelle du pli dans le repère du pli à partir de l'Equation (III.36), contrairement au cas où $\theta = \pm 45^\circ$. Il faut alors utiliser la relation exprimant les contraintes en fonction des déformations du pli à l'échelle du pli par le biais de la matrice de rigidité $[K]$ présentée ci-dessous, dans laquelle tous les paramètres ont déjà été identifiés grâce à des essais sur des éprouvettes de type $[0]_n$, $[90]_n$, et $[\pm 45]_{ns}$ sauf deux : les variables d'endommagement d_2^S et d_{12}^S .

$$\begin{Bmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \tau_{12} \end{Bmatrix} = \begin{bmatrix} \frac{E_1^0}{1 - \nu_{12}^0 \nu_{21}^0 (1 - d_2^S)} & \frac{\nu_{12}^0 \nu_{21}^0 (1 - d_2^S)}{1 - \nu_{12}^0 \nu_{21}^0 (1 - d_2^S)} & 0 \\ \frac{\nu_{12}^0 E_2^0 (1 - d_2^S)}{1 - \nu_{12}^0 \nu_{21}^0 (1 - d_2^S)} & \frac{E_2^0 (1 - d_2^S)}{1 - \nu_{12}^0 \nu_{21}^0 (1 - d_2^S)} & 0 \\ 0 & 0 & G_{12}^0 (1 - d_{12}^S) \end{bmatrix} \begin{Bmatrix} \varepsilon_{11} \\ \varepsilon_{22} \\ \gamma_{12} \end{Bmatrix} = [K] \begin{Bmatrix} \varepsilon_{11} \\ \varepsilon_{22} \\ \gamma_{12} \end{Bmatrix} \quad (\text{III.41})$$

Ces dernières sont déterminées en exprimant les composantes de la matrice de raideur de membrane du stratifié $[A]$ (qui relie les contraintes aux déformations du stratifié dans le repère du stratifié), en fonction de l'épaisseur de chaque pli $n^\circ k$, notée e_k , de l'angle de rotation entre le repère du stratifié et de le repère du pli θ , et des composantes de la matrice de rigidité $[K]$ reliant les contraintes aux déformations du pli dans le repère du pli :

$$[A] = \sum_{k=1}^{n^{\text{ième pli}}} [K]_{k,\theta} e_k = \sum_{k=1}^{n^{\text{ième pli}}} [Q]_{k,\theta}^{-1} [K] [P]_{k,\theta} e_k \quad (\text{III.42})$$

Puis en résolvant le système de deux équations ainsi obtenu (détails de la résolution en ANNEXE C) :

$$\begin{cases} f_1(1 - d_2^S, 1 - d_{12}^S) = 0 \\ f_2(1 - d_2^S, 1 - d_{12}^S) = 0 \end{cases} \quad (\text{III.43})$$

Il est important de noter que ce système de deux équations ne peut être résolu analytiquement que dans le cas d'une stratification où les variables d'endommagement d_2^S et d_{12}^S ont la même évolution dans tous les plis du stratifié, comme cela est le cas dans le cas de stratifications $[(\pm\theta)_n]_s$ ($d_2^S = d_2^{S,\theta} = d_2^{S,-\theta}$ et $d_{12}^S = d_{12}^{S,\theta} = d_{12}^{S,-\theta}$). Dans le cas de la stratification BXS $[(+67.5/-22.5)/(-67.5/+22.5)]_s$, par exemple, le système (III.43) devient un système de deux équations à quatre inconnues : $d_2^{S,\pm 67.5}$, $d_{12}^{S,\pm 67.5}$, $d_2^{S,\pm 22.5}$, $d_{12}^{S,\pm 22.5}$. En conséquence, pour ce type de stratification, les paramètres de la loi de comportement en couplage cisaillement-transverse doivent être identifiés numériquement.

D'après les relations (III.11) et (III.12), l'évolution du comportement en couplage cisaillement-transverse est définie par les relations suivantes :

$$d_{12}^S(t) = c. \langle 1 - e^{-(a.(Y_{d2}(t))^m + b.(Y_{d12}(t))^n - Y_0)} \rangle_+ \quad (III.44)$$

$$\sqrt{\tilde{\tau}_{12}^2 + \alpha^2 \tilde{\sigma}_{22}^2} = K. \tilde{p}^\gamma + R_0 \quad (III.45)$$

Pour déterminer les paramètres de ces relations, les essais de traction quasi-statique sont effectués avec des cycles de charge-décharge. En effet, ce type d'essai permet d'identifier pour chacun des cycles, les variables d'endommagement d_{12}^S et d_2^S et les déformations résiduelles $\tilde{\gamma}_{12}^p$ et $\tilde{\varepsilon}_{22}^p$ associées à la charge maximale atteinte, qui peut s'exprimer à travers Y_{d12} et Y_{d2} ou $\tilde{\tau}_{12}$ et $\tilde{\sigma}_{22}$.

Les essais ont été effectués sur quatre éprouvettes UD $[(+60/-60)_2]_s$ à une vitesse de chargement de 0,5mm/min. Les décharges ont été effectuées à 0.25%, 0.5%, 1%, 1.5%, 2%, 3% et 4% de déformation longitudinale. Le mode de rupture des éprouvettes se caractérise par une rupture transverse des plis à $\pm 60^\circ$. Les courbes contrainte-déformation sont présentées en Figure III-11.

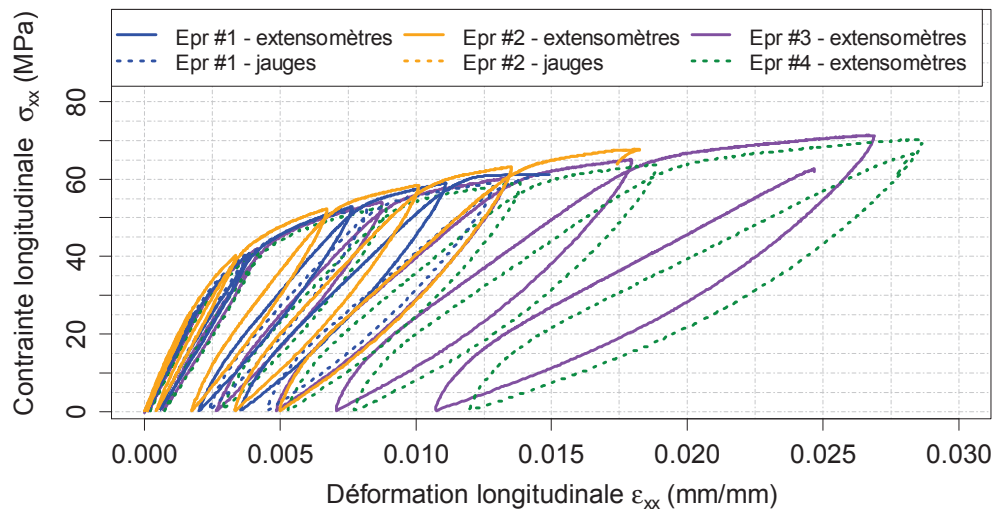


Figure III-11 : Comportement en traction quasi-statique avec cycles de charge-décharge d'éprouvettes UD $[(+60/-60)_2]_s$ à 20°C

Avec les paramètres d'entrée définis dans la partie précédente, les valeurs de l'endommagement en cisaillement d_{12}^S se situent dans l'intervalle $[-0,6 ; 0,3]$ (Figure III-12), alors qu'elles devraient se situer dans l'intervalle $[0 ; 1]$. Ce décalage peut provenir des incertitudes sur les paramètres d'entrée. Une étude de sensibilité (cf. ANNEXE D) a montré que les paramètres d'entrée influençant significativement sur la variable d_{12}^S sont le module de cisaillement de la matrice G_m^0 et l'angle θ . De même, seul l'angle θ influence significativement les valeurs de la variable d_2^S . L'incertitude sur l'angle θ a été considérée égale à $\pm 3^\circ$, du fait des constats fait au Chapitre II sur la désorientation de certains plis. Celle sur le module de cisaillement de la matrice G_m^0 a été déterminée à partir des valeurs extrêmes des modules de cisaillement initiaux obtenus via les essais de traction quasi-statique

effectués sur des éprouvettes UD et BXS $[(\pm 45)_2]_s$ et des niveaux d'incertitude sur ces derniers, ce qui amène à : $G_m^0 = 2,0 \pm 0,6 \text{ GPa}$. En prenant en compte les incertitudes sur θ et G_m^0 , de nombreux jeux de paramètres sont possibles pour permettre d'obtenir une valeur initiale de d_{12}^s proche de 0. Le critère de sélection a alors été basé sur le fait de garder les deux paramètres aussi proche l'un que l'autre de leur moyenne. Ainsi, G_m^0 a été pris égal à 2,5GPa et l'angle θ à 62,5°. Les nouvelles valeurs obtenues pour d_{12}^s et d_2^s sont présentées en Figure III-13.

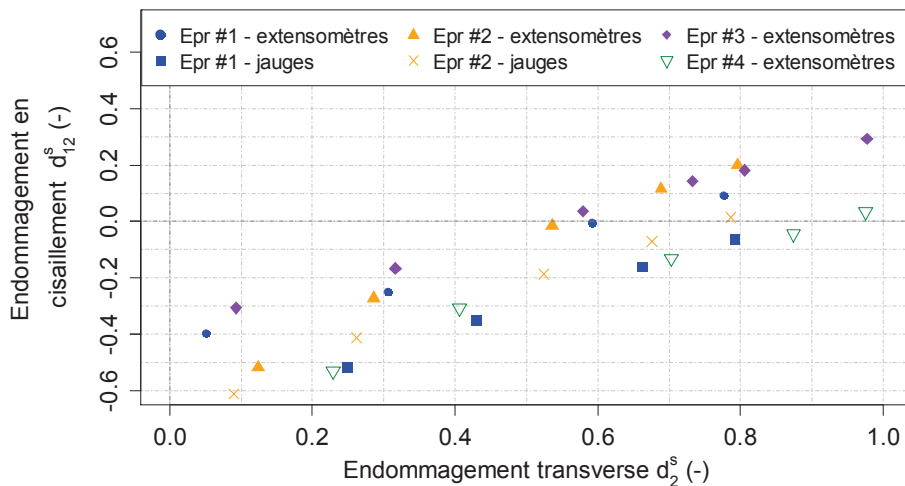


Figure III-12 : Evolution de l'endommagement en cisaillement d_{12}^s en fonction de l'endommagement transverse d_2^s dans le cas d'éprouvettes UD $[(+60/-60)_2]_s$, en utilisant les paramètres d'entrée déterminés dans la partie III.3.1

Il est possible de voir que pour certaines éprouvettes, la valeur de d_{12}^s reste négative sur les premiers cycles de charge-décharge. De même, l'hypothèse sur le paramètre c , qui lie d_{12}^s à d_2^s (Equation (III.6)), ne semble pas se vérifier puisque sur la Figure III-13, la valeur du paramètre c est plus proche de 0,6 que de 1. Cependant, les incertitudes de calcul sur les variables d_{12}^s et d_2^s , tracées sur la Figure III-14, sont telles qu'il serait hasardeux de chercher à être précis sur la valeur de c . Les paramètres de la loi d'évolution ont donc été identifiés par minimisation des moindres carrés pour chaque éprouvette sans modification supplémentaire des valeurs de c , G_m^0 et θ , et une moyenne des valeurs obtenues a ensuite effectuée. Les données expérimentales et la loi identifiée correspondante sont comparées en Figure III-15 et les valeurs des paramètres identifiés sont données dans le Tableau III-2.

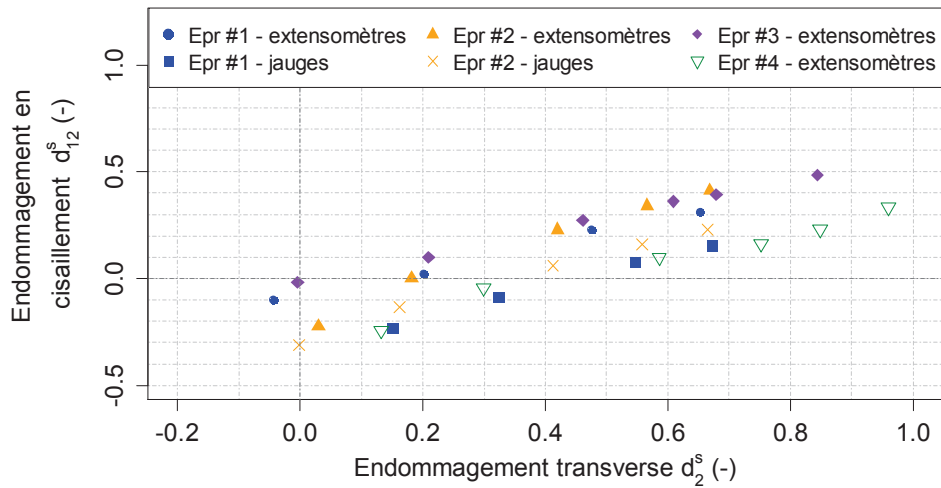


Figure III-13 : Evolution de l'endommagement en cisaillement d_{12}^s en fonction de l'endommagement transverse d_2^s dans le cas d'éprouvettes UD $[(+60/-60)_2]_s$ en prenant $G_m^0 = 2,5GPa$ et $\theta = 62.5^\circ$

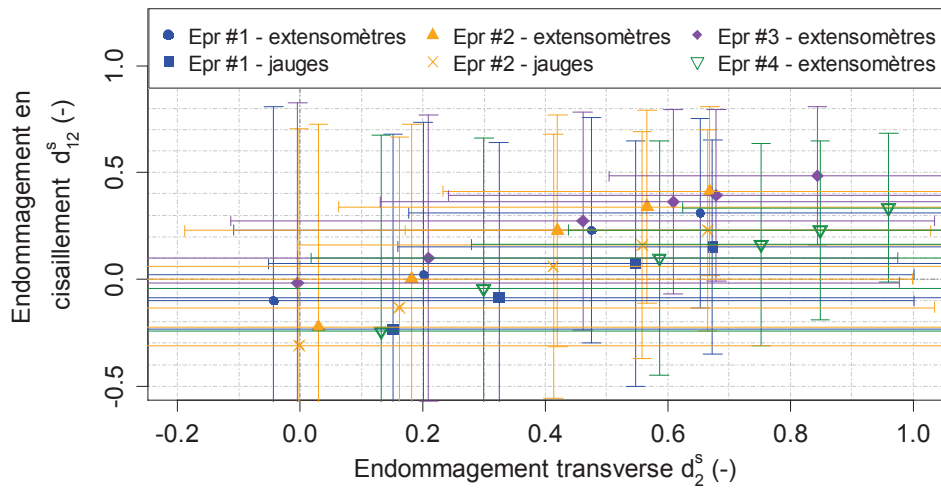
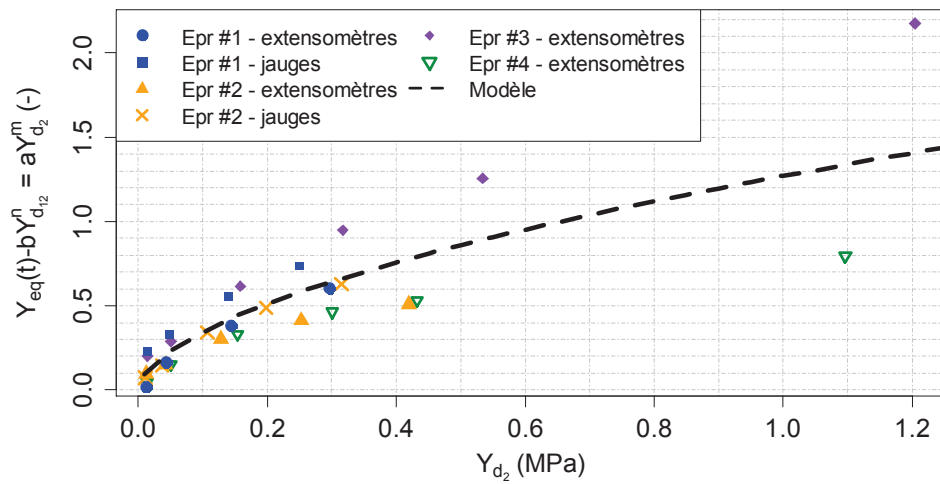
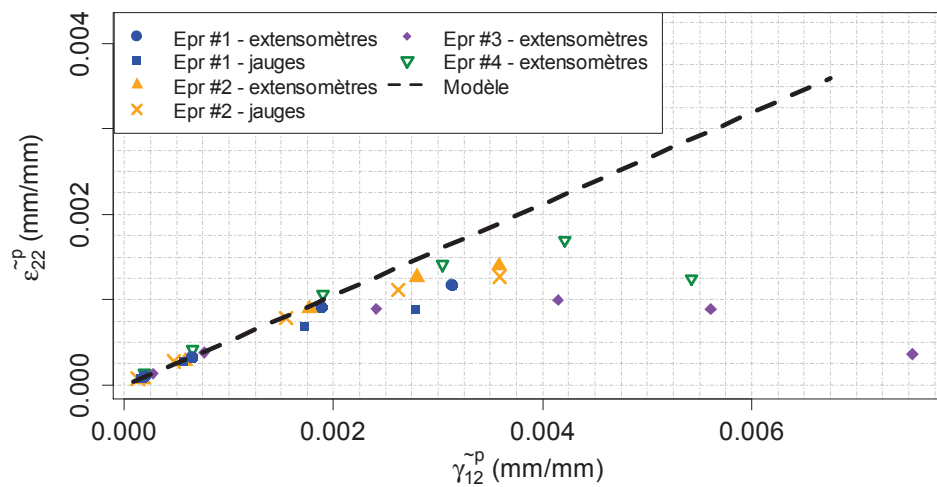


Figure III-14 : Evolution de l'endommagement en cisaillement d_{12}^s en fonction de l'endommagement transverse d_2^s dans le cas d'éprouvettes UD $[(+60/-60)_2]_s$ en prenant $G_m^0 = 2,5GPa$ et $\theta = 62.5^\circ$, avec les intervalles des incertitudes représentés



(a)



(b)

Figure III-15 : Identification sous chargement quasi-statique des paramètres de couplage cisaillement-transverse de la loi d'évolution (a) de la perte de raideur et (b) de la déformation résiduelle

Paramètres	UD [(+60/-60) ₂] _s	
	Moyenne	Ecart-type
a (MPa ^{-m})	1,27	0,44
m (-)	0,57	0,11
α (-)	0,53	0,03

Tableau III-2 : Paramètres de la loi d'évolution de l'endommagement dans le cas d'un chargement couplé cisaillement-transverse, en traction quasi-statique, à 20°C, pour le renfort UD

III.3.3. Couplage endommagement matriciel – résistance dans le sens des fibres

a- Procédure d'identification des paramètres de la loi de couplage

Rappelons que la loi proposée pour relier la résistance dans le sens des fibres à l'endommagement matriciel est définie par l'Equation (III.14). Les paramètres de cette loi peuvent être déterminés à partir d'essais de traction quasi-statique menés jusqu'à rupture sur des éprouvettes $[(0/90)_2]_s$, découpées dans des plaques $[(\pm 45)_2]_s$ préalablement sollicitées en fatigue sous un chargement de traction-traction de manière à engendrer un endommagement matriciel diffus par cisaillement (Caous, 2017) ou non; ou à partir d'essais de fatigue sur tubes sous un chargement de traction-torsion (Hochard et al., 2014). La fabrication de tubes par infusion sous vide étant délicate, cette seconde méthode est difficile à mettre en œuvre. La première méthode, quant à elle, nécessite une grande précision sur la direction d'extraction des éprouvettes $[(0/90)_2]_s$ afin de ne pas réaliser des essais sur des éprouvettes $[(\theta/\theta+90)_2]_s$. En effet, la détermination de la résistance mécanique est directement impactée par un désalignement des fibres à 0° par rapport à la direction de chargement (Gay, 1997).

La première méthode mentionnée ci-dessus étant la plus simple à mettre en œuvre, c'est cette dernière qui a été envisagée. La contrainte à rupture des plis à 0° dans le sens des fibres est obtenue à partir de celle des éprouvettes $[(0/90)_2]_s$ en prenant en compte le fait que, lorsque ces dernières rompent, les plis à 90° ne reprennent plus de contraintes et donc que tout le flux d'effort passe par les plis à 0° . En effet, lorsque les éprouvettes atteignent une charge qui provoque la rupture, la densité de fissures dans les plis à 90° est suffisamment élevée pour empêcher ces derniers de transmettre un effort axial, et ce quel que soit le niveau d'endommagement matriciel au début de l'essai de traction. Ainsi, la contrainte à rupture σ_{11}^{ult} des plis à 0° est considérée comme valant le double de la contrainte à rupture σ_{xx}^{ult} des éprouvettes $[(0/90)_2]_s$ (Caous, 2017).

De plus, la force thermodynamique liée à l'endommagement dans la direction des fibres $Y_{d_1}^{ult}(d_2)$ est calculée en considérant que l'endommagement dans la direction des fibres lors des essais de fatigue sur les plaques $[(\pm 45)_2]_s$ est négligeable et que celui lors des essais de traction quasi-statique est nul jusqu'à rupture des éprouvettes $[(0/90)_2]_s$. Ainsi, la variable d'endommagement dans la direction des fibres d_1 est prise égale à 0. L'équation de Y_{d_1} dans le système d'équations (III.5) donne alors :

$$Y_{d_1}^{ult}(d_2) = \frac{\sigma_{11}^{ult}(d_2)^2}{2E_1^0} \quad (\text{III.46})$$

Le paramètre Y_A correspond à la valeur de $Y_{d_1}^{ult}$ lorsque l'endommagement transverse d_2 vaut 0. Sa valeur peut donc être déterminée à partir de la contrainte à rupture obtenue pour des éprouvettes non préalablement sollicitées en fatigue avant le chargement à rupture en traction quasi-statique.

Le paramètre Y_B est obtenu à partir d'un essai de traction quasi-statique effectué sur une éprouvette $[(0/90)_2]_s$, à une température proche de la température de transition vitreuse du composite, c'est-à-dire, dans ce cas, entre 80 et 110°C. En effet, dans cet intervalle de température, la contribution de la matrice à la tenue mécanique des éprouvettes devrait être très fortement réduite, impliquant l'existence d'une limite basse de la résistance des fibres alignées dans la direction de chargement, comme montré par (Caous, 2017).

Les paramètres d_m et d_λ sont considérés, quant à eux, comme indépendants du taux volumique de fibres des éprouvettes. En conséquence, ils sont pris égaux aux valeurs identifiées par (Caous, 2017) pour 4 types de renforts de fibres de verre différents, aucun essai expérimental n'ayant été réalisé sur des éprouvettes découpées dans des plaques préalablement sollicitées en fatigue.

b- Correction des valeurs des paramètres par rapport au taux volumique de fibres des éprouvettes

Comme cela a déjà été indiqué, la résistance des plis dans la direction des fibres est fortement liée au taux volumique de fibres. Or, les éprouvettes testées ici ne proviennent pas toutes de la même plaque de composite et donc leur taux volumique de fibres peut varier. Il est donc nécessaire de corriger les valeurs obtenues pour les paramètres Y_A et Y_B , de façon à pouvoir obtenir leur valeur moyenne sur l'ensemble des éprouvettes à un taux volumique de fibres donné. La loi des mélanges permet d'exprimer la contrainte à rupture dans la direction des fibres d'un pli unidirectionnel σ_1^{ult} en fonction de la contrainte à rupture des fibres σ_f^{ult} , du module d'élasticité des fibres E_f^0 , du module d'élasticité de la matrice E_m^0 et du taux volumique de fibres V_f (Gay, 1997) :

$$\sigma_1^{ult} = \sigma_f^{ult} \left(V_f + \frac{E_m^0}{E_f^0} (1 - V_f) \right) \quad (III.47)$$

En considérant $E_m^0 \ll E_f^0$, on obtient alors la relation approchée définie par l'équation ci-dessous :

$$\sigma_1^{ult} = \sigma_f^{ult} V_f \quad (III.48)$$

L'Equation (III.46) peut alors se réécrire :

$$Y_{d_1}^{ult}(d_2) = V_f \frac{\sigma_f^{ult}(d_2)^2}{2E_f^0} \quad (III.49)$$

La correction des paramètres Y_A et Y_B revient alors à identifier les paramètres Y_{Af} et Y_{Bf} tels que :

$$\begin{cases} Y_A = V_f Y_{Af} \\ Y_B = V_f Y_{Bf} \end{cases} \quad (\text{III.50})$$

c- Synthèse

Les paramètres ont été identifiés dans le cas du renfort BXS1000. L'identification du paramètre Y_{Af} a été effectuée par régression des moindres carrés (Figure III-16). Pour le paramètre Y_{Bf} , un essai a été effectué à 80°C, pour lequel une contrainte maximale de 772 ± 27 MPa a été obtenue. Cette dernière est 30% inférieure à la contrainte à rupture établie à 20°C, à savoir 1087 ± 22 MPa à 20°C, ce qui correspond aux ordres de grandeur obtenus par (Caous, 2017) pour un des renforts qu'il a étudié. Il est toutefois important de noter que l'éprouvette n'a pas rompu, du fait de la rupture des joints de colle entre les talons et l'éprouvette. Ainsi, il est possible que la valeur de la contrainte à rupture du composite dans la direction des fibres à 80°C soit sous-estimée. Des essais supplémentaires sont donc nécessaires pour confirmer ou non cela. Les valeurs des quatre paramètres de la loi de couplage sont résumées dans le Tableau III-3 et l'évolution de la loi de couplage entre l'endommagement matriciel et la résistance dans la direction des fibres correspondante est tracée en Figure III-17, en supposant que la valeur de Y_{Bf} est bien égale au seuil minimum identifié à 80°C.

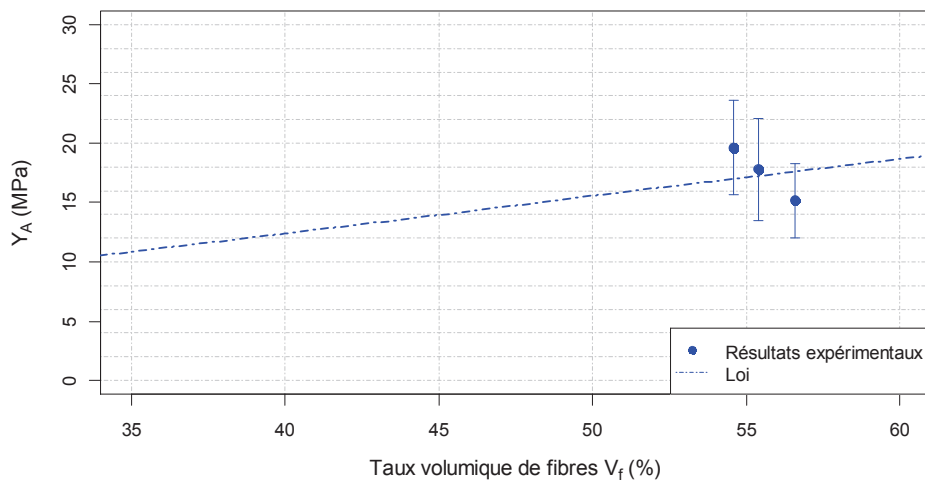


Figure III-16 : Identification du paramètre Y_{Af} dans le cas du renfort BXS1000

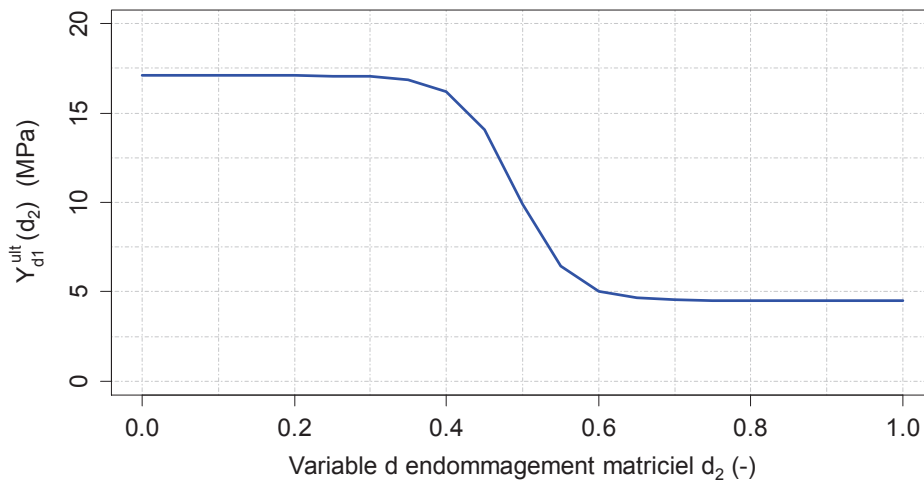


Figure III-17 : Evolution de la loi de couplage entre l'endommagement matriciel et la résistance dans la direction des fibres, dans le cas du renfort BXS1000

Paramètre	Valeur	Ecart-type
Y_{Af} (MPa)	31,1	6,5
Seuil minimum de Y_{Bf} (MPa)	13,2	1,3
d_m (-)	0,49	-
d_λ (-)	0,035	-

Tableau III-3 : Paramètres de la loi de couplage entre l'endommagement matriciel et la résistance dans le sens des fibres dans le cas du renfort BXS1000

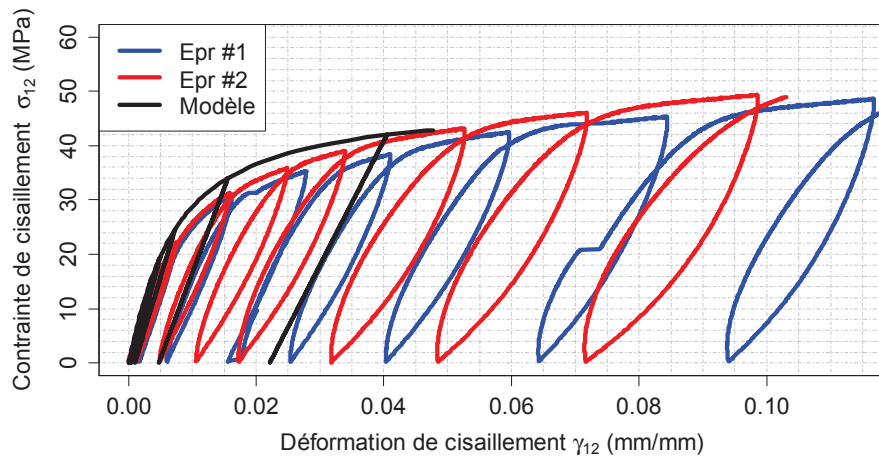
III.3.4. Comparaison modèle-essais expérimentaux

Le modèle ayant déjà été implémenté chez TENSYL dans le cadre de la thèse CIFRE de D. Caous avec le laboratoire I2M (Caous, 2017), les prévisions obtenues avec les paramètres identifiés dans les deux précédentes sections ont été fournies par TENSYL. Elles sont comparées avec les résultats expérimentaux obtenus sur les stratifications UD $[(+45/-45)_2]_s$, UD $[(+60/-60)_2]_s$, UD $[0]_4$ et UD $[90]_4$ mais aussi pour une stratification n'ayant pas servi à l'identification, à savoir la stratification UD $[0/90_3/0]$. Dans le cas du renfort BXS, la comparaison n'est faite que pour la stratification BXS $[(\pm 45)_2]_s$, les paramètres de la loi d'endommagement matriciel en couplage cisaillement-transverse n'ayant pas été identifiés.

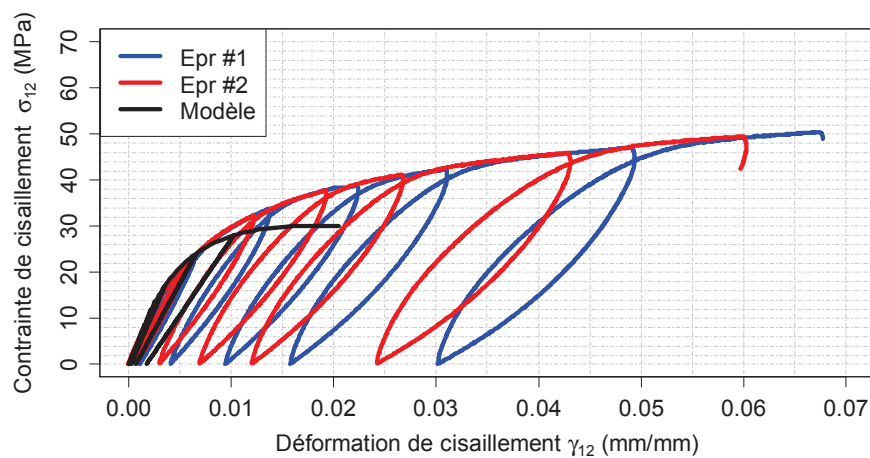
- Stratification UD $[(+45/-45)_2]_s$ et BXS $[(\pm 45)_2]_s$

Les courbes contrainte-déformation de cisaillement prévues par le modèle en traction quasi-statique pour les stratifications BXS $[(\pm 45)_2]_s$ et UD $[(+45/-45)_2]_s$ sont comparées avec les courbes expérimentales respectivement en Figure III-18(a) et Figure III-18(b). Le modèle donne une prévision

très satisfaisante du comportement mécanique du stratifié BXS $[(\pm 45)_2]_s$, jusqu'à une déformation de cisaillement d'environ 4.8% où la rupture du stratifié est détectée. Cela correspond à l'objectif fixé lors du choix de la valeur du paramètre n (cf. section III.3.2.a-). Par contre, le modèle prévoit la rupture du stratifié UD $[(+45/-45)_2]_s$ à une déformation de cisaillement d'environ 1.8% seulement. Enfin, une bonne corrélation est obtenue entre les déformations résiduelles en cisaillement prévues par le modèle et celles obtenues expérimentalement.



(a)



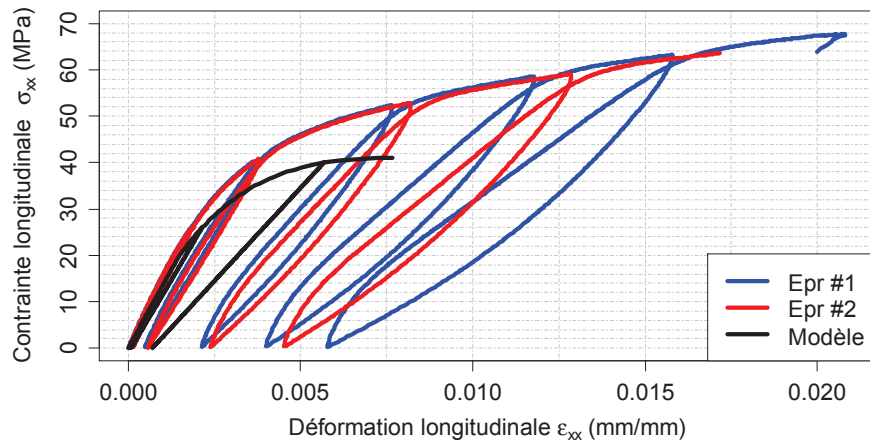
(b)

Figure III-18 : Comparaison entre les courbes contrainte-déformation de cisaillement obtenues avec le modèle et les courbes obtenues expérimentalement pour (a) deux éprouvettes BXS $[(\pm 45)_2]_s$ à un taux volumique de fibres de 50.5% et (b) deux éprouvettes UD $[(+45/-45)_2]_s$, à un taux volumique de fibres de 56.2%

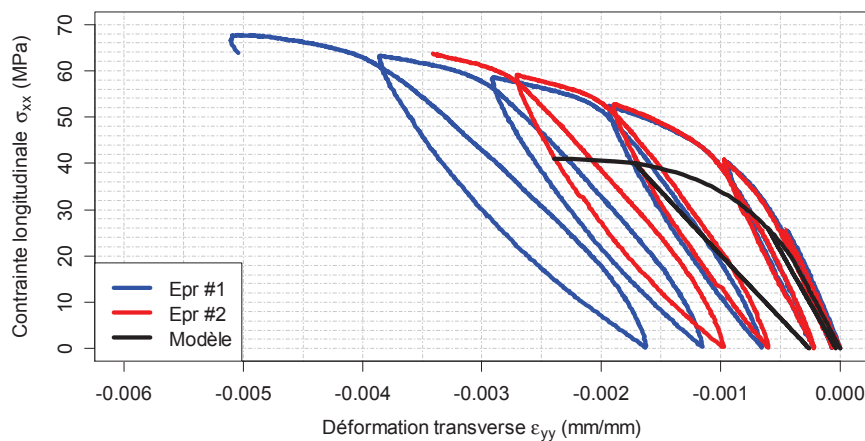
- Stratification UD $[(+60/-60)_2]_s$

Les courbes contrainte longitudinale vs déformation longitudinale et contrainte longitudinale vs déformation transversale prévues par le modèle sont comparées avec les courbes expérimentales de deux éprouvettes UD $[(+60 /-60)_2]_s$ en Figure III-19. Le modèle prévoit la rupture du stratifié à une

déformation longitudinale d'environ 0.75%, c'est-à-dire à une déformation environ 65% inférieure à elle obtenue expérimentalement. De plus, le modèle surestime le niveau de déformation élastique atteint à un niveau de contrainte longitudinale donné, puisque la déformation résiduelle est estimée de manière satisfaisante sur les deux premiers cycles de charge-décharge.



(a)



(b)

Figure III-19 : Comparaison entre (a) la courbe contrainte longitudinale – déformation longitudinale (b) la courbe contrainte longitudinale -déformation transversale obtenues avec le modèle et les courbes obtenues expérimentalement pour deux éprouvettes UD $[(+60/-60)_2]_s$, à un taux volumique de fibres de 58.1%

- Stratification UD $[0]_4$ et UD $[0/90_3/0]$

La courbe contrainte-déformation longitudinale prévue par le modèle pour le stratifié UD $[0]_4$ est comparée avec deux courbes expérimentales en Figure III-20. Une bonne corrélation est obtenue entre la prévision du modèle et les données expérimentales, avec seulement un léger écart observé à partir d'une déformation de 1.6%. Ce résultat semble indiquer qu'un léger endommagement dans la direction des fibres se produit dans les éprouvettes avant la rupture de ces dernières. L'écart entre la

contrainte à rupture prévue par le modèle et celle des éprouvettes est, quant à lui, directement lié au fait que l'identification du paramètre Y_A du modèle est réalisée à partir de la contrainte à rupture des plis à 0° dans des éprouvettes BXS $[(0/90)_2]_s$, soumises à un chargement de traction quasi-statique. Ce choix a été effectué du fait de la rupture quasi-systématique des éprouvettes UD $[0]_4$ dans les talons, qui peut engendrer une sous-estimation de la contrainte à rupture dans la direction des fibres du stratifié. Pour plus de précisions sur ce point, se référer au Chapitre IV, section IV.3.1.

La courbe contrainte-déformation longitudinale prévue par le modèle pour le stratifié UD $[0/90_3/0]$ est comparée avec une courbe expérimentale en Figure III-21. Une bonne corrélation entre le modèle et les données expérimentales est obtenue jusqu'à une déformation de 1.8%. L'essai de traction quasi-statique ayant été arrêté à cette déformation, il n'est pas possible de continuer la comparaison au-delà de ce seuil.

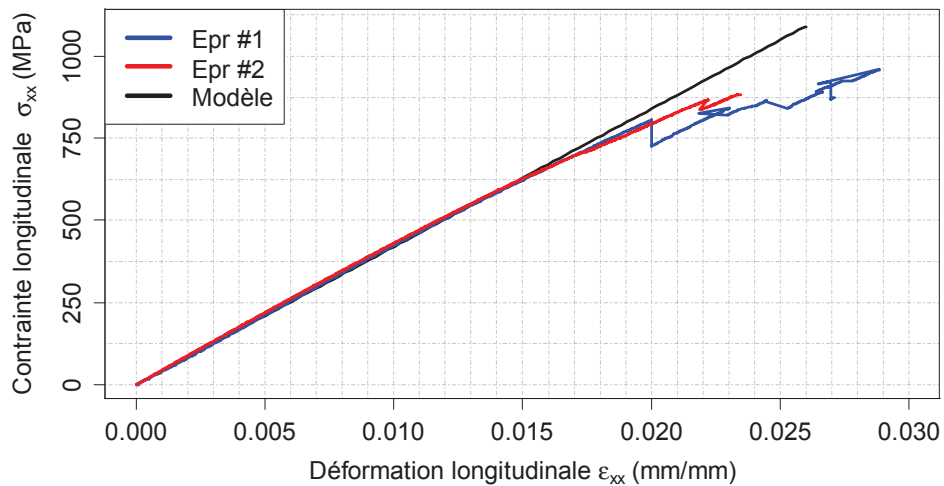


Figure III-20 : Comparaison entre la courbe contrainte-déformation longitudinale obtenue avec le modèle et les courbes obtenues expérimentalement pour deux éprouvette UD $[0]_4$, à un taux volumique de fibres de 56.7%

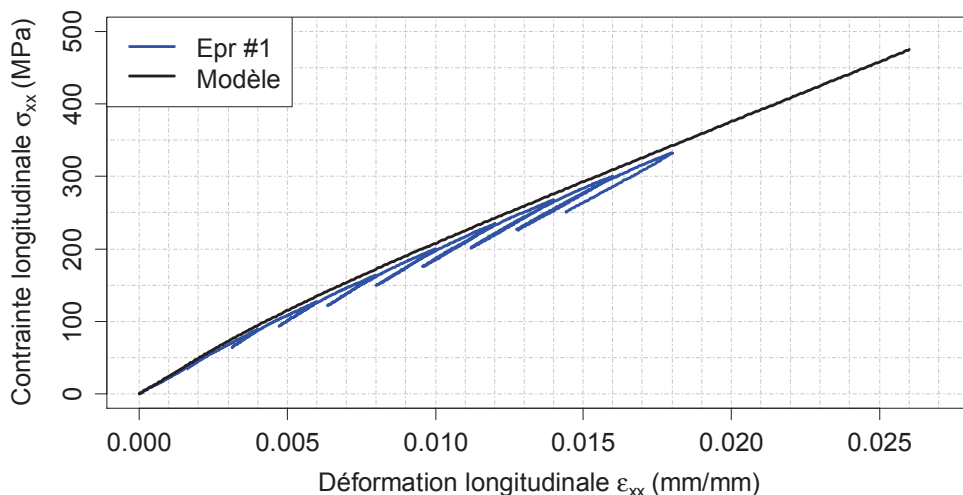


Figure III-21 : Comparaison entre la courbe contrainte-déformation longitudinale obtenue avec le modèle et une courbe obtenue expérimentalement pour une éprouvette UD $[0/90_3/0]$, à un taux volumique de fibres de 57.3%

- Stratification UD [90]₄

La courbe contrainte-déformation longitudinale prévue par le modèle est comparée avec deux courbes expérimentales en Figure III-22. Le modèle donne une bonne estimation de la courbe contrainte-déformation jusqu'à une déformation d'environ 0.2%. Au-delà de ce seuil, la contrainte longitudinale est de plus en plus surestimée. Ainsi, au moment de la rupture des éprouvettes, la contrainte longitudinale est surestimée d'environ 36% par rapport aux données expérimentales. De même, la déformation à rupture des éprouvettes est surestimée d'environ 34%.

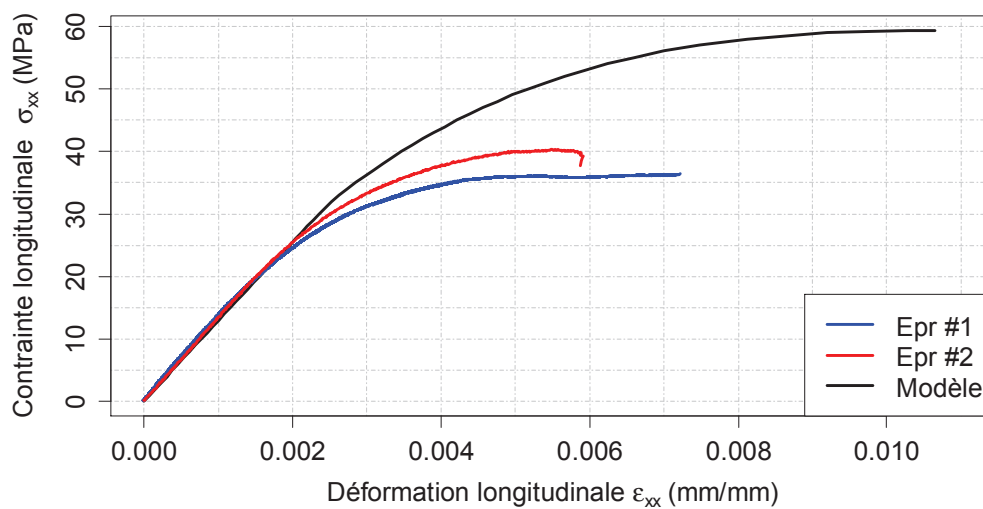


Figure III-22 : Comparaison entre la courbe contrainte-déformation longitudinale obtenue avec le modèle et les courbes obtenues expérimentalement pour deux éprouvette UD [90]₄, à un taux volumique de fibres de 57.7%

- Synthèse de la comparaison modèle-essais expérimentaux

Pour le renfort BXS, une corrélation satisfaisante est obtenue entre la prévision du modèle et les données expérimentales dans le cas d'un chargement de traction quasi-statique engendrant principalement du cisaillement. Toutefois, l'aptitude du modèle à prévoir de manière satisfaisante le comportement mécanique d'un stratifié à renforts BXS quelle que soit l'orientation des plis reste à confirmer, une fois tous les paramètres de la loi d'évolution de l'endommagement matriciel identifiés. La comparaison modèle-essai en traction quasi-statique pour le renfort UD montre une bonne prévision du comportement mécanique du composite lors d'un chargement dans la direction des fibres. Par contre, le modèle surestime d'environ 35% la contrainte et la déformation à rupture du pli dans la direction transverse aux fibres. Pour un chargement engendrant principalement du cisaillement ou couplé cisaillement-transverse, le modèle prévoit une rupture prématurée des éprouvettes et sous-estime la contrainte en cisaillement atteinte à un niveau de déformation de cisaillement donné.

Ces résultats semblent indiquer que l'identification des paramètres de la loi d'endommagement matriciel du renfort UD est à retravailler afin de pouvoir mieux prévoir le comportement mécanique en traction quasi-statique du composite stratifié étudié. Cela peut se faire en jouant sur plusieurs facteurs tels que, par exemple, ne plus considérer l'endommagement transverse comme négligeable lors de l'identification des paramètres de la loi d'endommagement en cisaillement sur une stratification de type $[(+45/-45)_n]_s$; prendre une valeur de c plus proche de celle observée expérimentalement, à savoir 0,6 au lieu de 1; reprendre les équations obtenues à partir des règles d'écoulement (Equations (III.24)) de façon à ce que la loi puisse mieux décrire l'évolution des déformations résiduelles transverses et de cisaillement (cf. Figure III-15). Toutefois, il est important de noter que les nombreuses sources d'incertitudes rencontrées lors de l'identification des paramètres de la loi d'endommagement matriciel compliquent cette tâche. Il a par exemple été montré que la détermination des variables d'endommagement d_2 et d_{12} est très sensible à l'angle θ entre la direction des fibres du stratifié et la direction du chargement, puisque sensible à $\pm 3^\circ$ près, comme montré en ANNEXE D. Or, comme montré au Chapitre II – section II.2.5, des désorientations de plis de cet ordre de grandeur par rapport à la stratification théoriquement fabriquée pouvaient être observées. Le fait que des valeurs négatives d'endommagement soient obtenues pour de faibles niveaux de déformation élastique semble donc indiquer qu'il faille être plus précis sur la valeur de l'angle θ utilisée pour l'identification, en évaluant ce dernier séparément pour chaque pli du stratifié par exemple. Il est aussi possible qu'il soit nécessaire de retravailler l'identification de la valeur du module d'élasticité initial en cisaillement de la matrice G_m^0 , qui est le deuxième paramètre influençant le plus sur les valeurs obtenues pour d_2^s et d_{12}^s (cf. ANNEXE D).

Toutefois, il est important de noter que les prévisions données par le modèle sur le comportement mécanique du stratifié sont suffisantes pour pouvoir procéder à l'identification des paramètres du modèle en fatigue pour le renfort UD. Par contre, pour le renfort BXS, cette dernière ne pourra être faite que dans le cas d'un chargement engendrant principalement du cisaillement.

III.4. Identification des paramètres du modèle dans le cas d'un chargement en fatigue à 20°C

Comme mentionné au Chapitre II, à $R = 0.1$, les déformations longitudinale et transversale ont été mesurées par extensométrie. Par contre, à $R = -1$, la présence du système anti-flambement (Figure II-30) n'a pas permis de mesurer ces dernières. En conséquence, la déformation longitudinale a été approximée à partir du déplacement du vérin. La déformation transversale n'est quant à elle pas connue.

III.4.1. Evolution de l'endommagement dans la direction des fibres

a- Description des essais

Le comportement en fatigue dans la direction des fibres a été identifié à l'aide d'essais sur la stratification UD [0]₄. Les éprouvettes testées sont de type échancré (cf. Figure II-25). Ces essais permettent de déterminer la durée de vie et la perte de raideur des éprouvettes, aux deux rapports de charge choisis : $R = 0.1$ (traction-traction) et $R = -1$ (traction-compression). Ces rapports de charge permettent d'évaluer l'influence de l'amplitude du chargement (et donc de la contrainte moyenne) sur la tenue en fatigue. A $R = 0.1$, les essais ont été réalisés à une fréquence de 5Hz, sauf pour les essais aux plus longues durées de vie où la fréquence a été augmentée à 10Hz. A $R = -1$, les essais ont été réalisés à une fréquence de 5Hz, sauf pour ceux où l'effort maximal appliqué dépassait 12000N pour lesquels la fréquence a été réduite à 3Hz.

Les résultats des essais de fatigue sont présentés en Figure III-23. Les éprouvettes ont principalement rompues par déchaussement des fibres des talons, comme en traction quasi-statique. L'évolution de le variable d'endommagement d_1^f est tracée en fonction du nombre de cycles de fatigue en Figure III-24 pour les deux rapports de charge à différentes contraintes maximales, mais pour une partie des éprouvettes seulement afin d'assurer un confort visuel. Lorsque l'éprouvette rompt, d_1^f vaut 1.

Les résultats montrent que le niveau de chargement n'influe pas significativement l'évolution du niveau d'endommagement au cours des essais que ce soit à $R = 0.1$ ou à $R = -1$, et confirment l'augmentation brutale du niveau d'endommagement au cours des derniers cycles précédant la rupture totale des éprouvettes.

Par contre, ils montrent une influence du rapport de charge sur l'évolution de l'endommagement. En effet, à $R = -1$, le niveau d'endommagement augmente rapidement à environ 0.05 au début des essais, puis augmente progressivement jusqu'à 95% de la durée de vie totale des éprouvettes pour atteindre une valeur d'environ 0.15. Ainsi, environ 85% de l'endommagement se produit dans les derniers 5% de la durée de vie en fatigue. Par contre, à $R = 0.1$, le niveau d'endommagement ne monte au maximum qu'à 0.01 au début des essais et n'augmente progressivement qu'à une valeur inférieure à 0.05 jusqu'à 99% de la durée de vie totale des éprouvettes. Ainsi, 99.5% de l'endommagement se produit dans le dernier pour cent de la durée de vie en fatigue. Ces résultats peuvent s'expliquer par le fait que la perte de raideur des éprouvettes à $R = -1$ est calculée à partir du déplacement du vérin, et non à partir d'une instrumentation. Or, cette méthode a tendance à

surestimer la perte de raideur des éprouvettes, notamment en fin de vie des éprouvettes, comme le montre la Figure III-25 dans le cas d'une éprouvette testée à $R = 0.1$.

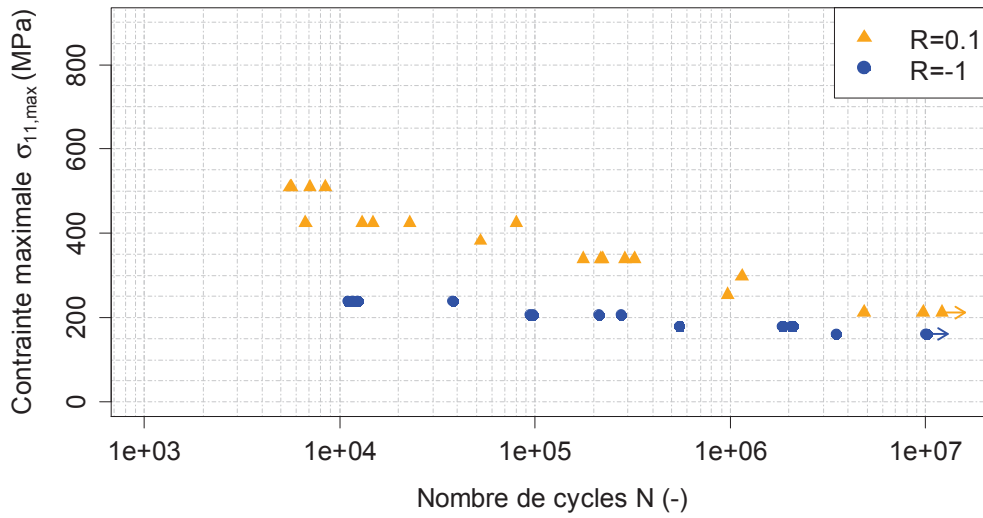


Figure III-23 : Résultats des essais de fatigue effectués sur des éprouvettes UD $[0]_4$ à un rapport de charge R de 0,1 et de -1, pour un taux volumique de fibres moyen de $55,6 \pm 2,0\%$

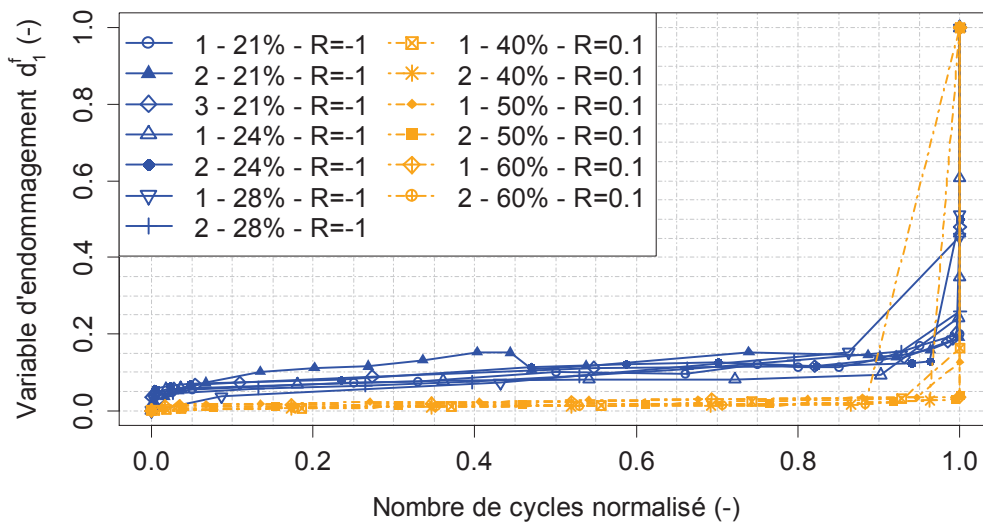


Figure III-24 : Evolution de l'endommagement en fatigue dans la direction des fibres d_1^f en fonction du nombre de cycles normalisé pour chacune des éprouvettes UD $[0]_4$ testées à $R = 0.1$ et $R = -1$, à différents niveaux de chargement, pour un taux volumique de fibres moyen de $55,6 \pm 2,0\%$

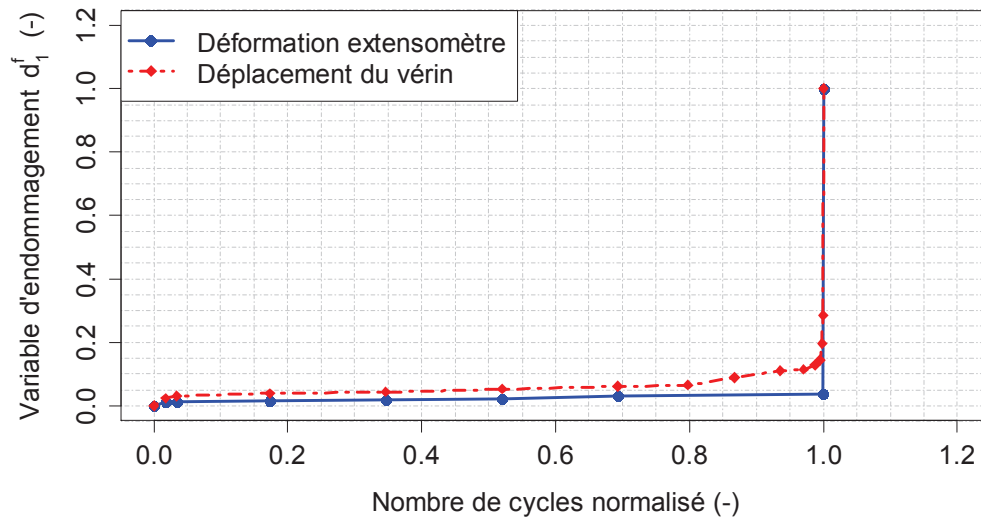


Figure III-25 : Evolution de l'endommagement en fonction du nombre de cycles normalisé dans le cas d'une éprouvette UD $[0]_4$ testée à $R = 0.1$, calculée à partir de la mesure de déformation d'un extensomètre ou du déplacement du vérin

b- Identification des paramètres de la loi d'évolution de la rigidité sens fibre

La loi proposée pour piloter l'évolution de la rigidité dans la direction des fibres est rappelée ci-dessous :

$$\frac{\partial d_1^f}{\partial N} = a_1(1 - d_1)^{\gamma_1} (Y_{d_1^f})^{l_1} (\Delta Y_{d_1^f})^{l_2} \quad (III.51)$$

Dans cette loi, l'augmentation des paramètres a_1 et l_1 a tendance à augmenter la pente de la courbe S-N tandis que l'augmentation du paramètre γ_1 a tendance à la diminuer (Figure III-26). De plus, la forme concave ou convexe de la fonction $d_1^f = f(N)$ dépend directement de la valeur de l'expression $\gamma_1 - 2(l_1 + l_2)$, pour un niveau de chargement et un rapport de charge donnés, comme montré en Figure III-27 (Caous, 2017).

