HAL
open science

Étude de l'influence des paramètres d'élaboration par infusion de résine liquide sur l'endommagement et le comportement à l'impact de matériaux composites à structure sandwich

Jean Gulla-Cazenave

To cite this version:

Jean Gulla-Cazenave. Étude de l'influence des paramètres d'élaboration par infusion de résine liquide sur l'endommagement et le comportement à l'impact de matériaux composites à structure sandwich. Matériaux. Université Paul Sabatier - Toulouse III, 2018. Français. NNT : 2018TOU30313 . tel-02471195

HAL Id: tel-02471195

https://theses.hal.science/tel-02471195v1

Submitted on 7 Feb 2020

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

En vue de l'obtention du

DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE TOULOUSE

Délivré par : *l'Université Toulouse 3 Paul Sabatier (UT3 Paul Sabatier)*

Présentée et soutenue le *14/12/2018* **par :**

Jean GULLA-CAZENAVE

Étude de l'influence des paramètres d'élaboration par infusion de résine liquide sur l'endommagement et le comportement à l'impact de matériaux composites à structure sandwich

JURY

Abdelghani SAOUAB	PU, Université du Havre	Rapporteur
Frédéric LÉONARDI	MCF-HDR, Université de Pau	Rapporteur
Pascal CASARI	PU, Université de Nantes	Examinateur
Pierre OUAGNE	PU, ENI de Tarbes	Invité
Laurent MANSIEUX	Abelliom Aéro	Invité
Xiaojing GONG	PU, Université de Toulouse 3	Directrice
Arthur CANTAREL	MCF, Université de Toulouse 3	Co-directeur
Marie-Laetitia PASTOR	MCF, Université de Toulouse 3	Co-encadrante

École doctorale et spécialité :
MEGEP : Génie mécanique, mécanique des matériaux
Unité de Recherche :
Institut Clément Ader (ICA, CNRS UMR 5312)
Directeur(s) de Thèse :
Xiaojing GONG, *Arthur CANTAREL* et *Marie-Laetitia PASTOR*
Rapporteurs :
Abdelghani SAOUAB et *Frédéric LÉONARDI*

À mon grand père,

Table des matières

Page

Liste des figures 8

Liste des tableaux 9

Liste des symboles 10

Introduction 11

I Matériaux composites, structures sandwichs et procédés d'élaboration 14

I.1 Procédés d'élaboration des matériaux composites 14
I.1.1 Procédés voie sèche 14
I.1.2 Procédés voie humide 15

I.2 Matériaux constituants 18
I.2.1 Renforts fibreux 19
I.2.2 Matrices 23
I.2.3 Âmes 26
I.2.4 Additifs 30
I.2.5 Matériaux d'environnement 32
I.2.6 Bilan des procédés et matériaux envisagés 33

I.3 Procédé one-shot d'infusion de composites à structure sandwich 34
I.3.1 Problématiques 34
I.3.2 Etude de la viscosité des résines 37
I.3.3 Procédé d'infusion one-shot 46

I.4 Protocole final 50
I.4.1 Renfort des peaux composites 50
I.4.2 Matrices et cycles de cuisson 51
I.4.3 Matériaux d'âme 52
I.4.4 Protocole de préparation de la préforme sèche 52
I.4.5 Mise en température des constituants 54
I.4.6 Protocole durant l'infusion 54
I.4.7 Combinaisons des paramètres étudiés 55

Conclusion 57

II Essais d'impact, comportements et endommagements observés 59

II.1 Dispositif d'impact et protocole expérimental 59
II.1.1 Tour de chute et échantillons 60
II.1.2 Détermination des paramètres d'impact 61

II.2 Dépouillement des essais d'impact 63
II.2.1 Analyse des résultats 63
II.2.2 Valeurs clés du traitement des mesures 67

II.3 Comportements mécaniques durant l'impact 68
II.3.1 Comportements décrits dans la littérature 68
II.3.2 Comportements observés 69

II.4 Endommagements détectés 73
II.4.1 Mécanismes de dissipation de l'énergie d'impact 73
II.4.2 Endommagements observés visuellement 81
II.4.3 Détection et caractérisation des endommagements par Thermographie InfraRouge 89

II.5 Caractérisation du matériau 99

II.5.1 Mesure du taux volumique de porosités et du taux volumique de fibres 100
II.5.2 Observation en microscopie des échantillons 102
Conclusion 107