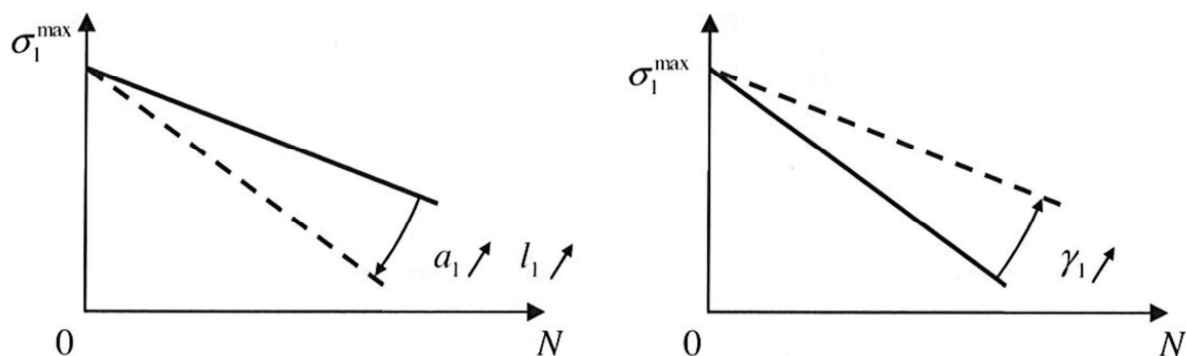


Figure III-26 : Influence des paramètres de la loi d'évolution de la rigidité dans la direction des fibres sur la pente de la courbe S-N, à un rapport de charge R donné (Caous, 2017)

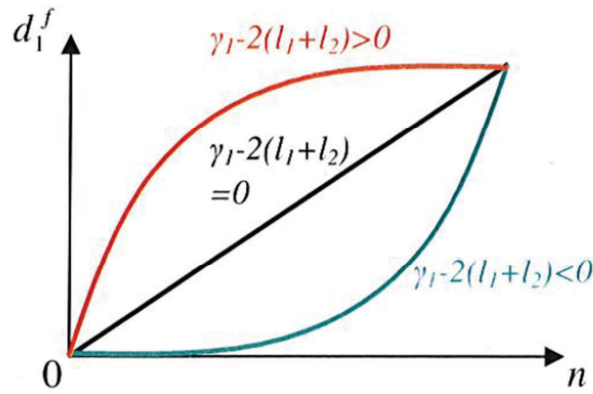


Figure III-27 : Influence des paramètres de la loi d'évolution de la rigidité dans la direction des fibres sur la forme de l'évolution de l'endommagement à un rapport de charge R et un niveau de chargement donnés (Caous, 2017)

Les paramètres a_1 , γ_1 , l_1 et l_2 sont identifiés par balayage des valeurs :

- Le paramètre γ_1 est balayé entre -30 et 30 par pas de 1
- Le paramètre a_1 est balayé entre $1 \cdot 10^i$ et $9 \cdot 10^i$ MPa⁻¹¹⁻¹², avec i variant entre -8 et 5
- Le paramètre l_1 est balayé entre 0 et 10 par pas de 1
- Le paramètre l_2 est balayé entre 0 et 10 par pas de 1

Cela donne 1 185 074 jeux de paramètre à tester. Les résultats expérimentaux ayant montré un emballage rapide de l'endommagement, la valeur de l'expression $\gamma_1 - 2(l_1 + l_2)$ doit nécessairement être négative (cf. Figure III-27). Pour chaque jeu de paramètres respectant cette condition, l'évolution de l'endommagement en fatigue dans la direction des fibres d_1^f est déterminée numériquement à un rapport de charge R de 0.1, à trois niveaux de contrainte maximale : 510, 425, et 340 MPa, et à un rapport de charge R de -1 à trois niveaux de contrainte maximale : 240, 207 et 180 MPa, pour un stratifié UD $[0]_4$ dont le taux volumique de fibres moyen aux deux rapports de charge est de $55.6 \pm 2.0\%$.

A chaque niveau de chargement, la durée de vie obtenue avec un jeu de paramètres est comparée avec celles obtenues expérimentalement, et seuls les jeux de paramètres donnant une bonne estimation sont retenus. Ces derniers sont ensuite comparés entre eux, afin de ne retenir que les jeux de paramètres communs à tous les niveaux de chargement. L'évolution de l'endommagement en fatigue d_1^f est alors évaluée numériquement en fonction du nombre de cycles pour tous les jeux de paramètres restants, et le jeu de paramètre ayant la meilleure corrélation avec les données expérimentales est gardé. Cela revient en pratique à sélectionner le jeu de paramètre pour lequel la valeur de l'expression $\gamma_1 - 2(l_1 + l_2)$ est la plus faible. Les paramètres retenus pour le matériau composite étudié sont données dans le Tableau III-4.

Les courbes S-N obtenues à partir de la loi d'évolution de l'endommagement définie avec les paramètres retenus sont comparées avec les résultats expérimentaux en Figure III-28. La prévision de la durée de vie des stratifiés 0° à $R = 0.1$ avec ces paramètres est satisfaisante. A $R = -1$, par contre, le modèle tend à sous-estimer la durée de vie en fatigue pour des niveaux de chargements inférieurs à 200MPa.

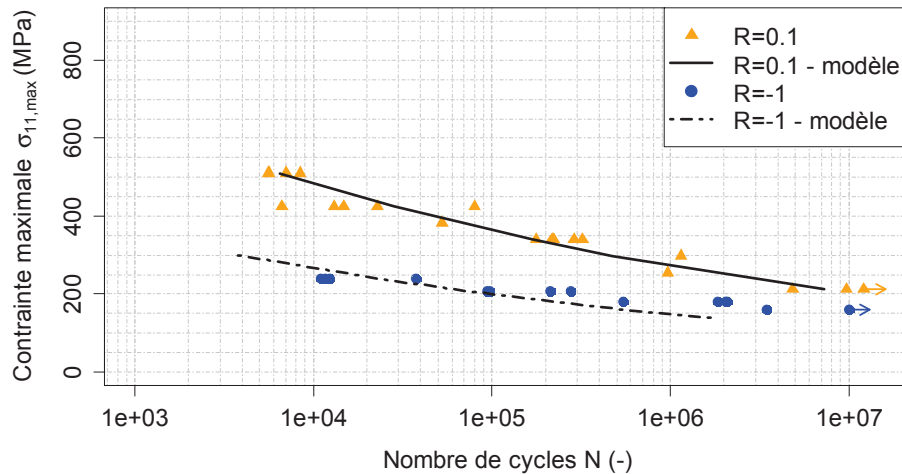


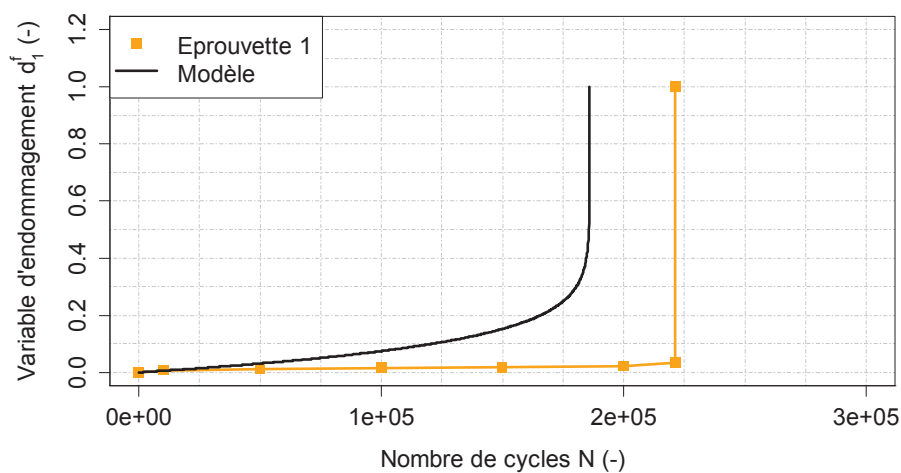
Figure III-28 : Comparaison modèle-essais des courbes S-N à $R = 0.1$ et $R = -1$ du stratifié UD $[0]_4$ pour un taux volumique de fibres de $55,6 \pm 2,0\%$

L'évolution de l'endommagement obtenue à partir de la loi calculée avec les paramètres retenus est comparée avec celles issues des essais expérimentaux pour deux éprouvettes en Figure III-29. L'écart de durée de vie observé est directement lié à l'écart entre la courbe S-N du modèle et les données expérimentales, visible en Figure III-28. Le modèle prévoit bien une augmentation brutale du niveau d'endommagement en fin d'essai, aux deux rapports de charge considérés. Par contre, à $R = 0.1$, il prévoit une progression trop importante du niveau d'endommagement tout au long de la durée de vie par rapport à la réalité physique. A $R = -1$, le modèle prévoit aussi une augmentation progressive du niveau d'endommagement avant l'augmentation brutale en fin de vie de l'éprouvette, mais la perte de raideur expérimentale étant calculée à partir du déplacement du vérin, il est difficile de conclure quant à la réalité physique de la prévision du modèle à ce rapport de charge.

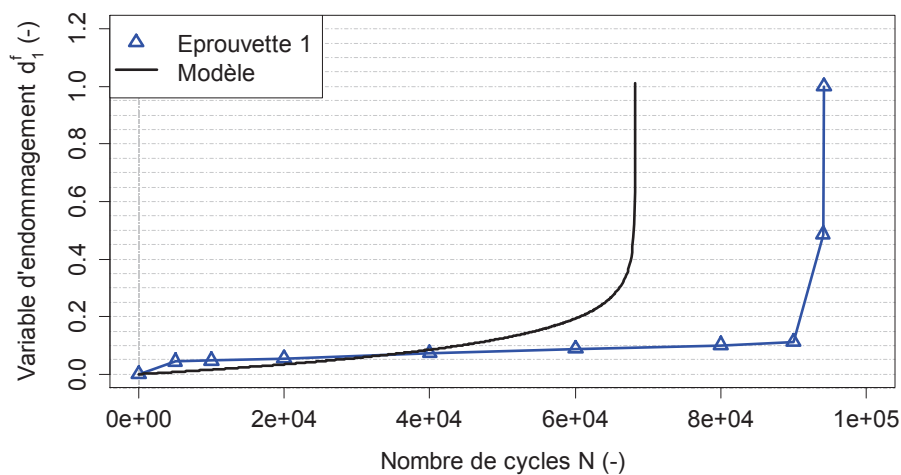
Toutefois, il est important de noter que même dans le cas où le modèle adopté ici n'est pas approprié pour décrire la réalité physique, il est nécessaire de modéliser un endommagement progressif pour prévoir une rupture en fatigue dans la direction des fibres (Caous, 2017). En effet, les stratifiés de type $[0]_n$ sollicités dans la direction des fibres sont soumis à un chargement longitudinal pur et ne sont donc pas soumis à un endommagement matriciel qui induirait un abattement du seuil de rupture des fibres. Ainsi, introduire une relation entre le chargement dans la direction des fibres et l'endommagement matriciel ne serait pas une solution dans la mesure où le seuil de la contrainte

à rupture dans la direction des fibres obtenu pour un endommagement matriciel maximal (correspondant à un essai en température près de la T_g du composite) reste supérieur aux niveaux de chargement considérés en fatigue. De ce fait, en l'absence de modélisation d'un endommagement en fatigue dans la direction des fibres, la durée de vie prévue par le modèle serait infinie pour les niveaux de chargement considérés.

Une solution proposée par (Caous, 2017) pour s'affranchir du biais introduit par l'endommagement progressif en fatigue dans la direction des fibres consisterait à décrire ce dernier par le biais d'une variable autre qu'une perte de raideur. Cela nécessiterait alors des études complémentaires pour comprendre les mécanismes d'endommagement propres aux fibres de verre.



(a)



(b)

Figure III-29 : Comparaison modèle-essai de l'évolution de l'endommagement en fatigue dans la direction des fibres d_1^f en fonction du nombre de cycles pour des éprouvettes UD $[0]_4$

(a) sous une contrainte maximale de 340MPa, à $R = 0.1$, à $f = 5Hz$, pour un taux volumique de fibre de 57,6%

(b) sous une contrainte maximale de 207MPa, à $R = -1$ et $f = 3Hz$, pour un taux volumique de fibre de 55,3%

Paramètre	Valeur
$a_1 (MPa^{-l_1-l_2})$	3.10^{-7}
$\gamma_1 (-)$	-1
$l_1 (-)$	1
$l_2 (-)$	3

Tableau III-4 : Valeurs identifiées pour les paramètres de la loi d'évolution de l'endommagement en fatigue dans la direction des fibres d_1^f

III.4.2. Evolution de l'endommagement matriciel dans le cas d'un chargement engendrant majoritairement du cisaillement

a- Description des essais

L'influence du chargement en cisaillement sur l'endommagement matriciel en fatigue est identifié à l'aide d'essais sur des éprouvettes droites BXS $[(\pm 45)_2]_s$. Ces essais permettent de déterminer la durée de vie et la perte de raideur des éprouvettes, aux deux rapports de charge choisis : $R = 0.1$ (traction-traction) et $R = -1$ (traction-compression). A $R = 0.1$, les essais ont été réalisés à une fréquence de 3 ou 5Hz suivant le niveau de chargement appliqué. A $R = -1$, ils ont tous été réalisés à une fréquence de 3Hz. Le mode de rupture des éprouvettes consiste en une rupture transverse des plis à $\pm 45^\circ$.

Les résultats de ces essais sont présentés en Figure III-30. L'évolution de la variable d'endommagement en fatigue d_{12}^f en fonction du nombre de cycles normalisé à $R = 0.1$ est tracée en Figure III-31, pour différentes contraintes maximales. De la même façon que pour d_1^f (cf. sections III.4.1.a-), lorsque l'éprouvette rompt, d_{12}^f vaut 1. Les résultats montrent que le niveau de chargement n'influe pas significativement sur l'évolution du niveau d'endommagement au cours des essais et que le niveau d'endommagement augmente brutalement au cours des derniers cycles précédant la rupture totale des éprouvettes. En effet, avant cela, il n'est au maximum que de 0.3. A $R = -1$, l'évolution de l'endommagement en fatigue d_{12}^f n'est pas connue du fait de l'impossibilité de mesurer les déformations longitudinale et transversale de l'éprouvette via des extensomètres à cause de la présence du système anti-flambement.

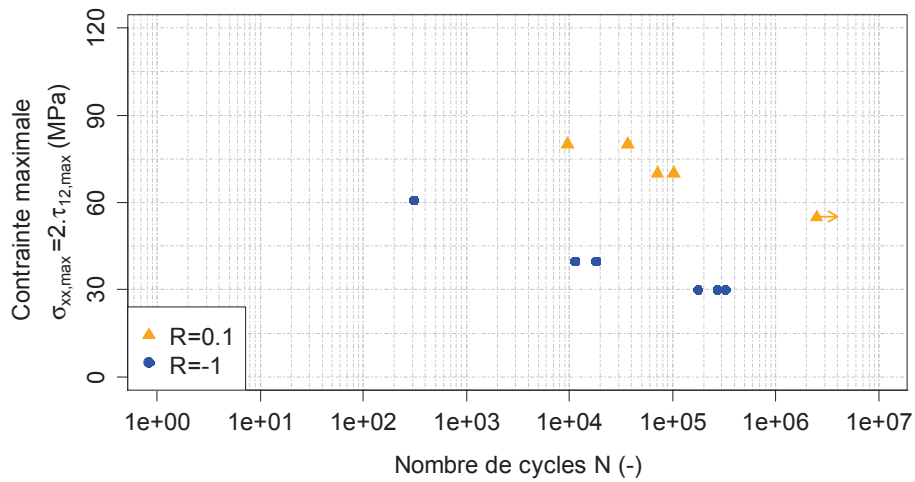


Figure III-30 : Résultats des essais de fatigue sur des éprouvettes BXS $[(\pm 45)_2]_s$ à un rapport de charge R de 0.1 et de -1

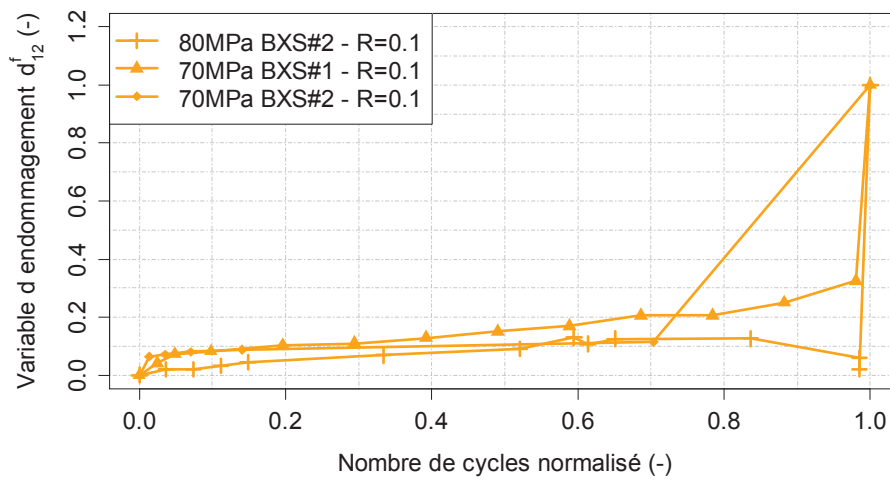


Figure III-31 : Evolution de l'endommagement en fatigue d_{12}^f en fonction du nombre de cycles normalisé au cours d'essais effectués sur des éprouvettes BXS $[(\pm 45)_2]_s$ à $R = 0.1$

b- Identification de la loi d'évolution de la rigidité en cisaillement

La loi proposée pour piloter l'évolution de l'endommagement matriciel est rappelée ci-dessous :

$$\frac{\partial d_2^f}{\partial N} = (1 - d_2)^{\gamma_2} \left(a_2 \left(Y_{d_2^f} \right)^{m_1} \left(\Delta Y_{d_2^f} \right)^{m_2} + b_2 \left(Y_{d_{12}^f} \right)^{n_1} \left(\Delta Y_{d_{12}^f} \right)^{n_2} \right) \quad (\text{III.52})$$

Dans le cas d'une sollicitation engendrant majoritairement du cisaillement, cette loi peut être réduite à la relation suivante :

$$\frac{\partial d_2^f}{\partial N} = b_2 (1 - d_2)^{\gamma_2} \left(Y_{d_{12}^f} \right)^{n_1} \left(\Delta Y_{d_{12}^f} \right)^{n_2} \quad (\text{III.53})$$

L'identification se fait par balayage des valeurs des paramètres b_2 , γ_2 , n_1 et n_2 :

- Le paramètre γ_2 est balayé entre -30 et 30 par pas de 1

- Le paramètre b_2 est balayé entre 1.10^i et 9.10^i avec i variant entre -7 et 5
- Le paramètre n_1 est balayé entre -2 et 10 par pas de 1
- Le paramètre n_2 est balayé entre 0 et 10 par pas de 1

Cela donne 1 282 424 jeux de paramètres à tester. Pour chacun d'entre eux, l'évolution de l'endommagement en fatigue d'un stratifié BXS $[(\pm 45)_2]_s$ est évalué numériquement à un rapport de charge $R = 0.1$, à deux niveaux de contrainte maximale : 70 et 80 MPa pour un taux volumique de fibres moyen de $51.8 \pm 1.6\%$, et à un rapport de charge $R = -1$, à trois niveaux de contrainte maximale : 30, 40 et 61 MPa, pour un taux volumique moyenne de $52.8 \pm 0.8\%$. Dans les intervalles balayés, seul un jeu de paramètres commun à tous les niveaux de chargement a été trouvé : les valeurs sont données dans le Tableau III-5.

Paramètre	Valeur
$b_2 (MPa^{-n_1-n_2})$	2.10^{-2}
$\gamma_2 (-)$	6
$n_1 (-)$	0
$n_2 (-)$	4

Tableau III-5 : Paramètres de la loi d'évolution de l'endommagement en fatigue en cisaillement d_{12}^f dans le cas du renfort BXS

Les courbes S-N obtenues à partir de la loi d'évolution de l'endommagement définie avec les paramètres retenus sont comparées avec les résultats expérimentaux en Figure III-32. La prévision de la durée de vie en fatigue par la loi d'endommagement est satisfaisante. L'évolution de l'endommagement en fatigue d_{12}^f à $R = 0.1$ est quant à elle comparée avec celles issues des essais expérimentaux en Figure III-33 pour deux éprouvettes. L'écart de durée de vie observé est directement lié à l'écart entre la courbe S-N du modèle et les données expérimentales, visible en Figure III-32. Le modèle prévoit bien une augmentation progressive du niveau d'endommagement au cours de l'essai avec une augmentation brutale du niveau d'endommagement en fin d'essai. Par contre, il ne prévoit pas la progression rapide de l'endommagement en début d'essai. Les mêmes conclusions peuvent être faites au niveau de l'évolution de la variable d'endommagement $d_{12} = d_{12}^s + d_{12}^f$ à $R = 0.1$, tracée en Figure III-34, du fait de la bonne corrélation entre la valeur de d_{12}^s prévue par le modèle et celle obtenue expérimentalement.

A $R = -1$, aucune comparaison n'est faite entre le modèle et les essais expérimentaux dans la mesure où l'évolution de l'endommagement d_{12}^f n'a pu être déterminée expérimentalement.

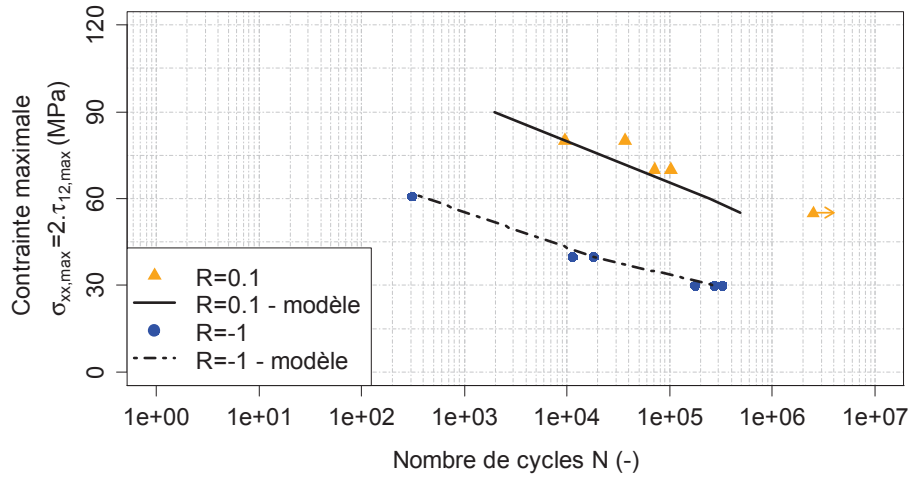
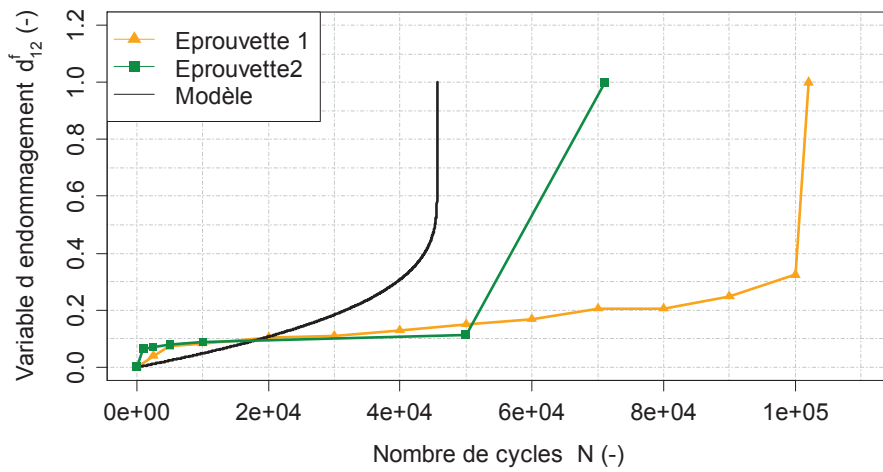
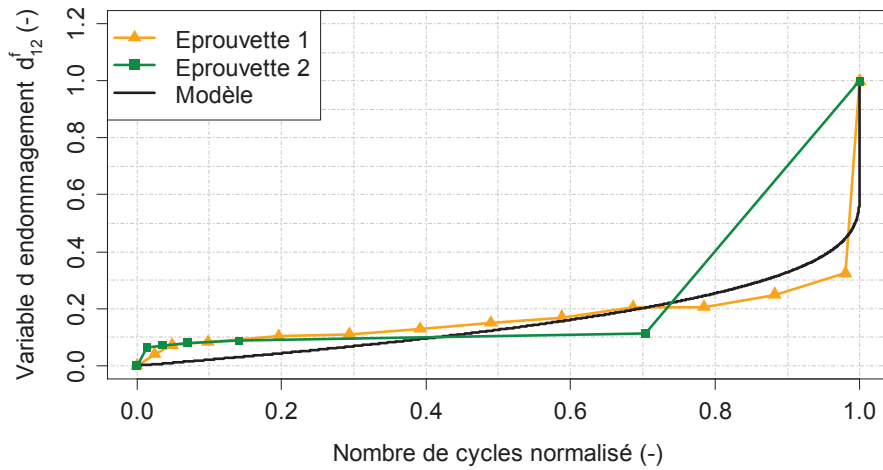


Figure III-32 : Comparaison modèle-essais des courbes S-N à $R = 0.1$ et $R = -1$ du stratifié BXS $[(\pm 45)_2]_s$ pour un taux volumique de fibres de 51,8% à $R = 0.1$ et 52.8% à $R = -1$

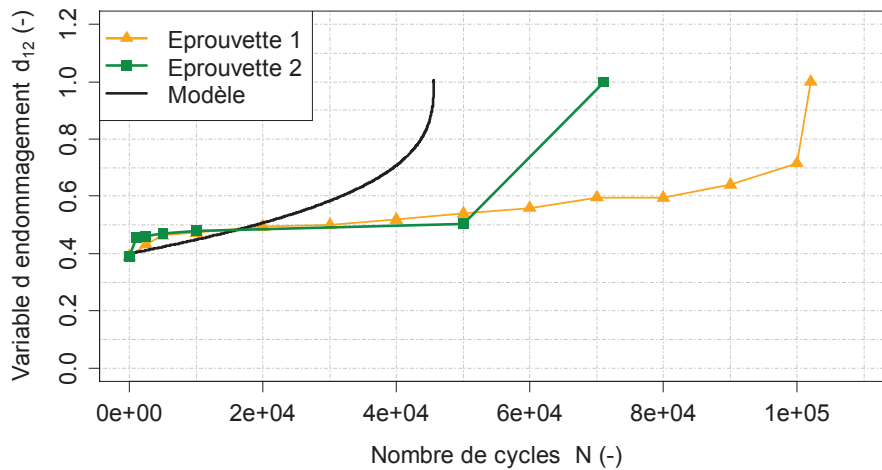


(a)

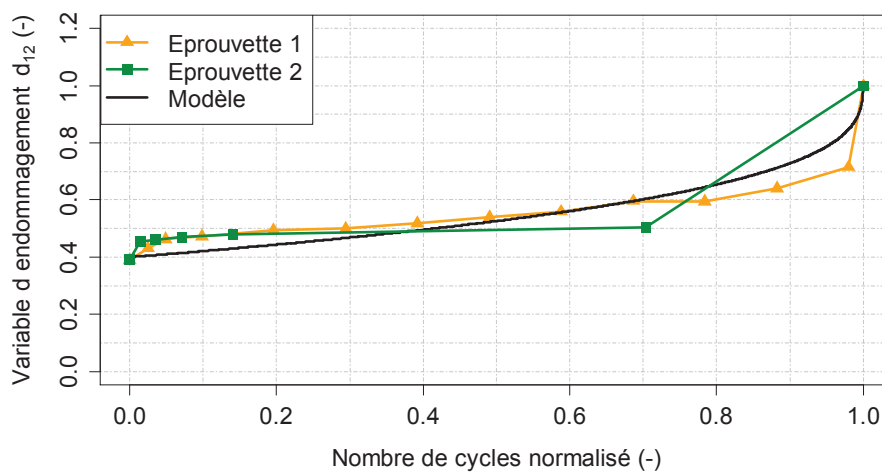


(b)

Figure III-33 : Comparaison modèle-essais de l'évolution de l'endommagement en fatigue dans la direction des fibres d_{12}^f en fonction (a) du nombre de cycles, (b) du nombre de cycles normalisé pour deux éprouvettes BXS $[(\pm 45)_2]_s$ sollicitées à une contrainte maximale de 70MPa, à $R = 0.1$ et $f = 5Hz$, pour un taux volumique de fibres de 51,8%



(a)



(b)

Figure III-34 : Comparaison modèle-essais de l'évolution de l'endommagement en fatigue dans la direction des fibres d_{12} en fonction (a) du nombre de cycles et (b) du nombre de cycles normalisé pour deux éprouvettes BXS $[(\pm 45)_2]_s$ à une contrainte maximale de 70MPa, à $R = 0.1$ et $f = 5Hz$, pour un taux volumique de fibres de 51,8%

III.4.3. Evolution de l'endommagement matriciel en couplage cisaillement-transverse

a- Description des essais

L'influence du chargement transverse sur l'endommagement matriciel en fatigue est identifiée à l'aide d'essais sur des éprouvettes BXS $[(67,5/-22,5)/(-67,5/22,5)]_s$. Ces essais permettent de déterminer la durée de vie et la perte de raideur des éprouvettes, aux deux rapports de charge choisis : $R = 0.1$ (traction-traction) et $R = -1$ (traction-compression). A $R = 0.1$, les essais ont été réalisés à une fréquence de 1 ou 3Hz suivant la contrainte maximale appliquée. A $R = -1$, ils ont tous été effectués à une fréquence de 1Hz. Le mode de rupture des éprouvettes consiste en une rupture transverse des plis à $\pm 67.5^\circ$ et $\pm 22.5^\circ$. Les résultats de ces essais sont présentés en Figure III-35. L'évolution de la variable d'endommagement en fatigue d_x^f est tracée en fonction du nombre

de cycles normalisé en Figure III-36, à $R = 0.1$ et à $R = -1$, pour différentes contraintes maximales. De la même manière que dans la section III.4.1.a-, à $R = -1$, l'évolution de l'endommagement en fatigue d_x^f est obtenue à partir de la déformation calculée avec le déplacement du vérin. De la même façon que pour d_1^f et d_{12}^f (cf. sections III.4.1.a- et III.4.2.a-), lorsque l'éprouvette rompt, d_x^f vaut 1.

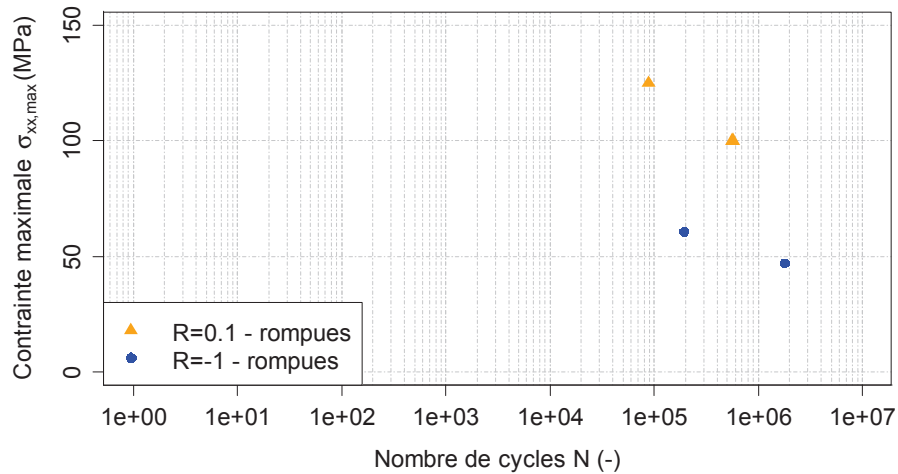


Figure III-35 : Résultats des essais de fatigue sur des éprouvettes BXS $[(67,5/-22,5)/(-67,5/22,5)]_s$, à un rapport de charge R de 0,1 et de -1

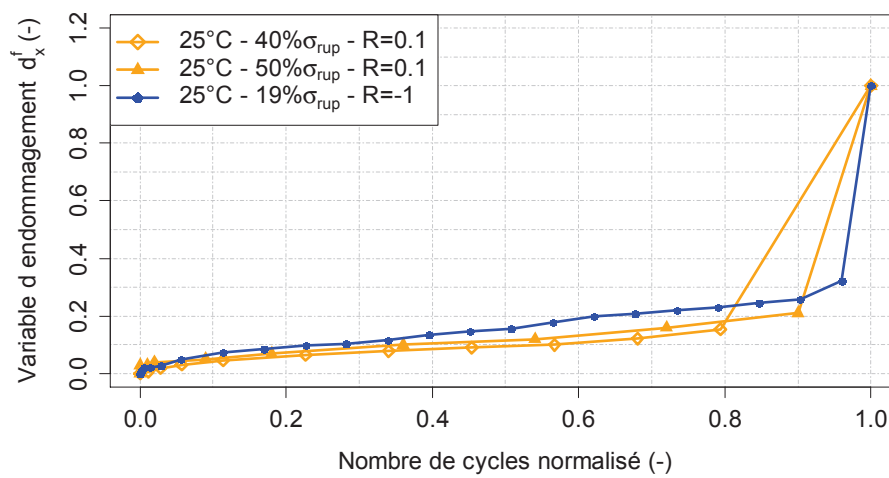


Figure III-36 : Evolution de l'endommagement en fatigue d_x^f en fonction du nombre de cycles normalisé au cours d'essais sur des éprouvettes BXS $[(67,5/-22,5)/(-67,5/22,5)]_s$, à un rapport de charge R de 0,1 et de -1

b- Identification de la loi d'évolution de la rigidité en couplage cisaillement-transverse

L'équation de la loi concernée par l'identification des paramètres a été rappelée précédemment (Equation (III.52)). Les paramètres b_2 , γ_2 , n_1 et n_2 ayant déjà été identifiés, il reste à identifier les paramètres a_2 , m_1 et m_2 . Ils peuvent l'être par balayage des valeurs qu'ils peuvent prendre :

- Balayage entre 1.10^i et 9.10^i avec i variant entre -7 et 5 pour le paramètre a_2
- Balayage entre 0 et 10 pour le paramètre m_1
- Balayage entre 0 et 10 pour le paramètre m_2

Cela donne 1 085 128 jeux de paramètres à tester. Cependant, du fait de l'absence d'identification de valeurs pour les paramètres a , m et α de loi d'évolution de l'endommagement matriciel sous un chargement de traction quasi-statique dans le cas du renfort BXS, le balayage n'a pu être effectué.

III.5. Synthèse des paramètres du modèle identifiés à 20°C

Le tableau ci-dessous synthétise les valeurs des différents paramètres du modèle :

	Paramètres	Essais	Valeur	Ecart-type
Paramètres élastiques initiaux	E_f^0 (GPa)	UD [0] ₄	77	-
	E_m^0 (GPa)	UD [(±60) ₂] _s	5,5	-
	G_m^0 (GPa)	UD et BXS [(±45) ₂] _s	2,5	-
	ν_f^0 (-)	Littérature	0,25	-
	ν_m^0 (-)	UD [0] ₄	0,31	-
Paramètres d'endommagement statique	c (-)	Hypothèse	1	-
	a (MPa ^{-m})	UD [(±60) ₂] _s	1,27	0,81
		BXS [(+67.5/-22.5)/(-67.5/22.5)] _s	Non identifié	-
	b (MPa ^{-m})	UD [(±45) ₂] _s	1,46	0,04
		BXS [(±45) ₂] _s	0,88	0,00
	m (-)	UD [(±60) ₂] _s	0,57	0,09
		BXS [(+67.5/-22.5)/(-67.5/22.5)] _s	Non identifié	-
	n (-)	Hypothèse	0,50	-
Y_0 (-)	UD [(±45) ₂] _s	0,2	0,01	
	BXS [(±45) ₂] _s	0,1	0,00	
Paramètres d'érouissage	R_0 (MPa)	UD et BXS [(±45) ₂] _s	0	0
	K (MPa)	UD [(±45) ₂] _s	1310	389
		BXS [(±45) ₂] _s	543	134
	γ (-)	UD [(±45) ₂] _s	0,49	0,03
		BXS [(±45) ₂] _s	0,40	0,02
	α (-)	UD [(±60) ₂] _s	0,53	0,09
	BXS [(±45) ₂] _s	Non identifié	-	

	$\gamma_1 (-)$	UD [0] ₄	-1	-
	$a_1 (MPa^{-l_1-l_2})$	UD [0] ₄	3.10^{-7}	-
	$l_1 (-)$	UD [0] ₄	1	-
	$l_2 (-)$	UD [0] ₄	3	-
Paramètres	$\gamma_2 (-)$	BXS [(±45) ₂] _s	6	-
d'endommagement en	$a_2 (MPa^{-l_1-l_2})$	BXS [(+67.5/-22.5)/(-67.5/22.5) _s	Non identifié	-
fatigue	$m_1 (-)$	BXS [(+67.5/-22.5)/(-67.5/22.5) _s	Non identifié	-
	$m_2 (-)$	BXS [(+67.5/-22.5)/(-67.5/22.5) _s	Non identifié	-
	$b_2 (MPa^{-l_1-l_2})$	BXS [(±45) ₂] _s	2.10^{-2}	-
	$n_1 (-)$	BXS [(±45) ₂] _s	0	-
	$n_2 (-)$	BXS [(±45) ₂] _s	4	-
Paramètres de	$Y_{Af} (MPa)$	BXS [(0/90) ₂] _s	32,9	6,5
couplage entre	$Y_{Bf} (MPa)$	BXS [(0/90) ₂] _s	13,2	1,3
endommagement	$d_m (-)$	BXS [(0/90) ₂] _s	0,49 ^(*)	-
matriciel et rupture	$d_\lambda (-)$	BXS [(0/90) ₂] _s	0,035 ^(*)	-
dans la direction des				
fibres				

Tableau III-6 : Synthèse des paramètres du modèle d'endommagement - les valeurs suivies de « ^(*) » n'ont pas été identifiées dans ces travaux, mais sont issues des travaux de (Caous, 2017), portant sur un composite similaire mais constitué d'une matrice époxy

III.6. Conclusion du chapitre

Dans ce chapitre, un modèle basé sur la mécanique de l'endommagement a été présenté et ses paramètres identifiés. Ce modèle est de type élasto-plastique endommageable avec un endommagement cumulé statique-fatigue. Il est régi par des lois décrivant l'évolution de la rigidité et de la déformation résiduelle, par le biais de 4 variables internes (Caous, 2017). Ces dernières décrivent la perte de raideur dans la direction des fibres, la perte de raideur dans la direction transverse aux fibres, la perte de raideur en cisaillement et les déformations résiduelles transverse et de cisaillement.

Les paramètres des lois d'évolution de l'endommagement sous un chargement quasi-statique ont ensuite été identifiés pour le renfort UD à partir des essais effectués sur les stratifications UD [0]₄, UD [90]₄, UD [(+45/-45)₂]_s et UD [(+60/-60)₂]_s. Pour le renfort BXS, les paramètres des lois d'évolution de l'endommagement sous un chargement quasi-statique ont été identifiés, excepté ceux de la loi d'évolution de l'endommagement matriciel transverse, à partir des essais effectués sur les stratifications UD [0]₄, UD [90]₄ et BXS [(±45)₂]_s. L'identification des paramètres de la loi d'évolution de l'endommagement matriciel transverse est possible, notamment en utilisant les données

expérimentales obtenues pour la stratification BXS $[(+67.5/-22.5)/(+67.5/+22.5)]_s$. Elle nécessite cependant d'être effectuée par balayage des valeurs que les paramètres peuvent prendre, afin de sélectionner le jeu de paramètre qui permet d'avoir la meilleure corrélation avec les données expérimentales. Enfin, les paramètres du couplage entre endommagement matriciel et résistance dans la direction des fibres n'ont été identifiés que pour le renfort BXS, mais sont utilisés pour les deux types de renfort. Pour cela, les données expérimentales obtenues via les essais de traction quasi-statique effectués sur la stratification BXS $[(0/90)_2]_s$ ont été utilisées.

Une comparaison modèle-essais pour un chargement de traction quasi-statique a été effectuée sur plusieurs stratifications, l'une d'entre elles ne faisant pas partie de celles utilisées pour l'identification des paramètres des lois d'évolution de l'endommagement. Cette comparaison a montré une bonne corrélation entre la prévision du modèle et le comportement mécanique en cisaillement obtenu expérimentalement pour le renfort BXS. Pour le renfort UD, une bonne corrélation entre la prévision du modèle et le comportement mécanique du pli est obtenue dans la direction des fibres. Par contre, pour un chargement engendrant principalement du cisaillement et couplé cisaillement-transverse, le modèle prévoit une rupture prématurée des éprouvettes et sous-estime la contrainte de cisaillement atteinte à un niveau de déformation de cisaillement donné. Des pistes de réflexion permettant de retravailler l'identification des paramètres du modèle en traction quasi-statique ont alors été proposées, dans l'optique de pouvoir améliorer les prévisions données par le modèle. Mais les nombreuses sources d'incertitudes rencontrées lors de l'identification des paramètres de la loi d'endommagement matriciel du renfort UD compliquent cette tâche.

Sous un chargement de fatigue cumulé à un endommagement en quasi-statique, les paramètres de la loi d'évolution de l'endommagement dans la direction des fibres n'ont été identifiés que pour le renfort UD mais sont utilisés pour les deux types de renfort. Pour cela, les données expérimentales obtenues via les essais de fatigue effectués sur le stratifié UD $[0]_4$ ont été utilisées. Les paramètres de la loi d'évolution de l'endommagement matriciel en cisaillement n'ont, quant à eux, été identifiés que pour le renfort BXS, à partir des essais effectués sur la stratification BXS $[(\pm 45)_2]_s$. Les paramètres de la loi d'endommagement matriciel transverse sous un chargement de quasi-statique n'ayant pas été identifiés, ceux sous un chargement de fatigue n'ont pas pu l'être. Enfin, les paramètres n'ont pas été identifiés pour le renfort UD, du fait du peu de résultats expérimentaux disponibles. En conséquence, aucune comparaison modèle-essais pour un chargement de fatigue sur des stratifications autres que celles ayant servi à l'identification n'a pu être effectuée. Pour ces dernières, une bonne corrélation est obtenue entre les prévisions du modèle et les données expérimentales. En conclusion, le modèle semble adapté pour décrire l'évolution de l'endommagement sous un

chargement quasi-statique et de fatigue du composite étudié, mais cela demande confirmation une fois l'identification complète des paramètres effectuée.

Dans les deux prochains chapitres, l'impact de la température sur le comportement mécanique et le scénario d'endommagement du composite en traction quasi-statique et en fatigue sera étudié, notamment pour évaluer les répercussions que cela peut avoir sur les valeurs identifiées pour les paramètres du modèle.

Chapitre IV.

EFFET DE LA TEMPERATURE SUR LE COMPORTEMENT MECANIQUE DU COMPOSITE EN TRACTION QUASI-STATIQUE

Ce chapitre présente les résultats de l'étude des effets de la température sur le comportement mécanique en traction quasi-statique de la résine acrylique pure et du composite renforcé de fibres de verre associé. De par le choix de modèle d'endommagement fait au Chapitre III, l'influence de la température sur le composite est étudiée à l'échelle du pli. Cela implique des essais dans la direction des fibres, dans la direction transverses aux fibres et dans des directions hors-axes avec chargement engendrant principalement du cisaillement et chargement couplé cisaillement-transverse sur le pli unidirectionnel. Les températures d'essai sont sélectionnées dans l'intervalle de température de service des pales d'éolienne, à savoir entre -20 et 60°C. L'effet de la température sur le scénario d'endommagement du composite sous un chargement de traction quasi-statique est aussi étudié.

SOMMAIRE

IV.1.	Effet de la température sur les propriétés viscoélastiques de la résine et du composite..	167
IV.2.	Effet de la température sur le comportement mécanique de la résine pure	169
IV.3.	Effet de la température sur le comportement mécanique du composite	175
IV.3.1.	Dans la direction des fibres	175
IV.3.2.	Sous un chargement prépondérant en cisaillement	179
IV.3.3.	Dans la direction transverse	188
IV.3.4.	Sous un chargement couplé cisaillement-transverse.....	191
IV.4.	Effet de la température sur le scénario d'endommagement du composite.....	195
IV.5.	Conclusion du chapitre.....	209

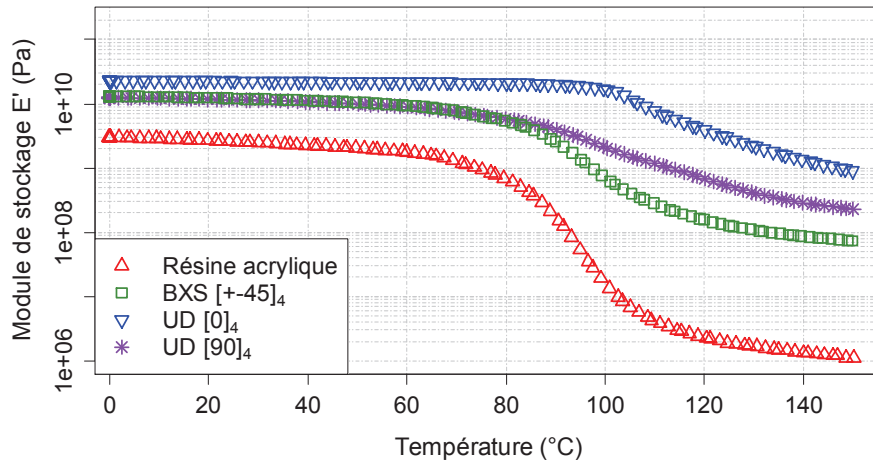
IV.1. Effet de la température sur les propriétés viscoélastiques de la résine et du composite

Les réponses mécaniques dynamiques de la résine acrylique Elium 188[®] et du composite acrylique renforcé de fibres de verre, obtenues via les essais décrits au Chapitre II – section II.3.2, sont présentées en Figure IV-1. Dans le cas de la résine pure, une T_g d'environ 100°C a été déterminée, ce qui est proche de celle donnée par le fabricant, à savoir 109°C. Aucune transition β ou γ n'a été clairement identifiée, les variations du facteur de perte étant dans l'intervalle de précision du viscoanalyseur. Cependant, une chute progressive du module de stockage a été observée entre 0 et 60°C, ce dernier étant 41% plus faible à 60 qu'à 0°C.

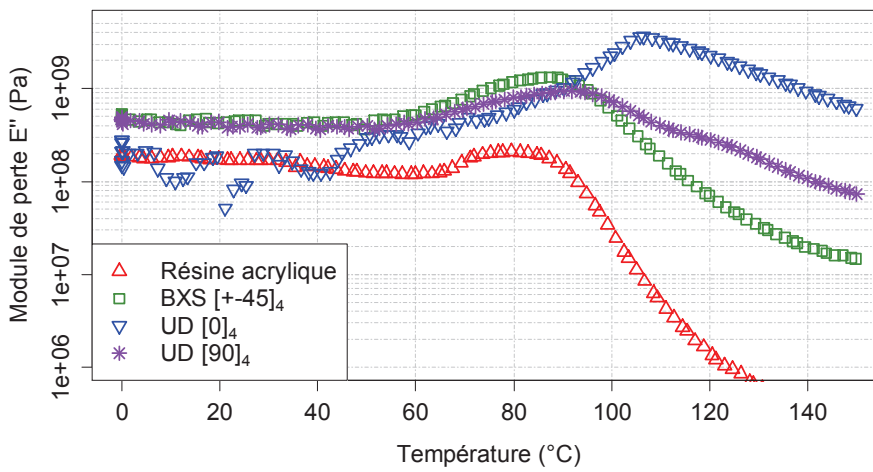
De plus, la stratification BXS $[(\pm 45)_2]_s$ a un comportement mécanique dynamique similaire à celui de la résine pure, avec aussi une T_g d'environ 100°C et un intervalle entre 60 et 120°C où le module de stockage diminue drastiquement.

Le comportement de la stratification UD $[90]_4$ est similaire à celui de la stratification BXS $[(\pm 45)_2]_s$, jusqu'à 80°C. Après cette température, les modules de stockage et de perte diminuent plus lentement que ceux de la résine pure et de la stratification BXS $[(\pm 45)_2]_s$. De plus, deux pics du facteur de perte sont observés : le premier autour de 100°C, ce qui correspond à la T_g obtenue pour la résine pure et la stratification BXS $[(\pm 45)_2]_s$; et le second autour de 128°C.

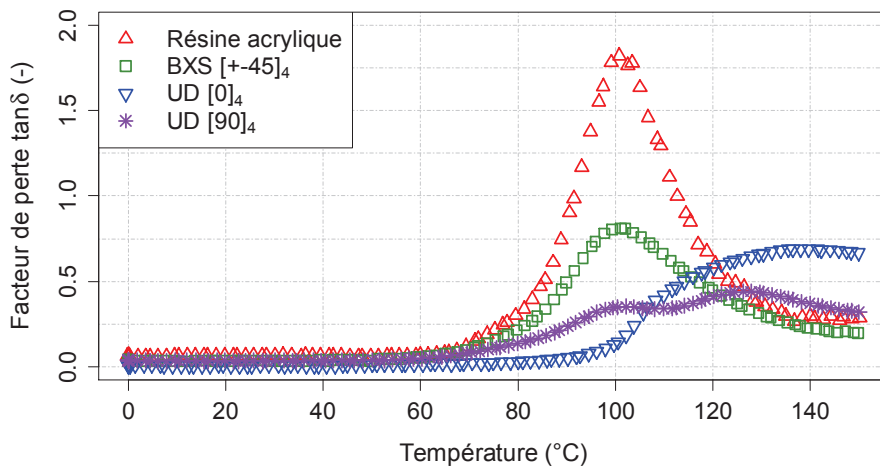
Enfin, les résultats montrent un comportement mécanique dynamique différent dans le cas de la stratification UD $[0]_4$, avec un module de stockage qui ne décroît drastiquement qu'à partir de 100°C et dont la chute est moins brutale, un pic du module de perte autour de 105°C au lieu de 80-85°C pour les autres types d'échantillons, et un pic du facteur de perte autour de 140°C, au lieu de 100°C pour les autres types d'échantillons. Ces différences peuvent s'expliquer par le fait que le comportement mécanique de la stratification UD $[0]_4$ est principalement piloté par celui des fibres et qu'il est, par conséquent, moins sensible aux variations des propriétés mécaniques de la matrice. De plus, le chargement sollicitant principalement les fibres du composite, la transition vitreuse de la matrice est retardée (Akay, 1983). A noter que les instabilités observées pour le module de perte entre 0 et 60°C sont probablement dues au fait que la raideur de l'échantillon testé était proche de la limite de capacité du dispositif utilisé.



(a)



(b)



(c)

Figure IV-1: Réponses mécaniques dynamiques de la résine acrylique Elium 188® et du composite stratifié acrylique/fibres de verre avec (a) le module de stockage, (b) le module de perte et (c) le facteur de perte en fonction de la température

Finalement, le comportement de tous les types d'échantillon testé ici est cohérent sur l'intervalle de température d'intérêt (0 à 60°C). En conséquence, les phénomènes à l'origine des écarts de comportement entre les différentes stratifications du composite au-dessus de 60°C n'ont pas été analysés de manière plus poussée. Enfin, de la même manière que dans le cas des échantillons de résine pure, aucune transition β ou γ n'a été clairement identifiée sur les échantillons de composite, les variations du facteur de perte étant dans l'intervalle de précision du viscoanalyseur.

IV.2. Effet de la température sur le comportement mécanique de la résine pure

Comme expliqué au Chapitre I, le comportement mécanique des résines polymères est sensible à la température, et ce, parfois à des températures bien en-dessous de leur température de transition vitreuse (Andrews, 1968; Riande et al., 1999). Dans le but de quantifier la sensibilité à la température de la résine acrylique Elium 188®, des essais de traction quasi-statique ont été effectués par ARKEMA, le fabricant de la résine, à 15 et 40°C, sur des éprouvettes haltères de type M-I (*ASTM D638-14, Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics*, 2014), dont les dimensions ont été données en Figure II-16. Ces essais ont été effectués avec des cycles charges-décharges dans le but de pouvoir mettre en évidence les phénomènes non-linéaires. Ils ont été effectués à une vitesse de déplacement de 5 mm/min lors des phases de charge et de 1 mm/min lors des phases de décharge. Deux éprouvettes ont été testées par température. Les courbes contrainte-déformation sont présentées en Figure IV-2. Les propriétés mécaniques moyennées à chaque température sont présentées dans le Tableau IV-1. Le module élastique initial a été déterminé à partir de la première rampe de chargement de l'essai, c'est-à-dire entre 0% et 0.27% de déformation élastique.

Un essai complémentaire a été effectué à 22°C au laboratoire I2M pour étudier la reproductibilité des résultats, aux mêmes vitesses de déplacement. Huit paliers de déformation ont été effectués : de 0.25% à 1.75% par pas de 0.25%. La Figure IV-2 montre que la courbe obtenue à 22°C est cohérente vis-à-vis celles obtenues à 15 et 40°C. L'essai n'ayant pas été mené à rupture afin de pouvoir observer l'état d'endommagement de l'éprouvette au MEB, seul le module d'élasticité est donné dans le Tableau IV-1.

En prenant comme référence les valeurs moyennes obtenues à 15°C, une chute de 24% de la contrainte maximale et de 17% du module longitudinal est observée à 40°C, combinée à une augmentation de 102% de la déformation à rupture. Ces résultats sont donc en accord avec ce qui est généralement observé dans la littérature pour les matériaux polymères (Andrews, 1968; Crochon, 2012; Riande et al., 1999). De plus, la chute du module d'élasticité initial (déterminé à partir de la

première charge effectuée à une fréquence d'environ 0.45Hz) est similaire à celle obtenue entre 15 et 40°C à partir des résultats de l'analyse DMA (effectuée à 1Hz) pour le module de stockage (chute de 19%). Enfin, le module d'élasticité obtenu à 20°C correspond à celui indiqué sur la fiche technique du fabricant, à savoir 3.3 GPa.

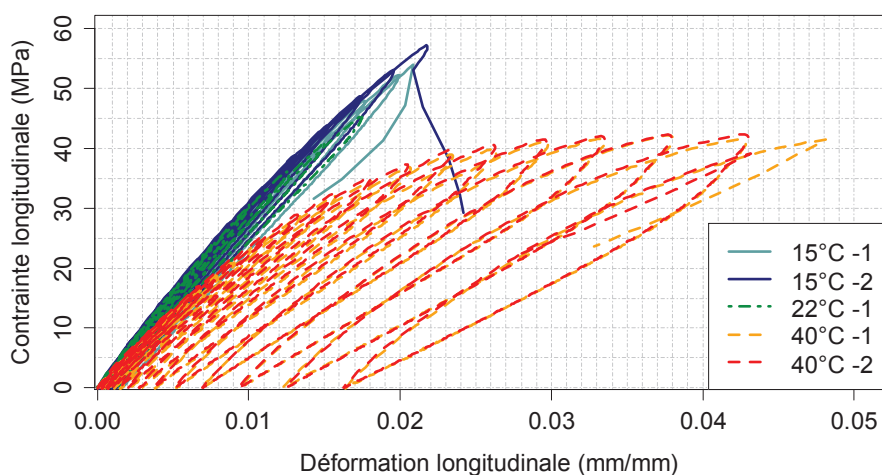


Figure IV-2 : Courbes contrainte-déformation obtenues sur des éprouvettes de résine pure lors d'essais de traction quasi-statique avec cycles de charge-décharge, à 15 et 40°C

Température d'essai (°C)	Contrainte maximale (MPa)	Déformation à rupture (mm/mm)	Module d'élasticité (GPa)
15	55,5 ± 0,9	0,022	3,4 ± 0,2
22	-	-	3,3 ± 0,2
40	42,3 ± 0,7	0,046	2,8 ± 0,2

Tableau IV-1 : Propriétés mécaniques en traction quasi-statique de la résine acrylique Elium 188® à 15, 20 et 40°C

Une partie de la zone utile de chaque éprouvette, éloignée d'environ 40mm du lieu de la rupture et longue de 10mm, a été découpée pour être observée au MEB. Comme montré en Figure IV-3 pour les éprouvettes à 15°C, des microfissures perpendiculaires à la direction du chargement ont été observées sur toutes les éprouvettes quelle que soit la température d'essai. L'ouverture de ces microfissures varie entre 0.15 et 0.28µm. Mais à 40°C, elles sont plus courtes, plus nombreuses, et leur arrangement est plus diffus qu'à 15°C. Ceci peut s'expliquer par le fait que la matrice est plus fragile à 15°C, ce qui facilite la propagation des micro-fissures. L'accumulation et le caractère diffus des endommagements avant la rupture sont ainsi plus importants avec l'augmentation de la température et donc de la ductilité de la matrice.

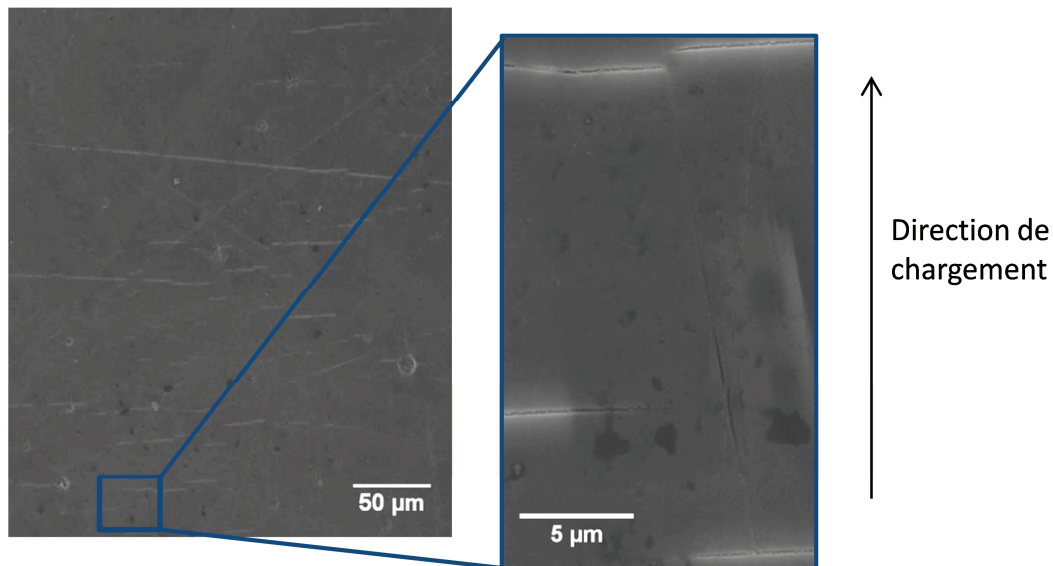


Figure IV-3 : Observations au MEB à deux grossissements différents de la surface située à 40mm de la zone de rupture d'une éprouvette de résine seule testée en traction quasi-statique à 15°C

Comme expliqué au Chapitre III, une manière de quantifier le niveau d'endommagement, noté d^s , consiste à évaluer la perte relative du module d'élasticité sécant à la fin de chaque cycle de charge-décharge. Dans le cas des éprouvettes de résine, cette perte relative est déterminée via l'équation ci-dessous :

$$d^s = 1 - \frac{E_s}{E_s^0} \quad (\text{IV.1})$$

où E_s est calculé comme le rapport entre la contrainte longitudinale maximale σ_{max}^s et la déformation élastique longitudinale maximale ε_{max}^{el} atteintes durant le cycle considéré et E_s^0 est égal à la valeur de E_s obtenue pour le premier cycle de charge-décharge, pour lequel l'endommagement est négligeable. Comme au Chapitre III, la déformation élastique maximale atteinte durant un cycle est définie comme la différence entre la déformation totale atteinte au cours de ce cycle et la déformation résiduelle à la fin du cycle.

Pour chaque éprouvette, le niveau d'endommagement a été tracé en fonction de la déformation élastique (Figure IV-4). Les résultats montrent que la perte de raideur est similaire quelle que soit la température d'essai en dessous d'une déformation de 0,8%. Au-dessus de cette valeur de déformation, le niveau d'endommagement croît plus rapidement à 40°C qu'à 15°C. De plus, le niveau d'endommagement maximum atteint avant rupture est 67% plus élevé à 40°C qu'à 15°C. Ces résultats sont cohérents avec les observations effectuées au MEB.

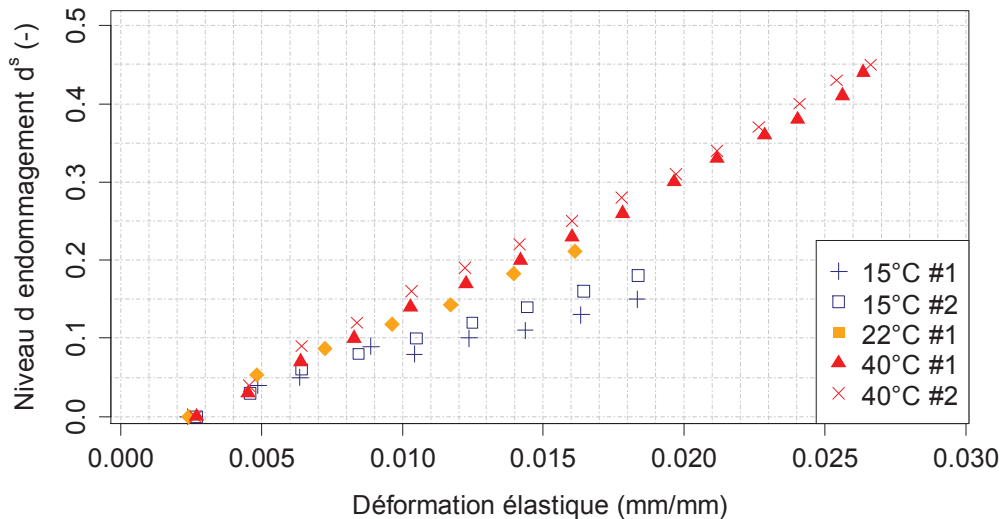


Figure IV-4 : Evolution de l'endommagement d^s en fonction de la déformation élastique dans le cas d'éprouvettes de résine pure testées en traction quasi-statique à 15 et 40°C

Cependant, cette manière de quantifier le niveau d'endommagement dans un matériau ne permet pas de prendre en compte l'influence des phénomènes visqueux qui se produisent dans les polymères. De ce fait, la méthode utilisée précédemment ne permet de quantifier qu'un niveau d'endommagement « apparent » sur la réponse mécanique obtenue à une vitesse de chargement donnée. Cet endommagement apparent n'est alors pas uniquement représentatif de la perte de rigidité induite par le réseau de fissures, mais aussi des déformations induites par les phénomènes plastiques et visqueux.

Dans le but de quantifier les effets visqueux sur l'évolution de l'endommagement, un nouvel essai a été effectué à 22°C avec cette fois, un palier à force constante à la fin de chaque charge et décharge suffisamment long pour permettre à la déformation de se stabiliser (cf. Chapitre II – section II.3.4e-). Les charges et décharges ont été effectuées à une vitesse de $\pm 0.5\text{N/s}$. Cinq cycles ont été réalisés, avec pour tous, un critère d'arrêt de la phase de chargement sur le niveau de déformation. Dans un souci de comparaison, ils ont été pris égaux aux cinq premiers niveaux de déformation de l'essai de traction quasi-statique effectué à 22°C avec cycles de charge-décharge sans paliers de maintien, i.e. de 0.25% à 1.25% par pas de 0.25%. Les paliers de maintien pour les trois premiers cycles ont été fixés respectivement à 6000s, 15000s et 25000s. Le temps fixé pour le palier de maintien à effort nul du troisième cycle ne permettant pas à la déformation de se stabiliser, le temps du palier a été augmenté à 80000s. C'est cette valeur qui a été considérée pour le temps des paliers de maintien des deux derniers cycles. En prenant en compte la durée des charges et décharges de l'éprouvette testée, un essai dure environ cinq jours et demi.

La courbe déformation-temps est présentée en Figure IV-5. Au cours des paliers de maintien, la déformation se stabilise pour les trois premiers cycles et revient à zéro à la fin de ces derniers. Par contre, pour les deux derniers cycles, elle augmente linéairement au cours des paliers de maintien qui suivent les phases de charge, et se stabilise à une valeur non nulle à la fin de ces derniers. Ces résultats mettent en évidence l'apparition de phénomènes viscoplastiques lorsque le niveau de déformation dépasse 0,9%. De plus, la courbe contrainte-déformation, présentée en Figure IV-6, met en évidence l'absence d'écrouissage de la matrice entre les deux derniers cycles, ainsi qu'une perte de raideur de l'éprouvette au cours des trois premiers cycles, puisqu'on note l'absence de déformation résiduelle à la fin de ces derniers.

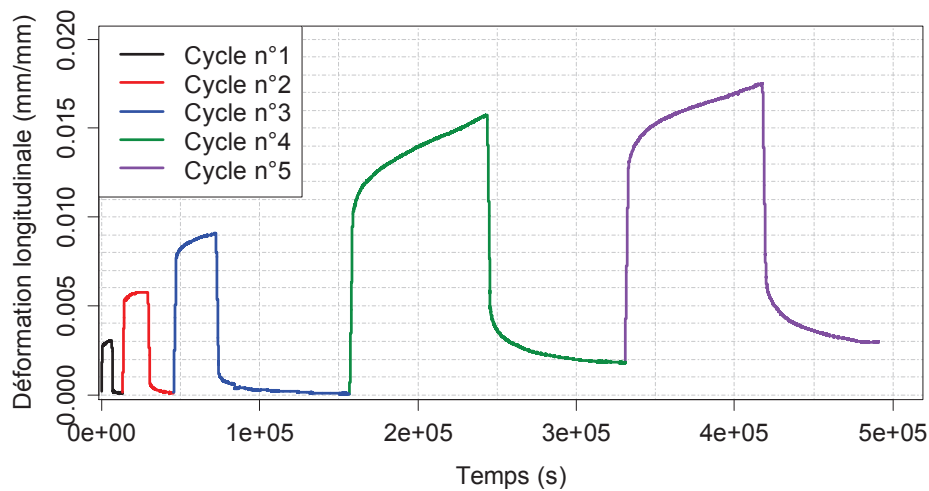


Figure IV-5 : Courbe déformation-temps obtenue à 22°C suite à un essai de traction quasi-statique sur une éprouvette de résine avec cycles de charge-décharge et paliers de maintien à force constante à la fin de chaque charge et décharge (environ 5.5 jours d'essais)

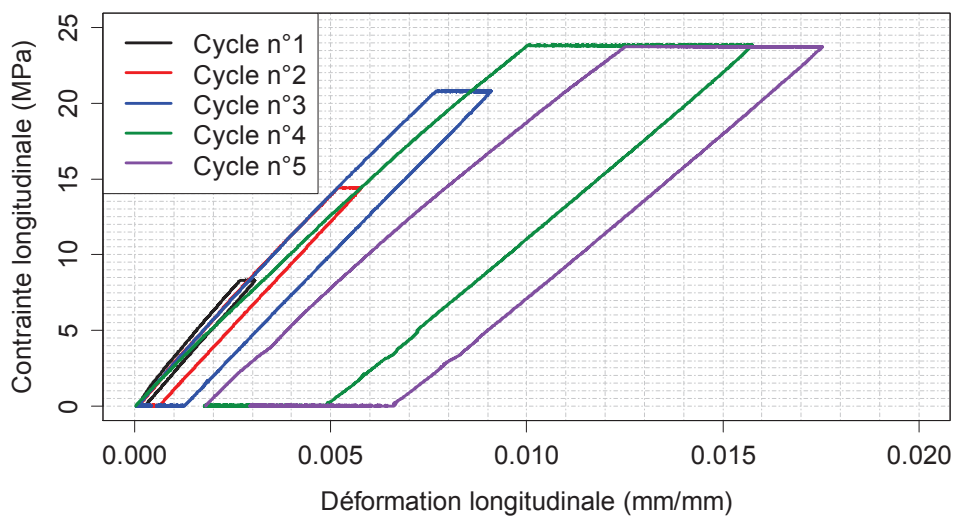


Figure IV-6 : Courbe contrainte-déformation obtenue à 22°C lors d'un essai de traction quasi-statique sur une éprouvette de résine avec cycles de charge-décharge et paliers de maintien à force constante à la fin de chaque charge et décharge

Le niveau d'endommagement d^s a été déterminé en utilisant à nouveau l'Equation (IV.1). Son évolution a été tracée en fonction de la déformation élastique pour être comparée avec celle obtenue lors de l'essai à la même température sans les paliers de maintien (Figure IV-7). Tout d'abord, les résultats obtenus permettent de confirmer la perte de raideur observée sur la courbe contrainte-déformation dès les premiers cycles de charge-décharge. Ensuite, ils montrent que, jusqu'à 0,9% de déformation élastique, l'écart entre les résultats obtenus pour les deux protocoles d'essai permettant d'évaluer le niveau d'endommagement de la résine est faible. Par contre, au-delà de ce seuil, l'écart devient important. Ainsi, à 1.75% de déformation élastique, la valeur du niveau d'endommagement obtenue avec les paliers de maintien est deux fois plus élevée que celle obtenue sans paliers de maintien. Cette différence s'explique par l'apparition d'un endommagement statique ou par fluage (à contrainte constante) dans l'éprouvette à partir de 0.9% de déformation élastique. La Figure IV-8 permet d'observer l'évolution de la déformation résiduelle en fonction de la déformation élastique. On remarque que celle-ci est nulle avant 0.9% de déformation élastique dans le cas des essais avec les paliers de maintien. Il semble donc que la plasticité (déformation résiduelle permanente) et l'endommagement statique ou par fluage se déclenchent au même seuil de chargement.

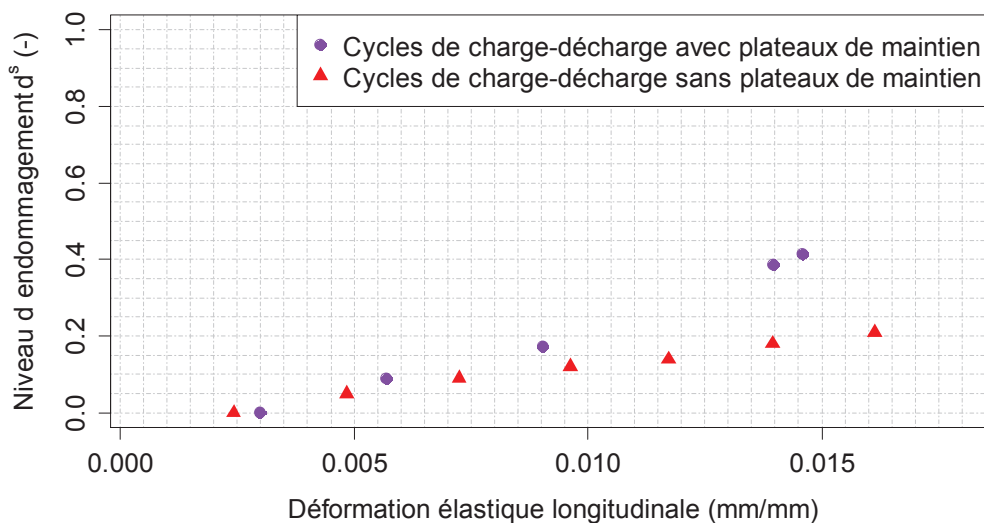


Figure IV-7 : Niveau d'endommagement en fonction de la déformation élastique au cours d'un essai de traction quasi-statique avec cycles de charge-décharge et avec ou sans paliers de maintien entre les phases de chargement sur des éprouvettes de résine pure

Ainsi, dans la mesure où un endommagement statique se produit bel et bien dans le polymère en même temps que les phénomènes visqueux et dans la mesure où le niveau d'endommagement réel du matériau est comparable à celui apparent jusqu'à 0.9% de déformation élastique, il n'est pas aberrant de déterminer seulement le niveau d'endommagement apparent tant que le niveau de chargement appliquée reste inférieur au seuil d'apparition de l'endommagement statique.

Le fait de déterminer seulement le niveau d'endommagement apparent permet un gain de temps considérable. En effet, l'ordre de grandeur de la durée d'un essai avec paliers de maintien dans le cas d'un matériau polymère est de plusieurs jours (environ cinq et demi dans notre cas), puisque les paliers doivent être assez longs pour recouvrir la quasi-totalité des déformations engendrées par les phénomènes visqueux. Sans ces paliers, l'ordre de grandeur de la durée des essais varient entre quelques minutes et quelques heures suivant la vitesse de chargement considérée (quelques minutes dans notre cas).

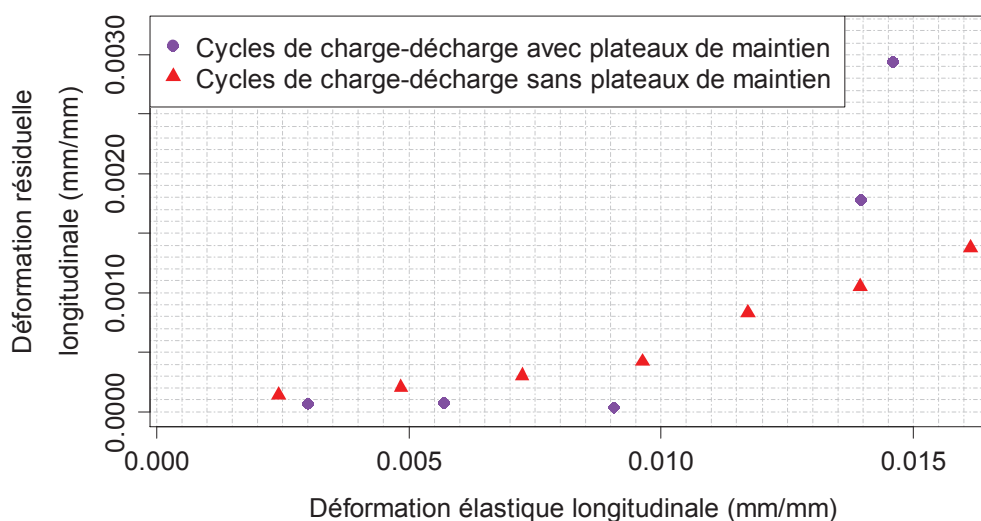


Figure IV-8 : Evolution de la déformation plastique en fonction de la déformation élastique au cours d'un essai de traction quasi-statique avec cycles de charge-décharge et avec ou sans paliers de maintien entre les phases de chargement sur des éprouvettes de résine pure

IV.3. Effet de la température sur le comportement mécanique du composite

IV.3.1. Dans la direction des fibres

Des essais de traction quasi-statique ont été réalisés sur des éprouvettes droites UD $[0]_4$ à 15, 20 et 40°C afin de déterminer l'influence de la température sur le comportement sens fibre du composite, c'est-à-dire sur le module d'élasticité longitudinal initial E_1^0 , la résistance mécanique σ_{11}^{ult} et la déformation à rupture ε_{11}^{ult} . Ils ont été effectués à une vitesse de déplacement de 1 mm/min. Le taux volumique de fibres des éprouvettes est similaire, puisqu'il varie entre 59,2 et 59,5%. Le module d'élasticité longitudinal initial tangent E_1^0 a été déterminé entre 0,05 et 0,25% de déformation longitudinale.

Les courbes-type contrainte-déformation obtenues pour les différentes températures d'essai sont présentées en Figure IV-9. Les valeurs obtenues pour le module d'élasticité longitudinal initial

tangent E_1^0 , la résistance mécanique σ_{11}^{ult} et la déformation à rupture ε_{11}^{ult} ont été déterminés pour chaque éprouvette et une moyenne a ensuite été effectuée à chaque température d'essai. Les résultats sont présentés dans le Tableau IV-2.

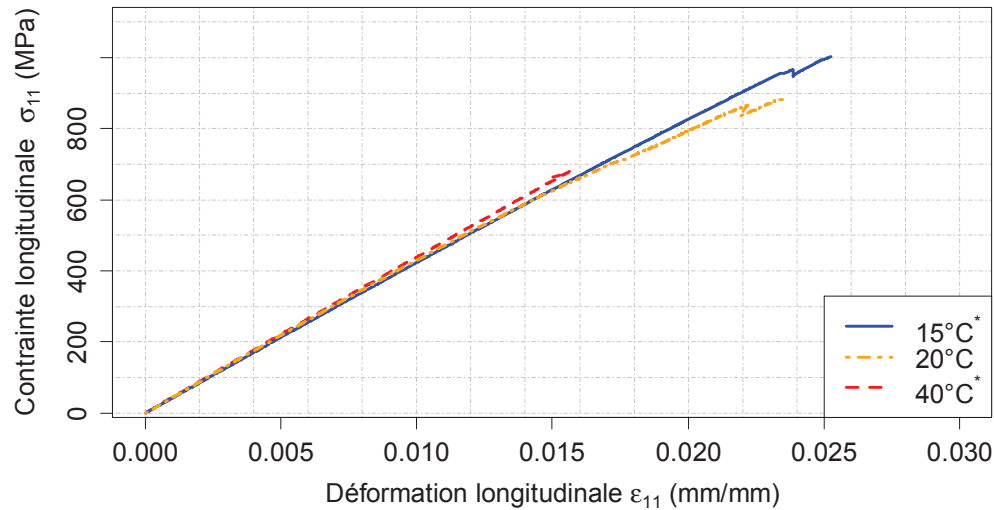


Figure IV-9 : Courbes-type contrainte-déformation longitudinales obtenues à 15, 20 et 40°C pour des éprouvettes droites UD [0]₄ testées en traction quasi-statique monotone (* : les essais se sont arrêtés après rupture des joints de colle entre les talons et les éprouvettes)

Ces résultats montrent que la température n'a pas d'influence significative sur le module d'élasticité longitudinal E_1^0 entre 15 et 40°C puisque que la variation observée est de 4% seulement. Cette variation est similaire à celle obtenue à partir des résultats de l'analyse DMA (effectuée à 1Hz) pour le module de stockage (chute de 4%). Par contre, le mode de rupture des éprouvettes testées à 15 et 40°C n'a permis de déterminer qu'un seuil minimum de la résistance mécanique et de la déformation à rupture. En effet, les essais se sont arrêtés suite à la rupture des joints de colle entre les talons et les éprouvettes. De ce fait, il n'a pas été possible de conclure sur l'influence de la température sur ces deux paramètres grâce à ces essais.

Pour tenter de contrevenir à ce problème, des essais ont été réalisés à 20°C sur des éprouvettes échancrées UD [0]₄ dont le taux volumiques de fibres est de $57,9 \pm 0,8\%$. Ils ont permis d'obtenir une contrainte à rupture de $959 \pm 20\text{MPa}$, mais leur mode de rupture reste discutable dans la mesure où les éprouvettes rompent en deux temps. En effet, comme montré en Figure IV-10, deux chutes de l'effort sont observées pendant les essais : la première correspondant à la rupture des extrémités des bords curvilignes des éprouvettes (Figure IV-11), et la deuxième à la rupture finale des éprouvettes.

Température d'essai (°C)	E_1^0 (GPa)	σ_{11}^{ult} (MPa)	ε_{11}^{ult} (mm/mm)
15	$42,7 \pm 4,2$	$> 1048 \pm 21^*$	$> 0,019^*$
20	$43,8 \pm 3,5$	858 ± 17	0,022
40	$44,4 \pm 3,6$	$> 669 \pm 13^*$	$> 0,015^*$
Variation entre 15 et 40°C (%)	+4	/	/

Tableau IV-2 : Moyenne du module longitudinal initial, de la résistance mécanique et de la déformation à rupture obtenues à 15, 20 et 40°C pour des éprouvettes droites UD $[0]_4$ testées en traction quasi-statique monotone (* : les essais se sont arrêtés après rupture des joints de colle entre les talons et les éprouvettes)

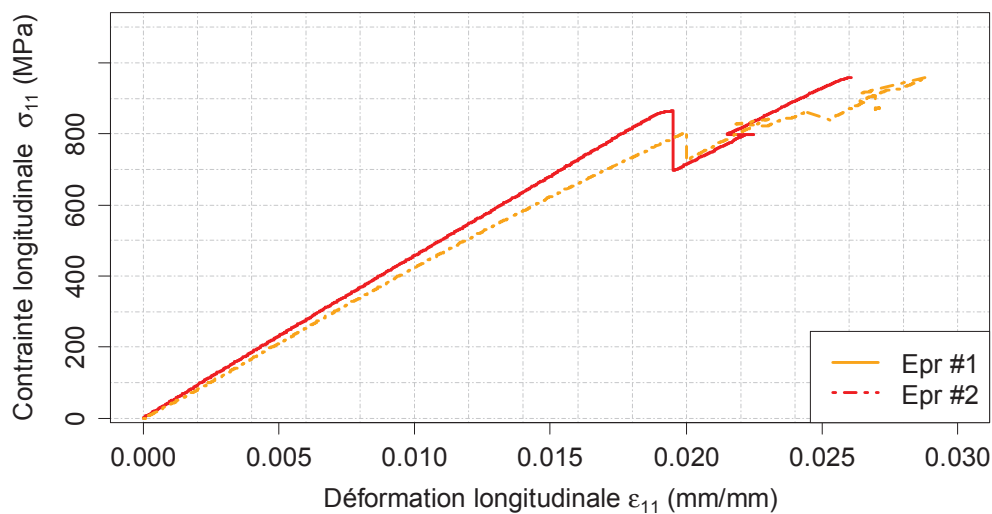


Figure IV-10 : Courbes contrainte-déformation longitudinales obtenus à 20°C pour des éprouvettes échancrées UD $[0]_4$ testées en traction quasi-statique monotone

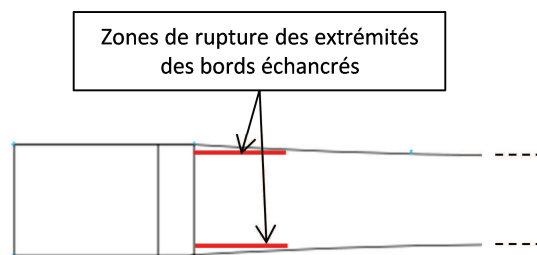


Figure IV-11 : Schéma représentant les zones de rupture des extrémités des bords échancrés à l'origine de la 1^{ière} chute de la contrainte visible en Figure IV-10

En conséquence, l'influence de la température sur les propriétés à rupture dans la direction des fibres a été étudiée à partir d'essais à 15, 20 et 40°C sur des éprouvettes à bords parallèles BXS $[(0/90)_2]_s$ dont le taux volumique de fibres était de $56,0 \pm 0,9\%$. Ils ont tous été réalisés à 0,5 mm/min. Le module longitudinal initial tangent E_x^0 de la stratification a été déterminé entre 0,05 et 0,25% de déformation longitudinale. Comme expliqué au Chapitre III, la contrainte à rupture σ_{11}^{ult} des

plis à 0° est considérée comme valant le double de la contrainte à rupture σ_{xx}^{ult} des éprouvettes BXS [(0/90)₂]_s (Caous, 2017).

Certaines courbes contrainte-déformation sont présentées en Figure IV-12. Les valeurs moyennes obtenues à chaque température d'essai pour le module d'élasticité E_x^0 , la contrainte à rupture dans la direction des fibres σ_{11}^{ult} et la déformation à rupture ε_{xx}^{ult} , sont résumées dans le Tableau IV-3. Les faibles variations obtenues permettent de dire que la température n'a pas une influence significative sur le comportement des stratifiés dans la direction des fibres entre 15 et 40°C, et ce, même dans le cas de stratifications comportant des plis transverse. Toutefois, il est important de noter que les incertitudes données dans le Tableau IV-3 ne tiennent pas compte des variabilités matériaux, et donc, que les écart-types obtenus pour la contrainte à rupture σ_{11}^{ult} sont plus élevés que les incertitudes.

Température d'essai (°C)	E_x^0 (GPa)	σ_{11}^{ult} (MPa)	ε_{xx}^{ult} (mm/mm)
15	27,9 ± 2,2	1128 ± 22	0,025
20	26,9 ± 2,1	1087 ± 22	0,026
40	26,1 ± 2,0	1042 ± 20	0,024
Variations entre 15 et 40°C (%)	-8	-8	-4

Tableau IV-3 : Valeurs moyennes du module longitudinal initial, de la contrainte à rupture des plis à 0° et de la déformation à rupture obtenues à 15 et 40°C pour des éprouvettes BXS [(0/90)₂]_s testées en traction quasi-statique monotone

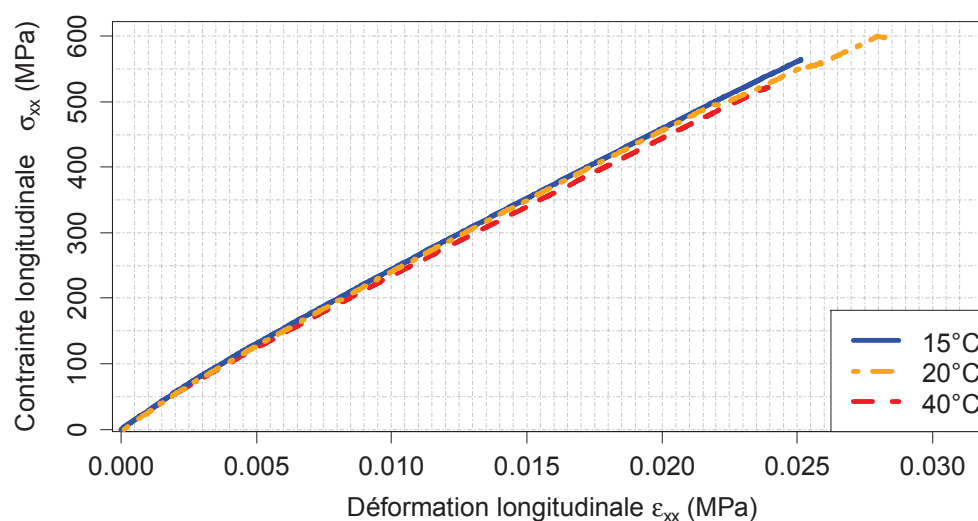


Figure IV-12 : Exemple de courbes contrainte-déformation à 15, 20 et 40°C d'éprouvettes BXS [(0/90)₂]_s testées en traction quasi-statique monotone

IV.3.2. Sous un chargement prépondérant en cisaillement

a- Stratification BXS $[(\pm 45)_2]_s$

Des essais de traction quasi-statique avec cycles de charge-décharge ont été réalisés sur des éprouvettes BXS $[(\pm 45)_2]_s$ à plusieurs températures, dans le but de générer un chargement engendrant principalement du cisaillement à l'échelle du pli, et ainsi pouvoir mettre en évidence les phénomènes non linéaires engendrés notamment par le développement d'endommagements. Les éprouvettes proviennent de la même plaque et ont un taux volumique de fibres de $51,4 \pm 0,7\%$. Les essais ont été interrompus après atteinte d'une déformation longitudinale de 5% (comme préconisé par la norme ISO 14129 (NF EN ISO 14129 - Composites plastiques renforcés de fibres : Détermination de la réponse contrainte-déformation en cisaillement plan, module et résistance compris, par essai de traction à $\pm 45^\circ$, 1998). En effet, au-delà de cette valeur, le chargement n'est plus représentatif des sollicitations observées dans une structure. Les essais ont été réalisés à une vitesse de déplacement de 0.5mm/min. Les courbes contrainte-déformation sont présentées en Figure IV-13, mises à part celles obtenues à 20°C pour permettre une meilleure lisibilité. On peut voir que la température a une forte influence sur le niveau de contrainte atteint à un niveau de déformation donné, ce dernier étant à 40°C, par exemple, deux fois inférieur à celui atteint à 15°C.

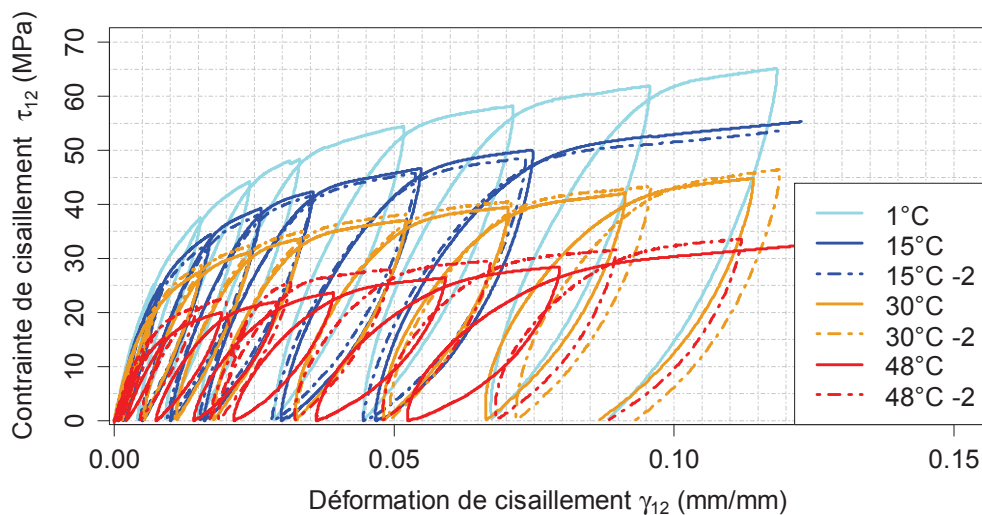


Figure IV-13 : Comportement en cisaillement d'éprouvettes BXS $[(\pm 45)_2]_s$ testées en traction quasi-statique avec cycles de charge-décharge à 1°C, 15°C, 30°C et 48°C

Le module de cisaillement sécant initial G_{12s}^0 et la résistance en cisaillement maximale prise à 5% de déformation longitudinale τ_{12}^{max} ont été déterminés pour chaque éprouvette et une moyenne a ensuite été effectuée à chaque température d'essai. Les résultats obtenus sont présentés respectivement en Figure IV-14 et en Figure IV-15. Ils mettent en évidence une influence significative de la température sur les propriétés mécaniques en cisaillement du composite étudié. En effet, entre

1 et 48°C, le module de cisaillement chute de 40% et la contrainte en cisaillement maximale de 52%. De plus, la chute du module de cisaillement sécant initial se produit majoritairement entre 1 et 15°C (-19%), et entre 30 et 48°C (-26%), puisque le module de cisaillement initial évolue peu entre 15 et 30°C (variation de -2.5% entre 15 et 20°C et de +1.3% entre 20 et 30°C) (Figure IV-13). La chute de la contrainte de cisaillement maximale τ_{12}^{max} est, quant à elle, assez linéaire entre 1 et 48°C (Figure IV-15). De plus, elle est du même ordre de grandeur que celle observée sur la résine seule entre 15 et 40°C, puisqu'elle est de 33% alors que celle de la résine est de 25%.

Par contre, la chute du module de cisaillement initial entre 1 et 48°C est deux fois plus élevée que celle observée sur les résultats de l'analyse DMA (-18% seulement). Cette différence peut provenir du fait que le premier cycle de charge-décharge, utilisé pour déterminer le module longitudinal initial, est effectué à une fréquence bien plus faible que l'analyse DMA, à savoir 0.013Hz au lieu d'1Hz.

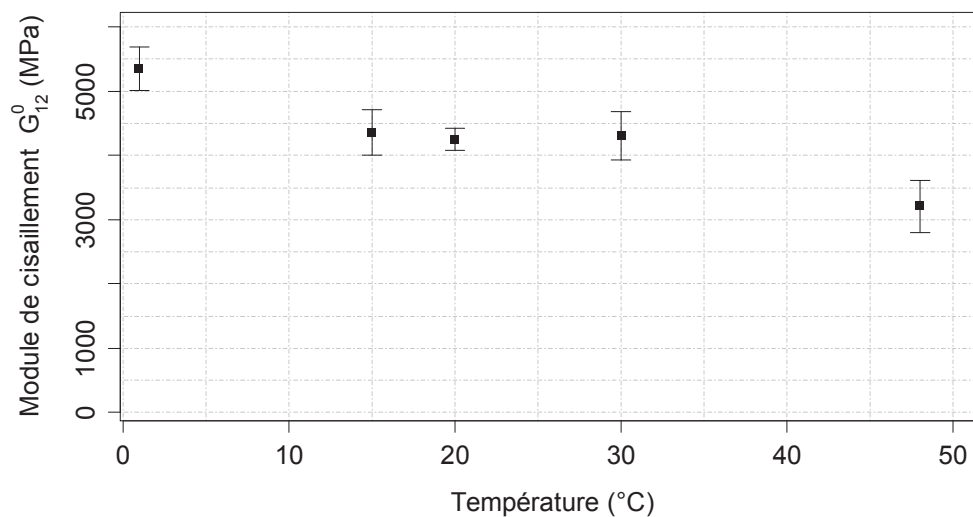


Figure IV-14 : Evolution du module de cisaillement sécant initial du pli unidirectionnel G_{12s}^0 en fonction de la température d'essai, dans le cas d'éprouvettes BXS $[(\pm 45)_2]_s$, dont le taux volumique de fibres moyen est de $51.3 \pm 0.7\%$

De la même manière que dans le Chapitre III, le niveau d'endommagement en cisaillement apparent des éprouvettes, noté d_{12}^s , peut être évalué en calculant la perte relative du module de cisaillement sécant à la fin de chaque cycle de charge-décharge (cf. section III.3.2.a-). Pour chaque éprouvette, le niveau d'endommagement est ensuite tracé en fonction de la déformation de cisaillement. Les résultats, présentés en Figure IV-16, montrent alors que le niveau d'endommagement à une déformation de cisaillement élastique ou résiduelle donnée n'est pas significativement influencé par la température d'essai. Ainsi, les mécanismes d'endommagement engendrés par un chargement en cisaillement sont principalement pilotés par le niveau de déformation totale, élastique ou résiduelle plutôt que par le niveau de contrainte, qui chute avec l'augmentation de la température.

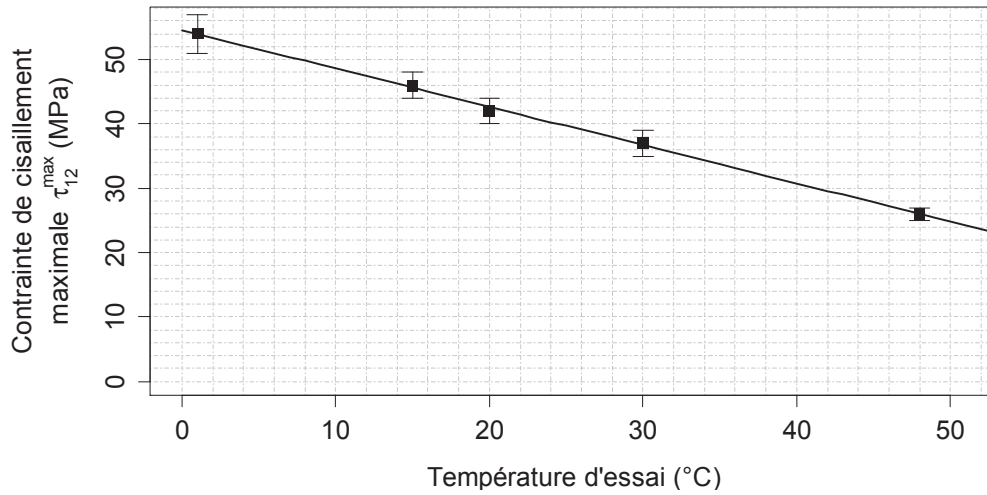
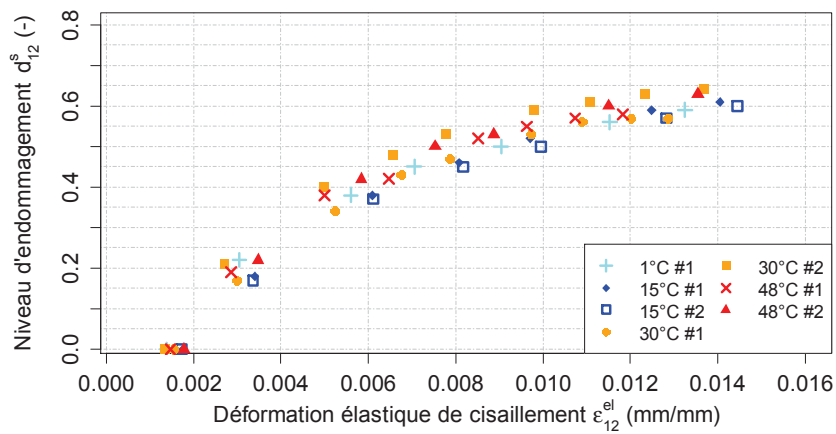
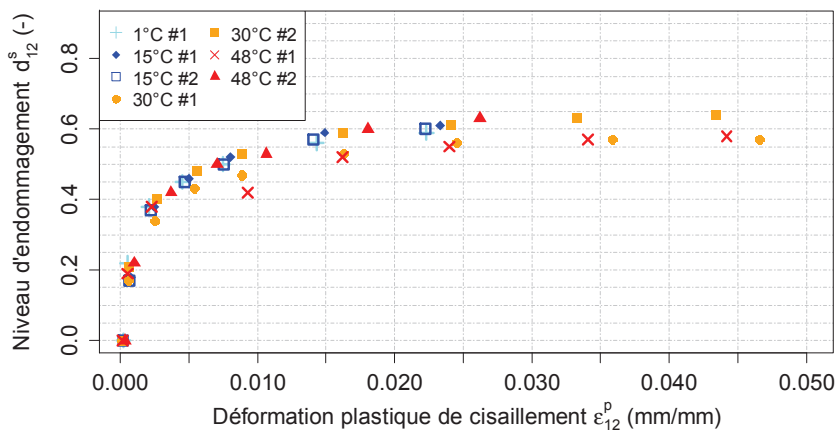


Figure IV-15 : Evolution de la contraite de cisaillement maximale prise à 5% de la déformation longitudinale τ_{12}^{max} , en fonction de la température d'essai, dans le cas d'éprouvettes BXS $[(\pm 45)_2]_s$ testées en traction quasi-statique, dont le taux volumique de fibres moyen est de $51.3 \pm 0.7\%$



(a)



(b)

Figure IV-16 : Evolution de l'endommagement d_{12}^s en fonction de (a) la déformation élastique de cisaillement ϵ_{12}^{el} et (b) la déformation résiduelle de cisaillement ϵ_{12}^p pour des éprouvettes BXS $[(\pm 45)_2]_s$ testées en traction quasi-statique à 1, 15, 30 et 48°C

De plus, pour déterminer l'influence de la température sur l'évolution des déformations résiduelles de cisaillement, il est possible de tracer ces dernières en fonction de la déformation élastique de cisaillement pour chaque essai. Les résultats, présentés en Figure IV-17, montrent une dispersion plus importante des résultats pour une déformation élastique de cisaillement supérieure à 0.8%. Toutefois, on note qu'à une déformation en cisaillement élastique donnée, la déformation résiduelle de cisaillement est plus importante lorsque la température augmente.

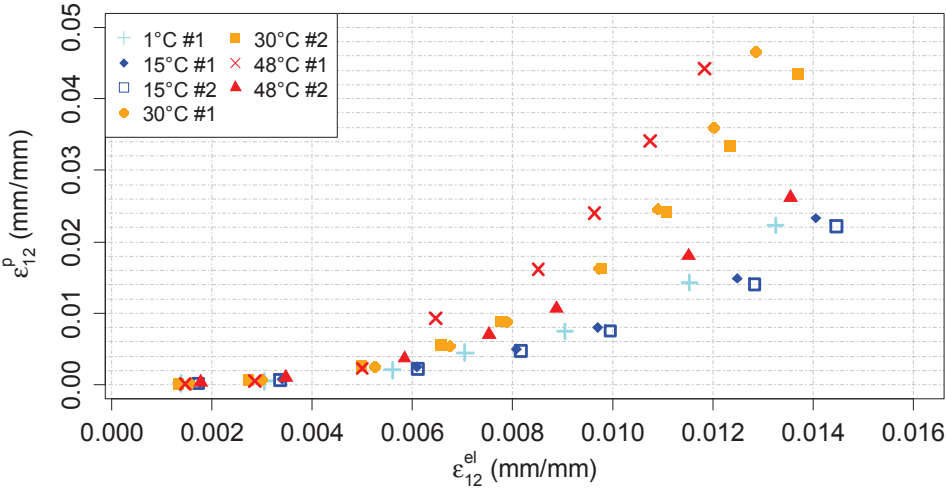


Figure IV-17 : Evolution de la déformation résiduelle en cisaillement ϵ_{12}^p en fonction de la déformation élastique en cisaillement ϵ_{12}^{el} dans le cas d'éprouvettes BXS $[(\pm 45)_2]_s$ testées en traction quasi-statique à 1, 15, 30 et 48°C

Enfin, des essais de traction quasi-statique avec observation in-situ des endommagements ont été réalisés à 15°C (description des essais au Chapitre II – section II.3.4.f-). Ils ont permis d'observer l'apparition de fissures transverses sur les tranches des éprouvettes testées. Cependant, ces fissures disparaissent après polissage des tranches des éprouvettes sur environ 1mm de profondeur. Leur présence n'est donc due qu'aux effets de bord. Ces résultats concordent avec ceux obtenus par (Laeuffer et al., 2016) dans le cas d'un composite à matrice époxy renforcé de fibres de carbone. Par ailleurs, aucun délaminage n'a été observé sur la tranche des éprouvettes. Ces observations confirment le fait qu'un chargement engendrant majoritairement du cisaillement induit un endommagement diffus.

b- Stratification UD $[(+45/-45)_2]_s$

Des essais similaires ont été effectués sur la stratification UD $[(+45/-45)_2]_s$ dans un but de comparaison. Les résultats montrent aussi que la température influence de manière significative le niveau de contrainte atteint à un niveau de déformation donné (Figure IV-18) et que le niveau d'endommagement des éprouvettes est principalement piloté par le niveau de déformation élastique et résiduelle de cisaillement plutôt que par le niveau de contrainte (Figure IV-19). Par

contre, les résultats montrent qu'à un niveau de déformation élastique de cisaillement donné, l'évolution de la déformation résiduelle de cisaillement n'est pas significativement impactée par la température d'essai, contrairement à ce qui est observé pour la stratification BXS $[(\pm 45)_2]_s$ (Figure IV-20). Ainsi, pour la stratification UD $[(+45/-45)_2]_s$, l'évolution de la déformation résiduelle de cisaillement est elle aussi principalement pilotée par le niveau de déformation élastique de cisaillement. Cet écart peut être dû à la différence de structure entre les renforts UD et BXS. En effet, tout d'abord, il a été montré au Chapitre II, que l'angle théorique de 90° entre les orientations des deux plis des nappes BXS n'était pas toujours retrouvé dans la réalité. Ainsi, les éprouvettes BXS testées peuvent être potentiellement asymétriques et/ou déséquilibrées. Ensuite, les renforts UD et les renforts BXS ont une structure tissée très déséquilibrée différente puisque les renforts UD (à 0°) possèdent des torons de fibres dans le sens trame (i.e. à 90°) à hauteur d'environ 3.5% de leur grammage, tandis que les renforts BXS (à $\pm 45^\circ$) possèdent des torons de fibres dans le sens chaîne (i.e. à 0°) à hauteur d'environ 0.2% de leur grammage.

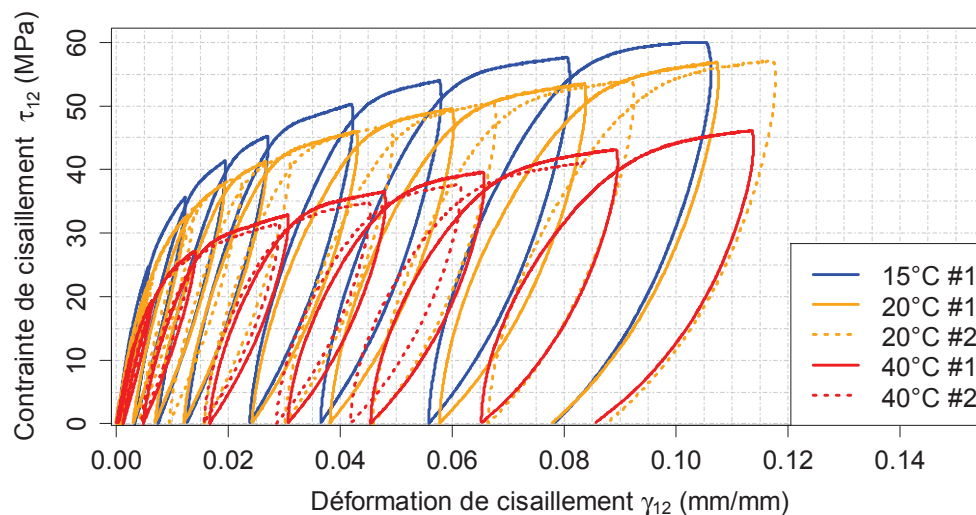
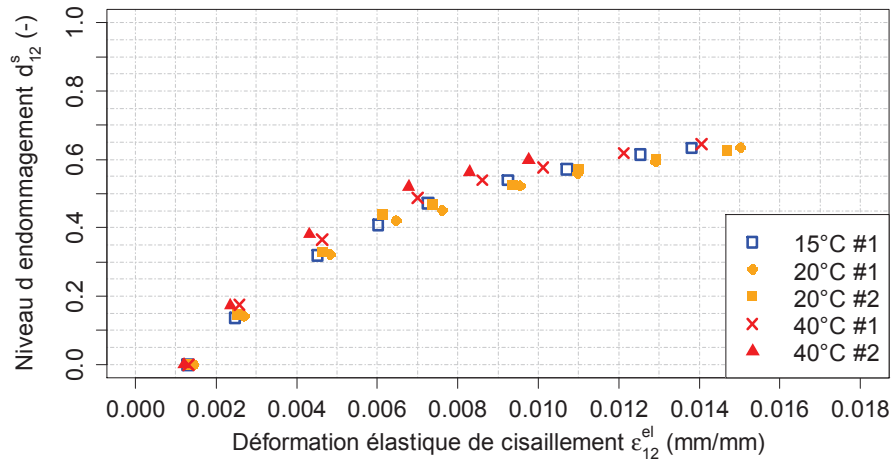
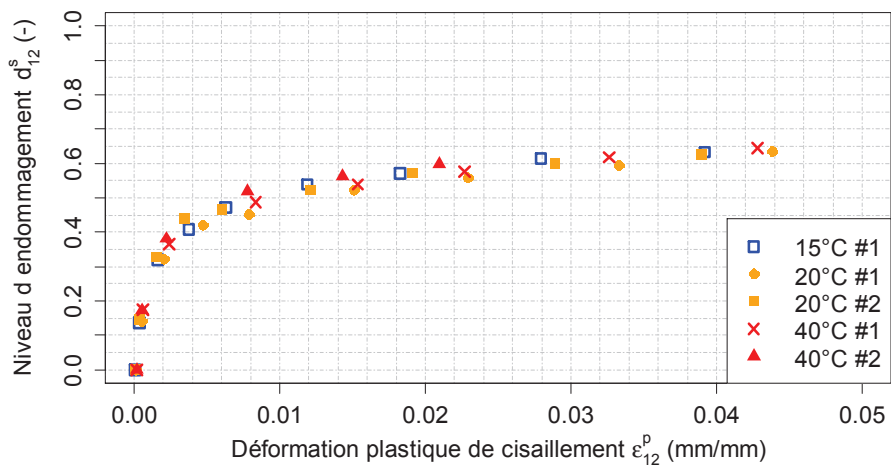


Figure IV-18 : Comportement en cisaillement d'éprouvettes UD $[(+45/-45)_2]_s$ testées en traction quasi-statique à 15°C , 20°C et 40°C

De plus, ces résultats montrent que les paramètres de la loi d'endommagement en cisaillement du modèle décrit au Chapitre III (b , n , Y_0 , K et γ) peuvent être considérés comme indépendants de la température entre 15 et 40°C pour le renfort UD. Cette hypothèse a été vérifiée en identifiant les paramètres à chaque température d'essai (cf. ANNEXE E). Pour le renfort BXS, cette hypothèse est plus difficile à vérifier car les valeurs des paramètres de la loi d'endommagement fluctuent de manière importante avec l'augmentation de la température entre 1 et 48°C (cf. ANNEXE E).



(a)



(b)

Figure IV-19 : Evolution du niveau d'endommagement d_{12}^s en fonction de (a) la déformation élastique en cisaillement ϵ_{12}^{el} et (b) la déformation résiduelle en cisaillement ϵ_{12}^p dans le cas d'éprouvettes UD [(+45/-45)₂]_s testées en traction quasi-statique à 15, 20 et 40°C

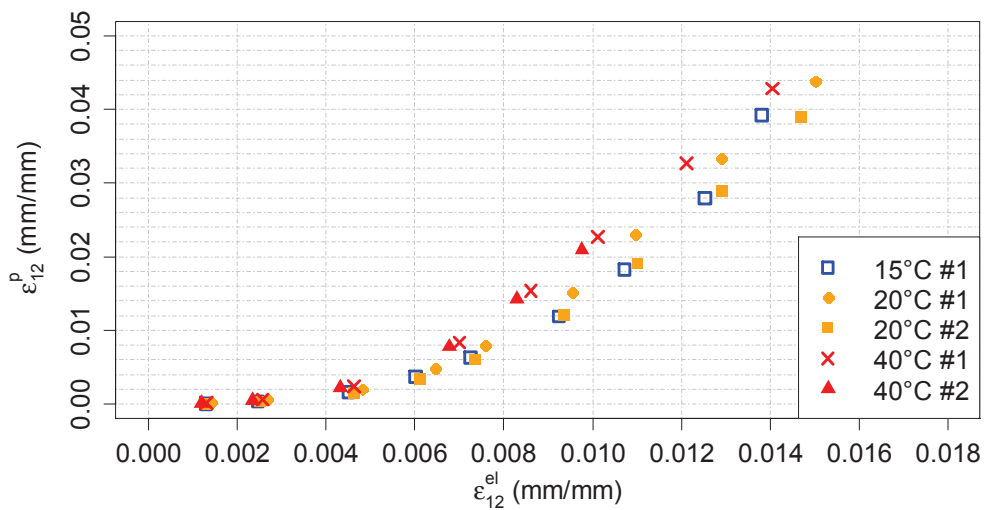


Figure IV-20 : Evolution de la déformation en cisaillement résiduelle ϵ_{12}^p en fonction de la déformation élastique en cisaillement ϵ_{12}^{el} dans le cas d'éprouvettes UD [(+45/-45)₂]_s testées en traction quasi-statique à 15, 20 et 40°C

c- Discussion sur le protocole d'essai utilisé pour déterminer de la perte de raideur pour les stratifiés BXS $[(\pm 45)_2]_s$ et UD $[(+45/-45)_2]_s$

Comme pour les essais sur éprouvettes de résine pure, la méthode utilisée dans les sections IV.3.2a- et IV.3.2b- pour quantifier le niveau d'endommagement dans un matériau ne permet pas de prendre en compte l'influence des phénomènes visqueux qui se produisent dans le composite. De ce fait, de la même manière que dans le cas des essais sur des éprouvettes de résine pure, un essai de traction quasi-statique avec cycles de charge-décharge a été effectué à 20°C sur une éprouvette BXS $[(\pm 45)_2]_s$, avec cette fois, un palier à force constante à la fin de chaque charge et décharge suffisamment long pour permettre à la déformation de se stabiliser (cf. Chapitre II – section II.3.4.e-). Les charges et décharges ont été effectuées à une vitesse de déplacement de $\pm 0.003\text{mm/min}$. Les déformations longitudinale (L) et transversale (T) ont été mesurées via une jauge biaxiale de 350Ω . La déformation longitudinale a aussi été mesurée par extensométrie dans un souci de comparaison des moyens de mesure, la valeur donnée par la jauge étant plus locale que celle donnée par l'extensomètre. Six cycles ont été réalisés, avec pour tous, un critère d'arrêt de la phase de chargement sur le niveau de déformation longitudinale. Six niveaux de déformation longitudinale ont été considérés : de 0.125% à 0.75% par pas de 0.125%. Les paliers de maintien pour les quatre premiers cycles de charge-décharge ont été fixés à 25200s, ce qui représente 7h d'essai. Ceux pour les deux derniers cycles de charge-décharge ont été fixés à 36000s, ce qui représente 10h d'essai. En prenant en compte la durée des charges et décharges de l'éprouvette testée, l'essai dure environ 4 jours et demi.

Les courbes déformation-temps sont présentées en Figure IV-21, et la courbe contrainte-déformation en cisaillement obtenue est présentée en Figure IV-22. Au cours des paliers de maintien, la déformation se stabilise pour les deux premiers cycles. Par contre, pour les quatre derniers cycles, elle semble augmenter linéairement au cours des paliers de maintien qui suivent les charges statiques, et se stabilise à une valeur non nulle à la fin des paliers qui suivent les décharges. Ces résultats semblent mettre en évidence l'apparition de phénomènes viscoplastiques à partir d'une déformation en cisaillement d'environ 0.5%. De plus, la déformation en cisaillement revient à zéro à la fin du premier cycle de charge-décharge, indiquant que le stratifié n'a subi aucun endommagement après avoir subi une déformation en cisaillement d'environ 0.22%. Enfin, ces courbes montrent une bonne corrélation entre les mesures de déformation longitudinale de la jauge et de l'extensomètre.

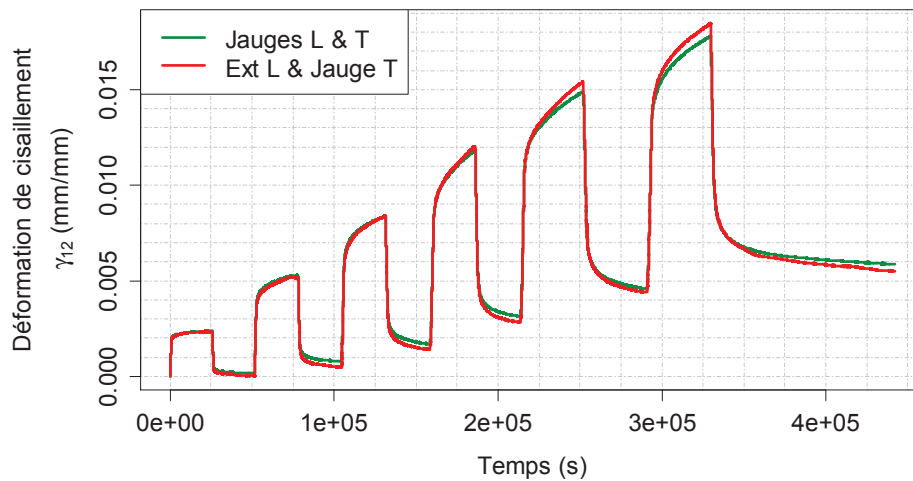


Figure IV-21 : Courbes déformation de cisaillement-temps obtenue à 22°C lors d'un essai de traction quasi-statique sur une éprouvette BXS $[(\pm 45)_2]_s$, avec cycles de charge-décharge et paliers de maintien à force constante entre les phases de chargement

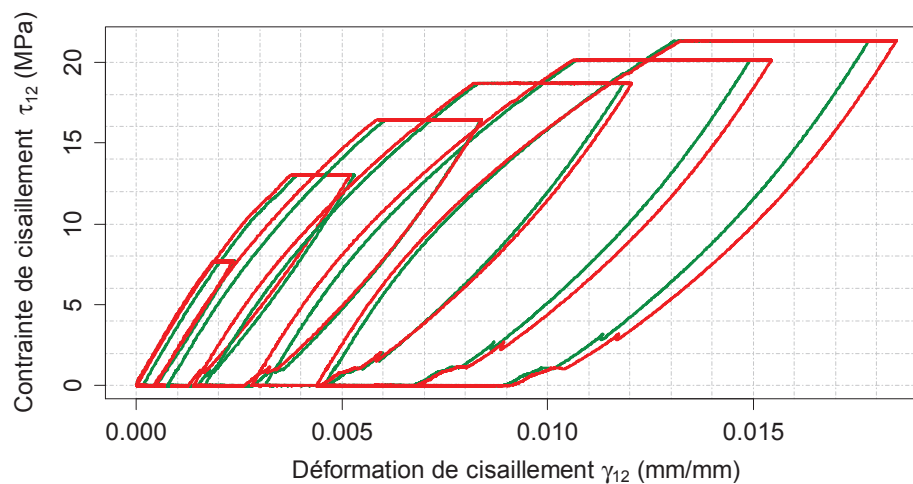


Figure IV-22 : Courbes contrainte-déformation de cisaillement obtenue à 22°C suite à un essai de traction quasi-statique sur une éprouvette BXS $[(\pm 45)_2]_s$, avec cycles de charge-décharge et paliers de maintien à force constante entre les phases de chargement

Le niveau d'endommagement a été déterminé de la même manière qu'à la section IV.3.2.a-. Son évolution a été tracée en fonction de la déformation élastique de cisaillement en Figure IV-23, pour être comparée avec celles obtenues pour les essais avec cycles de charge-décharge sans paliers de maintien. Les résultats mettent en évidence une perte de raideur dès les premiers cycles, mais ils montrent aussi que cette perte de raideur est environ 1.6 fois plus élevée quand les phénomènes visqueux sont pris en compte, à partir d'une déformation élastique de cisaillement de 0.8%. Cependant, les incertitudes liées au fait que le seuil de déformation élastique en cisaillement correspondant à l'initiation de l'endommagement ne soit pas connu précisément permettent de conclure que l'écart obtenu pour le niveau d'endommagement entre les deux types d'essai, d'un facteur 1.6, reste relatif.

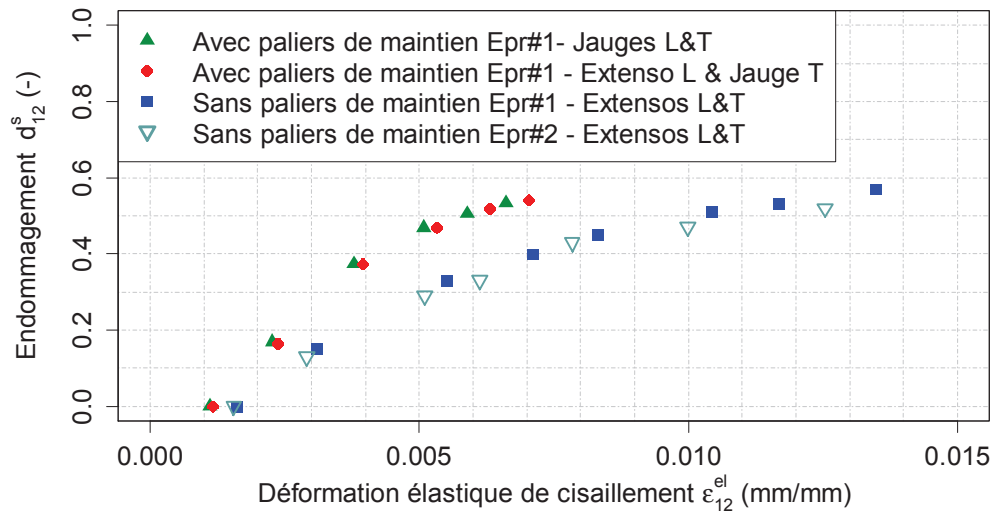


Figure IV-23 : Evolution de l'endommagement en cisaillement d_{12}^s en fonction de la déformation élastique de cisaillement ϵ_{12}^{el} au cours d'essais de traction quasi-statique sur des éprouvettes BXS $[(\pm 45)_2]_s$ avec cycles de charge-décharge, avec ou sans paliers de maintien à force constante entre les phases de chargement

Enfin, l'évolution de la déformation en cisaillement plastique en fonction de la déformation en cisaillement élastique est tracée en Figure IV-24. Les résultats montrent que les deux méthodes donnent des résultats similaires jusqu'à une déformation élastique de cisaillement d'environ 1.4%.

En conclusion, jusqu'à une déformation élastique de cisaillement de 1.4%, il n'est pas nécessaire d'utiliser un protocole d'essai permettant de recouvrir les déformations engendrées par les phénomènes visqueux.

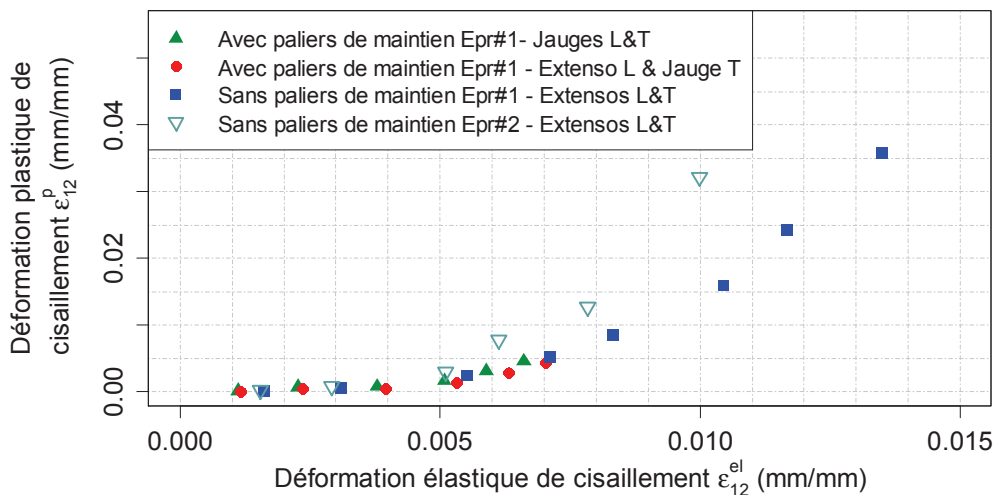


Figure IV-24 : Evolution de la déformation plastique de cisaillement ϵ_{12}^p en fonction de la déformation élastique de cisaillement ϵ_{12}^{el} au cours d'essais de traction quasi-statique sur des éprouvettes BXS $[(\pm 45)_2]_s$ avec cycles de charge-décharge et avec ou sans paliers de maintien à force constante entre les phases de chargement

IV.3.3. Dans la direction transverse

Pour évaluer l'influence de la température sur le comportement transverse du composite, des essais de traction quasi-statique ont été menés à 1, 15 et 40°C sur des éprouvettes droites UD [90]₄, à une vitesse de déplacement de 0,5mm/min. Ces essais ont été réalisés sous forme de cycles de charge-décharge afin de mettre en évidence les phénomènes non linéaires et notamment la perte de raideur des éprouvettes. Les éprouvettes proviennent de la même plaque de composite et ont un taux volumique de fibres de 58.5 ± 0.7%. Le module transverse initial tangent E_2^0 a été déterminé entre 0,01 et 0,1% de déformation longitudinale.

Les courbes contrainte-déformation correspondant à ces essais sont présentées en Figure IV-25. Les valeurs obtenues pour le module transverse initial tangent E_2^0 , la résistance mécanique σ_{22}^{ult} et la déformation à rupture ε_{22}^{ult} sont présentées dans le Tableau IV-4. A noter que seul un seuil minimum de la déformation à rupture a pu être déterminé pour l'essai à 40°C, suite à un problème de mesure de la déformation à la fin de ce dernier.

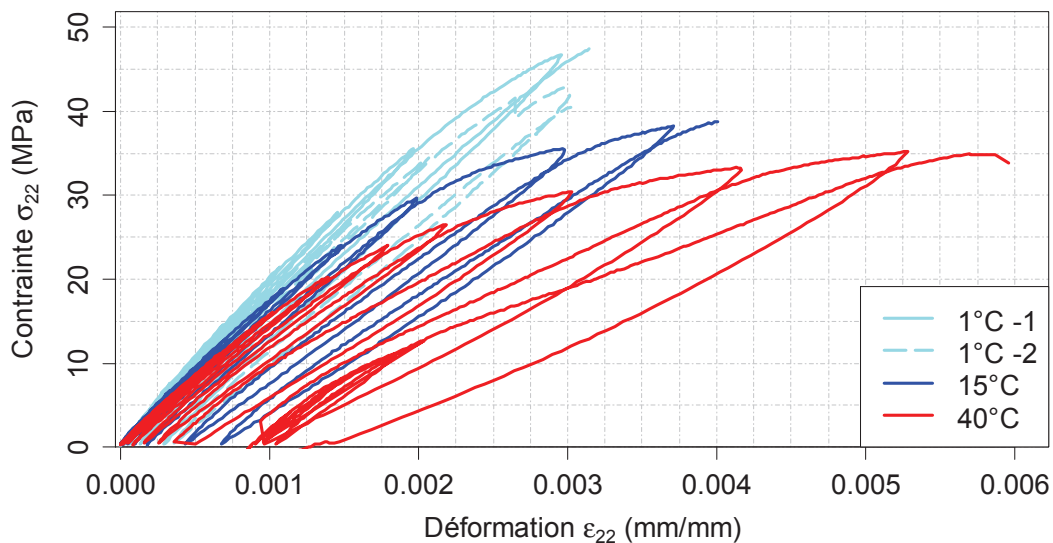


Figure IV-25 : Comportement mécanique à 1, 15 et 40°C d'éprouvettes UD [90]₄ testées en traction quasi-statique à 0.5mm/min

De 1 à 15°C et de 15 à 40°C, le module transversal initial diminue de 11% à chaque fois, la résistance mécanique de respectivement 13% et 10%, et la déformation à rupture augmente respectivement de 25% et de plus de 25%. La chute du module transversal initial entre 1 et 40°C (-20%) est plus élevée que celle observée sur les résultats de l'analyse DMA (-14% seulement). Cette différence peut provenir du fait que le premier cycle de charge-décharge, utilisé pour déterminer le module longitudinal initial) est effectué à une fréquence bien plus faible que l'analyse DMA, à savoir 0.013Hz pour 1Hz. La réponse mécanique obtenue est différente de celle à laquelle on pouvait s'attendre. En

effet, comme expliqué au Chapitre II – section II.3.1, sur ce type de stratification, la première fissure qui s’initie se propage, en général, immédiatement dans l’épaisseur et la largeur de l’éprouvette, conduisant à la rupture totale de cette dernière. Le comportement ductile des éprouvettes observé à 15 et 40°C notamment trouve principalement son explication dans la structure des renforts des plis UD. En effet, comme on peut le voir dans le Tableau II-2, ces renforts ne sont pas purement unidirectionnels puisqu’ils possèdent des torons de fibres de verre dans le sens trame à hauteur de 3,5% de leur grammage. Ainsi, le stratifié UD [90]₄ se comporte comme un tissu très déséquilibré. Or, il a été montré que la présence des torons dans le sens trame entraîne l’initiation de plusieurs fissures transverses avant la rupture de l’éprouvette (Hochard and Thollon, 2010). De ce fait, cette dernière n’intervient pas dès l’initiation de la première fissure transverse et la déformation maximale que le stratifié peut atteindre est alors plus importante. La présence de plusieurs fissures transverses dans le stratifié testé a été vérifiée au microscope optique sur la tranche des éprouvettes. Une des images obtenues est donnée en Figure IV-26 pour $\varepsilon = 0.55\%$.

Température d’essai (°C)	E_2^0 (GPa)	σ_{22}^{ult} (MPa)	ε_{22}^{ult} (%)
1	18,6 ± 2,7	45 ± 1	0,003
15	16,4 ± 2,1	39 ± 1	0,004
40	14,9 ± 2,1	35 ± 1	> 0,005
Variation entre 1 et 15°C (%)	-11	-13	+25
Variation entre 15 et 40°C (%)	-11	-10	> +25

Tableau IV-4 : Moyenne du module transverse initial tangent, de la résistance mécanique et de la déformation à rupture à 1, 15 et 40°C obtenues pour des éprouvettes UD [90]₄ testées en traction quasi-statique

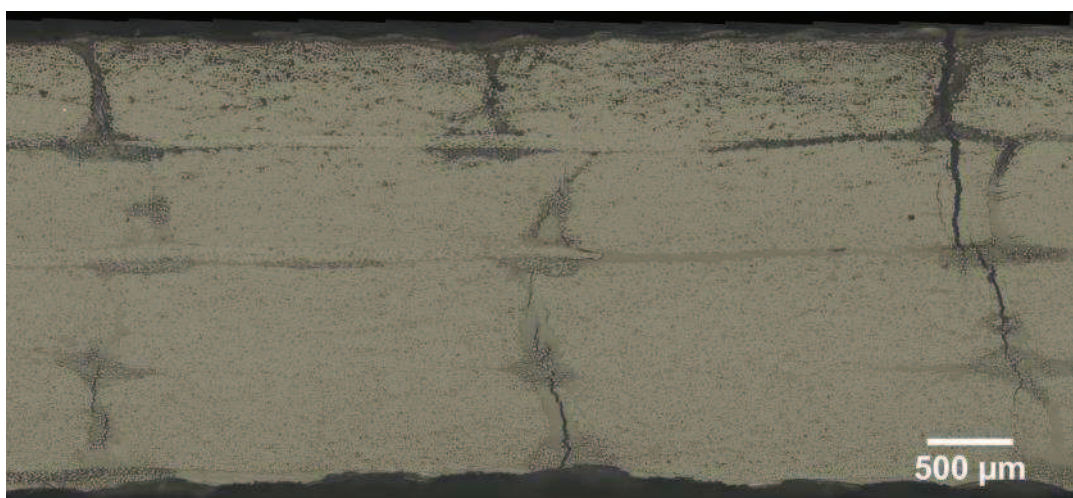


Figure IV-26 : Initiation de plusieurs fissures transverses avant la rupture finale d'une éprouvette UD [90]₄ testée à 20°C – observation faite au microscope optique sur une des tranches de l’éprouvette à $\varepsilon = 0.55\%$

La réalisation de cycles de charge-décharge sur des éprouvettes de type $[90]_n$ permet de déterminer l'évolution du niveau d'endommagement apparent dans le cas d'un chargement dans la direction transverse du pli unidirectionnel, par le biais de la variable d'endommagement d_2^s . Cette dernière est déterminée suivant l'Equation (IV.1). Son évolution a ensuite été tracée en fonction de la déformation élastique et de la déformation résiduelle, pour chaque température d'essai (Figure IV-27 et Figure IV-28). Comme dans le cas d'un chargement prépondérant en cisaillement (cf. section IV.3.2), le niveau d'endommagement à une déformation élastique ou résiduelle donnée ne dépend pas significativement de la température. Ainsi, bien que l'augmentation de la température engendre une diminution du niveau de contrainte, le niveau d'endommagement est majoritairement piloté par le niveau de déformation plutôt que par ce dernier, quelle que soit la température d'essai entre 1 et 40°C. Par contre, plus la température augmente, plus le niveau d'endommagement atteint avant rupture est important, ce qui s'explique par l'augmentation de la ductilité de la matrice.

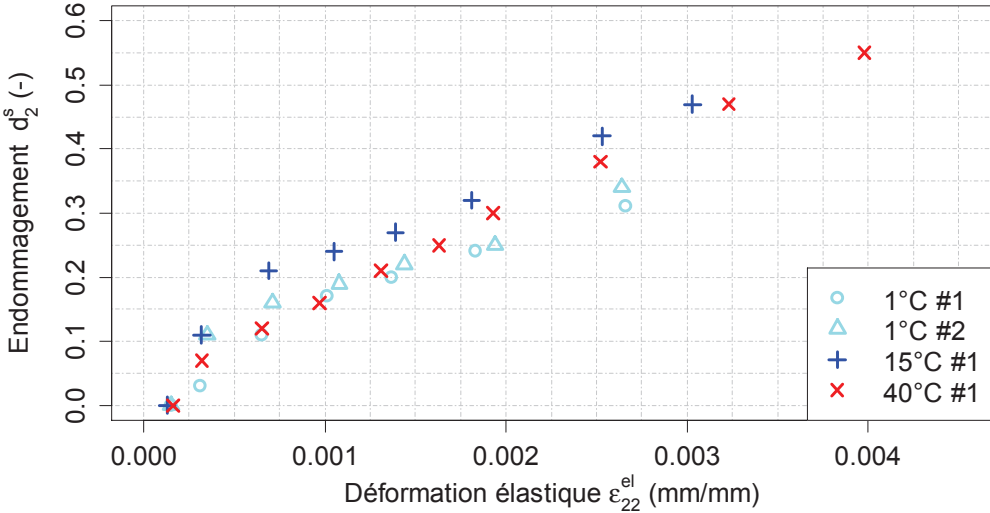


Figure IV-27 : Evolution de l'endommagement d_2^s en fonction de la déformation élastique ϵ_{22}^{el} dans le cas d'éprouvettes UD $[90]_4$ testées en traction quasi-statique à 0.5mm/min, à 1, 15 et 40°C

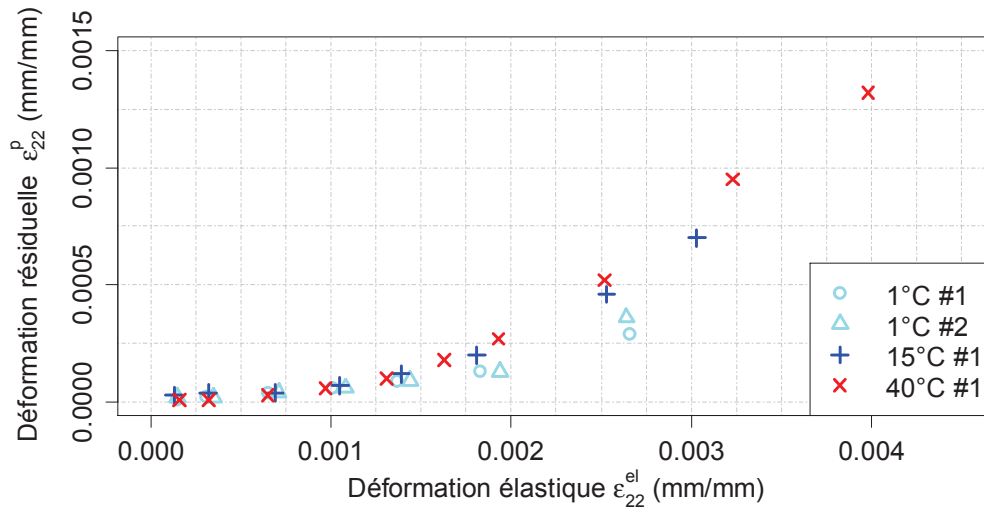


Figure IV-28 : Evolution la déformation résiduelle ϵ_{22}^p en fonction de la déformation élastique ϵ_{22}^{el} dans le cas d'éprouvettes UD [90]₄ testées en traction quasi-statique à 0.5mm/min, à 1, 15 et 40°C

IV.3.4. Sous un chargement couplé cisaillement-transverse

Des essais de traction quasi-statique avec cycles de charge-décharge ont été réalisés sur des éprouvettes UD [(+60/-60)₂]_s et BXS [(+67.5/-22.5)/(-67.5/+22.5)₂]_s à plusieurs températures dans le but de générer un chargement engendrant à la fois un endommagement matriciel en cisaillement et un endommagement matriciel transverse à l'échelle du pli, et de mettre en évidence les phénomènes non linéaires engendrés par ces derniers. Ces essais ont été réalisés à une vitesse de déplacement de 0.5mm/min. Seuls les résultats concernant la stratification UD [(+60/-60)₂]_s sont présentés ici.

Les éprouvettes UD [(+60/-60)₂]_s proviennent de la même plaque et ont un taux volumique de fibres moyen de $57.8 \pm 0.8\%$. Les essais ont été effectués à 15, 20 et 40°C. Quatre éprouvettes ont été testées à 20°C et deux à 15 et 40°C. Les courbes-type contrainte-déformation correspondantes sont présentées en Figure IV-29. Les résultats montrent une forte influence de la température entre 15 et 40°C sur le comportement mécanique du stratifié. En effet, les contraintes longitudinales atteintes à 15°C sont environ 30% plus importantes que celles atteintes à 40°C.

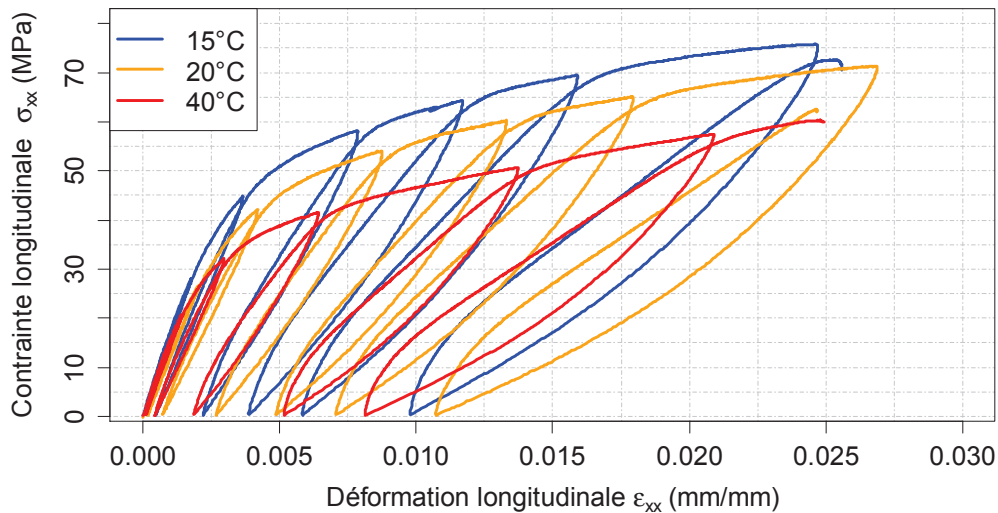


Figure IV-29 : Comportement mécanique type d'éprouvettes UD [(+60/-60)₂]_s à 15, 20 et 40°C

De la même manière que dans le Chapitre III, le niveau d'endommagement en cisaillement et transverse apparent des éprouvettes, noté respectivement d_{12}^S et d_2^S , peut être évalué en résolvant le système (III.43). Pour cela, le module en cisaillement initial de la matrice G_m^0 et le module d'élasticité initial de la matrice E_m^0 , données d'entrée du modèle d'endommagement, ont dû être déterminées à 15 et 40°C pour adapter leur valeur à la température d'essai considérée. De la même façon qu'à 20°C, elles sont déterminées par régression des moindres carrés sur les résultats expérimentaux issus d'essais de traction quasi-statique sur, respectivement, des éprouvettes UD [(+45/-45)₂]_s et BXS [(±45)₂]_s (cf. Chapitre IV - section IV.3.2) et des éprouvettes UD [90]₄ (cf. Chapitre IV - section IV.3.3). Le module d'élasticité initial des fibres E_f^0 et le coefficient de Poisson initial des fibres ν_f^0 ont quant à eux été considérés comme indépendants de la température, de la même manière que les paramètres de la loi d'endommagement en cisaillement (cf. section IV.3.2), et l'impact de la variation du coefficient de Poisson initial de la matrice ν_m^0 avec la température a été considéré comme négligeable. En effet, les essais présentés en section IV.3.1 ont montré que le module d'élasticité dans la direction des fibres du composite ne dépendait pas significativement de la température entre 15 et 40°C, et une analyse de sensibilité présentée en ANNEXE D, a montré que les paramètres E_f^0 , ν_f^0 et ν_m^0 avaient une influence négligeable sur la détermination des variables d'endommagement d_2^S et d_{12}^S .

L'évolution de G_m^0 et de E_m^0 en fonction de la température est présentée respectivement en Figure IV-30(a) et Figure IV-30(b). Les résultats mettent en évidence une chute d'environ 10% du module en cisaillement initial entre 20 et 40°C, et d'environ 11% entre 15 et 20°C. Ils mettent aussi en évidence une chute du module de cisaillement initial de la matrice d'environ 12% entre 1 et 15°C, d'environ 9% entre 15 et 20°C et d'environ 3% entre 20 et 40°C.

Pour chaque éprouvette, les deux variables d'endommagement ont ensuite été tracées respectivement en fonction de la déformation de cisaillement élastique et de la déformation de cisaillement résiduelle, et de la déformation transverse élastique et de la déformation transverse résiduelle. Les résultats, présentés respectivement en Figure IV-31 et en Figure IV-32, montrent alors que la température n'a pas d'influence significative sur l'évolution du niveau d'endommagement transverse et du niveau d'endommagement en cisaillement. Ainsi, ces derniers semblent principalement pilotés par le niveau de déformation, comme pour le stratifié UD [(+45/-45)₂]_s. En conséquence, en introduisant une dépendance à la température des paramètres G_m^0 et E_m^0 , les paramètres a , m et α du modèle d'endommagement peuvent être considérés comme indépendants de la température entre 15 et 40°C. Cependant, la variabilité importante des résultats expérimentaux ne permet pas de conclure définitivement sur ce point (cf. ANNEXE F).

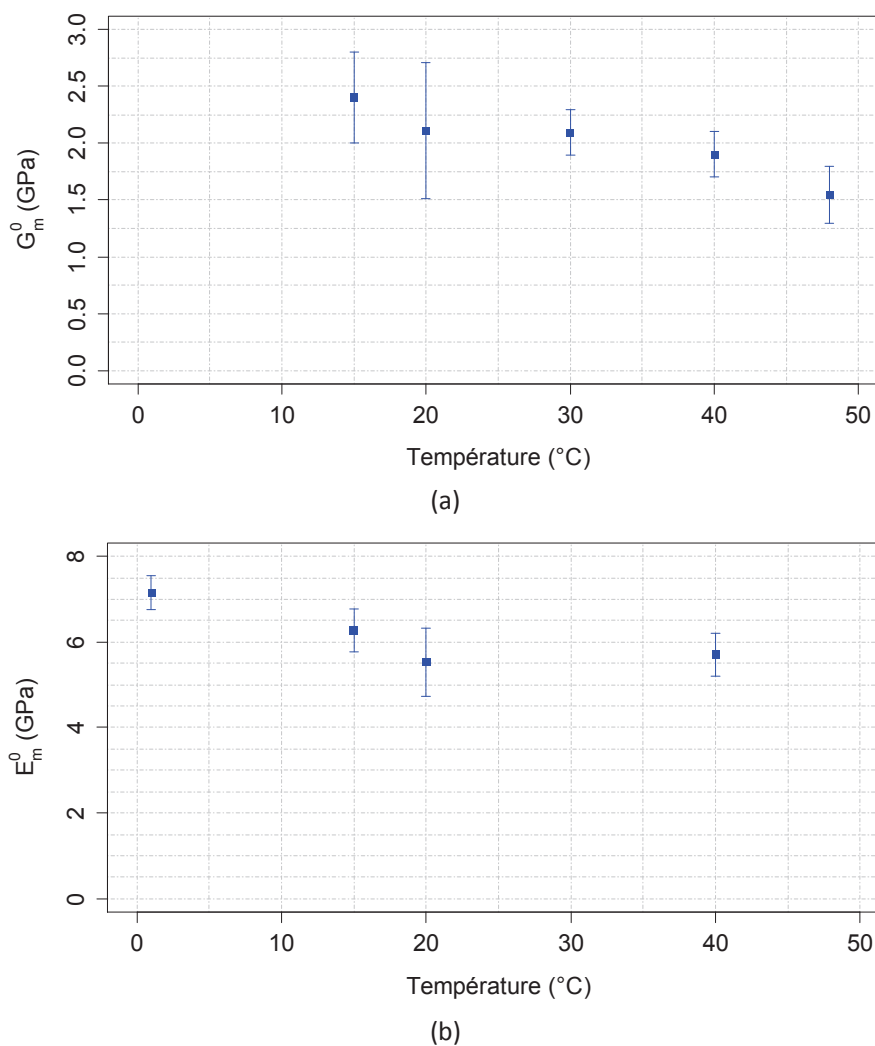
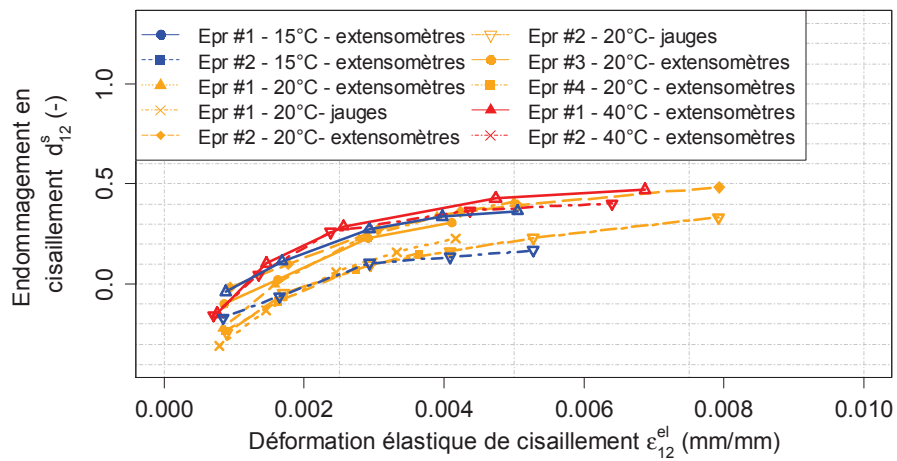
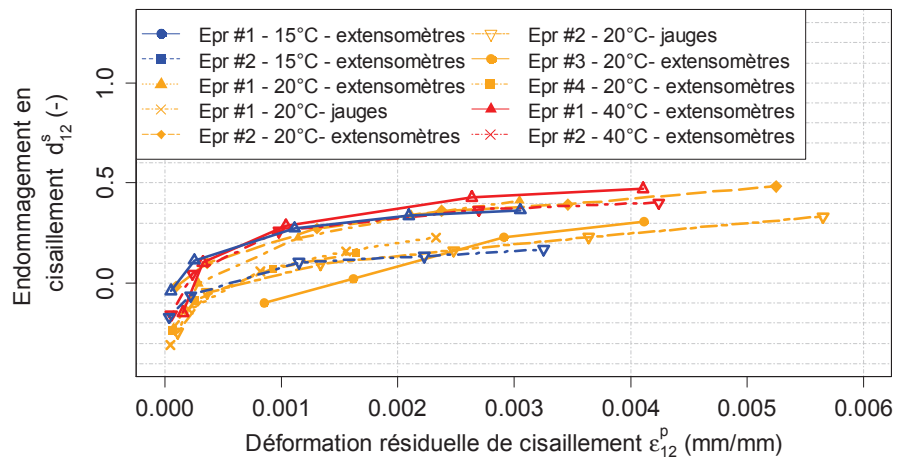


Figure IV-30 : Evolution en fonction de la température (a) du module de cisaillement initial G_m^0 et (b) du module d'élasticité initial E_m^0 de la matrice, obtenue à partir d'essais de traction quasi-statique sur respectivement des éprouvettes BXS [(±45)₂]_s et UD [(+45/-45)₂]_s, et des éprouvettes UD [90]₄,

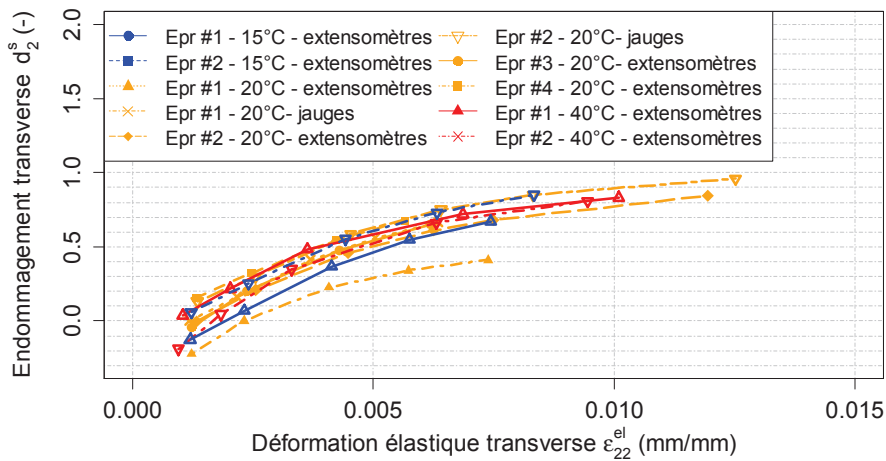


(a)

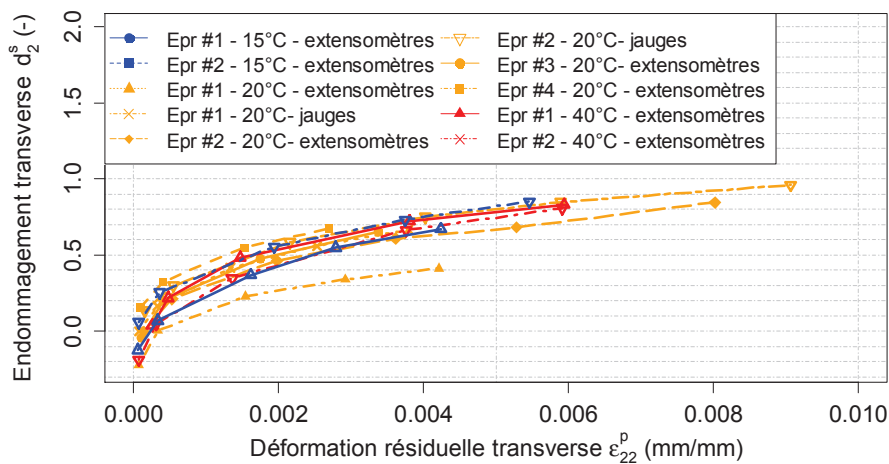


(b)

Figure IV-31 : Evolution de l'endommagement en cisaillement d_{12}^s en fonction de (a) la déformation de cisaillement élastique ϵ_{12}^{el} et (b) la déformation de cisaillement résiduelle ϵ_{12}^p dans le cas d'éprouvettes UD $[(+60/-60)_2]_s$ testées en traction quasi-statique à 15, 20 et 40°C



(a)



(b)

Figure IV-32 : Evolution de l'endommagement transverse d_2^s en fonction de (a) la déformation élastique transverse ϵ_{22}^{el} et (b) la déformation résiduelle transverse ϵ_{22}^p dans le cas d'éprouvettes UD $[(+60/-60)_2]_s$ testées en traction quasi-statique à 15, 20 et 40°C

IV.4. Effet de la température sur le scénario d'endommagement du composite

Les essais ont été réalisés à 10 et 40°C, à une vitesse de déplacement de 0,5 mm/min et une fréquence d'acquisition d'1Hz. Pour rappel, le protocole expérimental de ces essais a été décrit au Chapitre II – section II.3.3. Deux groupes de stratification ont été considérés pour étudier l'influence de l'épaisseur des plis à 90° sur le scénario d'endommagement : le groupe BXS avec les stratifications BXS $[(0/90)_4]$ et BXS $[(0/90)_2]_s$ pour lesquelles l'épaisseur des plis simples à 90° est d'environ 0,4mm et celles du pli double à 90° est d'environ 0,8mm (cf. Figure IV-33 pour la notion pli simple/pli double), et le groupe UD avec la stratification $[0/90_3/0]$ pour laquelle l'épaisseur du pli central à 90° est d'environ 1,9mm.

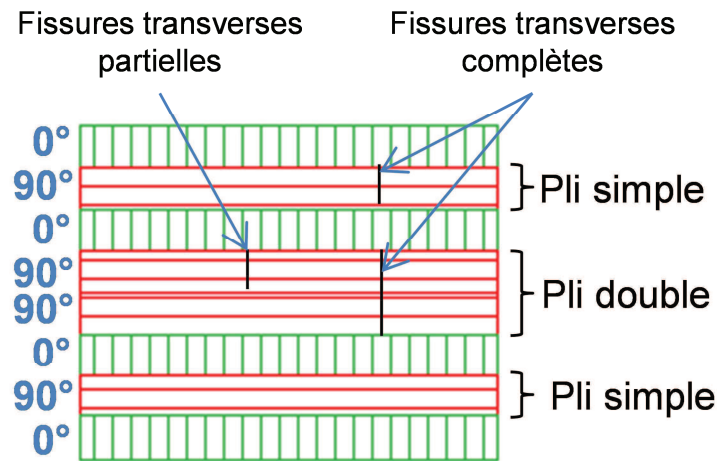


Figure IV-33 : Définition des notions de pli simple ou double et de fissures transverses partielles ou complètes dans un stratifié $[(0/90)_2]_s$

a- Résultats dans le cas des stratifications BXS $[(0/90)_4]$ et BXS $[(0/90)_2]_s$

Pour chaque température d'essai considérée (15 et 40°C), trois éprouvettes BXS $[(0/90)_4]$ et deux éprouvettes BXS $[(0/90)_2]_s$ ont été testées. Chaque type d'éprouvette a été découpé dans une même plaque de composite. Le taux volumique de fibres moyen des éprouvettes BXS $[(0/90)_4]$ est de $54,2 \pm 1,3\%$ et celui des éprouvettes BXS $[(0/90)_2]_s$ est de $47,5 \pm 1,5\%$.

A 15°C, les premières fissures transverses apparaissent dans les plis à 90° dès 0.6% de déformation, à la fois dans les torons de fil de liage (Figure IV-34) et au niveau des pointes des torons (Figure IV-35(a)). A partir de 1.4% de déformation, des fissures transverses commencent aussi à apparaître au milieu des torons de fibres de verre des plis à 90° (Figure IV-36(a)). Ensuite, avec l'augmentation du chargement, ces fissures s'ouvrent et se propagent, jusqu'à former des fissures transverses complètes (Figure IV-34 & Figure IV-36). Les premières d'entre elles apparaissent dans le pli double à 90° à partir de 1.2% de déformation. Ainsi, à la fin de l'essai, de nombreuses fissures transverses complètes sont visibles dans la zone d'observation (Figure IV-37(a)). A 40°C, par contre, seule de la microfissuration en pointe de torons est observée, entourée par un « halo » sombre (Figure IV-35(b)). Ainsi, les pointes des torons de fibres semblent s'endommager différemment en fonction de la température, ce qui indique une capacité de déformation de la matrice plus importante à 40°C, qui repousse l'initiation des fissures et empêche leur propagation en fissure transverse. Cela explique qu'aucune fissure ne soit visible dans la zone d'observation (Figure IV-37(b)).

Pour comparer les résultats obtenus sur les deux éprouvettes BXS $[(0/90)_2]_s$ testées à 15°C, plusieurs densités linéiques de fissures transverses ont été calculées : la densité linéique de fissures transverses complètes (i.e. sur toute la hauteur d'un pli) et de fissures transverses partielles dans le

pli double à 90°, la densité de fissures transverses complètes dans les plis simples à 90° et la densité linéique de fissures transverses toutes fissures confondues dans tous les plis à 90°. Elles sont définies comme le nombre de fissures transverses divisé par la longueur de la zone d'observation, qui vaut 30mm. Les notions de pli simple ou double, et de fissures transverses complètes ou partielles sont définies en Figure IV-33. Il est important de noter que seules les fissures d'une longueur égale à la moitié de l'épaisseur du pli double sont comptées comme des fissures transverses partielles. En effet, les fissures se formant à la pointe des torons de fibres, les fissures transverses d'une longueur inférieure à la demi-épaisseur ou comprise entre cette dernière et l'épaisseur du pli sont présentes dans une proportion négligeable. Faire ce choix permet de rendre la densité de fissures partielles dans le pli double et la densité de fissures complètes dans les plis simples comparables puisque les fissures ont la même longueur.

L'évolution des quatre densités linéiques de fissures transverses introduites dans le paragraphe précédent est tracée en fonction de la déformation longitudinale en Figure IV-38. Ils montrent que l'évolution de toutes les densités linéiques de fissures transverses est similaire pour les deux éprouvettes, mis à part les valeurs de la densité linéique de fissures transverses complètes dans les plis simples à 90° à partir de 2.0% de déformation longitudinale. Cette différence est très probablement due à l'apparition de fissures transverses dans un des plis simples à 90° d'une des éprouvettes suite à l'apparition d'un macro-délaminage entre ce dernier et le pli à 0° extérieur adjacent (Figure IV-39).

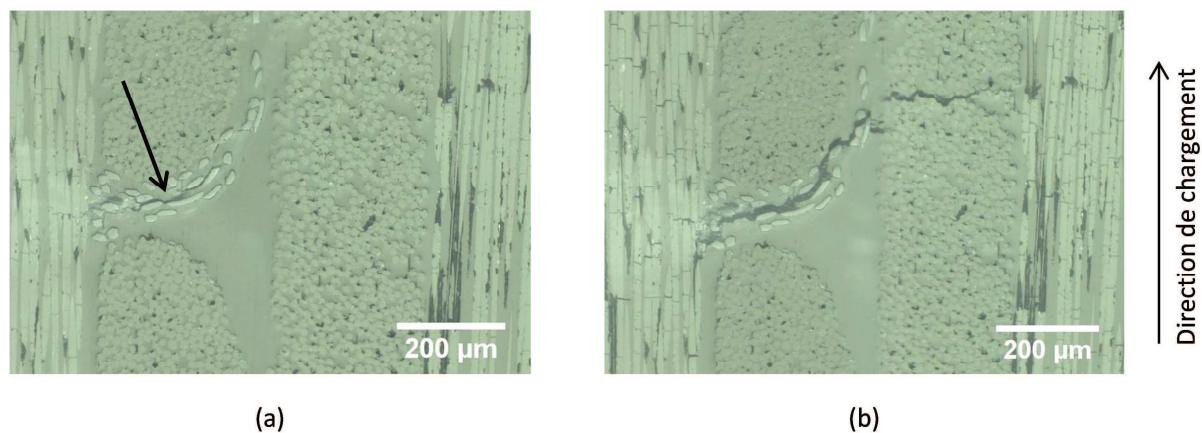


Figure IV-34 : (a) Initiation d'une fissure dans un toron de liage à une déformation de 0.6% (flèche noire) et (b) la même fissure une fois propagée en fissure transverse – image prise à 2.0% de déformation

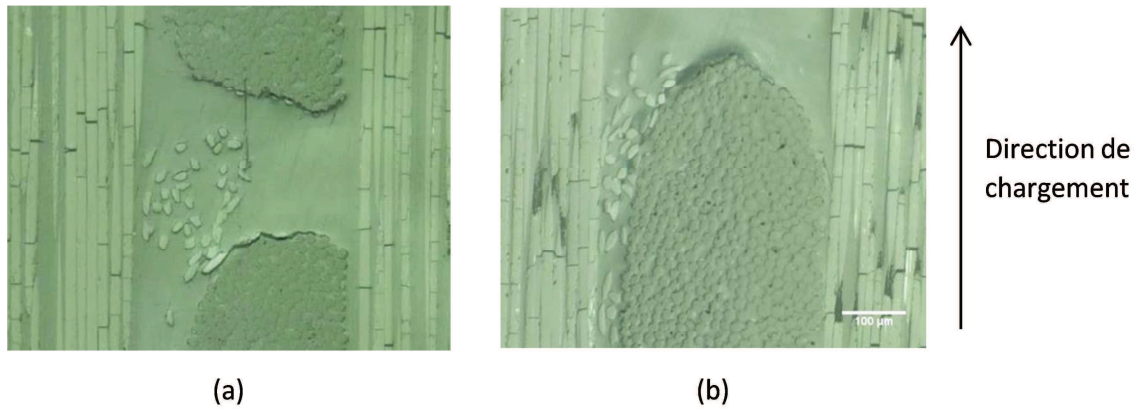


Figure IV-35 : Observation de la différence de morphologie de l'endommagement au niveau des pointes de torons de fibres entre des éprouvettes testées en traction quasi-statique à (a) 15°C et (b) 40°C, à un niveau de déformation de 1.8%

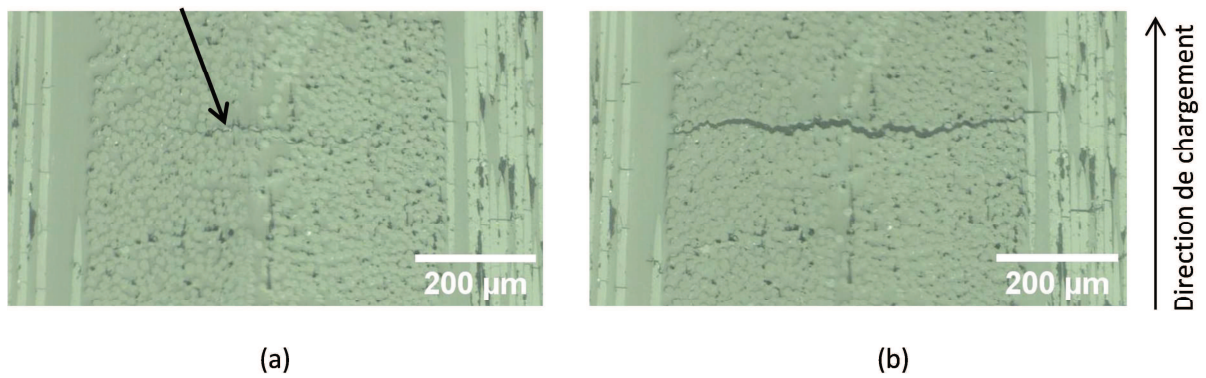


Figure IV-36 : (a) Initiation d'une fissure au milieu des torons des plis transverse à 1.4% de déformation (flèche noire) et (b) la même fissure une fois propagée en fissures transverse - image prise à 2.4% de déformation

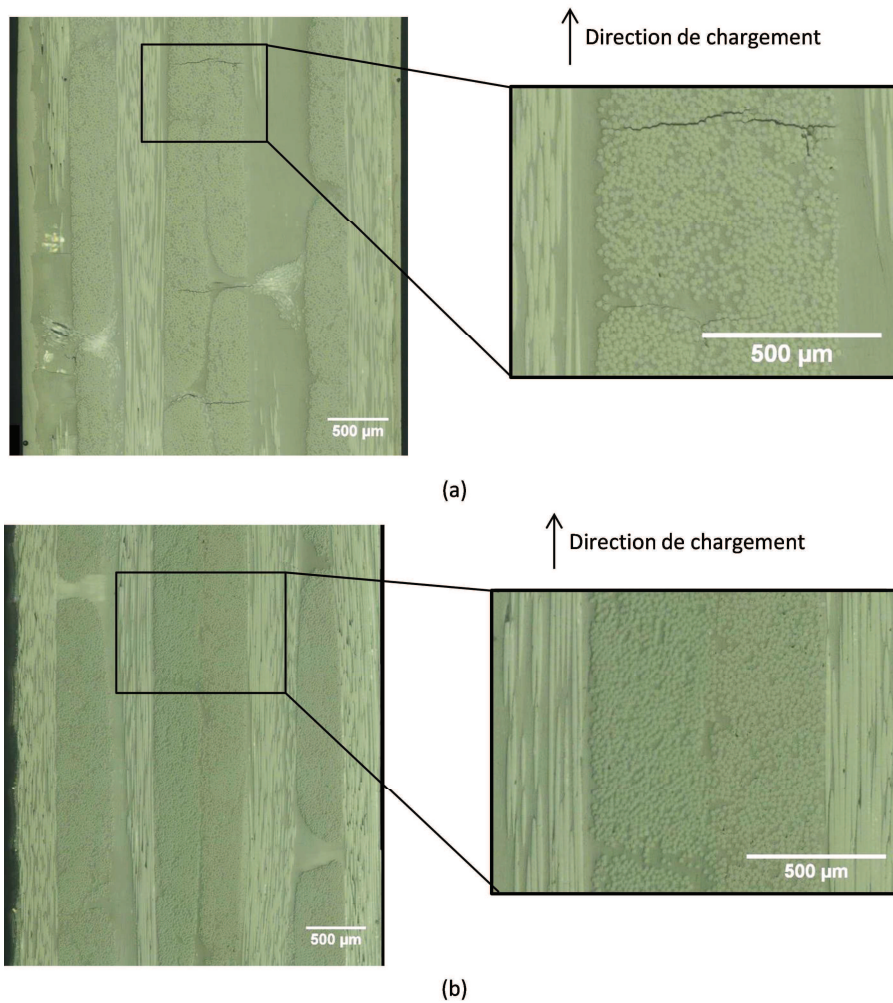


Figure IV-37 : Observation à 2.4% de déformation longitudinale de la tranche d'une éprouvette BXS $[(0^\circ/90^\circ)_2]_5$ testée en traction quasi-statique avec (a) à 15°C, l'apparition de nombreuses fissures transverses et (b) à 40°C, aucune fissure transverse

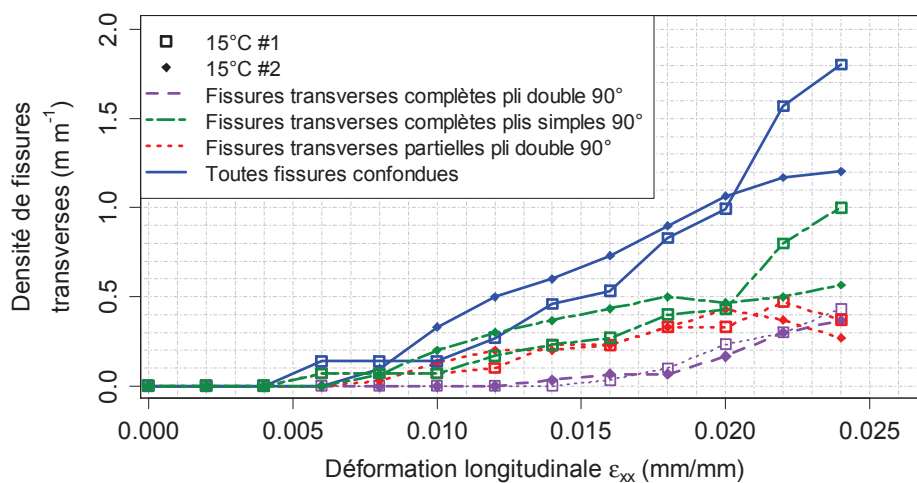


Figure IV-38 : Evolution de la densité linéique de fissures transverses complètes dans le pli double à 90°, complètes dans les plis simples à 90° et partielles dans le pli double à 90° en fonction de la déformation longitudinale appliquée à des éprouvettes BXS $[(0/90)_2]_5$ dans le cadre d'essais de traction avec observation in-situ de l'endommagement effectués à 15°C

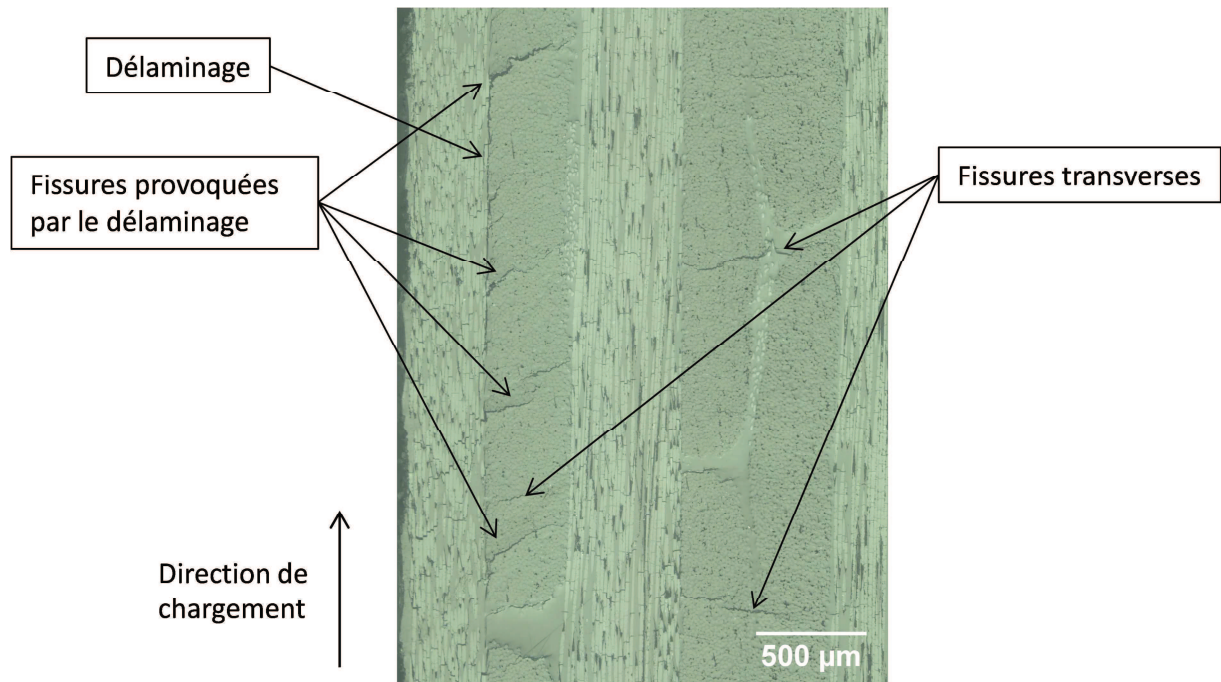


Figure IV-39 : Présence d'un délaminage entre un pli à 0° et un pli à 90° adjacents, qui provoquent l'apparition de fissures transverses dans le pli à 90°, dans une éprouvette BXS [(0/90)₂]_s testée en traction quasi-statique à 15°C – image prise à 2.4% de déformation longitudinale

Certains endommagements observés sur la tranche des éprouvettes sont dus à des effets de bord, notamment les macro-délaminages observés à 15°C et les fissures transverses que ces derniers engendrent. En conséquence, les éprouvettes ont été polies sur environ 1 mm afin d'éliminer les endommagements présents seulement sur les bords. Les éprouvettes ont ensuite été observées à nouveau au microscope optique, sous une charge d'environ 10 000N (environ 0,6% de déformation longitudinale) afin d'ouvrir les endommagements et de les rendre plus visibles sans en créer de nouveaux. Les résultats ont confirmé l'absence d'endommagements dans les éprouvettes testées à 40°C et ont montré, comme attendu, la disparition des macro-délaminages et de certaines fissures transverses suite au polissage pour les éprouvettes testées à 15°C.

Pour se rendre compte de la proportion de fissures transverses disparues, les densités linéiques introduites précédemment ont été déterminées à nouveau après le polissage des éprouvettes. Les résultats, présentés en Figure IV-40, montrent qu'après polissage, toutes les densités linéiques de fissures transverses chutent. Ainsi, les densités linéiques de fissures transverses complètes dans le pli double à 90° des deux éprouvettes testées à 15°C chutent de respectivement 77 et 73%, les densités linéiques de fissures transverses complètes dans les plis simples à 90° de respectivement 100 et 82% et les densités linéiques de fissures transverses partielles dans le pli double à 90° de respectivement 65 et 37%. Ces résultats semblent donc indiquer que les effets de bord ont une influence significative sur l'apparition de fissures transverses sur la tranche des éprouvettes. Mais pour confirmer cela, il

nécessaire de vérifier que les endommagements observés sur les tranches des éprouvettes après élimination de ceux engendrés par les effets de bord grâce au polissage sont représentatifs de ceux présents au cœur des éprouvettes.

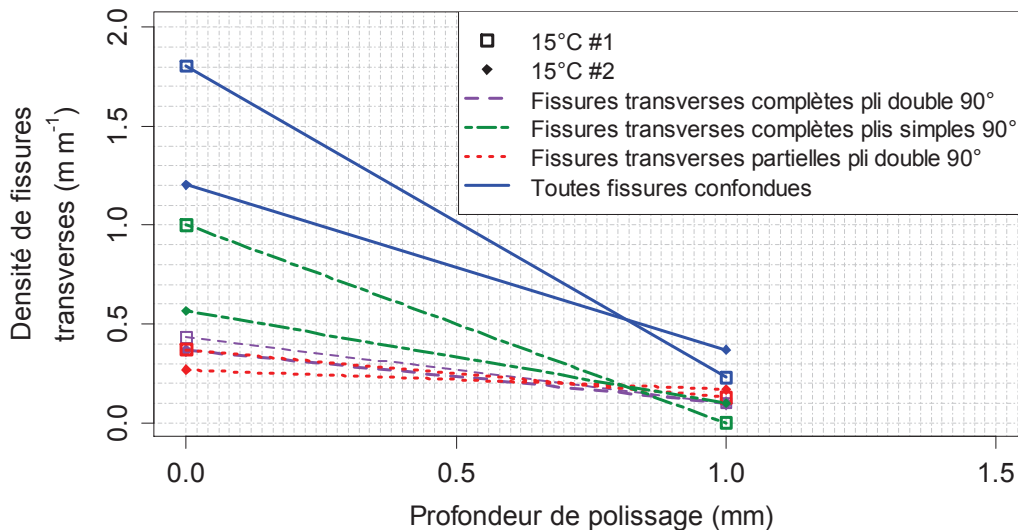


Figure IV-40 : Densités linéiques de fissures transverses dans une zone d'observation de 30mm de long en fonction de la profondeur de polissage de la tranche d'éprouvettes BXS [(0/90)₂]_s testées à 15°C en traction quasi-statique

Pour cela, des observations au micro-tomographe à rayons X ont été réalisées sous charge à une déformation d'environ 0,6% sur trois éprouvettes BXS [(0/90)₂]_s, deux testées à 15°C et une à 40°C, à la plateforme PLACAMAT. Pour rappel, la mise sous charge des éprouvettes dans le micro-tomographe a été possible grâce au système présenté au Chapitre II – section II.3.4.h-. Ces observations ont pu être effectuées parce que les essais présentés dans cette section n'ont pas été menés à rupture pour toutes les éprouvettes. La taille de voxel minimum atteignable était de 5.5 x 5.5 x 5.5 μm, pour un capteur plan de 2024 x 2024 x 2024 pixels. En conséquence, un volume de 11.1 x 11.1 x 3.3 mm³ a été observé pour chaque éprouvette (leur épaisseur étant d'environ 3.3 mm). Les résultats obtenus ont permis de confirmer l'effet de la température sur le scénario d'endommagement puisque des fissures sont observées à 15°C (Figure IV-41), mais pas à 40°C. Mais, ces analyses montrent que les fissures transverses observées sur la tranche des éprouvettes à 15°C après polissage ne se sont pas propagées dans toute la largeur de l'éprouvette (Figure IV-42). De ce fait, les densités linéiques de fissures transverses semblent fluctuer dans la largeur des éprouvettes. Il n'est donc pas possible d'établir précisément l'impact des effets de bord sur la chute des densités linéiques de fissures transverses observée après le polissage des éprouvettes (cf. Figure IV-40).

Plusieurs facteurs peuvent expliquer le fait que les fissures transverses ne soient pas traversantes. Tout d'abord, la présence de microfissuration matricielle au niveau de certaines poches de résine a

pu gêner la propagation des fissures transverses. Ensuite, les renforts BXS utilisés sont des tissus très déséquilibrés, du fait de la présence de torons de fibres de verre dans le sens chaîne à hauteur de 0,2% du grammage (cf. Chapitre II). Or, des auteurs ont montré que les fissures transverses se développant dans les plis à 90° dans les composites tissés très déséquilibrés ne sont pas systématiquement traversantes (Hochard and Thollon, 2010). Enfin, il est possible que certaines fissures et autres endommagements ne soient pas visibles du fait de la résolution des scans, qui peut être du même ordre de grandeur ou supérieure au degré d'ouverture de certains d'entre eux. En conséquence, il serait nécessaire de réaliser plusieurs polissages successifs de la tranche des éprouvettes pour établir l'évolution de la densité linéique de fissures transverses en fonction de la position dans la largeur des éprouvettes et confirmer ou non les résultats obtenus via la micro-tomographie.

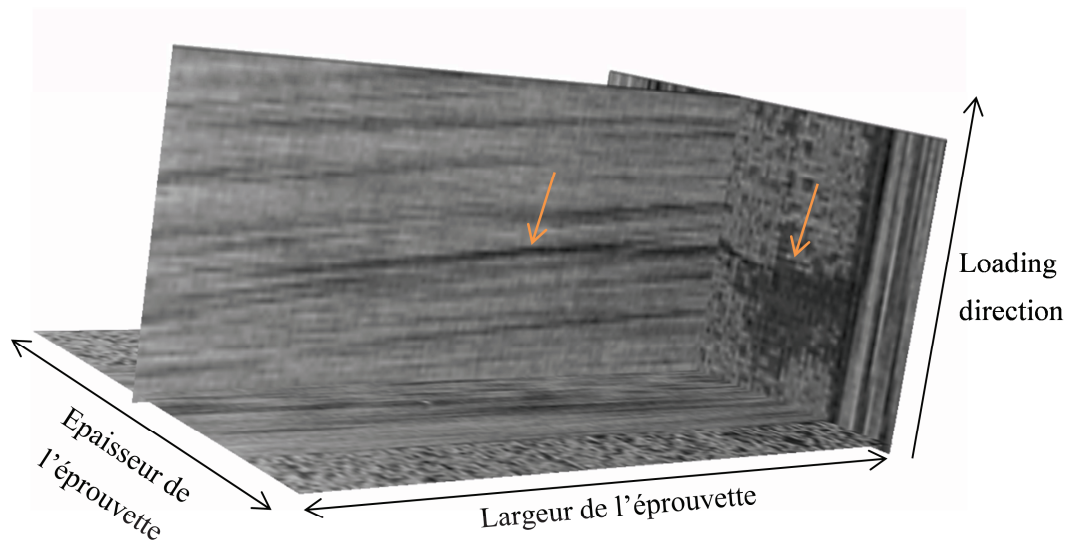


Figure IV-41 : Micro-tomographie d'une fissure transverse (désignée par les flèches oranges) dans des plis à 90° dans le cas d'un essai de traction quasi-statique sur une éprouvette BXS $[(0/90)_2]_s$ à 15°C

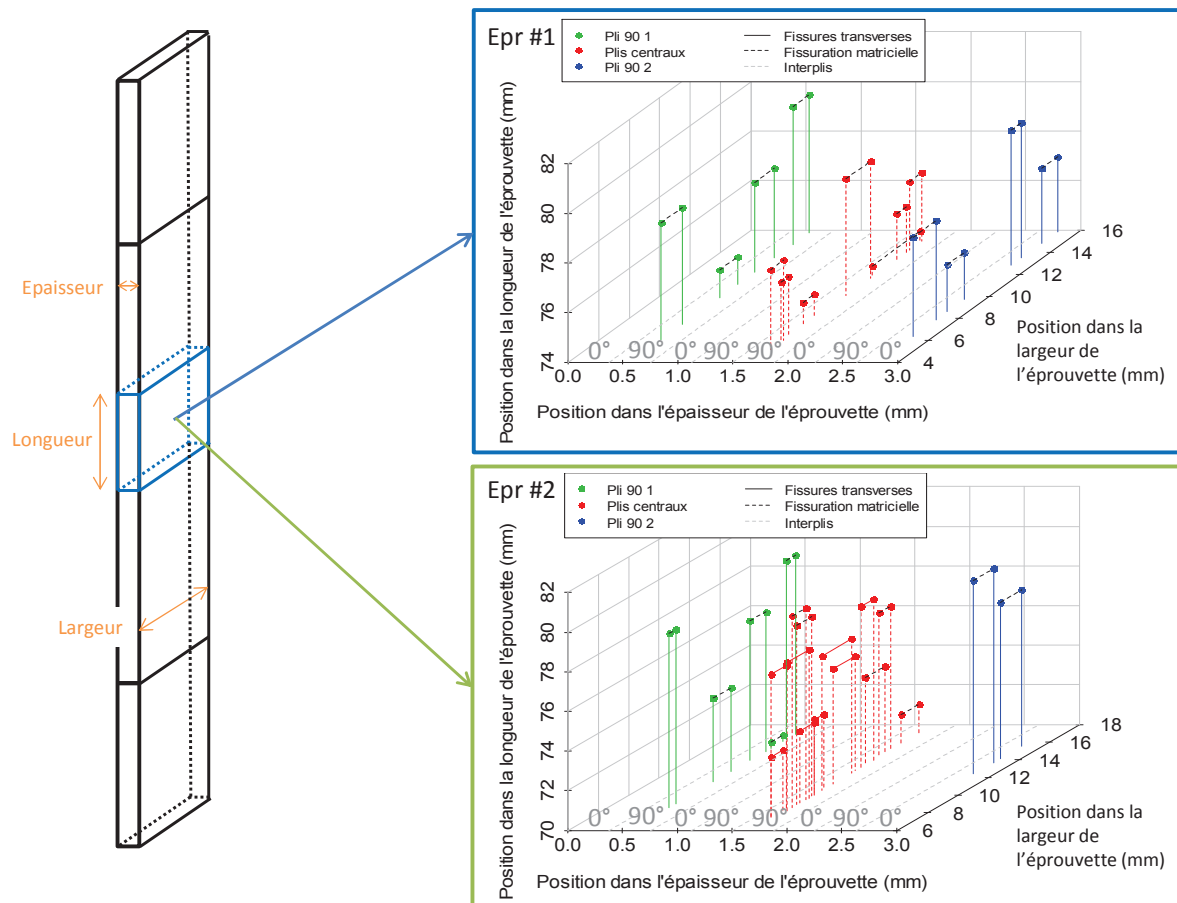
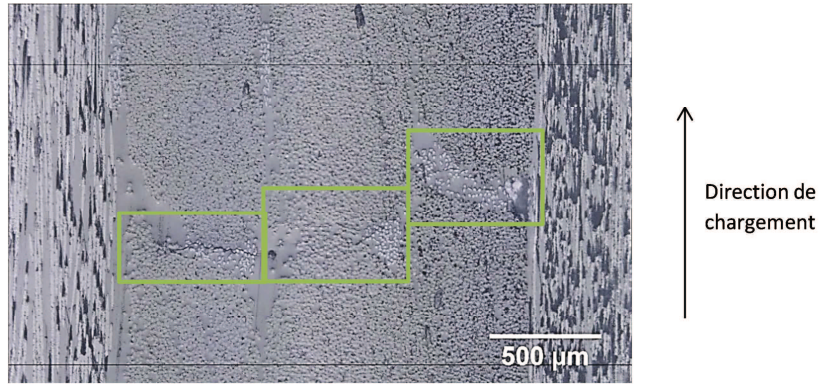


Figure IV-42 : Cartographies des fissures observées par micro-tomographie aux rayons X dans un volume 11.1 x 11.1 x 3.3mm³ de la zone utile de deux éprouvettes BXS [(0/90)₂]_s testées en traction quasi-statique à 15°C

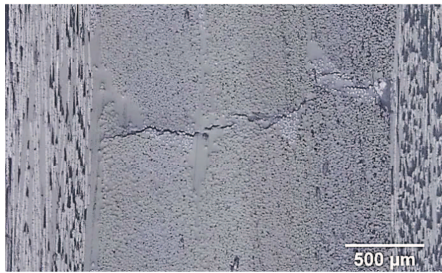
b- Résultats dans le cas de la stratification UD [0/90₃/0]

Trois éprouvettes ont été testées : deux à 15°C et une à 40°C. Les éprouvettes ont été découpées dans la même plaque de composite, et ont un taux volumique moyen de 58,0 ± 1,0%.

A 15°C, les observations réalisées sur la tranche des éprouvettes montrent que les premières fissures s’initient dès 0,6% de déformation dans les plis à 90°, au sein des torons de fil de liage des renforts du composite, situés dans les espaces inter-torons (Figure IV-43(a)). Lorsque ces espaces inter-torons sont alignés dans l’épaisseur des plis à 90°, comme c’est le cas pour la première éprouvette testée, les fissures se propagent dans l’épaisseur du pli dans lequel elles se sont formées, avec l’augmentation du chargement (Figure IV-43(b)), puis elles coalescent avec leurs voisines et ainsi, forment une fissure transverse complète (Figure IV-43(c)). Par contre, lorsque ces espaces inter-torons ne sont pas alignés dans l’épaisseur, comme c’est le cas pour la seconde éprouvette testée, la coalescence des fissures se fait plus rarement, ce qui semble provoquer l’apparition d’un nombre plus important de fissures transverses partielles (Figure IV-44).



(a) Initiation de l'endommagement à partir de $\epsilon=0.6\%$, au niveau des fils de liage dans les espaces inter-torons, encadrés en vert



(b) Ouverture et propagation des fissures transverses dans l'épaisseur de leur pli respectif



(c) Coalescence des fissures en une fissure transverse complète à partir de $\epsilon = 1.6\%$

Figure IV-43 : Développement d'une fissure transverse lorsque les espaces inter-torons sont alignés dans l'épaisseur des trois plis à 90° d'un échantillon UD $[0/90_3/0]$ testé en traction quasi-statique à 15°C

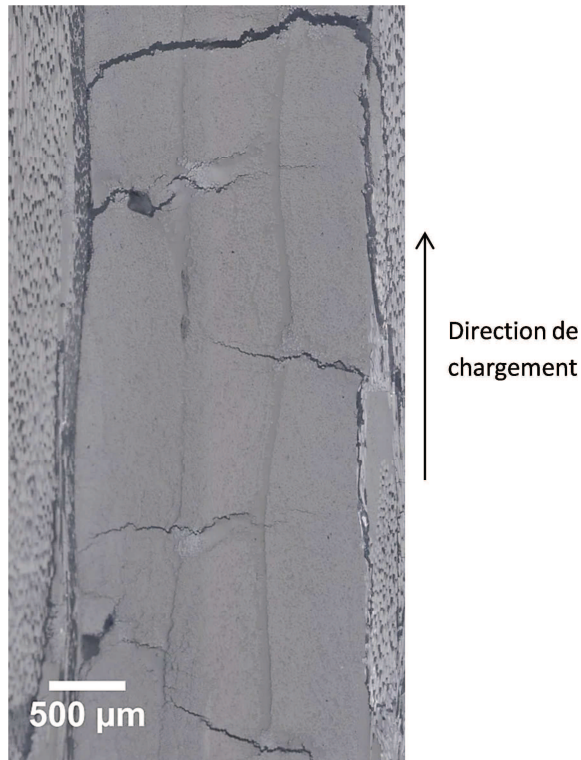


Figure IV-44 : Micrographie prise à une déformation de $1,8\%$ montrant la multiplication de fissures transverses partielles lorsque les espaces inter-torons des plis à 90° adjacents ne sont pas alignés dans l'épaisseur d'une éprouvette UD $[0/90_3/0]$ testée en traction quasi-statique

Pour vérifier cela, les densités linéiques de fissures transverses partielles, de fissures transverses complètes et la densité linéique de fissures transverses toutes fissures confondues ont été calculées pour chaque éprouvette en divisant le nombre de fissures par la longueur de la zone d'observation, et sont comparées en Figure IV-45. Les résultats montrent que la densité linéique de fissures transverses complètes est similaire pour les deux éprouvettes testées à 15°C, mais que la densité linéique de fissures partielles, et donc que la densité linéique totale de fissures transverses, est légèrement plus élevée pour l'éprouvette dont les espaces inter-torons ne sont pas alignés dans l'épaisseur que pour celle où ils le sont.

A 40°C, les résultats montrent une initiation de l'endommagement dès 0.4% de déformation dans les espaces inter-torons, mais cette fois, les fissures semblent se créer après décohésion des interfaces fibres-matrice en pointe de torons, et non au sein des torons de fil de liage comme c'est le cas à 15°C. De plus, elles ne coalescent que rarement entre elles, même si elles sont alignées dans l'épaisseur de l'éprouvette. Ainsi, on n'observe aucune fissure transverse complète (Figure IV-46). Par contre, certaines fissures qui se sont formées dans un pli adjacent à un des plis extérieurs à 0° entraînent un délaminage à l'inter-pli. Le fait d'observer des fissures dans le cas de cette stratification alors que ce n'était pas le cas pour les stratifications de type BXS $[(0/90)_4]$ et $[(0/90)_2]_s$ peut s'expliquer par la différence d'épaisseur des plis transverses. En effet, la stratification UD $[0/90_3/0]$ possède un pli transverse triple, d'une épaisseur totale d'environ 1,9mm alors que l'épaisseur la plus importante des plis transverses dans le cas des stratifications BXS $[(0/90)_4]$ et $[(0/90)_2]_s$ n'est que d'environ 0,8mm. Or, un certain nombre de travaux ont montré que la déformation pour laquelle la fissuration s'initie est inversement proportionnelle à l'épaisseur en raison de l'énergie libérée lors du processus de fissuration (Garrett and Bailey, 1977; Huchette, 2005; Parvizi et al., 1978; Revest, 2011). La détermination des densités linéiques de fissures transverses partielles, de fissures transverses complètes, et de la densité linéique totale de fissures transverses montre que la densité linéique de fissures transverses partielles de l'éprouvette est du même ordre de grandeur que celles des éprouvettes testées à 15°C (Figure IV-45). La même conclusion est faite pour la densité linéique totale de fissures transverses. Cependant, les densités linéiques de fissures ne prennent pas en compte la hauteur des fissures, et donc la surface fissurée, qui peut varier avec l'augmentation de la température entre 15 et 40°C.

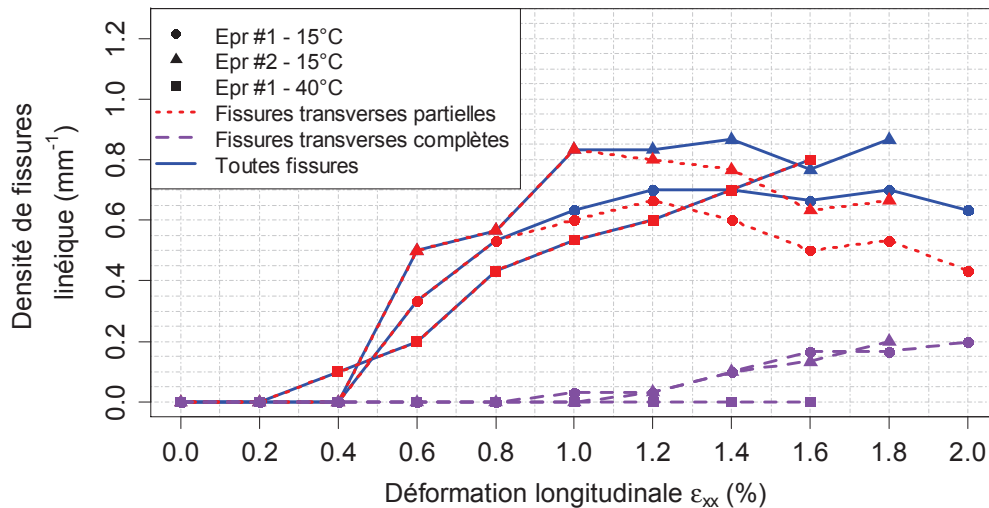


Figure IV-45 : Evolution de la densité de fissures surfacique à 15 et 40°C sous un chargement de traction quasi-statique dans le cas d'éprouvettes UD [0/90₃/0]

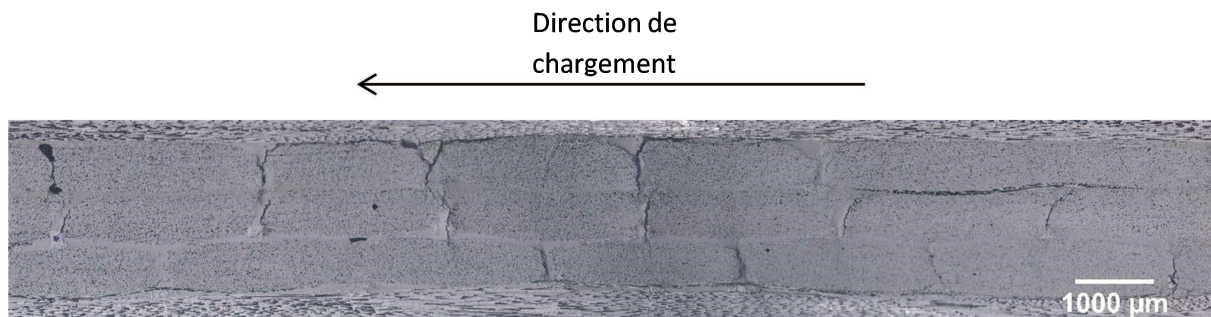


Figure IV-46 : Fissuration au niveau des pointes de torons, sans coalescence avec les fissures voisines ni propagation, mais avec délaminages plus importants au niveau des interfaces avec les plis extérieurs à 0°, sous un chargement de traction quasi-statique effectué à 40°C sur une éprouvette UD [0/90₃/0]

Pour remédier à cela, les densités de fissures transverses ont été déterminées à nouveau en rangeant cette fois les fissures dans trois catégories : fissures dont la hauteur h_{e1} vaut 1/3 de l'épaisseur du pli triple à 90°, fissures dont la hauteur h_{e2} vaut 2/3 de l'épaisseur du pli triple à 90° et celles qui traversent toute l'épaisseur du pli triple à 90° (la hauteur des fissures h_{e3} correspond alors à l'épaisseur du pli triple à 90°). Le nombre de fissures de chaque catégorie n_i a ensuite été multiplié par la hauteur des fissures qui correspond à cette catégorie, de façon à pouvoir calculer les densités adimensionnées de fissures transverses suivantes : $\bar{\rho}_c$ pour les fissures transverses complètes, $\bar{\rho}_p$ pour les fissures transverses partielles et $\bar{\rho}_t$ pour la somme des fissures transverses complètes et partielles, qui sont définies par les relations ci-dessous.

$$\bar{\rho}_c = \frac{n_3 h_{e3}}{L_{obs}} \quad (IV.1)$$

$$\bar{\rho}_p = \frac{\sum_{i=1}^2 n_i h_{ei}}{L_{obs}} \quad (IV.2)$$

$$\bar{\rho}_t = \frac{\sum_{i=1}^3 n_i h_{ei}}{L_{obs}} \quad (IV.3)$$

Les résultats obtenus sont présentés en Figure IV-47. Ils montrent que la densité adimensionnée de fissures transverses partielles de l'éprouvette testée à 40°C est toujours du même ordre de grandeur que celles des éprouvettes testées à 15°C. Par contre, la densité totale adimensionnée de fissures transverses devient, elle, plus faible que celles des éprouvettes testées à 15°C, ce qui indique que la quantité de surface fissurée est plus faible à 40°C qu'à 15°C.

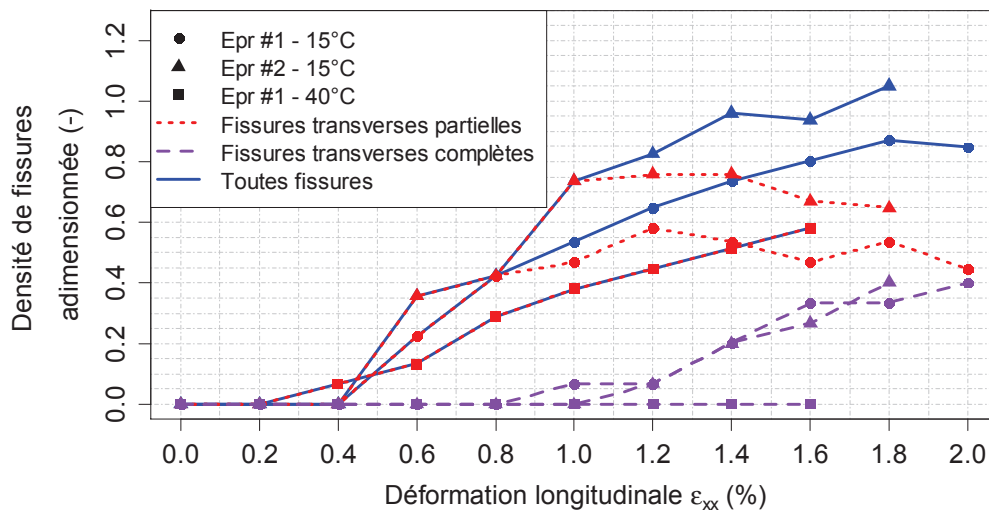


Figure IV-47 : Evolution des densités de fissures transverses adimensionnées à 15 et 40°C sous un chargement de traction quasi-statique dans le cas d'éprouvettes UD [0/90₃/0]

De plus, de la même façon que dans le cas des stratifications BXS [(0/90)₄] et [(0/90)₂]_s, certains endommagements observés sur les tranches des éprouvettes peuvent apparaître du fait des effets de bord. En conséquence, plusieurs polissages successifs des tranches des éprouvettes ont été réalisés sur environ 7mm, avec entre deux polissages une observation sous charge des éprouvettes à une déformation de 0.6% pour rendre les endommagements plus visibles (ce qui équivaut à un effort d'environ 10 000N). Les résultats sont présentés en Figure IV-48. Ils montrent que les fissures transverses ne traversent pas toute la totalité de la largeur des éprouvettes, puisque les densités de fissures transverses varient en fonction de la profondeur de polissage des éprouvettes. De plus, les densités de fissures transverses partielles et toutes fissures confondues sont du même ordre de grandeur après avoir enlevé 7mm de matière dans la largeur des éprouvettes et sur le bord initial des

éprouvettes, contrairement à la densité linéique de fissures transverses complètes dans le cas des éprouvettes testées à 15°C. Cela semble indiquer que les effets de bord ont une influence faible sur la formation des fissures transverses partielles, mais qu'ils semblent jouer un rôle sur la propagation des fissures transverses en fissures complètes. Enfin, le fait d'observer des densités de fissures qui fluctuent dans la largeur des éprouvettes est cohérent avec les résultats obtenus dans les cas des stratifications BXS [(0/90)₄] et BXS [(0/90)₂]_s, et s'explique de la même manière, à savoir par le fait que les renforts UD sont des tissés très déséquilibrés, du fait de la présence de torons de fibres de verre dans le sens trame à hauteur de 3,5% de leur grammage.

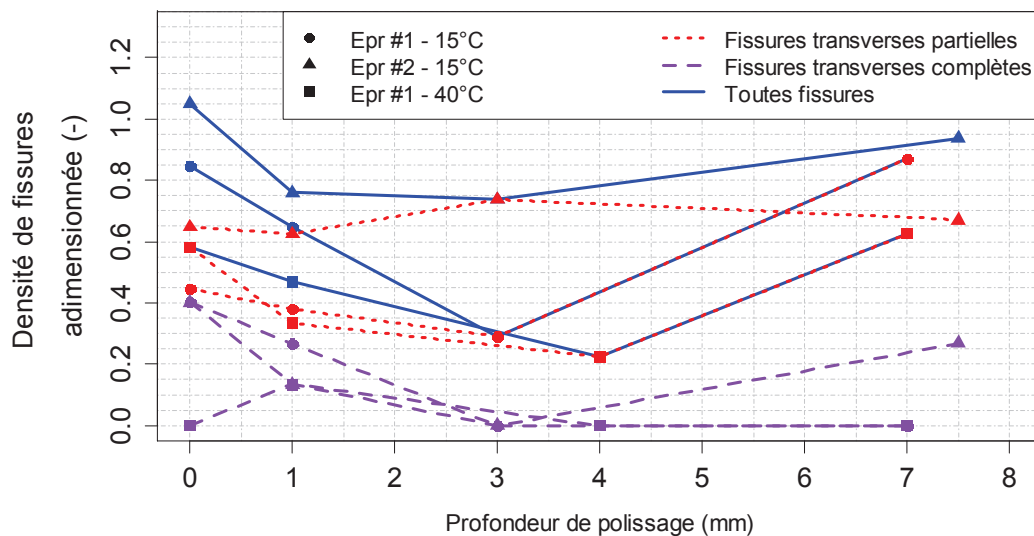


Figure IV-48 : Evolution des densités de fissures transverses adimensionnées en fonction de la profondeur de polissage de la tranche d'éprouvettes UD [0/90₃/0] testées en traction quasi-statique à 15 et 40°C

c- Synthèse

Pour les deux stratifications étudiées, une transition du scénario d'endommagement est clairement observée lorsque la température varie de 15 à 40°C. Cette transition se traduit par une augmentation du seuil de déformation correspondant à l'initiation des premières fissures avec l'augmentation de la température. Pour des plis à 90° d'une épaisseur maximum de 0.8mm, cette augmentation est telle que le seuil de déformation correspondant à l'initiation des premières fissures devient supérieur à la déformation à rupture des éprouvettes à 40°C. Dans le cas de plis à 90° dont l'épaisseur est proche de 2mm, des fissures s'initient à 40°C, mais le seuil d'apparition de la première fissure transverse complète reste plus élevé que la déformation à rupture de l'éprouvette. Ces observations sont directement liées à l'augmentation de la ductilité de la matrice lorsque la température passe de 15 à 40°C.

De plus, l'observation des endommagements sur la tranche des éprouvettes ne suffit pas à elle-même pour caractériser la cinétique de fissuration d'un stratifié, du fait notamment des effets de bord qui jouent un rôle non négligeable dans l'apparition de certaines fissures transverses mais aussi dans la propagation de ces fissures en fissures transverses complètes. Il est nécessaire d'utiliser une méthode permettant d'observer les endommagements au cœur des éprouvettes, que ce soit par polissages successifs ou via l'utilisation de la micro-tomographie à rayons X par exemple. L'utilisation de ces deux méthodes a permis ici de mettre en évidence la présence de fissures transverses relativement courtes et disposées de manière diffuse dans le volume des éprouvettes. Cela montre que les stratifiés BXS [(0/90)₂]_s, BXS [(0/90)₄]_s et UD [0/90₃/0] étudiés se comportent comme des composites tissés très déséquilibrés.

IV.5. Conclusion du chapitre

Dans ce chapitre, l'effet de la température sur le comportement mécanique de la résine acrylique Elium 188® et du composite associé a été étudié. Dans le cas du composite, l'analyse a été effectuée, dans un premier temps, sur la réponse mécanique à l'échelle du pli. Ainsi, l'influence de la température a été étudiée sur le comportement dans la direction des fibres, dans la direction transverse aux fibres et dans des directions hors-axes du pli unidirectionnel. Puis, dans un second temps, l'analyse a porté sur l'influence de la température sur le scénario d'endommagement du composite.

Les températures d'essai ont été sélectionnées dans l'intervalle de température de service de l'application industrielle du composite, à savoir entre -20°C et 60°C. Les résultats expérimentaux montrent qu'excepté dans le cas d'un chargement dans la direction des fibres, la température influence de manière significative la réponse mécanique et le scénario d'endommagement du composite stratifié dans un intervalle de température bien inférieur à la température de transition vitreuse (voisine de 100°C). Ces observations peuvent être directement reliées au fait que la réponse mécanique de la matrice acrylique varie progressivement, mais significativement, dans la plage de température étudiée.

Même si l'augmentation de la température génère une diminution de la rigidité et de la résistance mécanique de la matrice, le rôle de la microstructure du composite combinée avec l'augmentation de la ductilité de la matrice augmente le seuil de déformation correspondant à l'apparition des premières fissures transverses, au point de faire complètement disparaître ce mode d'endommagement pour des plis d'une épaisseur maximale de 0,8mm quand la température atteint

40°. En ce qui concerne les endommagements diffus à l'origine des pertes de raideur et des déformations résiduelles observées en cisaillement, ils semblent évoluer en fonction de la déformation élastique de la même façon quelle que soit la température d'essai considérée, et ce, même si le niveau de contrainte est significativement altéré par la température. Ainsi, comme mis en évidence au Chapitre I, une variation de la température entraîne une interaction complexe entre la réponse mécanique de chaque constituant du composite et la microstructure qui est spécifique à chaque composite. Cela est d'autant plus vrai à l'échelle d'un stratifié multidirectionnel du fait du champ des contraintes d'origine thermique.

Ces résultats indiquent qu'il est possible de considérer les paramètres des lois d'endommagement statique du modèle présenté au Chapitre III comme constants, en introduisant seulement une dépendance à la température des propriétés élastiques de la matrice, à savoir le module d'élasticité initial en cisaillement G_m^0 et le module d'élasticité initial E_m^0 .

Chapitre V.

EFFET DE LA TEMPERATURE SUR LE COMPOSITE SOUMIS A UN CHARGEMENT EN FATIGUE

Ce chapitre présente les résultats de l'étude de l'effet de la température sur le comportement mécanique en fatigue du composite à matrice acrylique renforcé de fibres de verre étudié. De par le choix de modèle d'endommagement fait au Chapitre III, l'influence de la température est étudiée à l'échelle du pli, de la même manière qu'en traction quasi-statique uniaxiale (cf. Chapitre IV). Cela implique des essais sens fibre et des essais hors-axes avec chargement prépondérant en cisaillement et chargement couplé cisaillement-transverse sur le pli unidirectionnel. Les températures d'essai sont sélectionnées dans l'intervalle de température de service des pales d'éolienne, à savoir entre -20 et 60°C. L'effet de la température sur le scénario d'endommagement du composite est aussi étudié, de manière à mettre en évidence une éventuelle transition du scénario d'endommagement entre 15 et 40°C, comme cela a été fait dans le cas d'un chargement de traction quasi-statique, au Chapitre IV.

SOMMAIRE

V.1.	Effet de la température sur le comportement sens fibre	213
V.2.	Effet de la température sous un chargement engendrant principalement du cisaillement.....	216
V.3.	Effet de la température sur le comportement couplé cisaillement-transverse.....	222
V.4.	Effet de la température sur le scénario d'endommagement en fatigue.....	229
V.4.1.	Choix de la stratification étudiée	229
V.4.2.	Influence de la température sur le scénario d'endommagement en fatigue	229
V.5.	Effet de la température sur les paramètres du modèle.....	233
V.6.	Conclusion du chapitre.....	234

V.1. Effet de la température sur le comportement sens fibre

Des essais de fatigue à $R = 0.1$ et à une fréquence de 3Hz ont été menés à 15, 25 et 40°C sur des éprouvettes échanquées de type BXS $[(0/90)_2]_s$, à différents niveaux de chargement. Ces essais permettent d'étudier l'effet de la température sur le comportement dans la direction des fibres de manière plus précise qu'à partir d'essais sur des éprouvettes UD $[0]_4$. En effet, toutes les éprouvettes échanquées BXS $[(0/90)_2]_s$, sauf une, ont rompu en zone utile, alors que les éprouvettes $[0]_4$ rompent de manière quasi-systématique dans un des talons, et ce, même dans le cas d'éprouvettes échanquées. Cela peut alors conduire à une grande dispersion des résultats, comme on peut le voir en Figure III-26. Les éprouvettes BXS $[(0/90)_2]_s$ testées proviennent toutes de la même plaque et ont un taux volumique de fibres moyen de $56.6 \pm 1.7\%$.

Les résultats des essais de fatigue pour les trois températures d'essai considérées sont présentés en Figure V-1. Ils montrent que l'effet de la température sur la durée de vie en fatigue des éprouvettes n'est pas significatif entre 15 et 40°C, même si la durée de vie semble légèrement diminuer avec l'augmentation de la température.

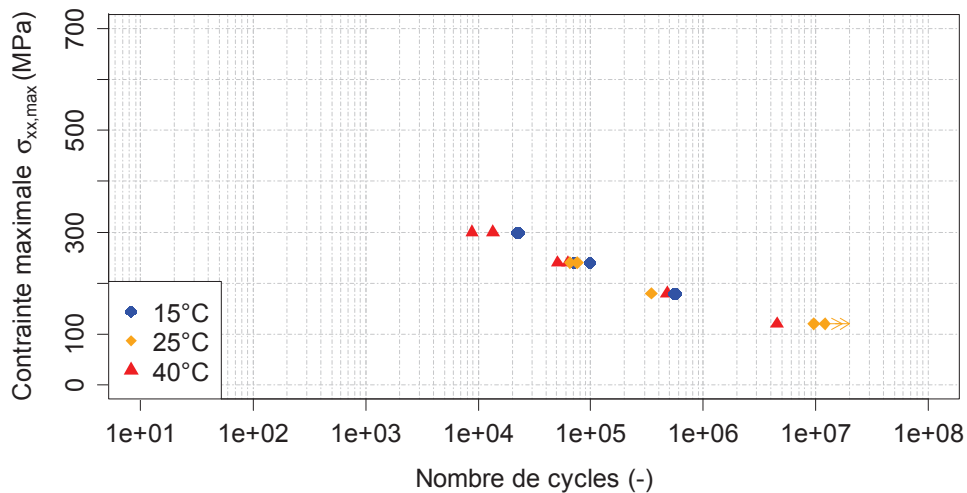


Figure V-1 : Résultats des essais de fatigue à $R = 0.1$ sur des éprouvettes échanquées BXS $[(0/90)_2]_s$, à 15, 25 et 40°C, pour un taux volumique de fibres de $56,6 \pm 1,7\%$

L'influence de la température sur la perte de raideur des éprouvettes au cours de leur sollicitation en fatigue a aussi été étudiée. Pour cela, à chaque cycle de fatigue, le module d'élasticité sécant E_{xs} a été calculé à partir du rapport entre l'étendue des contraintes $\Delta\sigma_{xx}$ sur le cycle et l'étendue des déformations $\Delta\varepsilon_{xx}$ sur ce même cycle :

$$E_{xs} = \frac{\Delta\sigma_{xx}}{\Delta\varepsilon_{xx}} = \frac{\sigma_{xx,max} - \sigma_{xx,min}}{\varepsilon_{xx,max} - \varepsilon_{xx,min}} \quad (V.1)$$

La perte de raideur d_x^f est ensuite calculée pour chaque éprouvette via l'équation suivante :

$$d_x^f = 1 - \frac{E_{xs}}{E_{xs}^0} \quad (V.2)$$

où E_{xs}^0 est le module d'élasticité sécant initial, calculé à partir des données du 1^{er} cycle de fatigue de l'essai considéré, pour lequel l'endommagement en fatigue est négligeable. Lorsque l'éprouvette rompt, d_x^f vaut 1. Il est important de noter que d_x^f , E_{xs}^0 et E_{xs} sont des variables déterminées à l'échelle du stratifié.

Cette méthode de calcul de la perte de raideur a été préférée à celle utilisée dans le cas des stratifications BXS $[(\pm 45)_2]_s$, UD $[(+45/-45)_2]_s$ et BXS $[(+67.5/-22.5)/(-67.5/+22.5)]_s$ (cf. sections suivantes) car pour la stratification de type $[(0/90)_n]_s$, les déformations engendrées par les phénomènes visqueux ne sont pas significatives. Il n'est donc pas nécessaire d'interrompre le cyclage en fatigue pour effectuer des paliers de relaxation de la déformation pour prendre en compte les effets visqueux (cf. Chapitre II – section II.3.5.b). Cela est montré en Figure V-2 dans le cas de quelques éprouvettes testées en fatigue avec interruption du cyclage. De plus, une moyenne du module d'élasticité sécant initial a été effectuée pour chaque température d'essai. Les résultats sont comparés en Figure V-3 avec les moyennes obtenues pour les modules d'élasticité tangents initiaux déterminés à partir des essais de traction quasi-statique présentés au Chapitre IV – section IV.3.1 et à partir de la charge de traction quasi-statique précédent le premier bloc de cycles des essais de fatigue présentés ici. Les résultats montrent que les moyennes du module longitudinal sécant initial sont supérieures de moins de 3% à celles du module longitudinal tangent initial, ce qui permet de confirmer que la perte de raideur basée sur le module longitudinal sécant initial est bien représentative de celle basée sur le module longitudinal tangent initial des éprouvettes du fait des incertitudes mises en jeu. Enfin, cette méthode s'appliquant directement sur les cycles de fatigue, elle est plus facile à mettre en œuvre et permet d'obtenir des points expérimentaux pour les cycles de fatigue précédant la rupture des éprouvettes (cf. Figure V-2 & Figure V-4) et donc de déterminer l'état d'endommagement des éprouvettes juste avant cette dernière. Pour ces essais, les 50 cycles précédant la rupture des éprouvettes ont été enregistrés.

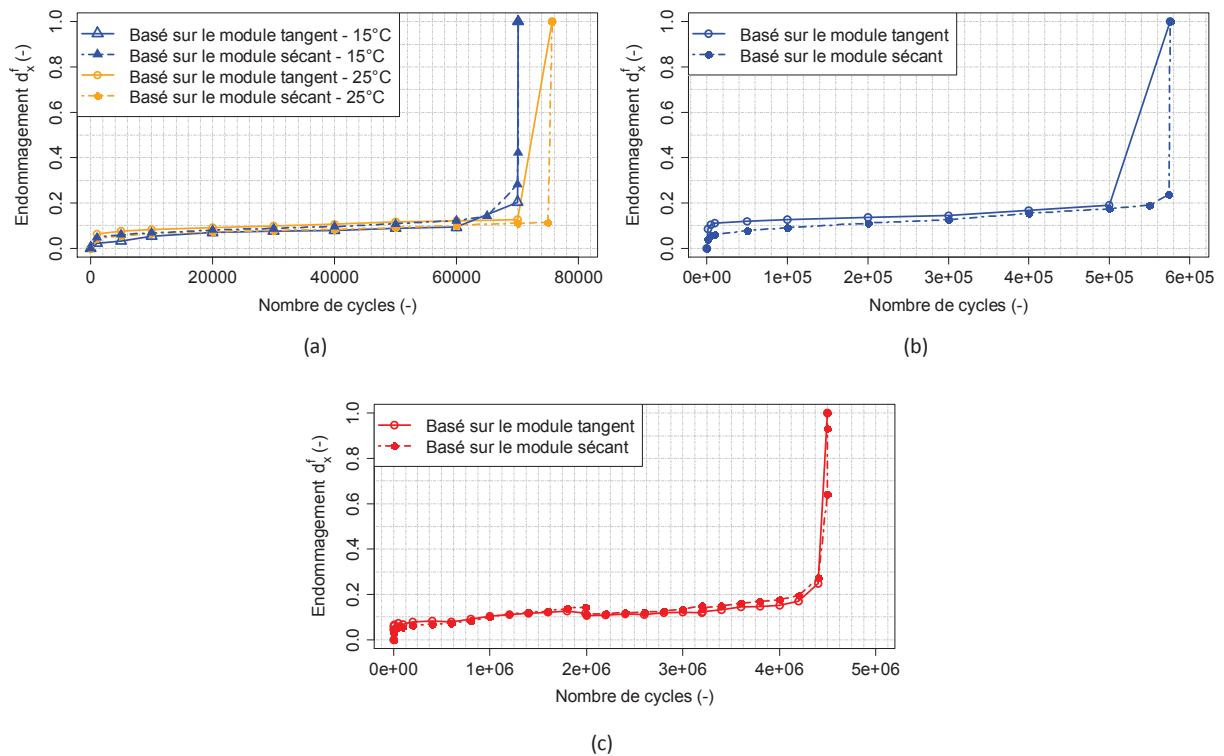


Figure V-2 : Evolution de la perte de raideur du stratifié BXS [(0/90)₂]_s en fonction du nombre de cycles à différentes températures, calculée à partir du module d'élasticité E_x et du module d'élasticité sécant E_{xs} à $R = 0.1$ et à (a) $\sigma_{max} = 50\% \sigma_{rupt}$, (b) $\sigma_{max} = 30\% \sigma_{rupt}$ σ_{rupt} et (c) $\sigma_{max} = 20\% \sigma_{rupt}$

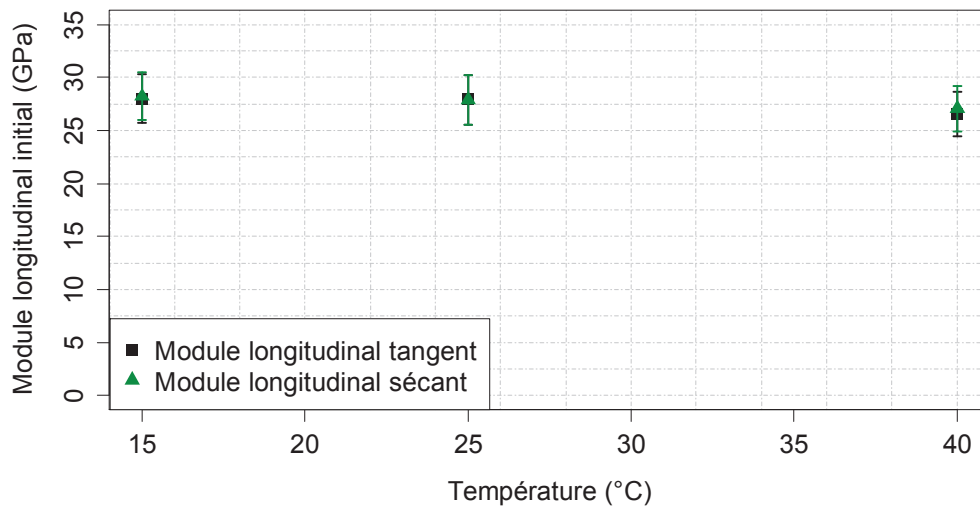


Figure V-3 : Evolution du module initial d'éprouvettes BXS [(0/90)₂]_s en fonction de la température, obtenue à partir des essais de traction quasi-statique et de fatigue, pour un taux volumique de fibres de $56,6 \pm 1,7\%$

Les évolutions de la perte de raideur calculées sur la base du module d'élasticité sécant E_{xs} via l'Equation (V.2) sont tracées en Figure V-4 en fonction du nombre de cycles normalisé par le nombre de cycles à rupture. Les résultats montrent que ni le niveau du chargement en fatigue appliqué ni la température n'a un effet significatif entre 15 et 40°C sur l'évolution de la perte de raideur des éprouvettes BXS [(0/90)₂]_s au cours de la durée de vie de ces dernières. De plus, au minimum 70% de

l'endommagement des éprouvettes se produit dans les 2 derniers pour cents de la durée de vie totale des éprouvettes. La perte de raideur observée avant la rupture des éprouvettes peut être attribuée à la fissuration des plis orientés à 90°. Elle reste limitée en raison des plis orientés dans la direction de chargement qui participent majoritairement à la raideur de l'éprouvette. La section V.4 de ce chapitre permettra de mieux évaluer l'effet de la température sur les mécanismes d'endommagement.

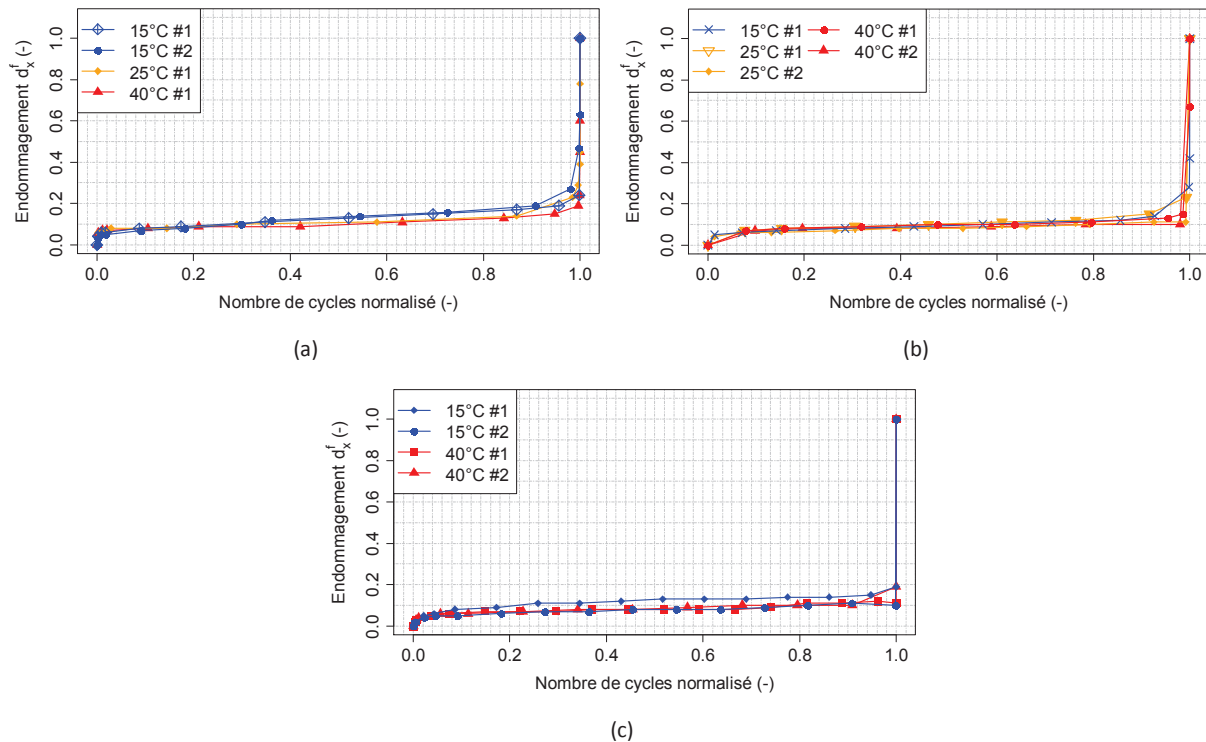


Figure V-4 : Evolution de la perte de raideur du stratifié BXS [(0/90)₂]_s en fonction du nombre de cycles normalisé à $R = 0.1$ et à (a) $\sigma_{max} = 30\% \sigma_{rupt}$, (b) $\sigma_{max} = 40\% \sigma_{rupt}$ et (c) $\sigma_{max} = 50\% \sigma_{rupt}$

V.2. Effet de la température sous un chargement engendrant principalement du cisaillement

Des essais de fatigue interrompus ont été réalisés à un rapport de charge R de 0.1 sur les stratification BXS [(±45)₂]_s et UD [(+45/-45)₂]_s à 15, 25 et 40°C, à différents niveaux de chargement et à une fréquence de 3 ou 5Hz. Les éprouvettes BXS [(±45)₂]_s proviennent toutes de la même plaque et ont un taux volumique de fibres moyen de $52,5 \pm 1,9\%$. Les éprouvettes UD [(+45/-45)₂]_s proviennent, elles aussi, d'une même plaque et ont un taux volumique de fibres moyen de $52,9 \pm 1,3\%$.

Lors de ces essais, le cyclage en fatigue est interrompu pour permettre de suivre la perte de raideur et l'évolution des déformations résiduelles des éprouvettes en s'affranchissant de l'influence des phénomènes visqueux (cf. Chapitre II – section II.3.5.b). La durée des paliers de relaxation a été fixée

à 45 minutes. Comme on peut le voir en Figure V-5, cette durée est suffisante pour recouvrer la quasi-totalité des déformations engendrées par les phénomènes visqueux, puisque les déformations longitudinale et transversale retrouvent un niveau constant au cours des paliers.

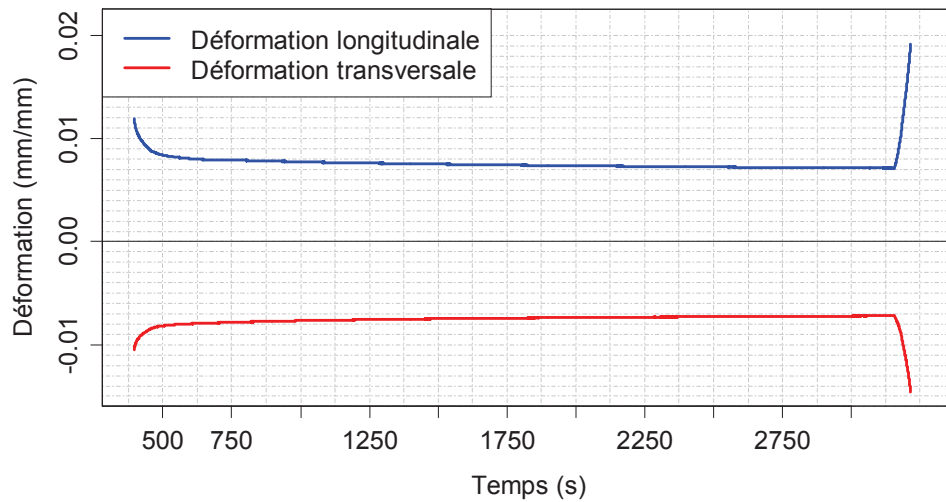


Figure V-5 : Evolution des déformations longitudinale et transversale en fonction du temps lors des paliers de relaxation à effort nul au cours d'un essai de fatigue interrompu à un rapport de charge R de 0.1 et à une contrainte maximale de 80MPa sur une éprouvette BXS $[(\pm 45)_2]_s$.

Les durées de vie obtenues à chaque niveau de chargement en fatigue, pour les trois températures d'essai considérées, sont présentées en Figure V-6. Sur cette figure, les droites en pointillés correspondent à des courbes de tendance de forme logarithmique obtenues via Excel. Elles ont été tracées pour permettre de comparer plus facilement les résultats expérimentaux. Ainsi, on peut voir que, pour un même niveau de chargement, la durée de vie en fatigue diminue avec l'augmentation de la température. De plus, on peut noter que les éprouvettes UD $[(+45/-45)_2]_s$ et BXS $[(\pm 45)_2]_s$ ont des durées de vie similaires à une température de $22 \pm 1^\circ\text{C}$.

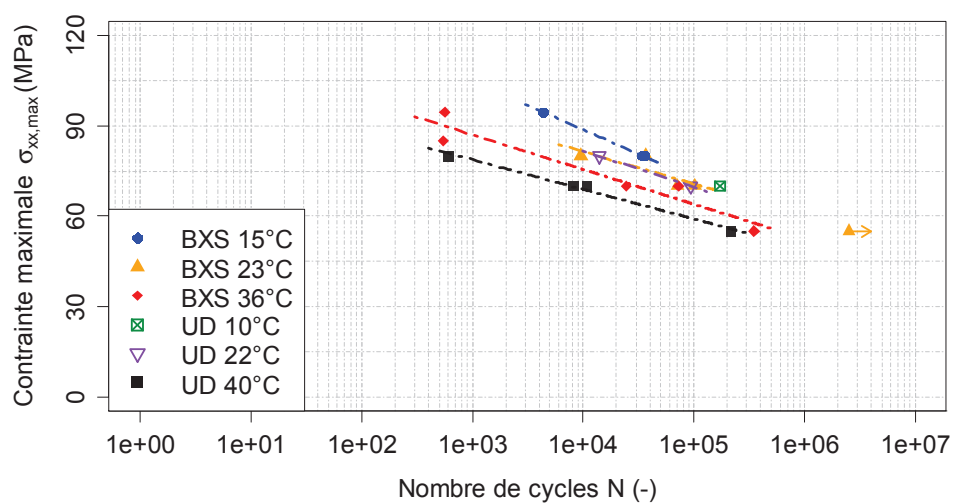


Figure V-6 : Résultats des essais de fatigue à $R = 0.1$ sur les stratifications BXS $[(\pm 45)_2]_s$ et UD $[(+45/-45)_2]_s$ à 15, 25 et 40°C

Les résultats des essais de fatigue ont ensuite été comparés en normalisant la contrainte maximale par la contrainte de cisaillement maximale, prise à 5% de déformation de cisaillement, qui a été obtenue pour chaque température via les résultats des essais de traction quasi-statique présentés au Chapitre IV – section IV.3.2 (Figure V-7). Ils montrent que la chute de la durée de vie avec l'augmentation de la température entre 15 et 36°C pour la stratification BXS et entre 22 et 40°C pour la stratification UD est en proportion moins importante que la chute de la contrainte à rupture. Ainsi, l'effet de la température est plus important en traction quasi-statique qu'en fatigue dans le cas d'un chargement engendrant principalement du cisaillement.

La perte de raideur est quantifiée via une variable d'endommagement d_{12}^f définie au Chapitre III par l'équation (III.3) avec $d_{12} = d_{12}^f$ et où G_{12} est le module de cisaillement de l'éprouvette au cours de l'essai déterminé à partir de la rampe statique qui précède chaque nouveau bloc de cycles de fatigue et G_{12}^0 correspond à la valeur de G_{12} obtenue pour la première rampe statique. Lorsque l'éprouvette rompt, d_{12}^f vaut 1. Le nombre de cycles a , quant à lui, été normalisé par le nombre de cycles à rupture, pour pouvoir comparer l'évolution de la perte de raideur au même stade de la durée de vie des éprouvettes à différents niveaux de chargement. Les résultats sont présentés en Figure V-8(a) pour la stratification BXS et en Figure V-8(b) pour la stratification UD. Sur ces figures, on constate que pour certaines éprouvettes, aucun point expérimental n'est obtenu entre 80 et 100% de la durée de vie en fatigue. Cela est directement lié au fait que le protocole expérimental mis en place rend l'obtention systématiquement d'un point expérimental juste avant la rupture des éprouvettes difficile, du fait de la variabilité expérimentale sur le nombre de cycles à rupture. De plus, pour certaines éprouvettes, la durée de vie en fatigue était inconnue au moment des essais. Ces éprouvettes ont donc servi à la mise en place du protocole, ce qui explique qu'aucun point expérimental ne soit obtenu, pour certaines d'entre elles, entre 60 et 100% de la durée de vie en fatigue.

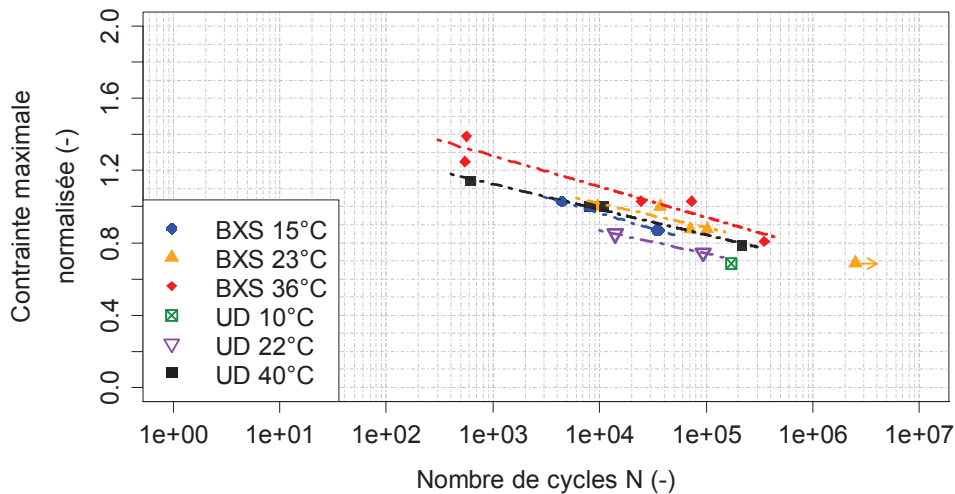


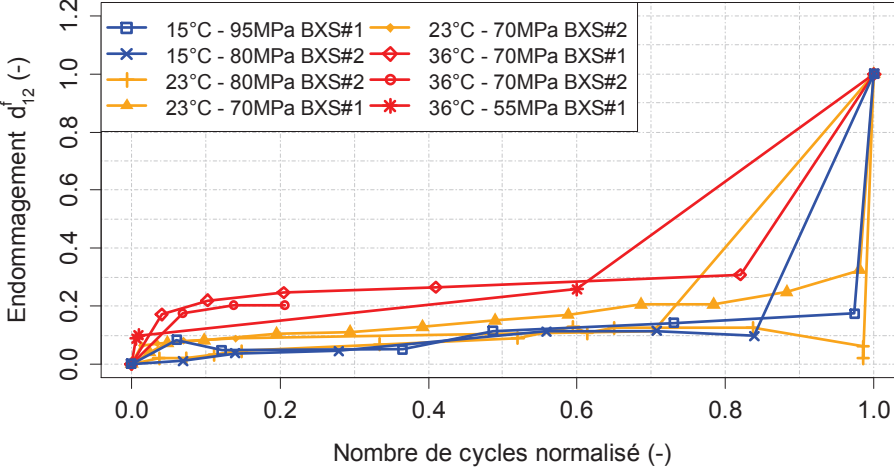
Figure V-7 : Résultats des essais de fatigue à $R = 0.1$ sur les stratifications BXS $[(\pm 45)_2]_s$ et UD $[(+45/-45)_2]_s$, à 15, 25 et 40°C avec la contrainte normalisée par la contrainte de cisaillement maximale en traction quasi-statique

Les résultats montrent que la température n'influe pas significativement sur l'évolution de l'endommagement au cours des essais de fatigue quel que soit le niveau de chargement considéré pour la stratification UD. Par contre, elle semble avoir une influence dans le cas de la stratification BXS, puisque le niveau d'endommagement à un nombre de cycles donné est plus important avec l'augmentation de la température. De la même manière qu'en traction quasi-statique (cf. Chapitre IV section IV.3.2), cette différence de résultats entre les deux types de renforts peut venir du fait que l'angle théorique de 90° entre les plis des nappes BXS n'est pas toujours retrouvé dans la réalité (cf. Figure II-9). Les éprouvettes stratifiées testées peuvent alors être potentiellement asymétriques et/ou déséquilibrées. Mais cela peut aussi venir du fait que les renforts UD et les renforts BXS ont une structure tissée déséquilibrée différente puisque les renforts UD (à 0°) possèdent des torons de fibres sens trame (i.e. à 90°) à hauteur de 3.5% de leur grammage, tandis que les renforts BXS possèdent une chaîne de torons de fibres à hauteur de 0.02% de leur grammage.

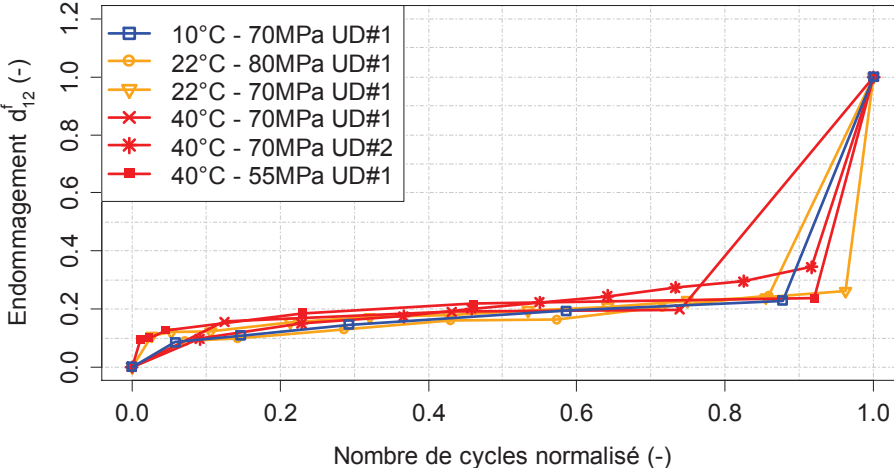
De plus, les résultats expérimentaux montrent qu'au minimum 70% de la perte de raideur se produit dans les vingt derniers pour cent de la durée de vie en fatigue des éprouvettes quels que soient la température et le niveau de chargement.

Les évolutions de la déformation plastique de cisaillement des éprouvettes BXS $[(\pm 45)_2]_s$ et UD $[(+45/-45)_2]_s$ ont été tracées en fonction du nombre de cycles normalisé respectivement en Figure V-9(a) et en Figure V-9(b), pour chaque température d'essai et niveau de chargement. Ces résultats mettent en évidence, pour un même niveau de chargement à un rapport de charge R de 0.1, une augmentation de la déformation plastique de cisaillement avec l'augmentation de la température, surtout entre 22 ± 1 et $38 \pm 2^\circ\text{C}$. De plus, à une température d'essai donnée, l'évolution de la

déformation plastique de cisaillement ne semble pas être significativement impactée par la variation de la contrainte maximale entre 55 et 80MPa pour un rapport de charge R de 0.1.

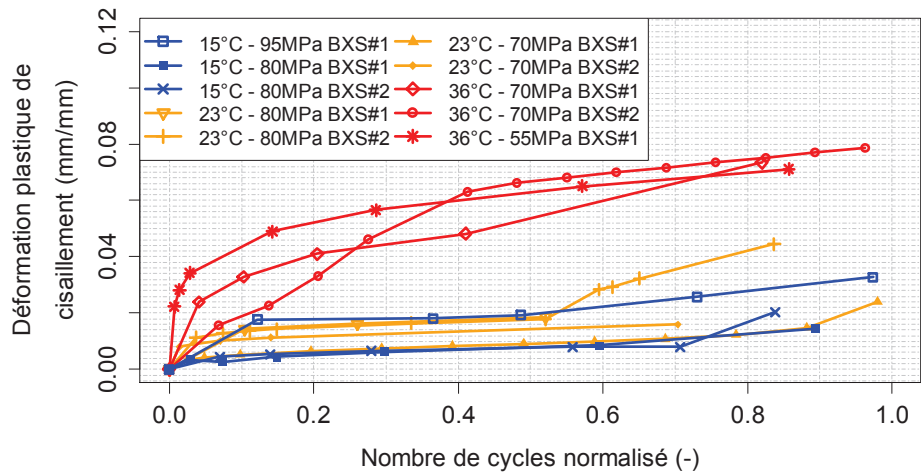


(a)

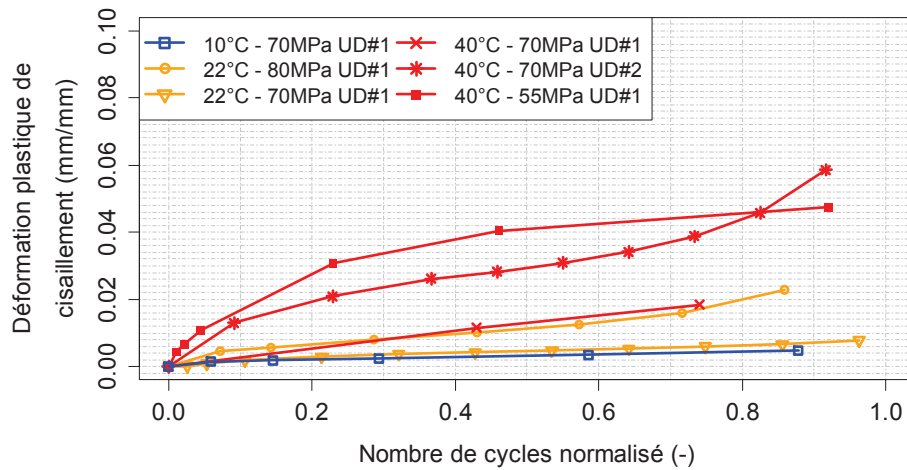


(b)

Figure V-8 : Evolution du niveau d'endommagement d_{12}^f des éprouvettes (a) BXS $[(\pm 45)_2]_s$ et (b) UD $[(+45/-45)_2]_s$, en fonction du nombre de cycles normalisé, de la température d'essai et du niveau de chargement maximum, à $R = 0.1$



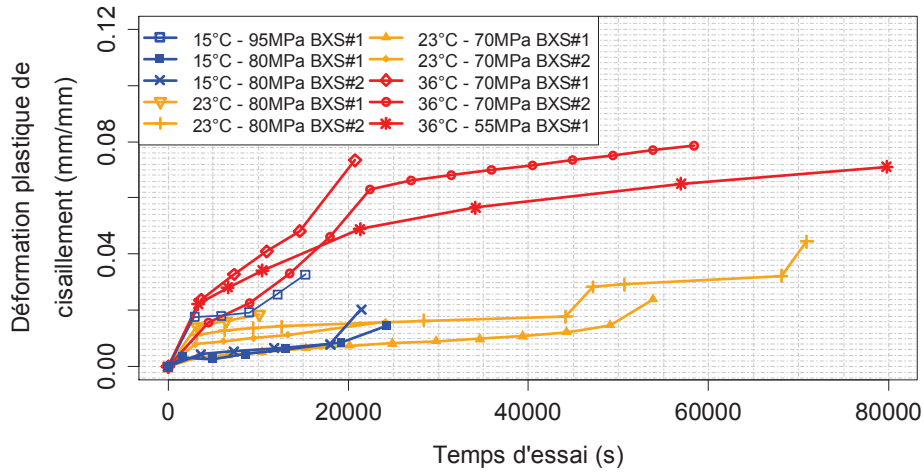
(a)



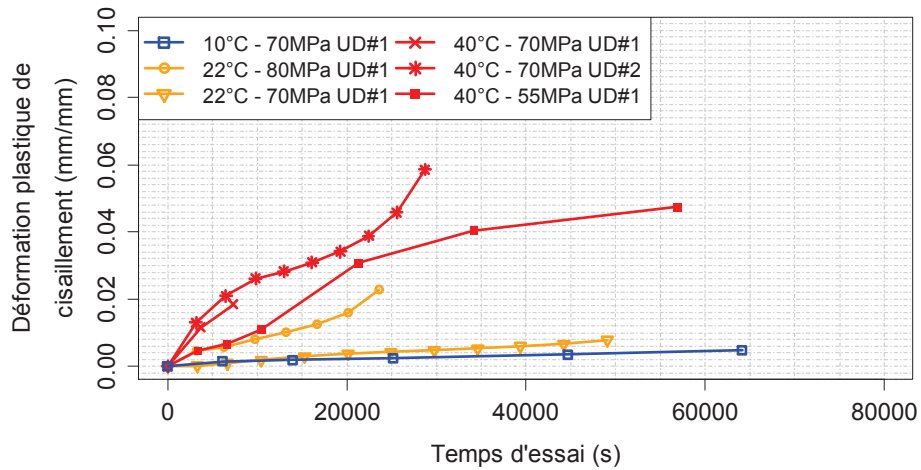
(b)

Figure V-9 : Evolution de la déformation plastique de cisaillement γ_{12}^p des éprouvettes (a) BXS $[(\pm 45)_2]_s$ et (b) UD $[(+45/-45)_2]_s$, en fonction du nombre de cycles normalisé, du niveau de chargement et de la température d'essai, à $R = 0.1$

Cependant, les essais ayant été effectués à deux fréquences différentes, l'effet du temps peut aussi jouer sur l'évolution de la déformation plastique de cisaillement et expliquer les courbes qui ne respectent pas les tendances générales décrites dans le paragraphe précédent. De ce fait, l'évolution de la déformation plastique de cisaillement a été tracée en fonction du temps (Figure V-10). Les résultats confirment alors l'augmentation de la déformation plastique de cisaillement avec l'augmentation de la température pour un même niveau de chargement, mais montrent que le niveau de déformation plastique de cisaillement atteint à un temps donné est plus important avec l'augmentation du niveau de chargement, pour un rapport de charge R de 0.1. Ainsi, l'évolution de la déformation plastique de cisaillement semble pilotée à la fois par le niveau de chargement et par la température.



(a)



(b)

Figure V-10 : Evolution de la déformation plastique de cisaillement γ_{12}^p des éprouvettes (a) BXS $[(\pm 45)_2]_s$ et (b) UD $[(+45/-45)_2]_s$, en fonction du temps d'essai, du niveau de chargement et de la température d'essai, à $R = 0.1$

V.3. Effet de la température sur le comportement couplé cisaillement-transverse

Des essais de fatigue interrompus ont été réalisés sur la stratification BXS $[(+67,5/-22,5)/(-67,5/+22,5)]_s$ à 15, 25 et 40°C à un rapport de charge R de 0,1 et à une fréquence de 1Hz, à deux niveaux de chargement : 100 et 125MPa. Les éprouvettes proviennent toutes de la même plaque et ont un taux volumique de fibres moyen de $49.3 \pm 1.5\%$. Deux éprouvettes ont été testées par température d'essai. Les résultats d'un précédent essai en fatigue effectué à 25°C sans interruptions sont aussi pris en compte. Comme dans la section précédente, l'interruption du cyclage en fatigue permet de suivre la perte de raideur et l'évolution des déformations résiduelles des éprouvettes en s'affranchissant de l'influence des phénomènes visqueux. La durée des paliers de relaxation a été

fixée à 15 minutes. Comme on peut le voir en Figure V-11, cette durée est suffisante pour recouvrer la quasi-totalité des déformations engendrées par les phénomènes visqueux, puisque les déformations longitudinale et transversale retrouvent un niveau constant au cours du palier.

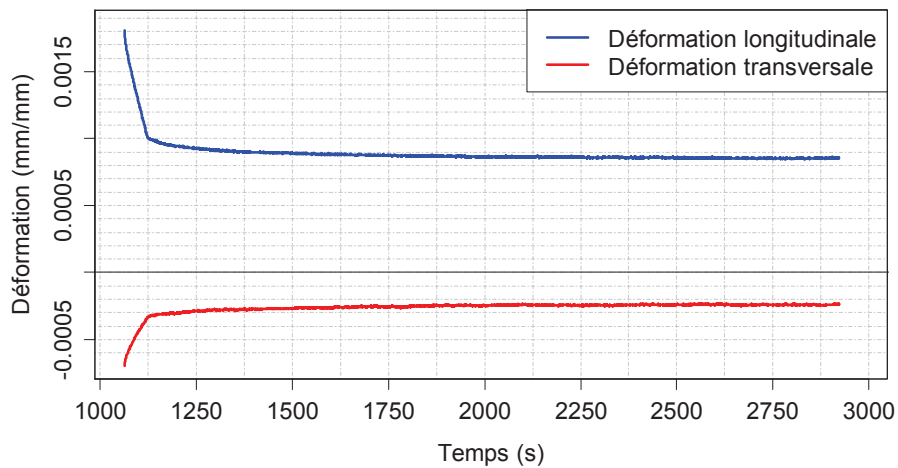


Figure V-11 : Evolution des déformations longitudinale et transversale en fonction du temps lors des paliers de relaxation à effort nul au cours d'un essai de fatigue interrompu à un rapport de charge R de 0.1 et à niveau de contrainte maximale de 100MPa sur une éprouvette BXS $[(+67.5/-22.5)/(-67.5/+22.5)]_s$

Les résultats des essais de fatigue aux différentes températures considérées sont présentés en Figure V-12. Même si le nombre d'éprouvettes est assez faible, ils montrent qu'à un même niveau de chargement, le passage de la température de 25°C à 40°C réduit significativement la durée de vie en fatigue. Par contre, la durée de vie n'est que légèrement réduite lorsque la température passe de 15°C à 25°C. De la même manière que pour les stratifications BXS $[(\pm 45)_2]_s$ et UD $[(+45/-45)_2]_s$.

Ces résultats ont ensuite été comparés en Figure V-13 après normalisation de la contrainte maximale par la contrainte à rupture obtenue pour chaque température d'essai en traction quasi-statique. Les résultats montrent alors que les courbes S-N se superposent. De ce fait, l'augmentation de la température entre 15 et 40°C entraîne, en proportion, une chute similaire de la durée de vie en fatigue et de la contrainte à rupture dans le cas de la stratification BXS $[(+67,5/-22,5)/(-67,5/+22,5)]_s$.

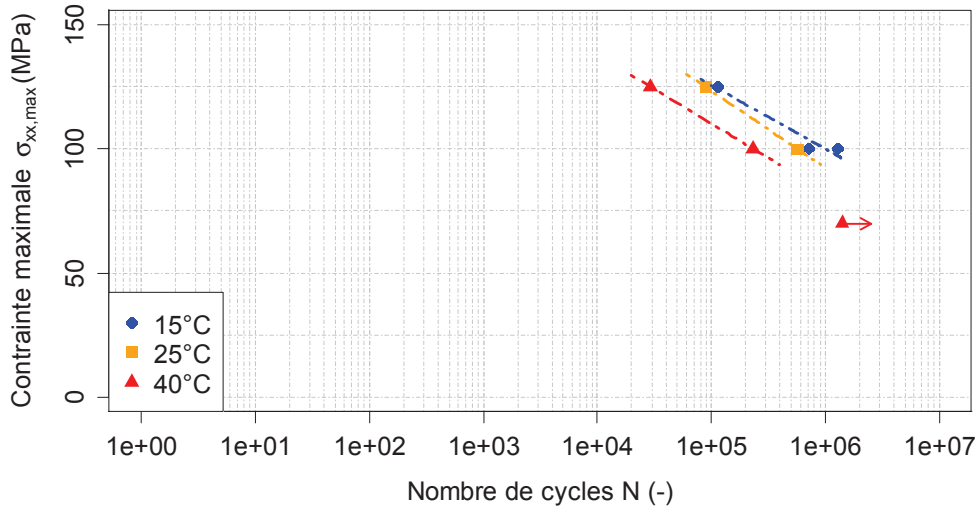


Figure V-12 : Résultats des essais de fatigue à $R = 0.1$ à 15, 25 et 40°C sur la stratification BXS [(+67,5/-22,5)/(-67,5/+22,5)]_s, pour un taux volumique de fibres moyen de $49.3 \pm 1.5\%$

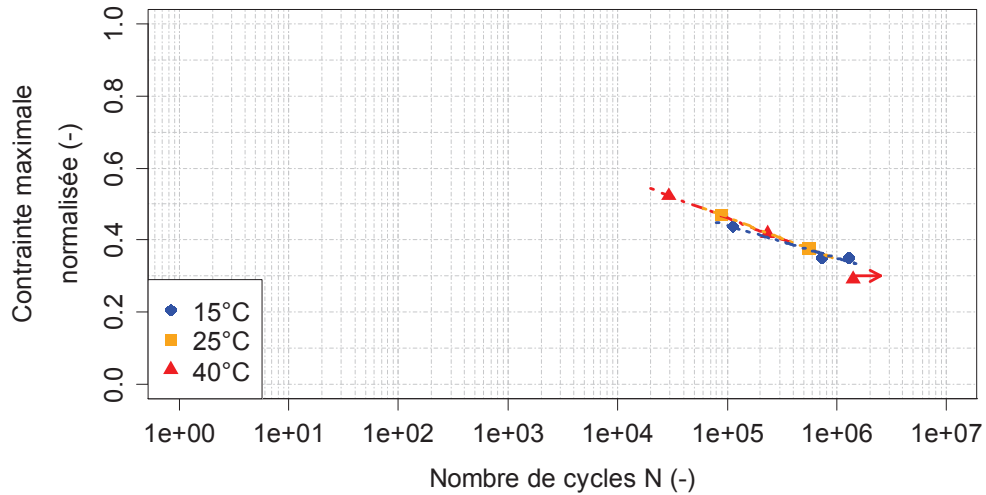


Figure V-13 : Résultats des essais de fatigue de la stratification BXS [(+67,5/-22,5)/(-67,5/+22,5)]_s à 15, 25 et 40°C, avec la contrainte maximale normalisée par rapport à la contrainte à rupture en traction quasi-statique, pour un taux volumique de fibres moyen de $49.3 \pm 1.5\%$

La perte de raideur des éprouvettes est quantifiée via la variable d'endommagement d_x^f définie de la manière suivante :

$$d_x^f = 1 - \frac{E_x}{E_x^0} \quad (V.3)$$

où E_x est le module d'élasticité longitudinal de l'éprouvette au cours de l'essai déterminé à partir de la rampe statique qui précède chaque nouveau bloc de cycles de fatigue et E_x^0 correspond à la valeur de E_x déterminée à partir de la première rampe statique. Lorsque l'éprouvette rompt, d_x^f vaut 1. Ainsi, d_x^f , E_x^0 et E_x sont des variables déterminées à l'échelle du stratifié.

Les résultats sont présentés en Figure V-14, où seule une courbe à 15°C est présentée suite à un problème de mesure de la déformation lors du second essai à cette température. Le nombre de cycles a , quant à lui, été normé par le nombre de cycles à rupture, pour pouvoir comparer l'évolution de la perte de raideur au même stade de la durée de vie des éprouvettes à des niveaux de chargement différents. On peut voir que le niveau de chargement et la température d'essai n'influencent pas significativement l'évolution du niveau d'endommagement des éprouvettes, et qu'environ 80% de la perte de raideur se produit dans les dix derniers pour cent de la durée de vie en fatigue des éprouvettes.

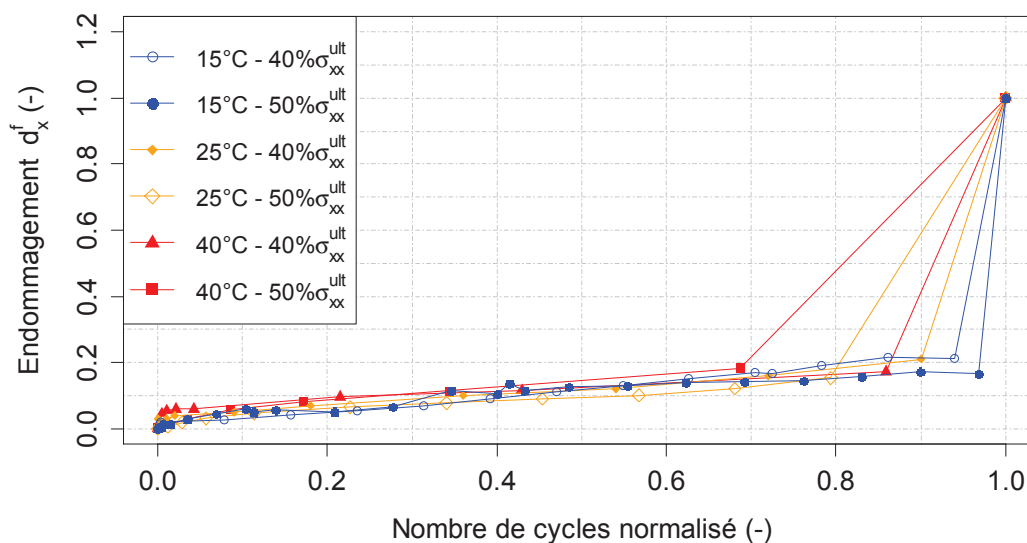


Figure V-14 : Evolution de la variable d'endommagement d_x^f en fonction du nombre de cycles normalisé, du niveau de chargement et de la température d'essai, lors d'essais de fatigue à $R = 0.1$ sur des éprouvettes BXS $[(+67.5/-22.5)/(-67.5/+22.5)]_s$, dont le taux volumique de fibres moyen est de $49.3 \pm 1.5\%$

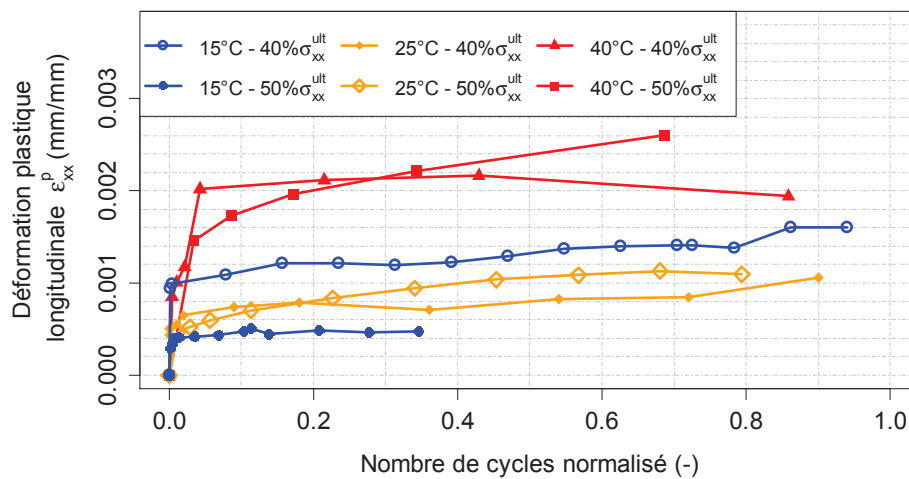
Les évolutions des déformations plastiques longitudinale et transversale ont été tracées en fonction du nombre de cycles normalisé pour chaque température d'essai et niveau de chargement, respectivement, en Figure V-15(a) et en Figure V-15(b).

Les résultats montrent que la déformation plastique longitudinale augmente drastiquement dans les premiers pour cent de la durée de vie totale des éprouvettes, puis reste relativement stable le reste de l'essai quelle que soit la température (Figure V-15(a)). Ils montrent aussi que la déformation plastique longitudinale semble être influencée par la température entre 15 et 40°C, puisqu'elle est légèrement plus faible à 15°C qu'à 25°C, et est environ 2 fois plus élevée à 40°C qu'à 25°C.

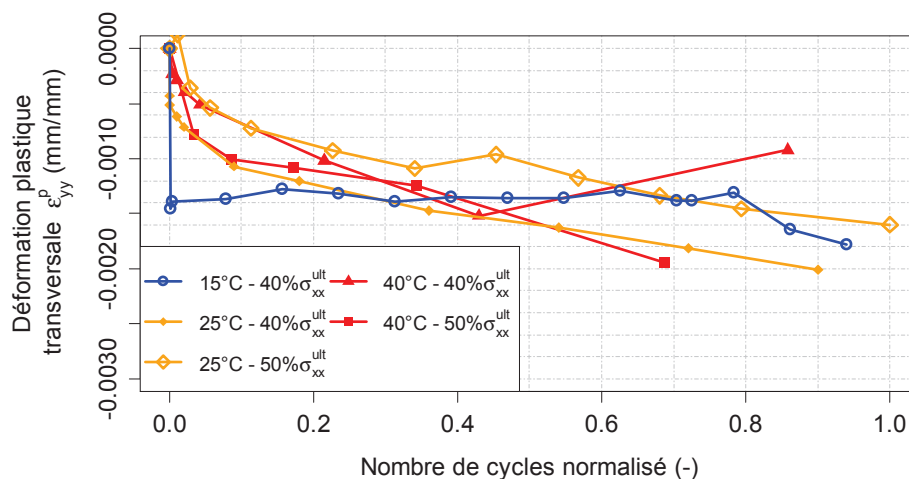
La déformation plastique transversale augmente, quant à elle, graduellement tout au long de l'essai et n'est pas influencée de manière significative par la température entre 15 et 40°C, ni par le niveau de chargement (Figure V-15(b)). A noter que la déformation plastique transverse de l'éprouvette

testée à 15°C n'a pas pu être tracée suite à un problème de mesure de la déformation causé par la chute de l'extensomètre transverse dès le premier bloc de cycles de fatigue.

De la même manière que dans le cas d'un chargement engendrant principalement du cisaillement (cf. section précédente), les essais n'ont pas tous été réalisés à la même fréquence de sollicitation. De ce fait, l'évolution des déformations plastiques a été tracée en fonction du temps, comme montré en Figure V-16. Les résultats montrent que l'évolution de la déformation plastique longitudinale et de la déformation plastique transverse du stratifié à un temps donné semble dépendre à la fois de la température et du niveau de chargement. Cependant, le faible nombre de jeux de données expérimentales ne permet pas de conclure définitivement sur ce point.

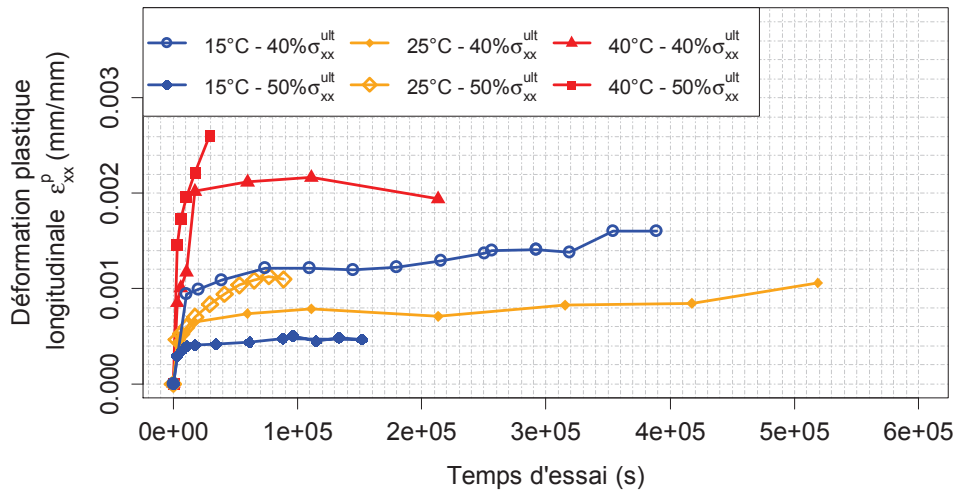


(a)

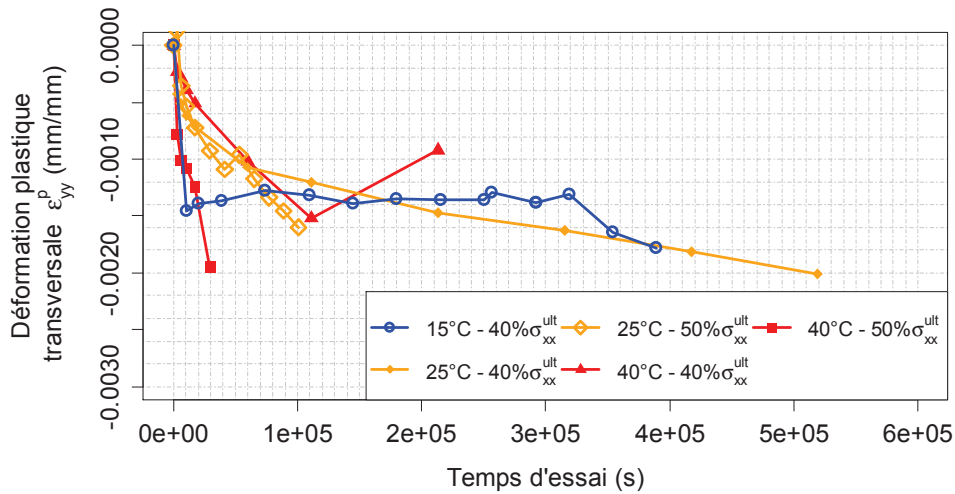


(b)

Figure V-15 : Evolution de la déformation plastique (a) longitudinale et (b) transversale, des éprouvettes BXS [(+67.5/-22.5)/(-67.5/+22.5)]_s, en fonction du nombre de cycles de fatigue normalisé, de la température d'essai et du niveau de chargement maximal, lors d'essais de fatigue à $R = 0.1$, pour un taux volumique de fibres moyen de $49.3 \pm 1.5\%$



(a)

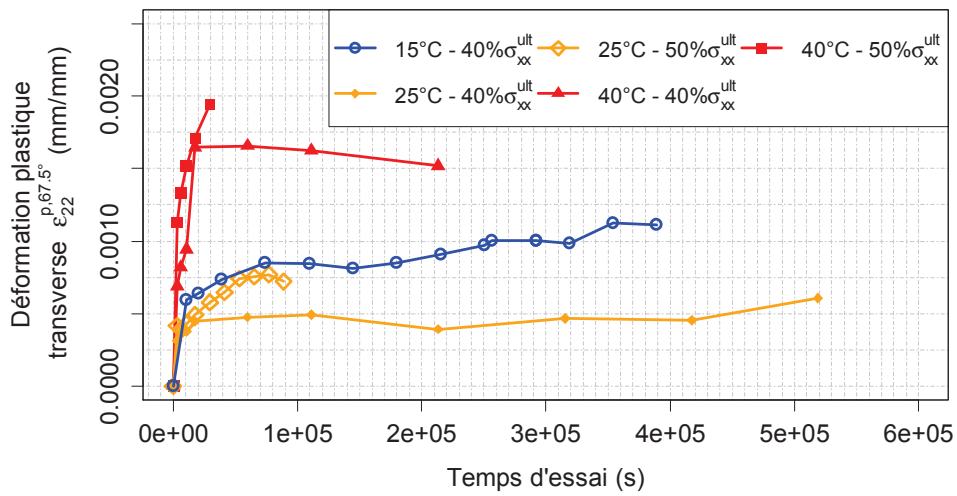


(b)

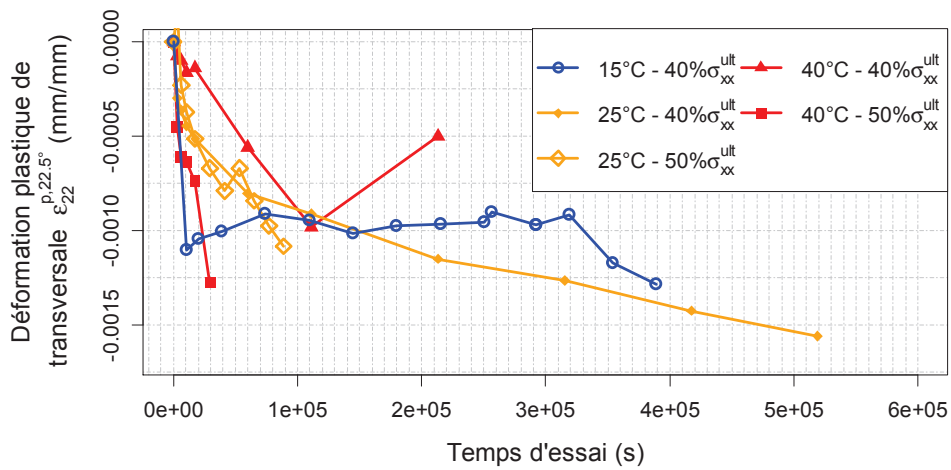
Figure V-16 : Evolution de la déformation plastique (a) longitudinale et (b) transversale, des éprouvettes BXS $[(+67.5/-22.5)/(-67.5/+22.5)]_s$, en fonction du temps d'essai, de la température d'essai et du niveau de chargement maximal, lors d'essais de fatigue à $R = 0.1$, pour un taux volumique de fibres moyen de $49.3 \pm 1.5\%$

Enfin, à l'échelle des plis, des conclusions similaires peuvent être effectuées sur l'évolution des déformations plastiques transverses et de cisaillement, obtenues à partir de l'Equation (III.35). En effet, les mêmes tendances sont retrouvées au signe près respectivement entre la déformation plastique transverse des plis à $\pm 67.5^\circ$ et la déformation plastique longitudinale du stratifié, et entre la déformation plastique transverse des plis à $\pm 22.5^\circ$ et la déformation plastique transverse du stratifié (cf. Figure V-17). De même, des tendances similaires sont retrouvées entre la déformation plastique de cisaillement des plis (qui est la même pour les plis à 67.5° et les plis à 22.5°) et la déformation plastique transverse du stratifié (cf. Figure V-18). En conclusion, la température a un

effet non négligeable sur l'évolution des déformations plastiques que ce soit à l'échelle du stratifié ou à l'échelle des plis.



(a)



(b)

Figure V-17 : Evolution de la déformation plastique transverse (a) des plis à $+67.5^\circ$ et (b) des plis à $+22.5^\circ$, des éprouvettes BXS $[(+67.5/-22.5)/(-67.5/+22.5)]_s$, en fonction du temps d'essai, de la température d'essai et du niveau de chargement maximal, lors d'essais de fatigue à $R = 0.1$, pour un taux volumique de fibres moyen de $49.3 \pm 1.5\%$

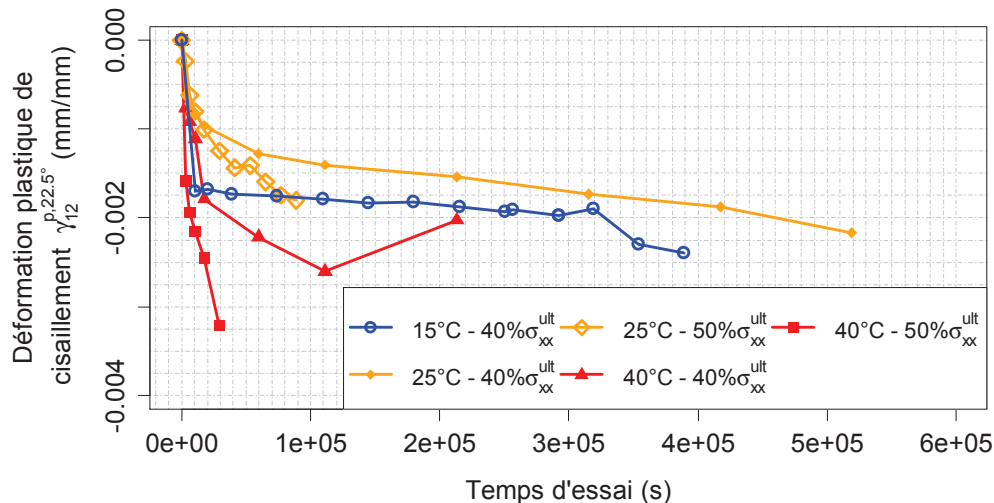


Figure V-18 : Evolution de la déformation de cisaillement des plis à $\pm 22.5^\circ$ (égale à celle des plis à $\pm 67.5^\circ$), des éprouvettes BXS $[(+67.5/-22.5)/(-67.5/+22.5)]_s$, en fonction du temps d'essai, de la température d'essai et du niveau de chargement maximal lors d'essais de fatigue à $R = 0.1$, pour un taux volumique de fibres moyen de $49.3 \pm 1.5\%$

V.4. Effet de la température sur le scénario d'endommagement en fatigue

V.4.1. Choix de la stratification étudiée

Pour ne pas multiplier le nombre d'essais de fatigue, une seule stratification a été étudiée, à savoir la stratification BXS $[(0/90)_2]_s$. Cette dernière a été choisie parmi celles considérées dans le cadre de l'étude de l'effet de la température sur le comportement du composite soumis à un chargement de traction quasi-statique (cf. Chapitre IV – section IV.4). Pour rappel, la campagne d'essai menée en traction quasi-statique a mis en évidence une transition du scénario d'endommagement entre 15 et 40°C. En effet, l'augmentation de la température entraîne une telle augmentation du seuil de déformation correspondant à l'initiation de la première fissure que ce dernier devient supérieur à la déformation à rupture des éprouvettes à 40°C. Ainsi, si des fissures sont observées à 15°C, ce n'est pas le cas à 40°C. Les essais présentés dans cette partie ici avaient donc pour objectif de voir si ce phénomène se produisait aussi lors d'un chargement en fatigue.

V.4.2. Influence de la température sur le scénario d'endommagement en fatigue

Les essais ont tous été réalisés à $R = 0.1$, et à une fréquence de 3Hz. Trois éprouvettes ont été testées à 40°C, trois à 15°C et une à 25°C à une contrainte maximale égale à 40% de la contrainte à rupture du stratifié. De plus, une éprouvette a été testée à 15 et une à 40°C à une contrainte maximale égale à 30% de la contrainte à rupture du stratifié. Pour pouvoir polir et observer facilement la tranche des éprouvettes au microscope optique, des éprouvettes droites ont été utilisées.

Tout d'abord, des fissures transverses ont été observées à toutes les températures d'essais, quel que soit le niveau de chargement (Figure V-19). Cette différence par rapport aux observations faites pour un chargement de traction quasi-statique s'explique par le fait qu'un chargement de fatigue se fait de manière répétitive, ce qui favorise l'amorçage et la propagation des fissures au cours de la sollicitation.

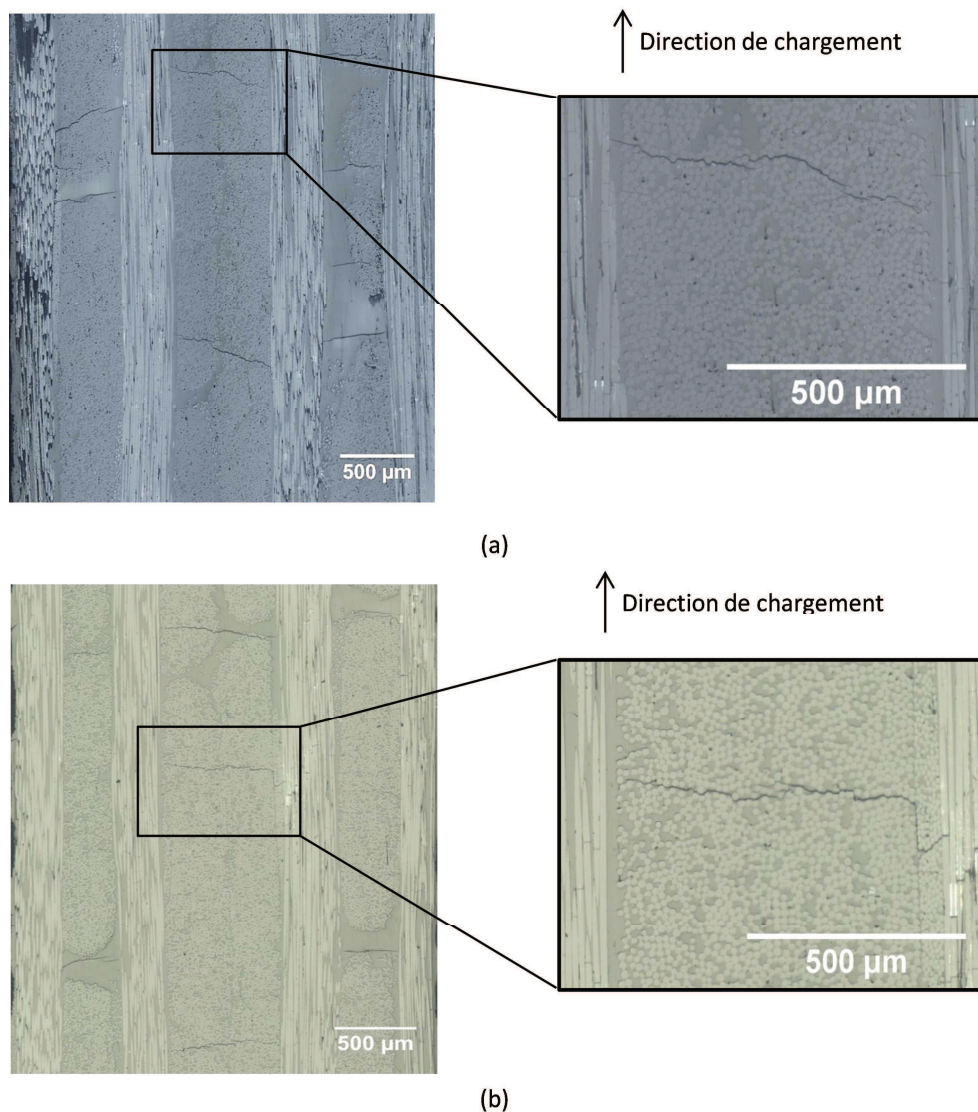


Figure V-19 : Observation à 0.6% de déformation longitudinale de la tranche d'une éprouvette BXS [(0/90)₂]_S après la réalisation de 200 000 cycles de fatigue à $\sigma_{xx,max} = 30\% \sigma_{xx}^{ult}$, (a) à 15°C et (b) à 40°C - la différence des couleurs entre les images obtenues aux deux températures d'essai est dû à un écart dans le niveau de luminosité choisi lors de leur réalisation au microscope optique

Pour chaque éprouvette, les densités linéiques de fissures transverses complètes dans le pli double à 90°, partielles dans le pli double à 90°, complètes dans les plis simples à 90°, et toutes fissures confondues dans tous les plis à 90° ont été déterminées (cf. Figure IV-31 pour les notions de plis

simples ou doubles et de fissures transverses complètes ou partielles). Elles sont définies de la même manière qu'au Chapitre IV, à savoir comme le nombre de fissures transverses divisé par la longueur de la zone d'observation, qui est de 30mm. Il est important de noter que la grande majorité des éprouvettes a rompu entre 30 et 60% de leur durée de vie en fatigue (établie en section V.1), du fait de leur géométrie droite (Figure II-17). Ainsi, aucune conclusion sur l'évolution des densités linéiques de fissures transverses ne peut être proposée sur la deuxième moitié de la durée de vie des éprouvettes. Les résultats obtenus sont comparés en Figure V-20 pour $\sigma_{xx,max} = 40\% \sigma_{xx}^{ult}$. Les résultats montrent que toutes les densités linéiques de fissures transverses sont plus faibles à 40°C qu'à 15 et 25°C. Par contre, il est difficile de conclure quant à l'impact de la température entre 15 et 25°C du fait du faible nombre d'éprouvettes testées à ces deux températures. De plus, comme dans le cas d'un chargement de traction quasi-statique (cf. Chapitre IV), certains endommagements observés sur la tranche des éprouvettes peuvent être dus à des effets de bord. En conséquence, les densités linéiques de fissures peuvent être surestimées, et perturber l'interprétation de l'impact de la température entre 15 et 25°C.

Pour $\sigma_{xx,max} = 30\% \sigma_{xx}^{ult}$, les résultats sont présentés en Figure V-21. Tout d'abord, l'absence de points expérimentaux entre 0 et 100 000 cycles ne permet pas de comparer le seuil d'apparition de la première fissure transverse à 15 et 40°C. Ensuite, les résultats montrent qu'à 40°C, les densités linéiques de fissures transverses complètes dans le pli double à 90°, complètes dans les plis simples à 90° et toutes fissures confondues dans tous les plis à 90° sont inférieures à celles obtenues à 15°C, jusqu'à la rupture des éprouvettes. Par contre, la densité linéique de fissures partielles dans le pli double à 90° ne semble pas significativement impactée par la température entre 15 et 40°C. Ces résultats confirment donc l'impact de la température sur la cinétique de fissuration en fatigue du composite. En effet, à 40°C, une propagation plus limitée des fissures transverses est observée. Cependant, cet impact est plus faible avec l'abaissement du niveau de chargement en fatigue, et donc avec l'augmentation de la durée de vie en fatigue. Comme la durée de vie en fatigue augmente de plus d'un facteur 10 en passant d'un niveau de chargement de 40% à 30% de σ_{xx}^{ult} , plus de fissures ont le temps de s'initier et de se propager avant la rupture finale du stratifié, quelle que soit la température. Il est important aussi de noter qu'à 15°C, toutes les densités linéiques de fissures saturent après 800 000 cycles.

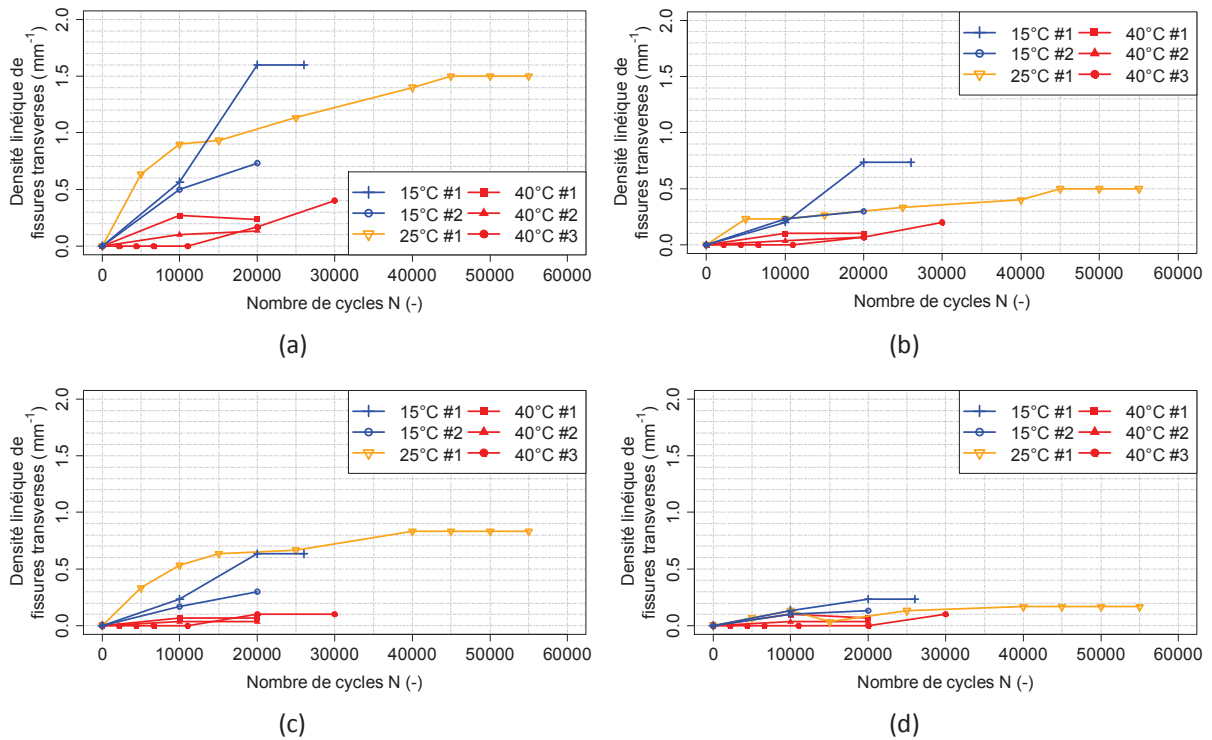


Figure V-20 : Densité linéique de fissures transverses (a) au total, (b) complètes dans les plis simples, (c) complètes dans le pli double et (d) partielles dans le pli double, en fonction de la température d'essai dans le cas d'éprouvettes $[(0/90)_2]_s$

testées en fatigue à $R = 0.1$ et à un niveau de chargement $\sigma_{xx,max} = 40\% \sigma_{xx}^{ult}$

Cependant, encore une fois, ces conclusions demandent à être confirmées, du fait du faible nombre d'éprouvettes testées aux deux températures, et du fait que certains endommagements observés sur la tranche des éprouvettes puissent être dus à des effets de bord. De plus, il a été montré au Chapitre IV que les densités linéiques de fissures transverses variaient dans la largeur des éprouvettes. Ces résultats s'expliquaient par le fait que les renforts utilisés ont une structure de tissus très déséquilibrés. Il est, de ce fait, possible que la même chose soit observée dans le cas d'un chargement de fatigue, bien que ce type de chargement favorise la propagation des fissures, et donc que les densités linéiques de fissures transverses illustrées en Figure V-20 et en Figure V-21 ne soient pas représentatives de ce qui se passe dans le volume des éprouvettes. Deux méthodes expérimentales décrites et utilisées au Chapitre IV permettent de traiter de cette problématique. La première consiste à polir de manière successive la tranche des éprouvettes et la seconde à observer un volume des éprouvettes par micro-tomographie aux rayons X.

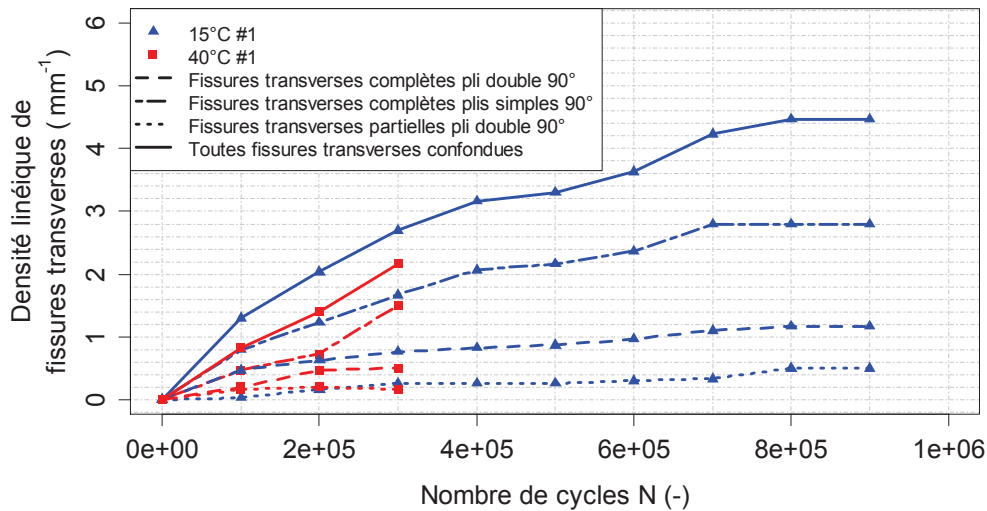


Figure V-21 : Densité de fissures transverses en fonction de la température d'essai dans le cas d'éprouvettes $[(0/90)_2]_s$, lors d'essais de fatigue à $R = 0.1$ et $\sigma_{xx,max} = 30\% \sigma_{xx}^{ult}$

V.5. Effet de la température sur les paramètres du modèle

Il a été montré au Chapitre IV que le fait d'introduire une dépendance à la température du module transverse et du module de cisaillement initiaux de la matrice, E_m^0 et G_m^0 , semblait suffisant pour pouvoir décrire le comportement mécanique du composite sous un chargement quasi-statique dans l'ensemble de l'intervalle de température de service des pales d'éolienne. L'étude présentée ici a donc pour objectif de montrer si cela se vérifie aussi pour un chargement de fatigue et si non, de mettre en évidence les autres modifications qui sont nécessaires.

Tout d'abord, il est important de noter que les résultats obtenus en section V.1 ont montré que la température avait un impact négligeable sur la tenue en fatigue du composite soumis à un chargement dans la direction des fibres. De ce fait, les valeurs des paramètres de la loi d'évolution de l'endommagement dans la direction des fibres identifiées au Chapitre III sont considérés constants dans l'intervalle de température considéré ici. Pour un chargement engendrant principalement du cisaillement, le modèle de fatigue a été relancé avec le jeu de paramètres identifié au Chapitre III – section III.4.2 pour une température de 22°C, avec seule la valeur de G_m^0 de modifiée (la valeur de E_m^0 n'intervenant pas). Les courbes S-N prévues par le modèle sont comparées avec les résultats expérimentaux en Figure V-22. On constate que le modèle semble donner une bonne estimation de la tenue en fatigue du composite à 15°C. Cependant, seules deux éprouvettes ont été testées à $\sigma_{xx,max} = 80MPa$ et une à $\sigma_{xx,max} = 95MPa$. De ce fait, des essais complémentaires sont nécessaires pour pouvoir conclure définitivement sur ce point. A 40°C, la prévision donnée par le modèle semble satisfaisante au vu des résultats expérimentaux. En conclusion, il semble possible de prévoir correctement l'évolution de la tenue en fatigue du composite étudié avec la température

pour un chargement en cisaillement, en ne modifiant que les paramètres matériaux E_m^0 et G_m^0 , de la même manière que pour le comportement en traction quasi-statique.

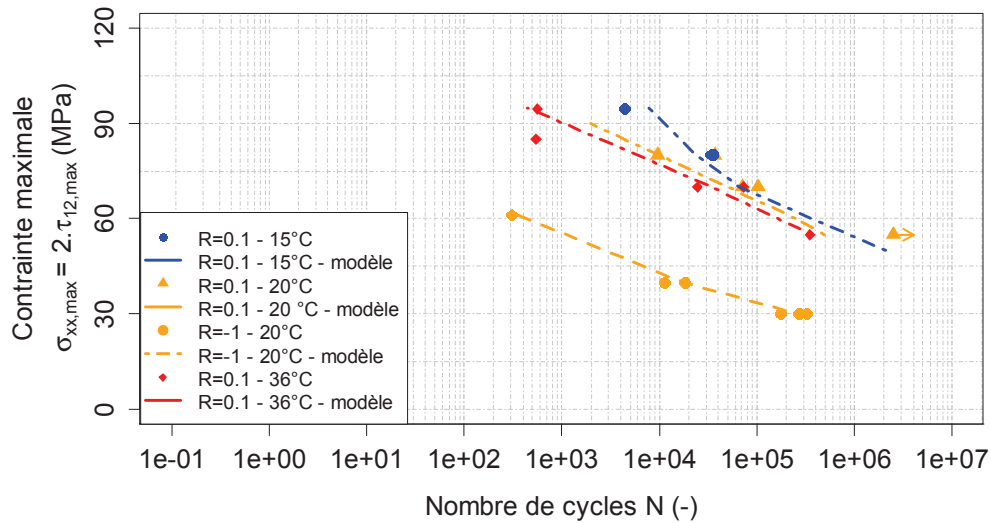


Figure V-22 : Comparaison entre les prévisions du modèle et les résultats expérimentaux à chaque température d'essai, avec seulement l'introduction de la dépendance à la température de G_m^0 dans le modèle utilisé à 20°C

V.6. Conclusion du chapitre

L'effet de la température sur la tenue en fatigue d'un composite stratifié à matrice acrylique Elium 188®, renforcé de fibres de verre, a été étudié. Du fait du choix de modèle d'endommagement fait au Chapitre III pour décrire le comportement mécanique du composite étudié, l'influence de la température a aussi été étudiée dans un premier temps à l'échelle du pli. Ainsi, des essais dans la direction des fibres et des essais hors-axes avec chargement engendrant principalement du cisaillement et chargement couplé cisaillement-transverse ont été effectués. Les températures d'essai ont été sélectionnées dans l'intervalle de température de service des pales d'éolienne, à savoir entre -20 et 60°C. L'effet de la température sur le scénario d'endommagement en fatigue du composite a aussi été étudiée, afin de mettre en évidence une éventuelle transition de ce dernier avec l'augmentation de la température de 15 à 40°C, comme cela a été fait au Chapitre IV pour un chargement de traction quasi-statique.

Les résultats expérimentaux montrent que la température influence de manière significative la résistance en fatigue sous un chargement engendrant principalement du cisaillement ou couplé cisaillement-transverse, ainsi que la cinétique de fissuration transverse du composite stratifié, dans un intervalle de température bien inférieur à la température de transition vitreuse, d'environ 100°C. Ainsi, à 40°C, l'augmentation de la ductilité de la matrice engendrée par l'augmentation de la température, combinée avec le rôle de la microstructure du composite, augmente le nombre de

cycles correspondant à l'initiation de la première fissure transverse. En ce qui concerne l'endommagement diffus généré par un chargement de cisaillement, il semble évoluer de la même manière tout au long de la durée de vie en fatigue quelle que soit la température, même si la tenue en fatigue diminue avec l'augmentation de la température. Par contre, l'évolution en fonction du temps d'essai (correspondant au temps de réalisation des cycles de fatigue jusqu'à la rupture des éprouvettes) de la déformation plastique de cisaillement semble impactée par la température, notamment entre 25 et 40°C, et par le niveau de chargement maximum appliqué. Des conclusions similaires semblent pouvoir être faites pour l'endommagement généré par un chargement couplé cisaillement-transverse : l'endommagement généré par le chargement semble évoluer de la même manière tout au long de la durée de vie en fatigue quelle que soit la température, même si la tenue en fatigue diminue avec la fatigue ; l'évolution des déformations résiduelles transversale et en cisaillement du stratifié à l'échelle du stratifié, ainsi que celles du pli à l'échelle du pli, semblent dépendre à la fois de la température et du niveau de chargement. Cependant, des essais complémentaires sont nécessaires pour pouvoir conclure définitivement sur ces points.

De plus, il est important de noter que les résultats obtenus dans ce chapitre et dans le Chapitre IV, montrent de fortes similitudes entre l'effet de la température sur la réponse mécanique en traction quasi-statique uniaxiale et celui sur la tenue en fatigue du composite étudié. Ainsi, la température n'a pas d'influence significative sur les propriétés mécaniques en traction uniaxiale, sur la tenue en fatigue uniaxiale et sur la perte de raideur des stratifiés comportant des plis orientés dans la direction de chargement. De même, l'évolution de l'endommagement sous un chargement engendrant principalement du cisaillement n'est pas significativement impactée par la température que ce soit en traction quasi-statique ou en fatigue, alors que les propriétés mécaniques et la tenue en fatigue le sont. De plus, la température a un impact qualitativement similaire sur le scénario d'endommagement du composite en traction quasi-statique et en fatigue, puisque respectivement le seuil de déformation et le nombre de cycles de fatigue correspondant à l'initiation de la première fissure transverse augmentent entre 15 et 40°C, tandis que la densité de fissures transverses diminue.

Enfin, l'impact de ces résultats sur les paramètres du modèle d'endommagement en fatigue identifiés au Chapitre III a été étudié. Tout d'abord, les valeurs des paramètres de la loi d'évolution de l'endommagement dans la direction des fibres identifiés à 20°C ne sont pas impactées par les variations de la température. Ensuite, de la même manière que pour un chargement quasi-statique, ne faire évoluer que la valeur de G_m^0 avec la température semble suffisant pour que le modèle prévoit correctement la durée de vie en fatigue du composite entre 15 et 40°C pour un chargement

engendrant principalement du cisaillement. Ainsi, même si cette vérification n'a été effectuée à aucune des températures d'essai pour un chargement couplé cisaillement-transverse, il est très probable qu'une conclusion similaire soit obtenue, à savoir que ne faire évoluer que les valeurs de E_m^0 et de G_m^0 avec la température est suffisant pour permettre au modèle de prévoir le comportement en fatigue du composite quel que soit le chargement et la stratification. Ainsi, l'intégration de l'effet de la température sur les paramètres du modèle serait relativement simple au vu de la complexité des phénomènes engendrés, que ce soit en quasi-statique ou en fatigue.

CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES

Dans le premier chapitre, une analyse bibliographique sur l'effet de la température et de la teneur en eau sur le comportement mécanique des résines polymères et composites à matrice polymère a été proposée. Tout d'abord, elle a montré que l'augmentation de la température et de la teneur en eau avait un impact comparable sur les propriétés mécaniques en traction quasi-statique des résines polymères non renforcées. Ensuite, la même conclusion a été faite pour les composites à matrice polymère lorsque l'absorption d'eau n'engendre pas de vieillissement. Ainsi, l'augmentation de la température et le vieillissement hydrique du composite ont un effet comparable sur la tenue en fatigue, puisqu'ils l'abaissent tous les deux. L'absorption d'eau sans vieillissement a quant à elle un effet négligeable sur la tenue en fatigue des CMO stratifiés. Enfin, cette analyse bibliographique a montré que les phénomènes d'absorption d'eau et de vieillissement sont souvent combinés, puisque le temps caractéristique de l'absorption, piloté par l'épaisseur du stratifié, est du même ordre de grandeur que celui des phénomènes physico-chimiques associés au vieillissement. De plus, ces phénomènes sont accentués dans le cas des CMO stratifiés renforcés de fibres de verre par rapport à ceux renforcés de fibres de carbone, notamment du fait de la sensibilité à l'absorption d'eau plus importante de l'ensimage utilisé.

Dans le second chapitre, un aperçu global des constituants, du procédé de fabrication et de la santé matière du composite à matrice acrylique renforcé de fibres de verre étudié a été donné. Il a notamment été montré dans ce chapitre que le taux de porosité du composite est faible puisqu'inférieur à 3%. Par contre, un certain nombre de défauts pouvant impacter le comportement mécanique du composite a été observé, notamment des ondulations de plis et des désorientations pouvant aller jusqu'à plusieurs degrés d'un ou plusieurs plis dans certains stratifiés et entre les deux plis unidirectionnels du renfort BXS. De plus, les méthodes et protocoles expérimentaux mis en œuvre pour caractériser ce dernier, ainsi que la matrice non renforcée, ont été présentés, notamment ceux concernant l'observation sous charge des endommagements présents dans le composite par microscopie optique avant et après polissages successives ou par micro-tomographie aux rayons X. Ces deux méthodes sont complémentaires : la microscopie optique permet seulement d'observer les endommagements sur un bord des éprouvettes. Le fait de réaliser des polissages successifs permet alors d'observer ces endommagements dans la profondeur des éprouvettes, mais est chronophage et destructif. L'utilisation de la micro-tomographie à rayons X permet de

contrevenir à ces inconvénients. Par contre, tous les endommagements ne sont pas visibles du fait de la résolution maximale atteignable par rapport au degré d'ouverture de ces derniers.

Dans le troisième chapitre, le modèle d'endommagement à l'échelle du pli considéré pour prévoir le comportement mécanique en quasi-statique et en fatigue du composite étudié est décrit. Ce modèle est basé sur la modélisation des pertes de raideur et des déformations résiduelles à l'échelle du pli, et sur la modélisation du couplage entre la résistance dans la direction des fibres et l'endommagement matriciel. Ses paramètres en quasi-statique ont été identifiés pour les deux renforts étudiés, à savoir UD et BXS, excepté les paramètres de la loi d'évolution de l'endommagement matriciel transverse dans le cas du renfort BXS. En fatigue, les paramètres de la loi d'évolution de l'endommagement dans la direction des fibres ont été identifiés sur le renfort UD et les autres paramètres sur le renfort BXS. Il en ressort qu'une bonne corrélation est obtenue entre la prévision du modèle et le comportement du composite à renforts BXS soumis à un chargement quasi-statique ou de fatigue engendrant principalement du cisaillement. Mais la capacité du modèle à prévoir le comportement mécanique d'un stratifié quelconque à renforts BXS reste à confirmer, une fois tous les paramètres du modèle identifiés. Ensuite, une bonne corrélation est obtenue entre la prévision du modèle et le comportement du composite à renforts UD pour un chargement dans la direction des fibres en quasi/statique et en fatigue. La corrélation est par contre moins bonne pour les chargements quasi-statiques hors-axes, avec un modèle qui prévoit notamment une rupture prématurée du stratifié. Il semble donc nécessaire de retravailler l'identification des paramètres, mais il faut garder à l'esprit que les fortes incertitudes expérimentales sur les résultats des essais sur la stratification UD $[(\pm 60)_2]_s$ compliquent cette tâche.

Enfin, il est important de noter que les résultats expérimentaux présentés dans ce chapitre montrent que les propriétés mécaniques du composite étudié sont similaires voire meilleures que celles obtenues pour des composites stratifiés à matrice époxy.

Dans les deux derniers chapitres, l'influence de la température sur le comportement mécanique respectivement sous un chargement de traction quasi-statique de la résine acrylique et du composite associé et sous un chargement de fatigue du composite a été étudiée. Les températures d'essais ont été sélectionnées dans l'intervalle de température de service des pales d'éoliennes, à savoir entre -20 et 60°C. Il a été montré que le comportement mécanique du composite étudié dans la direction des fibres en traction quasi-statique et en fatigue n'est pas significativement impacté par la température. Pour des chargements hors-axes quasi-statiques, les pertes de raideur et les déformations résiduelles évoluent en fonction de la déformation élastique de la même façon quelle que soit la température même si le niveau de contrainte est significativement altéré par la

température. En fatigue, la même conclusion est faite pour l'évolution des pertes de raideur en fonction du nombre de cycles, même si la tenue en fatigue est altérée par la température elle aussi. Les déformations résiduelles à un temps donné des essais de fatigue est quant à elle impactée à la fois par la température et par le niveau de chargement appliqué à $R = 0.1$. Ces essais ont aussi mis en évidence un impact de la température sur le scénario d'endommagement du composite en traction quasi-statique et en fatigue, en montrant notamment une augmentation entre 15 et 40°C du seuil de déformation et du nombre de cycles de fatigue correspondant à l'initiation de la première fissure transverse et dans le même temps, une chute de la densité de fissures transverses. Enfin, il a été montré que faire évoluer les propriétés élastiques de la matrice avec la température semblait suffisant pour que le modèle prévoie correctement l'évolution du comportement mécanique en quasi-statique et en fatigue du composite. Cependant, la nécessité de proposer des recalages phénoménologiques met en évidence les limites d'une modélisation effectuée uniquement à l'échelle mésoscopique, puisque les analyses ont montré que la microstructure jouait un rôle déterminant sur l'effet que la température a sur les mécanismes d'endommagement.

Les travaux présentés dans ce mémoire amènent à proposer plusieurs perspectives.

Tout d'abord, il est nécessaire de compléter l'identification des paramètres du modèle à 20°C pour les deux renforts utilisés afin de confirmer la capacité du modèle à prévoir de manière satisfaisante le comportement mécanique en quasi-statique et en fatigue du composite étudié. Pour cela, il est nécessaire de comprendre pourquoi le modèle ne prévoit pas correctement le comportement mécanique des stratifiés ayant servi à cette dernière. Plusieurs facteurs jouent un rôle sur ce point, à savoir notamment les variabilités expérimentales sur les résultats des essais sur les stratifications utilisées pour l'identification des paramètres. Une méthode d'identification intégrant le niveau de confiance dans la fonction objectif pilotant le choix des paramètres permettrait de discriminer les différents jeux de paramètres donnant des confrontations modèle-essais globales satisfaisantes.

Ensuite, étudier le scénario d'endommagement et la tenue en fatigue des composites stratifiés pour des longues durées de vie, i.e. 10^8 - 10^9 cycles, semble nécessaire pour étendre le domaine de validité du modèle. En effet, cela permettrait d'être plus représentatif du chargement que subissent les pales d'éolienne. Pour traiter de cette problématique, un banc d'essai de flexion en fatigue a été développé récemment au laboratoire I2M.

De même, prendre en compte l'effet du vieillissement par absorption d'eau sur le comportement mécanique des composites stratifiés permettrait d'étendre le modèle au dimensionnement des structures du domaine des énergies marines renouvelables, et plus particulièrement à celui des

hydroliennes. Le Projet MEVEF (Maitrise des Effets de Vieillissement sur l'Endommagement en Fatigue des matériaux composites stratifiés pour les EMR immergées) démarré en octobre 2018 avec un financement ANR a notamment pour objectif de traiter de cette problématique.

Les travaux de la littérature ont montré que l'effet de l'endommagement matriciel sur la résistance dans la direction des fibres des composites stratifiés est un élément clé pour la prédiction de la durée de vie des stratifiés. Ce point n'est pas présenté dans ce mémoire, même s'il a été intégré au modèle en s'appuyant sur les travaux de la littérature et ceux menés au laboratoire antérieurement. Un protocole d'essai de traction-torsion sur tubes permettant la réalisation d'essais multiaxiaux proportionnels ou non proportionnels est en cours de développement au laboratoire I2M. Mais la fabrication de tubes de bonnes qualités représentatifs des structures réelles représente une certaine difficulté. Notre partenaire TENSYL a mis au point un protocole de fabrication par infusion sous vide pour ces éprouvettes tubulaires, et les premiers tests réalisés sont prometteurs.

Comme mentionné en conclusion de ces travaux, la microstructure pilote la manière dont le comportement de la matrice va impacter les mécanismes d'endommagement. Une modification de la ductilité de la matrice provoquée par un changement de température ou de teneur en eau va ainsi impacter les seuils d'apparition des différents mécanismes potentiels et le scénario d'endommagement. Le développement d'un modèle micromécanique permettrait d'analyser finement l'interaction microstructure-comportement de la matrice en introduisant explicitement l'effet de la température et de l'absorption d'eau à partir de la caractérisation mécanique de la résine seule. En plus de permettre de mieux comprendre la phénoménologie, ce type d'approche peut permettre, dans un second temps, de faire évoluer et d'identifier le modèle d'endommagement mésoscopique. Ces approches sont d'ores et déjà présentes dans la littérature et elles font face à deux principaux verrous : l'identification d'un comportement représentatif de celui de la résine au sein du composite et la construction de microstructures représentatives du composite au regard des variabilités spatiales. Un travail est ainsi en cours au laboratoire I2M pour reconstruire des microstructures 3D à partir d'observation 2D par microscopie. Ces microstructures permettront de réaliser des essais virtuels qui seront exploités à travers un dialogue essais-calcul aux différentes échelles sur la base de méthodologies mises en place dans d'autres travaux de l'équipe.

REFERENCES

- Aglan, H., Qian, Z., Mitra-Majumdar, D., 1992. The effect of temperature on the critical failure properties of advanced polymer composites. *Polym. Test.* 11, 169–184.
- Akay, M., 1983. Aspects of dynamic mechanical analysis in polymeric composites. *Compos. Sci. Technol.* 47, 419–423. [https://doi.org/10.1016/0266-3538\(93\)90010-E](https://doi.org/10.1016/0266-3538(93)90010-E)
- Andrews, E.H., 1968. *Fracture Mechanics of Polymers*. Oliver and Boyd, UK.
- Arif, M.F., Meraghni, F., Chemisky, Y., Despringre, N., Robert, G., 2014. In situ damage mechanisms investigation of PA66/GF30 composite: Effect of relative humidity. *Compos. Part B Eng.* 58, 487–495. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2013.11.001>
- ARKEMA, 2015. Technical Datasheet Elium 180.
- Arridge, R.G.C., Speake, J.H., 1972. Mechanical relaxation studies of the cure of epoxy resins: 1. Measurement of cure. *Polymer* 13, 443–449. [https://doi.org/10.1016/0032-3861\(72\)90111-5](https://doi.org/10.1016/0032-3861(72)90111-5)
- Arvanitopoulos, C.D., Koenig, J.L., 1996. Infrared Spectral Imaging of the Interphase of Epoxy-Glass Fiber-Reinforced Composites under Wet Conditions. *Appl. Spectrosc.* 50, 11–18.
- ASTM D638-14, Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics, 2014. . ASTM International, West Conshohocken, PA, USA.
- ASTM D7028-07 - Standard Test Method for Glass Transition Temperature (DMA Tg) of Polymer Matrix Composites by Dynamic Mechanical Analysis (DMA), 2015. . ASTM International, West Conshohocken, PA, USA.
- Bergeret, A., Ferry, L., Lenny, P., 2009. Influence of the fibre/matrix interface on ageing mechanisms of glass fibre reinforced thermoplastic composites (PA-6,6, PET, PBT) in a hygrothermal environment. *Polym. Degrad. Stab.* 94, 1315–1324. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2009.04.009>
- Bergeret, A., Pires, I., Foulc, M.P., Abadie, B., Ferry, L., Crespy, A., 2001. The hygrothermal behaviour of glass-fibre-reinforced thermoplastic composites: a prediction of the composite lifetime. *Polym. Test.* 20, 753–763.
- Berthelot, J.-M., 1996. *Matériaux composites : comportement mécanique et analyse des structures*, 2nde ed, Enseignement de la physique. Masson, Issy-les-Moulineaux.
- Bois, C., Malenfant, J.-C., Wahl, J.-C., Danis, M., 2014. A multiscale damage and crack opening model for the prediction of flow path in laminated composite. *Compos. Sci. Technol.* 97, 81–89. <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2014.04.002>
- Boisseau, A., Peyrac, C., 2015. Long Term Durability of Composites in Marine Environment: Comparative Study of Fatigue Behavior. *Procedia Eng.* 133, 535–544. <https://doi.org/10.1016/j.proeng.2015.12.627>
- Boufaïda, Z., 2015. Analyse des propriétés mécaniques de composites taffetas verre/matrice acrylique en relation avec les propriétés d'adhésion des fibres sur la matrice. Université de Lorraine.
- Boyum, E.A., 1993. Investigation of Tension-Compression Fatigue Behavior of a Cross-Ply Metal Matrix Composite at Room and Elevated Temperatures. Faculty of the Graduate School of Engineering of the Air Force Institute of Technology, USA.
- Boyum, E.A., Mall, S., 1995. Fatigue behavior of a cross-ply titanium matrix composite under tension-tension and tension-compression cycling. *Mater. Sci. Eng. A, Proceeding of the TMS/ASM Symposium on Mechanisms and Mechanics of MMC Fatigue 200*, 1–11. [https://doi.org/10.1016/0921-5093\(95\)07006-0](https://doi.org/10.1016/0921-5093(95)07006-0)

- Branco, C.M., Eichler, K., Ferreira, J.M., 1994. Fatigue behavior of E-glass fiber reinforced phenolic composites: effect of temperature, mean stress and fiber surface treatment. *Theor. Appl. Fract. Mech.* 20, 75–84. [https://doi.org/10.1016/0167-8442\(94\)00002-6](https://doi.org/10.1016/0167-8442(94)00002-6)
- Broudin, M., Le Gac, P.Y., Le Saux, V., Champy, C., Robert, G., Charrier, P., Marco, Y., 2015. Water diffusivity in PA66: Experimental characterization and modeling based on free volume theory. *Eur. Polym. J.* 67, 326–334. <https://doi.org/10.1016/j.eurpolymj.2015.04.015>
- Brunner, A.J., Stelzer, S., Pinter, G., Terrasi, G.P., 2015. Cyclic fatigue delamination of carbon fiber-reinforced polymer-matrix composites: Data analysis and design considerations. *Int. J. Fatigue.* <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2015.10.025>
- Budiansky, B., Fleck, N.A., 1993. Compressive failure of fibre composites. *J. Mech. Phys. Solids* 41, 183–211. [https://doi.org/10.1016/0022-5096\(93\)90068-Q](https://doi.org/10.1016/0022-5096(93)90068-Q)
- Bureau, M.N., Denault, J., 2004. Fatigue resistance of continuous glass fiber/polypropylene composites: Temperature dependence. *Polym. Compos.* 25, 622–629. <https://doi.org/10.1002/pc.20057>
- Calcaterra, J.R., Mall, S., 1999. Strength degradation during fatigue of unidirectional and cross-ply SCS-6/Ti-15-3 composites. *Int. J. Fatigue* 21, 215–223. [https://doi.org/10.1016/S0142-1123\(98\)00068-1](https://doi.org/10.1016/S0142-1123(98)00068-1)
- Caous, D., 2017. Rôle de l'endommagement sur la durée de vie en fatigue des matériaux composites stratifiés : application au domaine éolien (Thèse). Université Bordeaux, Bordeaux, France.
- Caous, D., Bois, C., Wahl, J.-C., Palin-Luc, T., Valette, J., 2017. A method to determine composite material residual tensile strength in the fibre direction as a function of the matrix damage state after fatigue loadings. *Compos. Part B Eng.* 127, 15–25.
- Carrascal, I., Casado, J., Polanco, J., Gutiérrez-Solana, F., 2005. Absorption and diffusion of humidity in fiberglass-reinforced polyamide. *Polym. Compos.* 26, 580–586.
- Carrega, M., 2000. Matériaux industriels: Matériaux Polymères. Dunod, France.
- Carter, H.G., Kibler, K.G., 1978. Langmuir-type model for anomalous moisture diffusion in composite resins. *J. Compos. Mater.* 12, 118–131.
- Cerbu, C., 2010. Effects of the Long-Time Immersion on the Mechanical Behaviour in Case of Some E-glass / Resin Composite Materials, in: Dobnik, P. (Ed.), *Woven Fabric Engineering*. Sciyo. <https://doi.org/10.5772/10462>
- CHOMARAT, 2016a. Technical Datasheet RPY577 G-PLY BXS1000 C3,4 (AC4).
- CHOMARAT, 2016b. Technical Datasheet RPY578 G-PLY UD960 CT3,8 (AC4).
- Cinquin, J., Chabert, B., Chauchard, J., Morel, E., Trotignon, J.P., 1990. Characterization of a thermoplastic (polyamide 66) reinforced with unidirectional glass fibres. Matrix additives and fibres surface treatment influence on the mechanical and viscoelastic properties. *Composites* 21, 141–147. [https://doi.org/10.1016/0010-4361\(90\)90006-I](https://doi.org/10.1016/0010-4361(90)90006-I)
- Cormier, L., 2017. Temperature effects on the static, dynamic, and fatigue behaviour of composites materials used in wind turbine blades (Thèse). Ecole de Technologie Supérieure Université du Québec, Montréal, Canada.
- Crochon, T., 2012. Modelling of the non-linear viscoelastic behaviour of a polyimide matrix (PhD Thesis). Department of Mechanical Engineering, Ecole Polytechnique, Montréal, Canada.
- Davies, P., 2016. Environmental degradation of composites for marine structures: new materials and new applications. *Philos. Trans. R. Soc. Math. Phys. Eng. Sci.* 374, 20150272. <https://doi.org/10.1098/rsta.2015.0272>
- Davies, P., Germain, G., Gaurier, B., Boisseau, A., Perreux, D., 2013. Evaluation of the durability of composite tidal turbine blades. *Philos. Trans. R. Soc. Math. Phys. Eng. Sci.* 371. <https://doi.org/10.1098/rsta.2012.0187>
- Davies, P., Le Gac, P.-Y., Le Gall, M., 2017. Influence of Sea Water Aging on the Mechanical Behaviour of Acrylic Matrix Composites. *Appl. Compos. Mater.* 24, 97–111. <https://doi.org/10.1007/s10443-016-9516-1>

- De Baere, I., Van Paepegem, W., Hochard, C., Degrieck, J., 2011. On the tension–tension fatigue behaviour of a carbon reinforced thermoplastic part II: Evaluation of a dumbbell-shaped specimen. *Polym. Test.* 30, 663–672. <https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2011.05.005>
- Dey, M., Deitzel, J.M., Gillespie, J.W., Schweiger, S., 2014. Influence of sizing formulations on glass/epoxy interphase properties. *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.* 63, 59–67. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2014.04.006>
- Diao, X., Ye, L., Mai, Y.-W., 1995. A statistical model of residual strength and fatigue life of composite laminates. *Compos. Sci. Technol.* 54, 329–336. [https://doi.org/10.1016/0266-3538\(95\)00060-7](https://doi.org/10.1016/0266-3538(95)00060-7)
- El Mourid, A., Ganesan, R., Brochu, M., Lévesque, M., 2016. Effect of temperature on the failure modes of a triaxially braided polymer matrix composite. *Int. J. Solids Struct.* 97–98, 1–15. <https://doi.org/10.1016/j.ijsolstr.2016.08.005>
- El Moussaid, M., 2016. Analyse et intégration des spécificités liées au procédé de fabrication dans les modèles de calcul des structures composites application à la simulation du comportement mécanique des fonds des réservoirs bobinés (Thèse de doctorat). Université Bordeaux, Université Bordeaux.
- El Yagoubi, J., Lubineau, G., Roger, F., Verdu, J., 2012. A fully coupled diffusion-reaction scheme for moisture sorption–desorption in an anhydride-cured epoxy resin. *Polymer* 53, 5582–5595. <https://doi.org/10.1016/j.polymer.2012.09.037>
- Ellyin, F., Rohrbacher, C., 2003. The Influence of Aqueous Environment, Temperature and Cyclic Loading on Glass-Fibre/Epoxy Composite Laminates. *J. Reinf. Plast. Compos.* 22, 615–636. <https://doi.org/10.1177/073168403027609>
- Etcheverry, M., Ferreira, M.L., Capiati, N.J., Pegoretti, A., Barbosa, S.E., 2008. Strengthening of polypropylene–glass fiber interface by direct metallocenic polymerization of propylene onto the fibers. *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.* 39, 1915–1923. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2008.09.018>
- Eyer, G., Montagnier, O., Hochard, C., Charles, J.-P., 2017. Effect of matrix damage on compressive strength in the fiber direction for laminated composites. *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.* 94, 86–92. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2016.12.012>
- Eyer, G., Montagnier, O., Hochard, C., Charles, J.-P., Mazerolle, F., 2015. Effect of damage on compressive strength in fiber direction for CFRP. Presented at the 20th International Conference on Composite Materials (ICCM20), Copenhagen, Denmark.
- Feng, J., Guo, Z., 2016. Temperature-frequency-dependent mechanical properties model of epoxy resin and its composites. *Compos. Part B Eng.* 85, 161–169. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2015.09.040>
- Feresenbet, E., Raghavan, D., Holmes, G.A., 2003. The influence of silane coupling agent composition on the surface characterization of fiber and on fiber-matrix interfacial shear strength. *J. Adhes.* 79, 643–665. <https://doi.org/10.1080/00218460309580>
- Ferreira, J.M., Pires, J.T.B., Costa, J.D., Errajhi, O.A., Richardson, M., 2007. Fatigue damage and environment interaction of polyester aluminized glass fiber composites. *Compos. Struct.* 78, 397–401. <https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2005.10.011>
- Florea, N.M., Lungu, A., Badica, P., Craciun, L., Enculescu, M., Ghita, D.G., Ionescu, C., Zgiran, R.G., Iovu, H., 2015. Novel nanocomposites based on epoxy resin/epoxy-functionalized polydimethylsiloxane reinforced with POSS. *Compos. Part B Eng.* 75, 226–234. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2015.01.043>
- Foulc, M.P., Bergeret, A., Ferry, L., Lenny, P., Crespy, A., 2005. Study of hygrothermal ageing of glass fibre reinforced PET composites. *Polym. Degrad. Stab.* 89, 461–470. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2005.01.025>
- Franco, L.A.L., Graça, M.L.A., Silva, F.S., 2008. Fractography analysis and fatigue of thermoplastic composite laminates at different environmental conditions. *Mater. Sci. Eng. A* 488, 505–513. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2007.11.053>
- Gabbott, P., 2008. Principles and Applications of Thermal Analysis. John Wiley & Sons.

- Gao, S.-L., Mäder, E., 2002. Characterisation of interphase nanoscale property variations in glass fibre reinforced polypropylene and epoxy resin composites. *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.* 33, 559–576. [https://doi.org/10.1016/S1359-835X\(01\)00134-8](https://doi.org/10.1016/S1359-835X(01)00134-8)
- Garrett, K.W., Bailey, J.E., 1977. Multiple transverse fracture in 90° cross-ply laminates of a glass fibre-reinforced polyester. *J. Mater. Sci.* 12, 157–168. <https://doi.org/10.1007/BF00738481>
- Gautier, L., Mortaigne, B., Bellenger, V., 1999. Interface damage study of hydrothermally aged glass-fibre-reinforced polyester composites. *Compos. Sci. Technol.* 59, 2329–2337.
- Gay, D., 1997. *Matériaux composites*. Hermès, France.
- Ghorbel, I., Valentin, D., 1993. Hydrothermal effects on the physico-chemical properties of pure and glass fiber reinforced polyester and vinylester resins. *Polym. Compos.* 14, 324–334. <https://doi.org/10.1002/pc.750140408>
- Glaskova-Kuzmina, T., Aniskevich, A., Martone, A., Giordano, M., Zarrelli, M., 2016. Effect of moisture on elastic and viscoelastic properties of epoxy and epoxy-based carbon fibre reinforced plastic filled with multiwall carbon nanotubes. *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.* 90, 522–527. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2016.08.026>
- Hall, C., 1989. *Polymer materials : an introduction for technologists and scientists*, 2nd ed. ed. MacMillan, UK.
- Hassan, A., Rahman, N.A., Yahya, R., 2012. Moisture absorption effect on thermal, dynamic mechanical and mechanical properties of injection-molded short glass-fiber/polyamide 6, 6 composites. *Fibers Polym.* 13, 899–906.
- Hochard, C., Payan, J., Bordreuil, C., 2006. A progressive first ply failure model for woven ply CFRP laminates under static and fatigue loads. *Int. J. Fatigue* 28, 1270–1276. <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2006.04.002>
- Hochard, Ch., Miot, St., Thollon, Y., 2014. Fatigue of laminated composite structures with stress concentrations. *Compos. Part B Eng.* 65, 11–16. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2013.10.020>
- Hochard, Ch., Thollon, Y., 2010. A generalized damage model for woven ply laminates under static and fatigue loading conditions. *Int. J. Fatigue* 32, 158–165. <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2009.02.016>
- Hofer, K.E., Stander, M., Bennett, L.C., 1978. Degradation and enhancement of the fatigue behavior of glass/graphite/epoxy hybrid composites after accelerated aging. *Polym. Eng. Sci.* 18, 120–127. <https://doi.org/10.1002/pen.760180210>
- Hu, Y., Lang, A., Li, X., Nutt, S., 2014. Hygrothermal aging effects on fatigue of glass fiber/polydicyclopentadiene composites. *Polym. Degrad. Stab.* 110, 464–472. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2014.10.018>
- Huchette, C., 2005. *Sur la complémentarité des approches expérimentales et numériques pour la modélisation des mécanismes d'endommagement des composites stratifiés*. Université Paris VI.
- Hyer, M.W., Herakovich, C.T., Milkovich, S.M., Short, J.S., 1983. Temperature dependence of mechanical and thermal expansion properties of T300/5208 graphite/epoxy. *Composites* 14, 276–280.
- Jen, M.-H.R., Tseng, Y.-C., Kung, H.-K., Huang, J.C., 2008. Fatigue response of APC-2 composite laminates at elevated temperatures. *Compos. Part B Eng.* 39, 1142–1146. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2008.03.005>
- Jia, N., Fraenkel, H.A., Kagan, V.A., 2004. Effects of Moisture Conditioning Methods on Mechanical Properties of Injection Molded Nylon 6. *J. Reinf. Plast. Compos.* 23, 729–737. <https://doi.org/10.1177/0731684404030730>
- Jones, C.J., Dickson, R.F., Adam, T., Reiter, H., Harris, B., 1983. Environmental fatigue of reinforced plastics. *Composites* 14, 288–293. [https://doi.org/10.1016/0010-4361\(83\)90018-6](https://doi.org/10.1016/0010-4361(83)90018-6)
- Kaeble, D., 1987. *Epoxy Resins: Chemistry and Technology*, Second Edition,. Marcel Decker, USA.
- Kawai, M., Taniguchi, T., 2006. Off-axis fatigue behavior of plain weave carbon/epoxy fabric laminates at room and high temperatures and its mechanical modeling. *Compos. Part Appl.*

- Sci. Manuf., *CompTest* 2004 37, 243–256.
<https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2005.07.003>
- Kawai, M., Yajima, S., Hachinohe, A., Kawase, Y., 2001. High-temperature off-axis fatigue behaviour of unidirectional carbon-fibre-reinforced composites with different resin matrices. *Compos. Sci. Technol.* 61, 1285–1302. [https://doi.org/10.1016/S0266-3538\(01\)00027-6](https://doi.org/10.1016/S0266-3538(01)00027-6)
- Kelkar, A.D., Whitcomb, J.D., 2009. Characterization and structural behavior of braided composites (No. DOT/FAA/AR-08/52). USA.
- Kennedy, C.R., 2013. Fatigue of Glass Fibre Composites in Marine Renewable Energy (Thesis).
- Kim, H.-H., Kim, S.-Y., Kim, D.-H., Oh, C.-Y., Jo, N.-J., 2014. Effect of Silane Coupling Agent on the Flexural Property of Glass Fiber Reinforced Composite Film. *J. Mater. Sci. Chem. Eng.* 02, 38–42. <https://doi.org/10.4236/msce.2014.210006>
- Komai, K., Minoshima, K., Shibutani, T., Nomura, T., 1989. The Influence of Water on the Mechanical Properties and Fatigue Strength of Angle-Ply Carbon/Epoxy Composites. *JSME Int. J. Ser 1 Solid Mech. Strength Mater.* 32, 588–595. https://doi.org/10.1299/jsmea1988.32.4_588
- Kotsikos, G., Evans, J.T., Hale, J.M., 2000. Environmentally enhanced fatigue damage in glass fibre reinforced composites characterised by acoustic emission. *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.* 31, 969–977. [https://doi.org/10.1016/S1359-835X\(00\)00014-2](https://doi.org/10.1016/S1359-835X(00)00014-2)
- Kraabel, D.L., Sanders, B.P., Mall, S., 1997. Tension-compression fatigue behavior of a unidirectional titanium-matrix composite at elevated temperature. *Compos. Sci. Technol.* 57, 99–117. [https://doi.org/10.1016/S0266-3538\(96\)00113-3](https://doi.org/10.1016/S0266-3538(96)00113-3)
- Ladeveze, Pierre, LeDantec, E., 1992. Damage modelling of the elementary ply for laminated composites. *Compos. Sci. Technol.* 43, 257–267.
- Ladeveze, P., LeDantec, E., 1992. Damage modelling of the elementary ply for laminated composites. *Compos. Sci. Technol.* 43, 257–267. [https://doi.org/10.1016/0266-3538\(92\)90097-M](https://doi.org/10.1016/0266-3538(92)90097-M)
- Laeuffer, H., 2017. Caractérisation et modélisation des réseaux de fissures pour la prédiction de la perméabilité des réservoirs composites stratifiés sans liner (Thèse). Université Bordeaux.
- Laeuffer, H., Bois, C., Wahl, J.-C., Perry, N., Lavelle, F., 2015. Damage and permeability of composite laminates, in: 20th International Conference on Composite Materials. Copenhagen, Denmark.
- Laeuffer, H., Guiot, B., Wahl, J.-C., Perry, N., Lavelle, F., Bois, C., 2016. Relationship between damage and permeability in liner-less composite tanks : experimental study at the lamina level, in: ECSSMET. Toulouse, France.
- Launay, A., Marco, Y., Maitournam, M.H., Raoult, I., 2013. Modelling the influence of temperature and relative humidity on the time-dependent mechanical behaviour of a short glass fibre reinforced polyamide. *Mech. Mater.* 56, 1–10. <https://doi.org/10.1016/j.mechmat.2012.08.008>
- Launay, A., ThomINETTE, F., Verdu, J., 1994. Hydrolysis of poly (ethylene terephthalate): a kinetic study. *Polym. Degrad. Stab.* 46, 319–324.
- Li, M., 2000. Temperature and moisture effects on composites materials for wind turbine blades. Montana State University, Bozeman - Montana.
- Ma, C.-C.M., Yur, S.-W., 1991. Environmental effects on the water absorption and mechanical properties of carbon fiber reinforced PPS and PEEK composites. Part II. *Polym. Eng. Sci.* 31, 34–39. <https://doi.org/10.1002/pen.760310107>
- Mäder, E., Gao, S., Plonka, R., 2007. Static and dynamic properties of single and multi-fiber/epoxy composites modified by sizings. *Compos. Sci. Technol.* 67, 1105–1115. <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2006.05.020>
- Mäder, E., Grundke, K., Jacobasch, H.-J., Wachinger, G., 1994. Surface, interphase and composite property relations in fibre-reinforced polymers. *Composites, Third International Conference on Interfacial Phenomena in Composite Materials* 25, 739–744. [https://doi.org/10.1016/0010-4361\(94\)90209-7](https://doi.org/10.1016/0010-4361(94)90209-7)
- Mäder, E., Jacobasch, H.-J., Grundke, K., Gietzelt, T., 1996. Influence of an optimized interphase on the properties of polypropylene/glass fibre composites. *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.* 27, 907–912. [https://doi.org/10.1016/1359-835X\(96\)00044-9](https://doi.org/10.1016/1359-835X(96)00044-9)

- Malpot, A., Touchard, F., Bergamo, S., 2017. An investigation of the influence of moisture on fatigue damage mechanisms in a woven glass-fibre-reinforced PA66 composite using acoustic emission and infrared thermography. *Compos. Part B Eng.* 130, 11–20.
<https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2017.07.017>
- Malpot, A., Touchard, F., Bergamo, S., 2016. Influence of moisture on the fatigue behaviour of a woven thermoplastic composite used for automotive application. *Mater. Des.* 98, 12–19.
<https://doi.org/10.1016/j.matdes.2016.02.123>
- Malpot, A., Touchard, F., Bergamo, S., 2015. Effect of relative humidity on mechanical properties of a woven thermoplastic composite for automotive application. *Polym. Test.* 48, 160–168.
<https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2015.10.010>
- Mandell, J.F., Reed, R.M., Samborsky, D.D., 1992. *Fatigue of fiberglass wind turbine blade materials.* Sandia National Laboratories, USA.
- Miot, S., 2009. *Rupture de structures composites stratifiées sous chargement statique et de fatigue (Thèse).* Université Aix Marseille II, Marseille, France.
- Mivehchi, H., Varvani-Farahani, A., 2010. The effect of temperature on fatigue strength and cumulative fatigue damage of FRP composites. *Procedia Eng.* 2, 2011–2020.
<https://doi.org/10.1016/j.proeng.2010.03.216>
- Monson, L., Braunwarth, M., Extrand, C.W., 2008. Moisture absorption by various polyamides and their associated dimensional changes. *J. Appl. Polym. Sci.* 107, 355–363.
<https://doi.org/10.1002/app.27057>
- Montesano, J., Fawaz, Z., Behdinin, K., Poon, C., 2013. Fatigue damage characterization and modeling of a triaxially braided polymer matrix composite at elevated temperatures. *Compos. Struct.* 101, 129–137. <https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2013.01.030>
- Montesano, J., Fawaz, Z., Poon, C., Behdinin, K., 2014. A microscopic investigation of failure mechanisms in a triaxially braided polyimide composite at room and elevated temperatures. *Mater. Des.* 53, 1026–1036. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2013.08.003>
- Montesano, J., Selezneva, M., Fawaz, Z., Poon, C., Behdinin, K., 2012. Elevated temperature off-axis fatigue behavior of an eight-harness satin woven carbon-fiber/bismaleimide laminate. *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.* 43, 1454–1466.
<https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2012.04.016>
- Mouzakis, D.E., Zoga, H., Galiotis, C., 2008. Accelerated environmental ageing study of polyester/glass fiber reinforced composites (GFRPCs). *Compos. Part B Eng.* 39, 467–475.
<https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2006.10.004>
- Nash, N., Bachour Sirerol, C., Manolakis, I., Comer, A.J., 2018. Thermoplastic infusible resins systems: candidates for the marine sector ? Presented at the 18th European Conference on Composite Materials, Athens, Greece.
- NF EN ISO 14129 - Composites plastiques renforcés de fibres : Détermination de la réponse contrainte-déformation en cisaillement plan, module et résistance compris, par essai de traction à $\pm 45^\circ$, 1998.
- O'Brien, T.K., 1988. Fatigue delamination behaviour of PEEK thermoplastic composite laminates. *J. Reinf. Plast. Compos.* 7, 341–359. [https://doi.org/10.1016/0010-4361\(89\)90428-X](https://doi.org/10.1016/0010-4361(89)90428-X)
- Ochi, M., Okazaki, M., Shimbo, M., 1982. Mechanical relaxation mechanism of epoxide resins cured with aliphatic diamines. *J. Polym. Sci. Polym. Phys. Ed.* 20, 689–699.
<https://doi.org/10.1002/pol.1982.180200411>
- Paris, C., 2011. *Étude et modélisation de la polymérisation dynamique de composites à matrice thermodurcissable.* Institut National Polytechnique de Toulouse, Toulouse, France.
- Parvizi, A., Garrett, K.W., Bailey, J.E., 1978. Constrained cracking in glass fibre-reinforced epoxy cross-ply laminates. *J. Mater. Sci.* 13, 195–201. <https://doi.org/10.1007/BF00739291>
- Payan, J., 2004. *Etude du comportement de composites stratifiés sous chargement statique et de fatigue.* Aix-Marseille.
- Payan, J., Hochard, C., 2002. Damage modelling of laminated carbon/epoxy composites under static and fatigue loadings. *Int. J. Fatigue* 24, 299–306.

- Pilato, A., 2011. Caractérisation des structures composites bobinées épaisses, application à l'étude du comportement de réservoirs de stockage d'hydrogène. Université Bordeaux 1, Bordeaux, France.
- Praveen, G.N., Reddy, J.N., 1998. Transverse matrix cracks in cross-ply laminates: Stress transfer, stiffness reduction and crack opening profiles. *Acta Mech.* 130, 227–248. <https://doi.org/10.1007/BF01184313>
- Pritchard, G., Speake, S.D., 1987. The use of water absorption kinetic data to predict laminate property changes. *Composites* 18, 227–232. [https://doi.org/10.1016/0010-4361\(87\)90412-5](https://doi.org/10.1016/0010-4361(87)90412-5)
- Rakotoarisoa, C., 2014. Prédiction de la durée de vie en fatigue des composites à matrice organique tissés interlock. Université de Technologie de Compiègne.
- Revest, N., 2011. Comportement en fatigue de pièces épaisses en matériaux composites (PhD Thesis). Ecole nationale supérieure des Mines de Paris, France.
- Riande, E., Diaz-Calleja, R., Prolongo, M., Masegosa, R., Salom, C., 1999. *Polymer Viscoelasticity: Stress and Strain in Practice*. CRC Press.
- Rocha, I.B.C.M., Raijmakers, S., Nijssen, R.P.L., van der Meer, F.P., Sluys, L.J., 2017. Hygrothermal ageing behaviour of a glass/epoxy composite used in wind turbine blades. *Compos. Struct.* 174, 110–122. <https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2017.04.028>
- Salleh, F.Md., Hassan, A., Yahya, R., Azzahari, A.D., 2014. Effects of extrusion temperature on the rheological, dynamic mechanical and tensile properties of kenaf fiber/HDPE composites. *Compos. Part B Eng.* 58, 259–266. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2013.10.068>
- Sanders, B.P., Mall, S., Jackson, S.C., 1999. Load ratio effects on fatigue response of titanium matrix composite at elevated temperature. *Int. J. Fatigue* 21, 121–134. [https://doi.org/10.1016/S0142-1123\(98\)00059-0](https://doi.org/10.1016/S0142-1123(98)00059-0)
- Scala, D.A., 1987. In *Engineering Materials Handbook : Composites*, National Handbook Committee. ed. American Society of Materials International, USA.
- Schultheisz, C.R., Waas, A.M., 1996. Compressive failure of composites, part I: Testing and micromechanical theories. *Prog. Aerosp. Sci.* 32, 1–42. [https://doi.org/10.1016/0376-0421\(94\)00002-3](https://doi.org/10.1016/0376-0421(94)00002-3)
- Selzer, R., Friedrich, K., 1997. Mechanical properties and failure behaviour of carbon fibre-reinforced polymer composites under the influence of moisture. *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.* 28, 595–604. [https://doi.org/10.1016/S1359-835X\(96\)00154-6](https://doi.org/10.1016/S1359-835X(96)00154-6)
- Sethi, S., Rathore, D.K., Ray, B.C., 2015. Effects of temperature and loading speed on interface-dominated strength in fibre/polymer composites: An evaluation for in-situ environment. *Mater. Des.* 65, 617–626. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2014.09.053>
- Shen, C.-H., Springer, G.S., 1975. Moisture absorption and desorption of composite material. *Compos. Mater.* 10, 2–20.
- Shokrieh, Mahmood M., Lessard, L.B., 1997. Multiaxial fatigue behaviour of unidirectional plies based on uniaxial fatigue experiments—II. Experimental evaluation. *Int. J. Fatigue* 19, 209–217. [https://doi.org/10.1016/S0142-1123\(96\)00068-0](https://doi.org/10.1016/S0142-1123(96)00068-0)
- Shokrieh, Mahmood M., Lessard, L.B., 1997. Multiaxial fatigue behaviour of unidirectional plies based on uniaxial fatigue experiments — I. Modelling. *Int. J. Fatigue* 19, 201–207. [https://doi.org/10.1016/S0142-1123\(96\)00074-6](https://doi.org/10.1016/S0142-1123(96)00074-6)
- Song, J., Wen, W., Cui, H., 2017. Fatigue behaviors of 2.5D woven composites at ambient and un-ambient temperatures. *Compos. Struct.* 166, 77–86. <https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2017.01.055>
- Sorrentino, L., de Vasconcellos, D.S., D'Auria, M., Sarasini, F., Tirillò, J., 2017. Effect of temperature on static and low velocity impact properties of thermoplastic composites. *Compos. Part B Eng.* 113, 100–110. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2017.01.010>
- Sun, Z., Daniel, I.M., Luo, J.J., 2003. Modeling of fatigue damage in a polymer matrix composite. *Mater. Sci. Eng. A* 361, 302–311. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(03\)00556-2](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(03)00556-2)

- Tanoglu, M., McKnight, S.H., Palmese, G.R., Jr, J.W.G., 2001. The effects of glass-fiber sizings on the strength and energy absorption of the fiber/matrix interphase under high loading rates. *Compos. Sci. Technol.* 16.
- Thollon, Y., 2009. Analyse du comportement à rupture de composites stratifiés constitués de plis tissés sous chargements statiques et de fatigue. Université Aix Marseille II, France.
- Thomason, J.L., 1995. The interface region in glass fibre-reinforced epoxy resin composites: 3. Characterization of fibre surface coatings and the interphase. *Composites* 26, 487–498. [https://doi.org/10.1016/0010-4361\(95\)96806-H](https://doi.org/10.1016/0010-4361(95)96806-H)
- Tong, J., 2002. Characteristics of fatigue crack growth in GFRP laminates. *Int. J. Fatigue* 24, 291–297. [https://doi.org/10.1016/S0142-1123\(01\)00084-6](https://doi.org/10.1016/S0142-1123(01)00084-6)
- Tong, J., 2001. Three stages of fatigue crack growth in GFRP composite laminates. *J. Eng. Mater. Technol.* 123, 139–143.
- Tserpes, K.I., Papanikos, P., Labeas, G., Pantelakis, S., 2004. Fatigue damage accumulation and residual strength assessment of CFRP laminates. *Compos. Struct.* 63, 219–230. [https://doi.org/10.1016/S0263-8223\(03\)00169-7](https://doi.org/10.1016/S0263-8223(03)00169-7)
- Tual, N., Carrere, N., Davies, P., Bonnemains, T., Lolive, E., 2015. Characterization of sea water ageing effects on mechanical properties of carbon/epoxy composites for tidal turbine blades. *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.* 78, 380–389. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2015.08.035>
- Vallons, K., 2009. The behaviour of carbon fibre - epoxy NCF composites under various mechanical loading conditions (PhD Thesis). Katholieke Universiteit Leuven, Leuven.
- Vallons, K., Adolphs, G., Lucas, P., Lomov, S.V., Verpoest, I., 2013. Quasi-UD glass fibre NCF composites for wind energy applications: a review of requirements and existing fatigue data for blade materials. *Mech. Ind.* 14, 175–189. <https://doi.org/10.1051/meca/2013045>
- Varna, J., Joffe, R., Akshantala, N.V., Talreja, R., 1999. Damage in composite laminates with off-axis plies. *Compos. Sci. Technol.* 59, 2139–2147. [https://doi.org/10.1016/S0266-3538\(99\)00070-6](https://doi.org/10.1016/S0266-3538(99)00070-6)
- Vauthier, E., Abry, J.C., Bailliez, T., Chateauminois, A., 1997. Interactions between hygrothermal ageing and fatigue damage in unidirectional glass/epoxy composites. *Compos. Sci. Technol.* 58, 687–692. [https://doi.org/10.1016/S0266-3538\(97\)00149-8](https://doi.org/10.1016/S0266-3538(97)00149-8)
- Wu, H.F., Dwight, D.W., Huff, N.T., 1997. Effects of silane coupling agents on the interphase and performance of glass-fiber-reinforced polymer composites. *Compos. Sci. Technol.*, 6th International Conference On Composite Interfaces 57, 975–983. [https://doi.org/10.1016/S0266-3538\(97\)00033-X](https://doi.org/10.1016/S0266-3538(97)00033-X)
- Wu, L., Murphy, K., Karbhari, V.M., Zhang, J.S., 2002. Short-term effects of sea water on E-glass/vinylester composites. *J. Appl. Polym. Sci.* 84, 2760–2767. <https://doi.org/10.1002/app.10571>
- Zhao, F.M., Takeda, N., 2000. Effect of interfacial adhesion and statistical fiber strength on tensile strength of unidirectional glass fiber/epoxy composites. Part I: experiment results. *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.* 31, 1203–1214. [https://doi.org/10.1016/S1359-835X\(00\)00085-3](https://doi.org/10.1016/S1359-835X(00)00085-3)

ANNEXES

SOMMAIRE

ANNEXE A.	Comportement mécanique des composites stratifiés	251
A.1.	Comportement mécanique du pli unidirectionnel.....	251
A.2.	Théorie des stratifiés dans le cas d'un comportement élastique linéaire (Gay, 1997)...	253
A.3.	Théorie des stratifiés modifiée suite à la prise en compte d'une déformation résiduelle à l'échelle du pli (Caous, 2017)	254
ANNEXE B.	Capacité d'absorption d'eau de la résine et du composite.....	257
B.1.	Cas des échantillons de résine pure	258
B.2.	Cas des éprouvettes de composite	260
ANNEXE C.	Détermination des variables d'endommagement transverse et de cisaillement dans le cas d'un chargement couplé cisaillement-transverse appliqué à un stratifié $[(\pm\theta)_n]_s$	265
ANNEXE D.	Analyse de sensibilité du modèle aux données d'entrée pour un chargement couplé cisaillement-transverse en traction quasi-statique sur un stratifié UD $[(+60/-60)_2]_s$	269
ANNEXE E.	Evolution des paramètres de la loi d'évolution de l'endommagement en cisaillement sous un chargement quasi-statique en fonction de la température	273
ANNEXE F.	Evolution des paramètres de la loi d'évolution de l'endommagement couplé cisaillement-transverse sous un chargement quasi-statique en fonction de la température.....	277

ANNEXE A. Comportement mécanique des composites stratifiés

A.1. Comportement mécanique du pli unidirectionnel

Le comportement élastique des plis, considérés comme homogènes, peut être décrit par la loi de Hooke généralisée, qui relie par le biais de la matrice de rigidité $[C]$ le vecteur des contraintes $\{\sigma\}$ au vecteur des déformations élastiques $\{\varepsilon^{el}\}$, tous deux exprimés dans le repère du pli (Equation (A.1)).

$$\{\sigma\} = [C]\{\varepsilon^{el}\} \quad (A.1)$$

Cette relation peut être inversée et dans ce cas, le vecteur des déformations élastiques est relié au vecteur des contraintes par le biais de la matrice de souplesse $[S]$ (Equation (A.2)).

$$\{\varepsilon^{el}\} = [S]\{\sigma\} \quad (A.2)$$

Dans le cas général, les matrices de rigidité et de souplesse présentent 21 coefficients indépendants (Gay, 1997). Les plis constituant un composite stratifié sont généralement considérés comme isotropes transverses, ce qui réduit le nombre de coefficient indépendants à 9. En négligeant les phénomènes d'origine thermique, la loi de Hooke généralisée s'écrit alors :

$$\begin{Bmatrix} \varepsilon_{11}^{el} \\ \varepsilon_{22}^{el} \\ \varepsilon_{33}^{el} \\ \gamma_{23}^{el} \\ \gamma_{13}^{el} \\ \gamma_{12}^{el} \end{Bmatrix} = \begin{pmatrix} \frac{1}{E_1^0} & -\frac{\nu_{21}^0}{E_2^0} & -\frac{\nu_{12}^0}{E_1^0} & 0 & 0 & 0 \\ -\frac{\nu_{12}^0}{E_1^0} & \frac{1}{E_2^0} & \frac{\nu_{23}^0}{E_2^0} & 0 & 0 & 0 \\ -\frac{\nu_{12}^0}{E_1^0} & -\frac{\nu_{23}^0}{E_2^0} & \frac{1}{E_2^0} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \frac{2(1+\nu_{23}^0)}{E_2^0} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{1}{G_{12}^0} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{1}{G_{12}^0} \end{pmatrix} \begin{Bmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \sigma_{33} \\ \tau_{23} \\ \tau_{13} \\ \tau_{12} \end{Bmatrix} \quad (A.3)$$

Avec : $\frac{\nu_{21}^0}{E_2^0} = \frac{\nu_{12}^0}{E_1^0}$

Lorsque l'épaisseur du pli est suffisamment petite devant les autres dimensions, on peut faire l'hypothèse des contraintes planes. Ainsi, on considère que $\sigma_{13} = \sigma_{23} = \sigma_{33} = 0$, ce qui permet de simplifier la loi de Hooke généralisée et donc de réduire le nombre de coefficients indépendants à 4 :

$$\begin{Bmatrix} \varepsilon_{11}^{el} \\ \varepsilon_{22}^{el} \\ \gamma_{12}^{el} \end{Bmatrix} = \begin{pmatrix} \frac{1}{E_1^0} & -\frac{\nu_{21}^0}{E_2^0} & 0 \\ -\frac{\nu_{12}^0}{E_1^0} & \frac{1}{E_2^0} & 0 \\ 0 & 0 & \frac{1}{G_{12}^0} \end{pmatrix} \begin{Bmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \tau_{12} \end{Bmatrix} \quad (\text{A.4})$$

Avec toujours : $\frac{\nu_{21}^0}{E_2^0} = \frac{\nu_{12}^0}{E_1^0}$

L'inversion de la matrice de souplesse donne alors la matrice de raideur $[K]$ définie ci-dessous :

$$\begin{Bmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \tau_{12} \end{Bmatrix} = \begin{pmatrix} \frac{E_1^0}{1 - \nu_{12}^0 \nu_{21}^0} & \frac{\nu_{21}^0 E_1^0}{1 - \nu_{12}^0 \nu_{21}^0} & 0 \\ \frac{\nu_{12}^0 E_2^0}{1 - \nu_{12}^0 \nu_{21}^0} & \frac{E_2^0}{1 - \nu_{12}^0 \nu_{21}^0} & 0 \\ 0 & 0 & G_{12}^0 \end{pmatrix} \begin{Bmatrix} \varepsilon_{11}^{el} \\ \varepsilon_{22}^{el} \\ \gamma_{12}^{el} \end{Bmatrix} = [K] \begin{Bmatrix} \varepsilon_{11}^{el} \\ \varepsilon_{22}^{el} \\ \gamma_{12}^{el} \end{Bmatrix} \quad (\text{A.5})$$

Ainsi, pour déterminer le comportement élastique linéaire du pli unidirectionnel, il suffit de déterminer les 4 coefficients indépendants permettant de constituer sa matrice de souplesse (ou de raideur).

Les relations permettant de passer des contraintes et déformations élastiques exprimées dans le repère du pli à celles exprimées dans le repère du stratifié sont définies ci-dessous :

$$\begin{Bmatrix} \varepsilon_{11}^{el} \\ \varepsilon_{22}^{el} \\ \gamma_{12}^{el} \end{Bmatrix} = \begin{bmatrix} c^2 & s^2 & cs \\ s^2 & c^2 & -cs \\ -2cs & 2cs & c^2 - s^2 \end{bmatrix} \begin{Bmatrix} (\varepsilon_{xx}^{el})_k \\ (\varepsilon_{yy}^{el})_k \\ (\gamma_{xy}^{el})_k \end{Bmatrix} = [P] \begin{Bmatrix} (\varepsilon_{xx}^{el})_k \\ (\varepsilon_{yy}^{el})_k \\ (\gamma_{xy}^{el})_k \end{Bmatrix} \quad (\text{A.6})$$

$$\begin{Bmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \tau_{12} \end{Bmatrix} = \begin{bmatrix} c^2 & s^2 & 2cs \\ s^2 & c^2 & -2cs \\ -sc & sc & c^2 - s^2 \end{bmatrix} \begin{Bmatrix} (\sigma_{xx})_{k,\theta} \\ (\sigma_{yy})_{k,\theta} \\ (\tau_{xy})_{k,\theta} \end{Bmatrix} = [Q] \begin{Bmatrix} (\sigma_{xx})_{k,\theta} \\ (\sigma_{yy})_{k,\theta} \\ (\tau_{xy})_{k,\theta} \end{Bmatrix} \quad (\text{A.7})$$

où c correspond au cosinus de l'angle θ , s correspond au sinus de l'angle θ et $\gamma_{xy} = 0$ dans le cas d'un stratifié symétrique et équilibré.

En combinant les équations (A.5), (A.6) et (A.7), on obtient alors que :

$$\begin{Bmatrix} \sigma_{xx} \\ (\sigma_{yy})_{k,\theta} \\ (\tau_{xy})_{k,\theta} \end{Bmatrix} = [K]_k \begin{Bmatrix} (\varepsilon_{xx}^{el})_k \\ (\varepsilon_{yy}^{el})_k \\ (\gamma_{xy}^{el})_k \end{Bmatrix} \quad (\text{A.8})$$

avec : $[K]_k = [Q]^{-1}[K][P]$

De manière plus détaillée, les composantes de la matrice de raideur du pli dans le repère du stratifié $[K]_k$ sont définies comme suit :

$$\left\{ \begin{array}{l} (K_{11})_k = c^4 K_{11} + s^4 K_{22} + 2c^2 s^2 (K_{12} + 2K_{33}) \\ (K_{22})_k = s^4 K_{11} + c^4 K_{22} + 2c^2 s^2 (K_{12} + 2K_{33}) \\ (K_{33})_k = c^2 s^2 (K_{11} + K_{22} - 2K_{12}) + (c^2 - s^2)^2 K_{33} \\ (K_{12})_k = c^2 s^2 (K_{11} + K_{22} - 4K_{33}) + (c^4 + s^4) K_{12} = (K_{21})_k \\ (K_{13})_k = cs [c^2 K_{11} - s^2 K_{22} - (c^2 - s^2)(K_{12} + 2K_{33})] = (K_{31})_k \\ (K_{23})_k = cs [s^2 K_{11} - c^2 K_{22} - (c^2 - s^2)(K_{12} + 2K_{33})] = (K_{32})_k \end{array} \right. \quad (\text{A.9})$$

A.2. Théorie des stratifiés dans le cas d'un comportement élastique linéaire (Gay, 1997)

Il est supposé que le stratifié est sollicité en membrane. La théorie des stratifiés permet d'obtenir le vecteur des contraintes planes moyennes auquel le stratifié est soumis en intégrant les contraintes dans l'épaisseur tout en considérant que ces dernières sont constantes dans chaque pli :

$$\{\sigma_{strat}\} = \frac{1}{h} \sum_{k=1^{er} pli}^{n^{ième} pli} \{(\sigma)_k\} e_k \quad (\text{A.10})$$

où e_k est l'épaisseur du pli n°k dans le stratifié d'épaisseur totale h .

En combinant cette relation avec l'équation (A.8), on obtient :

$$\{\sigma_{strat}\} = \frac{1}{h} \sum_{k=1^{er} pli}^{n^{ième} pli} [K]_k \{(\varepsilon^{el})_k\} e_k \quad (\text{A.11})$$

En considérant que le vecteur des déformations élastiques de membrane $\{(\varepsilon^{el})_k\}$ est constant dans l'épaisseur du stratifié, c'est-à-dire égal au vecteur des déformations élastiques du stratifié $\{\varepsilon_{strat}^{el}\}$, on peut écrire la relation (A.11) sous la forme usuelle :

$$\{\sigma_{strat}\} = \frac{1}{h} [A] \{\varepsilon_{strat}^{el}\} \quad (\text{A.12})$$

où $[A]$ est la matrice de raideur de membrane du stratifié dont les composantes sont définies comme suit :

$$A_{ij} = \sum_{k=1^{er} pli}^{n^{ième} pli} (K_{ij})_k e_k \quad (\text{A.13})$$

A.3. Théorie des stratifiés modifiée suite à la prise en compte d'une déformation résiduelle à l'échelle du pli (Caous, 2017)

L'introduction d'une déformation résiduelle à l'échelle du pli modifie la théorie des stratifiés, contrairement à l'introduction de variables modélisant la perte de raideur à l'échelle du pli. Les modifications engendrées sont décrites ci-dessous.

La théorie des stratifiés suppose que la déformation totale du stratifié est continue dans l'épaisseur, et surtout, qu'elle est constante dans le cas d'une sollicitation en membrane. Ainsi, tous les plis subissent la même déformation totale $\{\varepsilon_{strat}\}$. L'introduction d'une déformation résiduelle à l'échelle du pli implique que cette déformation totale $\{\varepsilon_{strat}\}$ se décompose, pour chaque pli n° k , de façon différente en fonction de l'état d'endommagement, en une déformation élastique $\{(\varepsilon^{el})_k\}$ et potentiellement en une déformation résiduelle $\{(\varepsilon^p)_k\}$. Cette décomposition oblige à réécrire la relation de comportement du stratifié. La relation (A.11) devient alors :

$$\{\sigma_{strat}\} = \frac{1}{h} \sum_{k=1^{er} pli}^{n^{ième} pli} [K]_k (\{\varepsilon_{strat}\} - \{(\varepsilon^p)_k\}) e_k \quad (A.14)$$

Cette relation peut se mettre sous la forme :

$$\{\sigma_{strat}\} = \frac{1}{h} [A] \{\varepsilon_{strat}\} - \frac{1}{h} \sum_{k=1^{er} pli}^{n^{ième} pli} [K]_k \{(\varepsilon^p)_k\} e_k \quad (A.15)$$

On peut alors écrire que :

$$\{\varepsilon_{strat}\} = [A]^{-1} \left[h \{\sigma_{strat}\} - \sum_{k=1^{er} pli}^{n^{ième} pli} [K]_k \{(\varepsilon^p)_k\} e_k \right] \quad (A.16)$$

On obtient alors le vecteur des déformations élastiques $\{\varepsilon_{strat}^{el}\}$ et le vecteur des déformations résiduelles $\{\varepsilon_{strat}^p\}$ à l'échelle du stratifié en écrivant par analogie que :

$$\{\varepsilon_{strat}\} = \{\varepsilon_{strat}^{el}\} + \{\varepsilon_{strat}^p\} \quad (A.17)$$

Ainsi :

$$\begin{cases} \{\varepsilon_{strat}^{el}\} = [A]^{-1} h \{\sigma_{strat}\} \\ \{\varepsilon_{strat}^p\} = [A]^{-1} \sum_{k=1}^{n_{\text{ème}}^{pli}} [K]_k \{(\varepsilon^p)_k\} e_k \end{cases} \quad (\text{A.18})$$

ANNEXE B. Capacité d'absorption d'eau de la résine et du composite

La matrice du stratifié étudié est une résine thermoplastique acrylique. De ce fait, l'absorption d'eau par la résine et le composite peuvent conduire à une variation des propriétés mécaniques de ces derniers, comme décrit au Chapitre I. Si les éprouvettes sont stockées dans un local où ni la température ni le taux d'humidité relative ne sont contrôlés, elles sont exposées aux variations du taux d'humidité et leur teneur en eau peut donc être impactée. De plus, lors d'un essai en température sous chambre environnementale, le taux d'humidité relative peut aussi varier. De ce fait, pour des essais de traction quasi-statique dont la durée peut atteindre une à plusieurs journées, ou des essais de fatigue dont la durée peut atteindre une à plusieurs semaines, la teneur en eau des éprouvettes peut être impactée. En conséquence, il est important de connaître les cinétiques d'absorption et de désorption de la résine et du composite étudié pour s'assurer que la méthode de stockage des éprouvettes permet de réaliser les essais à iso-condition au niveau de la teneur en eau. Dans ce but, quatre échantillons de résine d'environ 45mmx5.5mmx2.3mm, et six éprouvettes de composite (dont la géométrie est présentée dans le Chapitre II - section II.3.3) ont été placés dans une étuve à 40°C jusqu'à stabilisation de leur masse dans le but de les assécher avant de les placer dans une armoire de dessiccation à 99% d'humidité relative (Figure B-1). Deux éprouvettes qui n'ont pas été préalablement asséchées ont aussi été placées dans cette armoire de dessiccation pour comparaison. Les éprouvettes de composite ont toutes des talons en composite polyester/fibres de verre, sauf une (Figure B-1(b)).

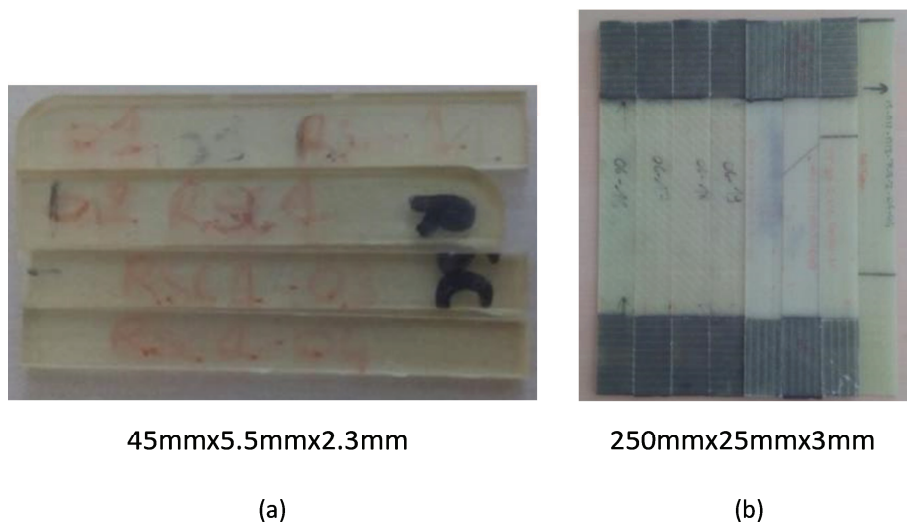


Figure B-1 : Échantillons (a) de résine et (b) de composite utilisés dans le cadre de l'étude de la capacité d'absorption de la résine et du composite

Le choix d'une exposition des échantillons à un air à 99% d'humidité relative a été préféré à une immersion de ces derniers dans un bac d'eau, afin de rester représentatif des conditions de stockage des éprouvettes (i. e. à air ambiant non contrôlé). En effet, plusieurs travaux tels que ceux de (Cerbu,

2010; Wu et al., 2002) ont montré que l'eau douce, l'eau de mer et l'air très humide n'avait pas le même impact sur le composite, notamment parce que les éléments présents dans l'eau peuvent réagir avec la matrice des CMO. L'environnement à 99% d'humidité relative est créé grâce à des solutions saturées en sulfate de potassium placées dans l'armoire de dessiccation (Glaskova-Kuzmina et al., 2016).

La variation de la teneur en eau a été quantifiée en pesant régulièrement les échantillons sur une balance précise à 0.0002g, comme cela a pu être fait dans un certain nombre de travaux (Foulc et al., 2005; Gautier et al., 1999; Glaskova-Kuzmina et al., 2016; Malpot et al., 2015) et en calculant ensuite la variation relative en masse M_t , définie par l'Equation (I.3). La masse initiale m_0 correspond à la masse des éprouvettes avant mise en étuve. Les échantillons de résine ayant de faibles dimensions, la variation de masse mesurée par la balance était proche de la précision de mesure de cette dernière. Pour contrevenir à ce problème, les échantillons ont aussi été pesés tous ensemble afin de vérifier que la variation de leur masse totale des échantillons était bien égale à la somme des variations de la masse de chacun d'entre eux, et donc que les variations mesurées pour chaque échantillon séparément étaient bien représentatives de la réalité. Par contre, cette vérification n'a été effectuée qu'à partir du moment où les échantillons de résine ont été placés dans l'armoire de dessiccation.

B.1. Cas des échantillons de résine pure

Les résultats obtenus sur une durée d'environ 550 jours sont présentés en Figure B-2. Ils montrent que les échantillons de résine perdent 0.6% de leur masse initiale m_0 lorsqu'ils sont déplacés du milieu ambiant au milieu sec de l'étuve et qu'ils gagnent 1.5% de leur masse initiale m_0 lorsqu'ils sont déplacés du milieu sec de l'étuve au milieu très humide de l'armoire de dessiccation.

L'air ambiant de la zone de stockage des échantillons avant mise en étuve n'étant contrôlé ni en température, ni en humidité, le gain relatif de masse M_t est recalculé en prenant cette fois la valeur de la masse des échantillons à la sortie de l'étuve comme valeur de la masse initiale m_0 (Figure B-3). En effet, il est nécessaire d'avoir le même état initial pour tous les échantillons pour pouvoir modéliser la cinétique d'absorption d'eau globale de la résine Elium 188®. Cette dernière peut alors être modélisée par une loi de Fick (cf. Equation (I.5)), dont les paramètres k et M_∞ ont été déterminés séparément pour chaque échantillon par le biais d'une régression des moindres carrés, et ont ensuite été moyennés sur l'ensemble des échantillons. Les valeurs moyennées obtenues sont présentées dans le Tableau B-1. Le fait que la cinétique d'absorption d'eau de la résine Elium 188® suive une loi de Fick confirme les résultats obtenus par (Davies, 2016) dans le cas de la résine

acrylique Elium™ immergée en eau de mer à 25, 40 et 60°C. Cependant, le niveau de saturation est plus élevé dans leur cas (environ 1,8% pour 1,26% ici). Plusieurs facteurs peuvent être à l'origine de cette différence : les dimensions des échantillons, la nuance des résines étudiées et les conditions de prise en eau des échantillons qui ne sont pas les mêmes.

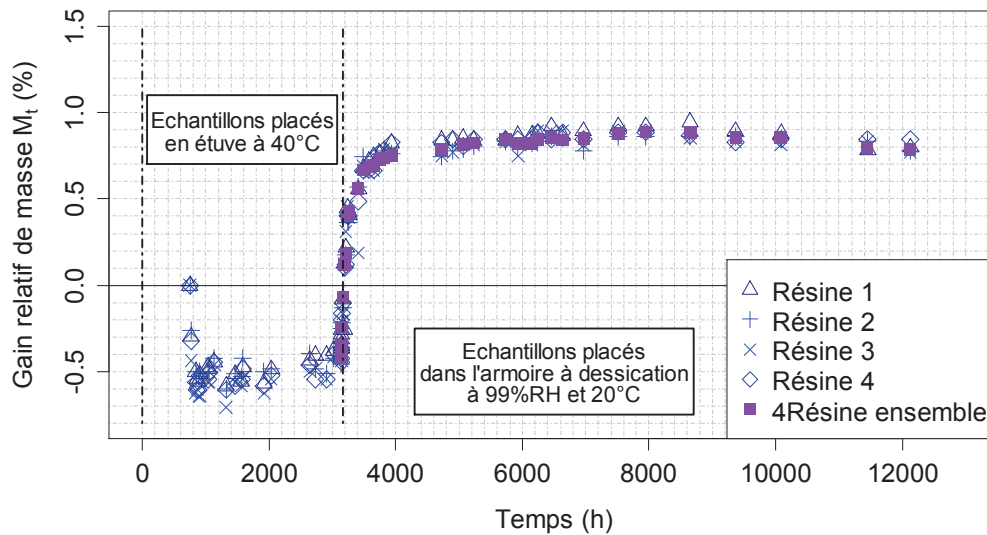


Figure B-2 : Gain relatif de masse des échantillons de résine placés d'abord en étuve à 40°C, puis dans un dessiccateur à 99% d'humidité relative et 20°C

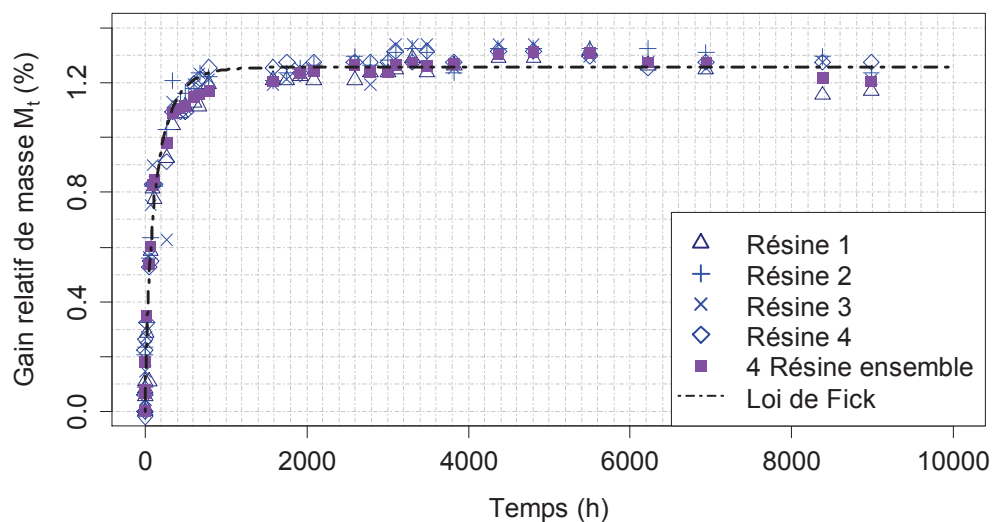


Figure B-3 : Gain relatif de masse des échantillons de résine placés dans un dessiccateur à 99% d'humidité relative et 20°C après assèchement préalable en étuve à 40°C

De plus, les résultats montrent que la masse des échantillons de résine, dont l'épaisseur est de 2.3mm, se stabilisent au bout de 300 heures passées dans l'étuve à 40°C et qu'ils atteignent le maximum de leur capacité d'absorption d'eau après entre 792 et 1582 heures d'exposition à un air à 99% d'humidité relative.

Paramètres	Valeurs
$k (h^{0,5})$	0.07
$M_{\infty} (\%)$	1.26

Tableau B-1 : Paramètres de la loi de Fick déterminés dans le cas des échantillons de résine pure

B.2. Cas des éprouvettes de composite

Les résultats sont présentés en Figure B-4. Ils montrent que les éprouvettes perdent environ 0.11% de leur masse lorsqu'elles sont déplacées du milieu ambiant à un milieu sec et qu'elles gagnent environ 0.35% de leur masse lorsqu'elles sont déplacées du milieu sec de l'étuve au milieu très humide de l'armoire de dessiccation.

De la même manière que dans le cas des échantillons de résine, l'air ambiant de la zone de stockage des éprouvettes n'est contrôlé ni en température, ni en humidité. De ce fait, le gain relatif de masse M_t est recalculé en prenant cette fois la valeur de la masse des éprouvettes à la sortie de l'étuve comme valeur de la masse initiale m_0 (Figure B-5). Les paramètres k et M_{∞} de la loi de Fick ont été déterminés de la même manière que pour la résine pure. Les valeurs moyennes obtenues à partir des résultats des 8 éprouvettes testées sont présentées dans le Tableau B-2.

Les valeurs des paramètres de la loi de Fick obtenues pour les deux éprouvettes non préalablement asséchées en étuve ne sont pas prises en compte dans l'identification des paramètres globaux de la loi car ces dernières n'ont pas le même état initial de départ. En effet, leur teneur en eau initiale est plus élevée que celle des autres éprouvettes, ce qui explique le fait qu'elles atteignent plus rapidement leur niveau de saturation en eau (Figure B-5). Par contre, la cinétique d'absorption d'eau de l'éprouvette sans talons et celle des éprouvettes avec talons préalablement asséchées en étuve sont similaires, ce qui permet de conclure que la présence de talons collés sur les éprouvettes n'influence pas les résultats de manière significative.

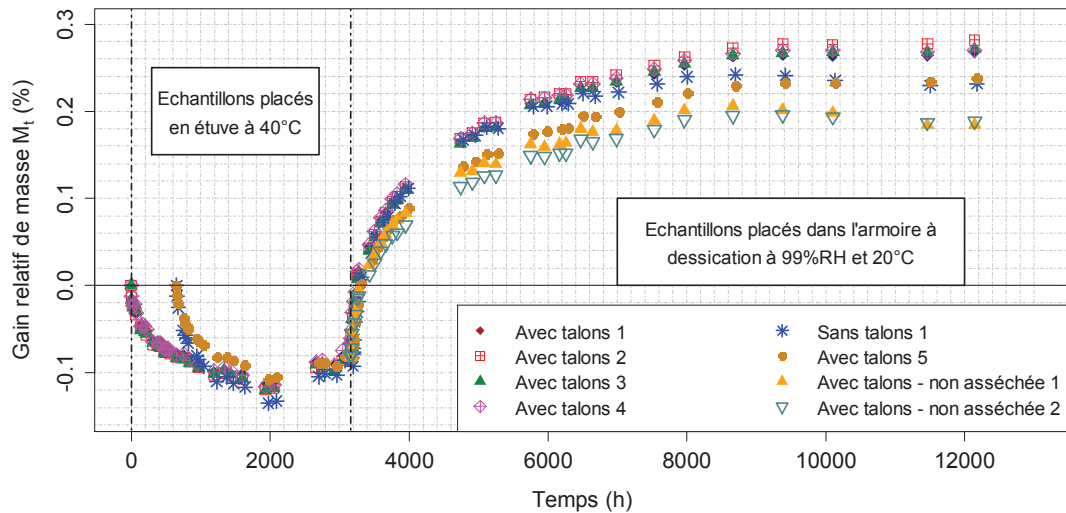


Figure B-4 : Gain relatif de masse des éprouvettes de composite placées d'abord en étuve à 40°C, puis dans un dessiccateur à 99% d'humidité relative et 20°C

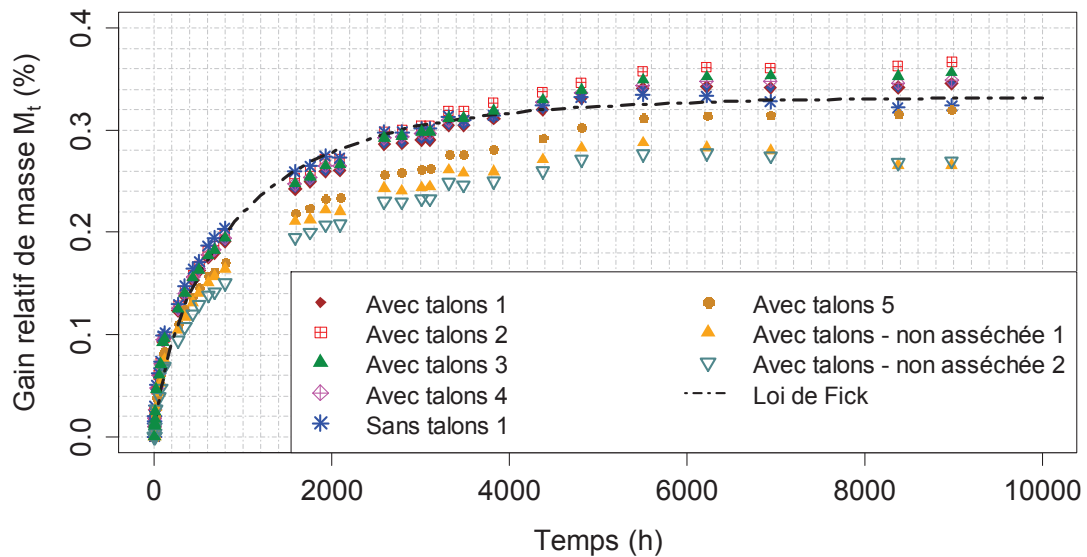


Figure B-5 : Gain relatif de masse des éprouvettes de composite placées dans un dessiccateur à 99% d'humidité relative et 20°C après assèchement préalable en étuve à 40°C ou non

Paramètres	Valeurs
$k (h^{0,5})$	0.01
$M_{\infty} (%)$	0.33

Tableau B-2 : Paramètres de la loi de Fick déterminés dans le cas des éprouvettes de composite

Les résultats montrent donc que les éprouvettes de composite absorbent 4.2 fois moins d'eau que les échantillons de résine, ce qui peut s'expliquer principalement par le fait que la masse de résine ne représente que 30% de la masse totale des éprouvettes de composite. Pour pouvoir comparer la cinétique d'absorption des échantillons de résine à celle des éprouvettes de composite en prenant

en compte la proportion de résine dans ces dernières, le gain relatif de masse doit être déterminé à partir de la masse initiale de la résine présente dans les éprouvettes de composite et non à partir de la masse totale de ces dernières. Il est alors supposé que l'absorption d'eau par les fibres et les interfaces fibre/matrice est négligeable.

Dans un premier temps, le taux volumique de fibres V_f est déterminé pour chacune des éprouvettes en utilisant l'équation (II.3), avec m_{of} et ρ_f respectivement égaux à 1005 g/m² et à 2600 kg/m³. La valeur du taux massique de fibres M_f peut ensuite être obtenue via la relation ci-dessous pour chaque éprouvette (Gay, 1997) :

$$M_f = \frac{V_f \rho_f}{V_f \rho_f + (100 - V_f) \rho_m} \quad (\text{B.1})$$

où la masse volumique de la matrice ρ_m est prise égale à 1190 kg/m³ (ARKEMA, 2015). Il est alors possible de retrouver le taux massique de matrice M_m pour chaque éprouvette en utilisant l'équation suivante :

$$M_m = 100 - M_f \quad (\text{B.2})$$

Le gain relatif de masse est alors calculé grâce à l'équation :

$$M_t(\%) = 100 * \frac{m(t) - m_0}{M_m m_0} \quad (\text{B.3})$$

Les résultats obtenus sont présentés en Figure B-6, où le temps a été divisé par l'épaisseur de chacun des échantillons de résine et de composite. En effet, l'épaisseur n'étant pas la même entre les deux types d'échantillons (cf. Figure B-1), il est nécessaire de s'affranchir de son effet pour pouvoir comparer leur cinétique d'absorption d'eau respective. De plus, les paramètres de la loi de Fick ont été déterminés à nouveau pour chacune des éprouvettes de composite par régression des moindres carrés. Les valeurs moyennes obtenues pour l'ensemble des éprouvettes sont présentées dans le Tableau B-3. Ces résultats montrent alors un gain relatif de masse d'environ 1,20% pour les éprouvettes de composite, qui est donc similaire à celui obtenu pour les échantillons de résine, à savoir environ 1,26%. Par contre, la cinétique d'absorption d'eau est plus lente dans le cas du composite. En effet, le gain relatif de masse maximum pour les échantillons de résine est atteint après 344 à 688 h/mm d'exposition contre 1834 à 2073 h/mm pour les éprouvettes de composite. Ces résultats s'expliquent par le fait que pour un même volume de résine, le volume du composite est environ 2 fois plus important du fait de la présence des fibres. Ainsi, pour se rendre au cœur du volume, les molécules d'eau parcourent une distance plus importante dans les éprouvettes de

composite que dans les échantillons de résine. De plus, la présence de ces fibres peut potentiellement modifier leur trajectoire.

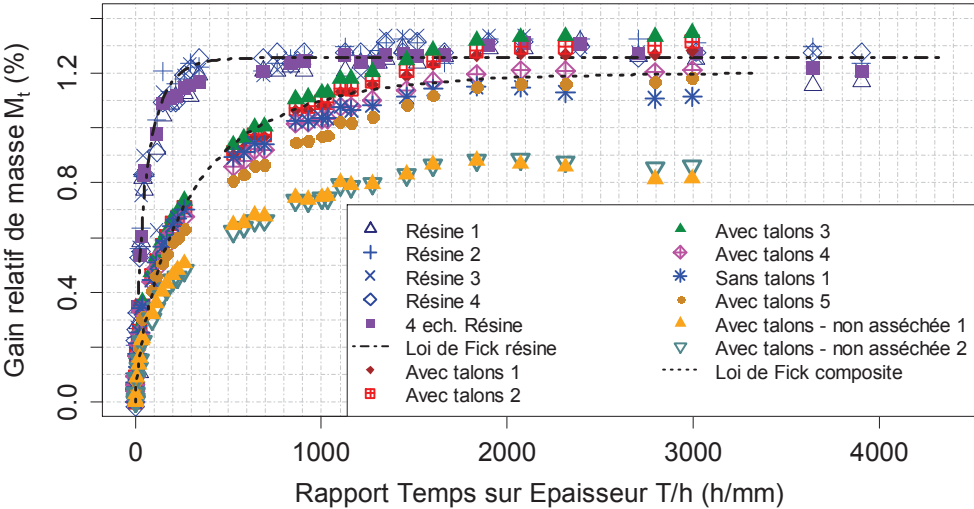


Figure B-6 : Comparaison du gain relatif en masse des échantillons de résine et des éprouvettes de composite en prenant en compte le taux massique de résine dans le composite

Paramètres	Valeurs
$k (h^{0,5})$	0.02
$M_{\infty} (\%)$	1.20

Tableau B-3 : Paramètres de la loi de Fick déterminés dans le cas des éprouvettes de composite en prenant en compte le taux massique de résine dans le composite

ANNEXE C. Détermination des variables d'endommagement transverse et de cisaillement dans le cas d'un chargement de traction quasi-statique couplé cisaillement-transverse appliqué à un stratifié $[(\pm\theta)_n]_s$

Cette annexe reprend la méthode de résolution présentée dans (Caous, 2017), mais de manière un peu plus détaillée.

En faisant l'hypothèse d'un endommagement nul dans la direction des fibres, le comportement du pli d'angle θ à l'échelle du pli est obtenu à partir de la relation ci-dessous.

$$\begin{Bmatrix} \varepsilon_{11}^{el} \\ \varepsilon_{22}^{el} \\ \gamma_{12}^{el} \end{Bmatrix}_{\theta} = \begin{bmatrix} \frac{1}{E_1^0} & -\frac{\nu_{12}^0}{E_1^0} & 0 \\ -\frac{\nu_{12}^0}{E_1^0} & \frac{1}{E_2} & 0 \\ 0 & 0 & \frac{1}{G_{12}^0(1-d_{12}^{\theta})} \end{bmatrix} \begin{Bmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \tau_{12} \end{Bmatrix}_{\theta} \quad (C.1)$$

avec $E_2 = E_2^0(1-d_2^{\theta})$ si $\sigma_{22} \geq 0$ et $E_2 = E_2^0$ si $\sigma_{22} < 0$

Le chargement appliqué est de la traction quasi-statique. De ce fait, il est supposé que $\sigma_{22} \geq 0$ aux instants de l'essai considérés pour la détermination des variables d'endommagement transverse et de cisaillement. Ainsi, la relation (C.1) peut se réécrire de la manière suivante :

$$\begin{Bmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \tau_{12} \end{Bmatrix} = \begin{bmatrix} \frac{E_1^0}{1-\nu_{12}^0\nu_{21}^0(1-d_2^{\theta})} & \frac{\nu_{21}^0 E_1^0(1-d_2^{\theta})}{1-\nu_{12}^0\nu_{21}^0(1-d_2^{\theta})} & 0 \\ \frac{\nu_{12}^0 E_1^0(1-d_2^{\theta})}{1-\nu_{12}^0\nu_{21}^0(1-d_2^{\theta})} & \frac{E_2^0(1-d_2^{\theta})}{1-\nu_{12}^0\nu_{21}^0(1-d_2^{\theta})} & 0 \\ 0 & 0 & G_{12}^0(1-d_{12}^{\theta}) \end{bmatrix} \begin{Bmatrix} \varepsilon_{11}^{el} \\ \varepsilon_{22}^{el} \\ \gamma_{12}^{el} \end{Bmatrix} \quad (C.2)$$

$$= [K] \begin{Bmatrix} \varepsilon_{11}^{el} \\ \varepsilon_{22}^{el} \\ \gamma_{12}^{el} \end{Bmatrix}$$

De plus, la théorie des stratifiés nous donne la relation ci-dessous pour relier les contraintes du stratifié aux déformations élastiques du stratifié.

$$\begin{Bmatrix} \sigma_{xx} \\ \sigma_{yy} \\ \tau_{xy} \end{Bmatrix}_{(x,y,z)} = \frac{1}{h} [A] \begin{Bmatrix} \varepsilon_{xx}^{el} \\ \varepsilon_{yy}^{el} \\ \gamma_{xy}^{el} \end{Bmatrix}_{(x,y,z)} \quad (C.3)$$

Avec, pour rappel :

$$[A] = \sum_{k=1^{er}pli}^{n^{ieme}pli} [K]_{k,\theta} e_k = \sum_{k=1^{er}pli}^{n^{ieme}pli} [Q]_{k,\theta}^{-1} [K]_{\theta} [P]_{k,\theta} e_k \quad (C.4)$$

Dans cette relations, les matrices $[Q]_{k,\theta}$ et $[P]_{k,\theta}$ sont les matrices de passage entre respectivement les contraintes du pli à l'échelle du pli et celles du pli à l'échelle du stratifié, et les déformations du pli à l'échelle du pli et celles du pli à l'échelle du stratifié. Dans le cas d'un stratifié $[(\pm\theta)_n]_s$, $[Q]_{k,\theta} = [Q]_{k,-\theta}^{-1}$ et $[P]_{k,\theta} = [P]_{k,-\theta}^{-1}$.

En supposant que le stratifié est parfaitement symétrique et équilibré, on peut, dans le cas d'un essai de traction quasi-statique uniaxiale, considérer que la déformation élastique en cisaillement du stratifié dans le repère du stratifié γ_{xy}^{el} est nulle. Les relations (C.3) et (C.4) nous permettent alors d'écrire que :

$$\begin{cases} \sigma_{xx} = 0.5 * ((K_{11})_{k,+ \theta} + (K_{11})_{k,- \theta}) \varepsilon_{xx}^{el} + 0.5 * ((K_{12})_{k,+ \theta} + (K_{12})_{k,- \theta}) \varepsilon_{yy}^{el} \\ \sigma_{yy} = 0.5 * ((K_{21})_{k,+ \theta} + (K_{21})_{k,- \theta}) \varepsilon_{xx}^{el} + 0.5 * ((K_{22})_{k,+ \theta} + (K_{22})_{k,- \theta}) \varepsilon_{yy}^{el} \end{cases} \quad (C.5)$$

avec :

$$\begin{cases} (K_{11})_{k,\theta} = c^4 K_{11,\theta} + s^4 K_{22,\theta} + 2c^2 s^2 (K_{12,\theta} + 2K_{33,\theta}) \\ (K_{22})_{k,\theta} = s^4 K_{11,\theta} + c^4 K_{22,\theta} + 2c^2 s^2 (K_{12,\theta} + 2K_{33,\theta}) \\ (K_{12})_{k,\theta} = c^2 s^2 (K_{11,\theta} + K_{22,\theta} - 4K_{33,\theta}) + (c^4 + s^4) K_{12,\theta} \\ (K_{21})_{k,\theta} = (K_{12})_{k,\theta} \end{cases} \quad (C.6)$$

où c et s sont respectivement le cosinus et le sinus de l'angle $\pm\theta$.

En remarquant que $(K_{ij})_{k,+ \theta} = (K_{ij})_{k,- \theta}$ dans le système (C.6), du fait notamment que $d_{12}^{\theta} = d_{12}^{-\theta}$ et $d_2^{\theta} = d_2^{-\theta}$, et en considérant toujours un chargement de traction quasi-statique uniaxiale, le système d'équations (C.5) se simplifie de la manière suivante :

$$\begin{cases} \sigma_{xx} = (K_{11})_{k,\theta} \varepsilon_{xx}^{el} + (K_{12})_{k,\theta} \varepsilon_{yy}^{el} \\ 0 = (K_{21})_{k,\theta} \varepsilon_{xx}^{el} + (K_{22})_{k,\theta} \varepsilon_{yy}^{el} \end{cases} \quad (C.7)$$

Les détails des calculs ne sont pas présentés, mais le système d'équations (C.7) peut se mettre sous la forme :

$$\begin{cases} a_x (1 - d_2) + b_x (1 - d_{12}) + c_x (1 - d_2) (1 - d_{12}) + f_x = 0 \\ a_y (1 - d_2) + b_y (1 - d_{12}) + c_y (1 - d_2) (1 - d_{12}) + f_y = 0 \end{cases} \quad (C.8)$$

avec :

$$\begin{aligned} a_x &= v_{12}^0 v_{21}^0 \sigma_{xx} + (s^4 E_2^0 + 2c^2 s^2 v_{21}^0 E_1^0) \varepsilon_{xx}^{el} + (c^2 s^2 E_2^0 + (c^4 + s^4) v_{21}^0 E_1^0) \varepsilon_{yy}^{el} \\ b_x &= 4c^2 s^2 G_{12}^0 \varepsilon_{xx}^{el} - 4c^2 s^2 G_{12}^0 \varepsilon_{yy}^{el} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
c_x &= -4c^2s^2v_{12}^0v_{21}^0G_{12}^0\varepsilon_{xx}^{el} + 4c^2s^2V_{12}^0V_{21}^0G_{12}^0\varepsilon_{yy}^{el} \\
f_x &= -\sigma_{xx} + c^4E_1^0\varepsilon_{xx}^{el} + c^2s^2E_1^0\varepsilon_{yy}^{el} \\
a_y &= v_{12}^0v_{21}^0 + (c^2s^2E_2^0 + (c^4 + s^4)v_{21}^0E_1^0)\varepsilon_{xx}^{el} + (c^4E_2^0 + 2c^2s^2V_{21}^0E_1^0)\varepsilon_{yy}^{el} \\
b_y &= -b_x \\
c_y &= -c_x \\
f_y &= c^2s^2E_1^0\varepsilon_{xx}^{el} + s^4E_1^0\varepsilon_{yy}^{el}
\end{aligned}$$

Le système d'équations (C.8) est un système de deux équations à deux inconnues, à savoir $(1 - d_2)$ et $(1 - d_{12})$. Il peut donc se résoudre analytiquement. Deux cas peuvent alors être distingués :

- Cas où $c_x = -c_y = 0$, c'est-à-dire cas où $\varepsilon_{xx}^{el} = \varepsilon_{yy}^{el}$:

$$\begin{cases} 1 - d_2 \\ 1 - d_{12} \end{cases} = \begin{bmatrix} a_x & b_x \\ a_y & b_y \end{bmatrix}^{-1} \begin{cases} f_x \\ f_y \end{cases} \quad (C.9)$$

- Cas où $c_x = -c_y \neq 0$:

La première équation du système d'équations (C.8) permet d'exprimer $(1 - d_2)$ en fonction de $(1 - d_{12})$, en considérant que $a_x + c_x(1 - d_{12}) \neq 0$. On obtient l'équation suivante :

$$(1 - d_2) = -\frac{b_x(1 - d_{12}) + f_x}{a_x + c_x(1 - d_{12})} \quad (C.10)$$

On peut ensuite intégrer cette équation dans la seconde équation du système d'équations (C.8). On obtient alors :

$$a_y \left(-\frac{b_x(1 - d_{12}) + f_x}{a_x + c_x(1 - d_{12})} \right) + b_y(1 - d_{12}) + c_y \left(-\frac{b_x(1 - d_{12}) + f_x}{a_x + c_x(1 - d_{12})} \right) (1 - d_{12}) + f_y = 0 \quad (C.11)$$

Cette équation peut être mise sous la forme :

$$A(1 - d_{12})^2 + B(1 - d_{12}) + C = 0 \quad (C.12)$$

avec :

$$A = b_y c_x - c_y b_x$$

$$B = -a_y b_x + a_x b_y - c_y f_x + c_x f_y$$

$$C = -a_y f_x + a_x f_y$$

En remarquant que $A = 0$, on obtient que :

$$(1 - d_{12}) = -\frac{C}{B} = -\frac{-a_y d_x + a_x d_y}{-a_y b_x + a_x b_y - c_y d_x + c_x d_y} \quad (C.13)$$

Il suffit alors d'injecter cette équation dans l'équation (C.10) pour obtenir $(1 - d_2)$. Il est important de noter que la variable $(1 - d_2)$ peut aussi être obtenue en réalisant le même travail que pour $(1 - d_{12})$, dans l'optique notamment de limiter les propagations d'incertitudes.

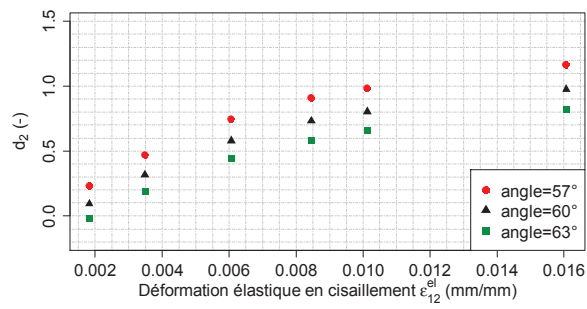
Enfin, il est important de noter que l'utilisation de cette méthode de résolution n'est possible que dans le cas de stratifications où les variables d'endommagement d_2 et d_{12} ont la même évolution dans tous les plis du stratifié, comme cela est le cas dans le cas des stratifications $[(\pm\theta)_n]_s$ ($d_{12}^\theta = d_{12}^{-\theta}$ et $d_2^\theta = d_2^{-\theta}$). En effet, si le stratifié possède n angles d'orientation au signe près, avec $n > 1$, alors le système d'équations (C.5) possède plus d'inconnues que d'équations et a donc une infinité de solutions. La résolution se fait alors par optimisation numérique.

ANNEXE D. Analyse de sensibilité du modèle aux données d'entrée pour un chargement couplé cisaillement-transverse en traction quasi-statique sur un stratifié UD [(+60/-60)₂]_s

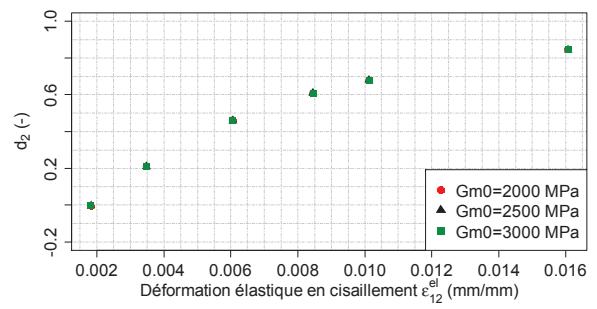
La procédure pour déterminer les variables d'endommagement transverse et de cisaillement d_2 et d_{12} de chacun des plis d'un stratifié $[(\pm\theta)_n]_s$ a été décrite en ANNEXE A. Cependant, les valeurs obtenues dépendent des propriétés mécaniques contenues dans la matrice de raideur $[K]$, qui dépendent elles-mêmes des propriétés mécaniques de la matrice et des fibres, à savoir du module d'élasticité des fibres E_f^0 , du module d'élasticité de la matrice E_m^0 , du module de cisaillement de la matrice G_m^0 , du coefficient de Poisson de la matrice ν_m^0 et du coefficient de Poisson des fibres ν_f^0 . Pour plus de précision sur ce point, se référer à la section III.2.1 du Chapitre III. Les valeurs obtenues pour d_2 et d_{12} dépendent aussi de l'angle θ . Les valeurs connues ou identifiées pour ces paramètres possèdent une certaine incertitude. Le but de cette annexe est de montrer dans quelle mesure ces incertitudes influent sur les valeurs obtenues pour d_2 et d_{12} .

Cette étude a été effectuée à un taux volumique de fibres fixé, qui correspond au taux volumique de fibres d'une des éprouvettes UD [(+60/-60)₂]_s testées. Les résultats sont présentés en Figure D-1 pour d_2 et en Figure D-2 pour d_{12} . Ils montrent que les incertitudes sur le module d'élasticité des fibres E_f^0 , sur le coefficient de Poisson de la matrice ν_m^0 et sur le coefficient de Poisson des fibres ν_f^0 ont une influence négligeable sur les valeurs obtenues pour d_2 et d_{12} . De plus, la variable d'endommagement transverse d_2 n'est pas non plus sensible aux incertitudes sur le module de cisaillement de la matrice G_m^0 . Par contre, elle est très sensible aux incertitudes sur l'angle θ , et montre aussi une légère sensibilité aux incertitudes sur le module d'élasticité de la matrice E_m^0 . La variable d'endommagement de cisaillement d_{12} n'est, quant à elle, pas impactée par ces dernières, mais est très sensible aux incertitudes sur l'angle θ et sur le module de cisaillement de la matrice G_m^0 .

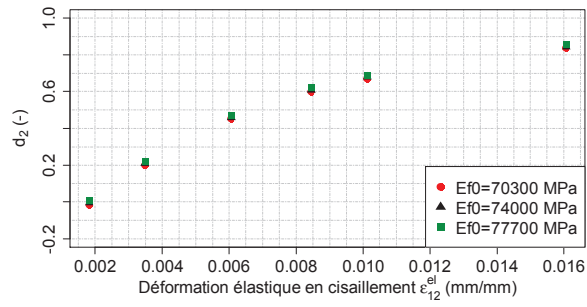
En conclusion, le calcul des variables d'endommagement transverse et de cisaillement d_2 et d_{12} avec la méthode décrite en ANNEXE A n'est très sensible qu'aux incertitudes des deux données d'entrée suivante : l'angle d'orientation des fibres du pli unidirectionnel par rapport à la direction de chargement du stratifié θ et le module de cisaillement de la matrice G_m^0 .



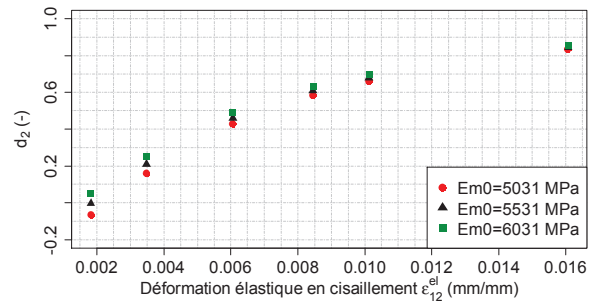
(a)



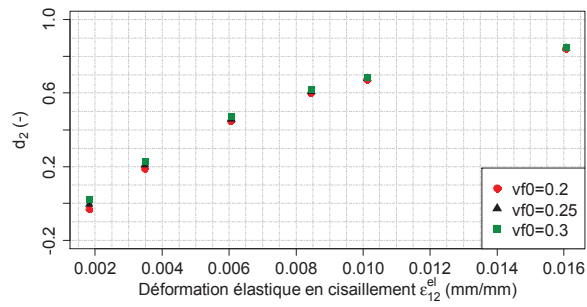
(b)



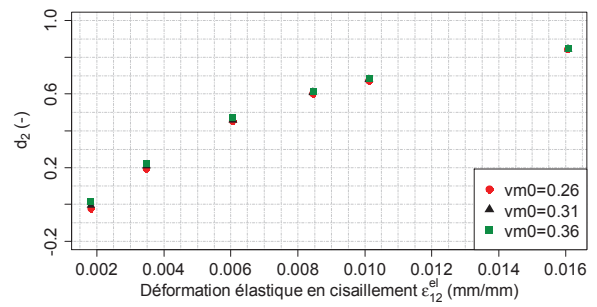
(c)



(d)

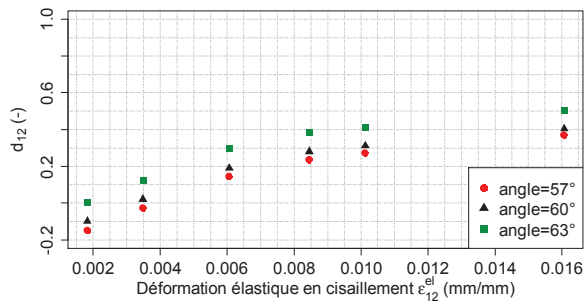


(e)

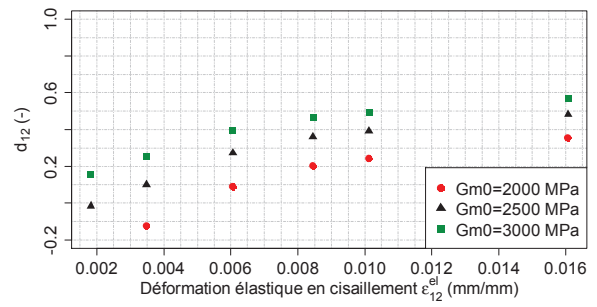


(f)

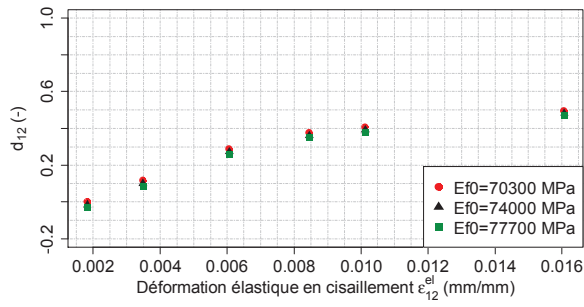
Figure D-1 : Sensibilité aux données d'entrée de l'évolution de la variable d'endommagement transverse d_2 en fonction de la déformation élastique en cisaillement ϵ_{12}^{el}



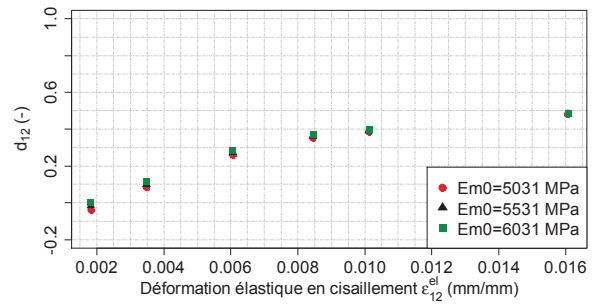
(a)



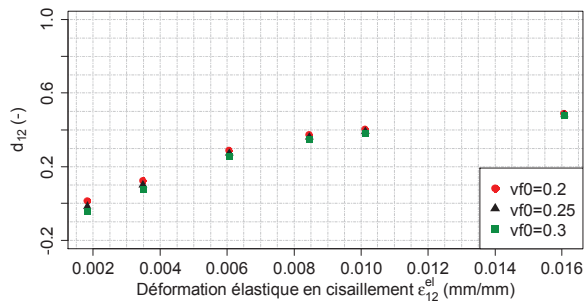
(b)



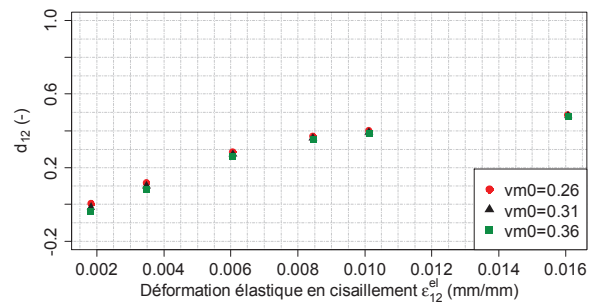
(c)



(d)



(e)



(f)

Figure D-2 : Sensibilité aux données d'entrée de l'évolution de la variable d'endommagement transverse d_{12} en fonction de la déformation élastique en cisaillement ε_{12}^{el}

ANNEXE E. Evolution des paramètres de la loi d'évolution de l'endommagement en cisaillement sous un chargement quasi-statique en fonction de la température

a- Cas des éprouvettes stratifiées BXS $[(\pm 45)_2]_s$

Les conditions expérimentales et les résultats des essais sont décrits dans la section IV.1.2 du Chapitre IV. Trois éprouvettes ont été testées à 30 et 48°C, deux à 15 et 20°C, et une à 1°C. L'évolution du comportement est définie par les relations suivantes :

$$d_{12}^s(t) = c. \langle 1 - e^{-(b.(Y_{d12}(t))^n - Y_0)} \rangle_+ \quad (\text{E.1})$$

$$\tilde{\tau}_{12} = K. (\tilde{\gamma}_{12}^p)^\gamma + R_0 \quad (\text{E.2})$$

La procédure d'identification des paramètres b , Y_0 , K , γ et R_0 est la même que celle présentée dans la section III.2.2.a. du Chapitre III, à savoir par régression des moindres carrés. Les paramètres sont identifiés séparément pour chaque éprouvette et une moyenne est ensuite effectuée par température. Pour rappel, les paramètres c et n sont pris respectivement égaux à 1 et 0.5. L'évolution des valeurs identifiées en fonction de la température est présentée en Figure E-1. Les résultats montrent des fluctuations importantes des valeurs des paramètres avec l'augmentation de la température, mis à part pour le paramètre R_0 qui est toujours nul. Ces fluctuations sont très probablement dues aux variabilités engendrées par le fait que l'angle théorique de 90° entre les orientations des deux plis d'une nappe BXS n'est pas toujours retrouvé dans la réalité (cf. Chapitre II – section II.2.5). Les éprouvettes stratifiées sont alors potentiellement asymétriques et/ou déséquilibrées. En prenant en compte cela, il serait alors envisageable de prendre une valeur moyenne pour tous les paramètres sur l'ensemble des températures d'essai considérées.

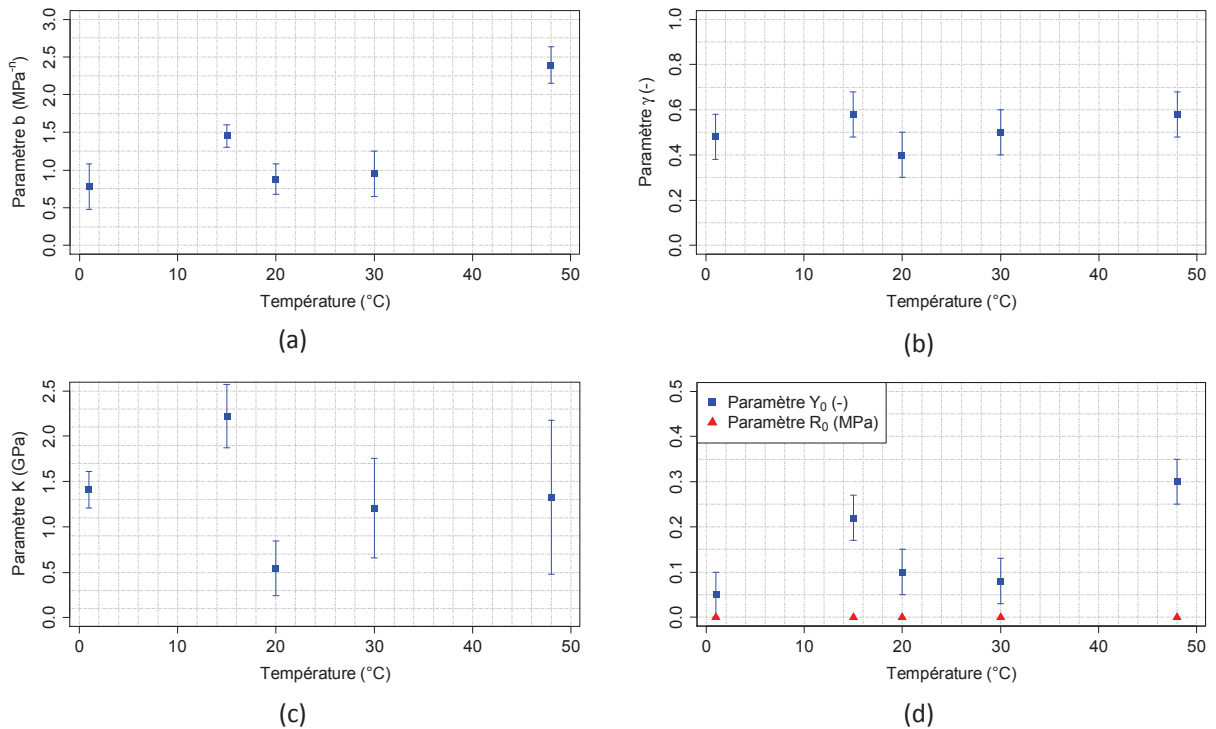
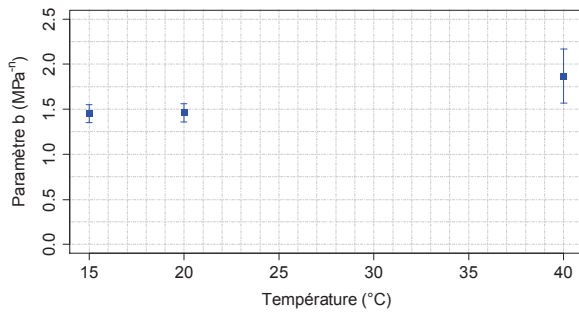


Figure E-1 : Evolution des paramètres (a) b , (b) γ , (c) K et (d) Y_0 et R_0 de la loi d'endommagement en cisaillement en traction quasi-statique en fonction de la température dans le cas du stratifié BXS [(±45)₂]_s

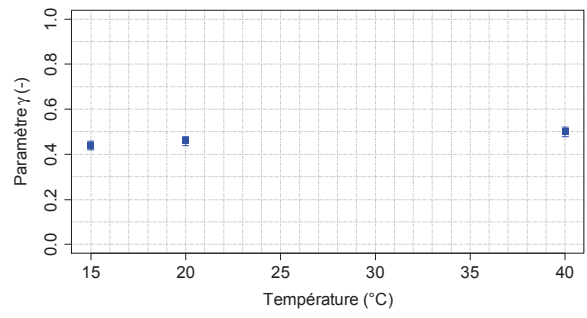
b- Cas des éprouvettes stratifiées UD [(+45/-45)₂]_s

Les conditions expérimentales et les résultats des essais sont décrits dans la section IV.1.2 du Chapitre IV. Pour rappel, deux éprouvettes ont été testées à 20 et 40°C, et une à 15°C. Comme dans le cas des éprouvettes stratifiées BXS [(±45)₂]_s, l'évolution du comportement est définie par les relations (E.1) et (E.2).

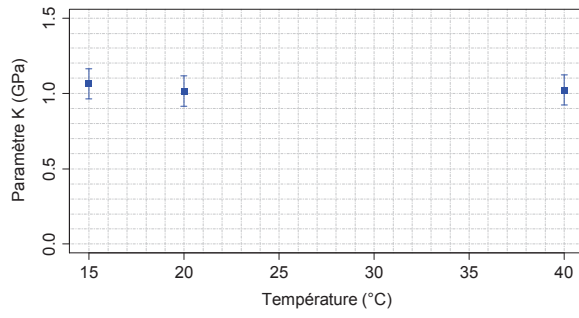
La procédure d'identification des paramètres b , Y_0 , K , γ et R_0 est la même que celle présentée dans la section III.3.2.a du Chapitre III, à savoir par régression des moindres carrés. Les paramètres sont identifiés séparément à chaque température d'essai et une moyenne est ensuite effectuée par température. Pour rappel, les paramètres c et n sont pris respectivement égaux à 1 et 0.5. L'évolution des valeurs identifiées en fonction de la température est présentée en Figure E-2. Les résultats montrent que les paramètres R_0 , Y_0 et K semblent indépendants de la température entre 15 et 40°C. Les paramètres b et γ semblent quant à eux sensibles à la température : ils augmentent respectivement d'environ 12% entre 15 et 40°C et d'environ 20% entre 20 et 40°C. Cependant, la faible variation du paramètre γ et la variabilité importante obtenue à 40°C pour le paramètre b font qu'il est possible de considérer ces paramètres comme indépendants de la température.



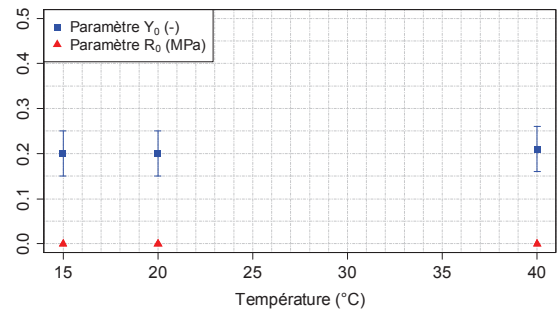
(a)



(b)



(c)



(d)

Figure E-2 : Evolution des paramètres (a) b , (b) γ , (c) K et (d) Y_0 et R_0 de la loi d'endommagement en cisaillement en traction quasi-statique en fonction de la température dans le cas du stratifié UD $[(+45/-45)_2]_s$

ANNEXE F. Evolution des paramètres de la loi d'évolution de l'endommagement couplé cisaillement-transverse sous un chargement quasi-statique en fonction de la température

Les conditions expérimentales et les résultats des essais sont décrits dans la section IV.3.4 du Chapitre IV. Deux éprouvettes ont été testées à 15 et 40°C et quatre à 20°C. L'évolution du comportement est définie par les relations suivantes :

$$d_{12}^s(t) = c. \langle 1 - e^{-(a.(Y_{d2}(t))^m + b.(Y_{d12}(t))^n - Y_0)} \rangle_+ \quad (\text{F.1})$$

$$f = \sqrt{\tilde{\tau}_{12}^2 + \alpha^2 \tilde{\sigma}_2^2} - K \tilde{p}^\nu - R_0 \text{ avec } f \leq 0 \quad (\text{F.2})$$

La procédure d'identification des paramètres a , m , et α est la même que celle présentée dans la section III.3.2.b. du Chapitre III, à savoir par régression des moindres carrés. Les paramètres sont identifiés séparément pour chaque éprouvette et une moyenne est ensuite effectuée par température. L'évolution des valeurs identifiées en fonction de la température est présentée en Figure F-1.

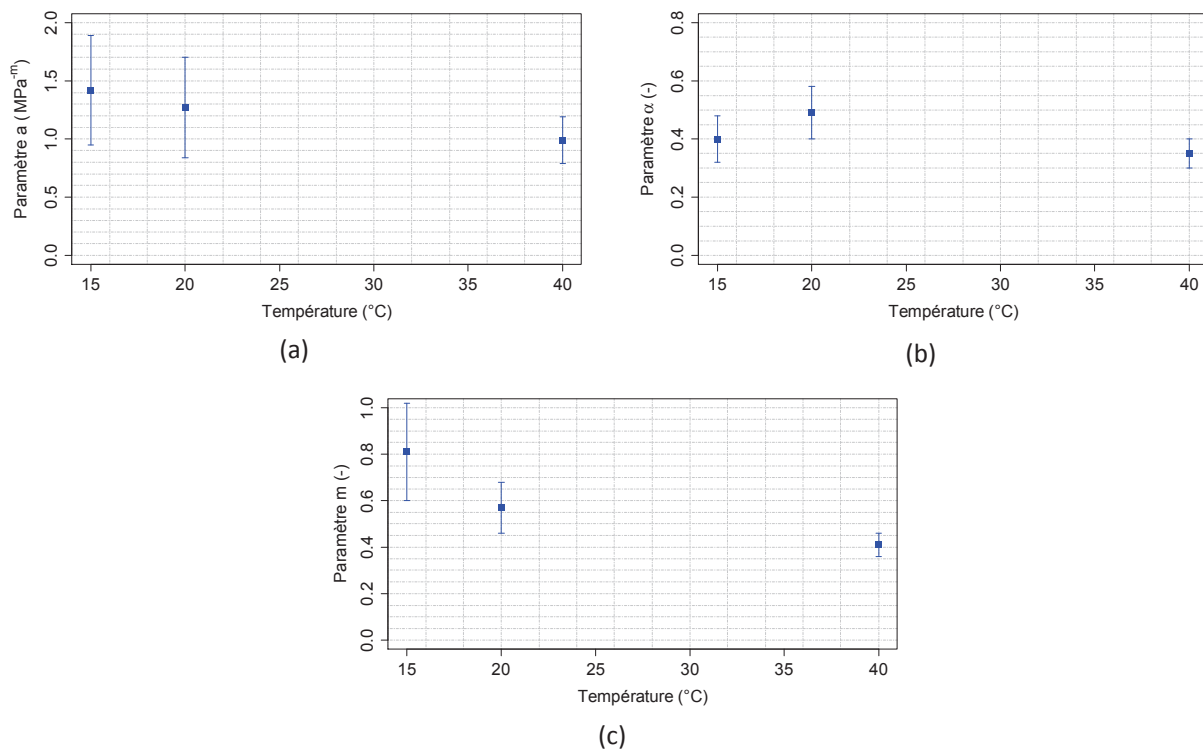


Figure F-1 : Evolution des paramètres (a) a , (b) α et (c) m de la loi d'endommagement couplé cisaillement-transverse en traction quasi-statique en fonction de la température dans le cas du stratifié UD [(+60/-60)₂]_s

Les résultats montrent que du fait des incertitudes importantes sur les valeurs identifiées pour les paramètres à 15 et 20°C, il serait possible de considérer les trois paramètres comme indépendants de la température.

Titre : Etude de l'endommagement et de la tenue en fatigue d'un matériau composite à matrice acrylique et fibres de verre

Résumé :

Du fait de leurs nombreux avantages, à savoir notamment leur faible coût, leurs meilleures possibilités de recyclage et de réparation, leur légèreté et leur bonne tenue en fatigue, les résines polymères thermoplastiques sont de plus en plus employées dans l'industrie des matériaux composites. Cependant, du fait de leur nature chimique, leur réponse mécanique dépend de la température, et ce, même dans un intervalle éloigné de leur température de transition vitreuse. Cette dépendance se répercute, dans une proportion moindre mais qui reste significative, sur la réponse mécanique des composites à matrice thermoplastique. Du fait des distributions locales des contraintes dans ces derniers et des micro- et méso-structures qui les composent, cette dépendance peut aussi se répercuter sur le scénario d'endommagement de ces derniers. Or, des structures telles que des pales d'éolienne sont amenées à fonctionner dans une plage de température allant de -20°C à 60°C. Il devient donc nécessaire d'étudier l'impact de la température sur le comportement mécanique et sur le scénario d'endommagement des composites à matrice thermoplastique, pour permettre notamment de mieux prévoir l'évolution de l'endommagement en fatigue des pales d'éolienne, dans leur intervalle de température de service. En effet, les pales d'éolienne sont généralement dimensionnées via une approche normative, qui requiert soit des campagnes expérimentales conséquentes pour caractériser le comportement en fatigue de tous les stratifiés constituant la pale d'éolienne, soit la formulation d'hypothèses fortement conservatives, qui nuisent à l'optimisation de la conception des pales. Pour pallier à cela, un modèle d'endommagement permettant de décrire l'évolution de la résistance, de la rigidité et de la déformation résiduelle d'un pli unidirectionnel soumis à des chargements quasi-statiques ou de fatigue a été récemment développé. Les travaux présentés ici visent dans un premier temps à valider l'utilisation de ce modèle dans le cas d'un composite à matrice acrylique renforcé de fibres de verre, utilisé pour la fabrication de certaines pales d'éolienne. L'identification et la validation s'appuient à la fois sur des essais mécaniques en traction quasi-statique et en fatigue (traction/traction et traction/compression) sur plusieurs strates et sur des analyses physiques (micrographies sous charge, micro-tomographie à rayons X). Il s'agit ensuite d'analyser comment l'effet de la température sur le comportement mécanique et le scénario d'endommagement de ce composite se répercute sur les paramètres du modèle.

Mots clés : endommagement, fatigue, composite, matrice acrylique, effet de la température

Title : Study of the damage and fatigue strength of an acrylic-matrix and glass fiber reinforced composite material

Abstract :

Thermoplastic polymer resins offer numerous benefits, such as their low cost, their better recycling and repair opportunities, their lightness and their long fatigue lifetime. This is why they are increasingly used in the composite material industry. However, due to their chemical nature, their mechanical response exhibits a temperature dependency even if the service temperature range is much lower than their glass transition temperature. This dependency has a knock-on effect, in a lower proportion but still significant, on the mechanical response of thermoplastic matrix composites. Due to the composite local stress distributions and their micro- and meso- structures, this dependency can also have a knock-on effect on their damage scenario. But structures such as wind turbine blades are brought to operate in a temperature range from -20 to 60°C. It is then necessary to study the temperature effect on the mechanical behavior and the damage scenario of thermoplastic matrix composites, to allow a better prediction of the fatigue damage evolution of wind turbine blades, in their temperature service range. Indeed, wind turbine blades are generally designed using a normative approach, which requires either consequent experimental campaigns in order to characterize the fatigue behavior of all the laminate composites in a wind turbine blade, or the formulation of strongly conservative hypothesis, which affects the optimization of wind turbines blades design. To compensate this, a damage model allowing describing the strength, the stiffness and the residual strain of a unidirectional ply under quasi-static and fatigue loadings has been recently developed. The work presented here aims to validate the use of this model for a composite with an acrylic matrix reinforced with glass fibers, used for the manufacturing of some wind turbine blades in the first instance. The parameter identification and the validation rely simultaneously on mechanical tests under quasi-static tensile and fatigue (tensile-tensile and tensile-compressive) loadings on several layering and on physical analysis (microscope images under load, X-ray microtomography). Then, it is question to study how the temperature effect on the composite mechanical behavior and damage scenario affects the model parameters.

Keywords : damage, fatigue, composite, acrylic matrix, temperature effect

I2M

[Institut de Mécanique et d'Ingénierie, UMR CNRS 5295, 351 Cours de la Libération, 33400 Talence]