III Influences des paramètres d'élaboration sur le comportements à l'impact et les endommagements 110
III.1 Caractérisation mécanique de la matrice en fonction des paramètres d'élaboration 110
III.2 Influence de la différence de température entre la résine injectée et la préforme 114
III.3 Caractérisation des impacts pour des échantillons élaborés par infusion isotherme 116
III.3.1 Etude des cas avec âme lisse 117
III.3.2 Etude de l'influence de l'état de surface de l'âme 124
III.4 Étude des performances résiduelles d'échantillons impactés 128
III.4.1 Protocole expérimental 129
III.4.2 Résultats d'impacts répétés par type d'endommagements 130
III.4.3 Comparaison de l'effet des impacts répétés 141
Conclusion 145

Applications industrielles 148

Conclusion générale et perspectives 149

Annexes 153
A Transformée de Fourier (Scilab) 153
B Stabilisation d'endommagement 154
C Détermination du taux volumique de porosités 156
D Préparation d'échantillons de microscopie 158

Bibliographie 167

Table des figures

Page

1 Prototype de structure de transport, chargé d'un essieu de mortier. 12
2 Principe de moulage par compression [Bin06]. 15
3 Principe du procédé RTM. 16
4 Schéma du procédé d'infusion de résine liquide. 17
5 Dispositif de mise en oeuvre par infusion. 18
6 Ligne de fabrication de fibres de verre [Ber08]. 20
7 a) Exemple de toile, b) Exemple de sergé 2/2, c) Exemple de sergé 1/3. 21
8 Exemple d'armure satin 5/3 [Cap15]. 21
9 Schéma de principe du tissage orthogonal 3 Tex [Nem03]. 22
10 Viscosités et températures de mise en oeuvre pour les grandes familles de polymères [vR07]. 24
11 Mousse PolyStyrène Expansé Moulé. 27
12 Principe du procédé de moulage au contact. 33
13 Exemple de composite avec âme PVC rainurée [Ata10]. 35
14 Schéma de principe d'infusion avec âme rainurée. 35
15 Schéma de principe d'infusion avec âme perforée. 35
16 Exemple de structure tissée [Bin08]. 36
17 Mesure de viscosité du système SR1710 + SD8824 en fonction du temps sur volume réduit, avec $T<T_{ini}+5°C$. 38
18 Viscosimètre Brookfield DV1. 39
19 Mesures de viscosité réelle et en volume réduit sur l'huile de colza. 40
20 Mesures de viscosité réelle et en volume réduit sur la résine SR1710 pure. 40
21 Mesures de viscosité réelle et en volume réduit sur le système SR1710 + SD8824. 42
22 Mesures de viscosité réelle et en volume réduit sur le système SR1710 + SD8822. 42
23 Mesures de viscosité réelle et en volume réduit sur le système SR1710 + 7%NS + SD8822. 44
24 Valeurs des viscosités dynamiques initiales en fonction de la température de mélange. 45
25 Résultat d'infusion sur une âme en contreplaqué. 46
26 Différence de longueurs infusées. 47
27 Géométrie pour infusion de résine liquide. 48
28 Disposition et référencement des échantillons sur un panneau sandwich. 48
29 Infusion à t = 60s, a) face supérieure, b) face inférieure. 49
30 Observations brouillées en TIR. 50
31 Exemple de front d'avancée de résine. 53
32 Schéma de principe d'infusion one-shot de sandwich. 53
33 Tour de chute. 60
34 Dimensions de l'impacteur. 61
35 Exemple de courbe brute Force=f(t). 64
36 Exemple de courbes bruitées a)[Ram14], b)[Wan16]. 64
37 Transformée de Fourier Rapide du signal F=f(t). 65
38 Comparaison signal bruité/signal filtré. 66
39 Valeurs clés de l'étude des comportements. 68
40 Énergie en fonction du temps pour des composites Kevlar/époxydes (a) et Kevlar/époxydes+liège(b) [Rei12]. 69
41 Exemple de courbes pour le comportement I. 70
42 Exemple de courbes pour le comportement II. 71
43 Exemple de courbes pour le comportement III. 71
44 Comportements observés F=f(t), E=f(t), F=f(δ). 72
45 Valeurs moyennes du déplacement maximal a), de la durée d'impact b), de la F_{max}c), et du pourcentage d'$E_{élas}$ d) pour les trois comportements observés. 73
46 Procédure d'analyse d'image pendant l'impact [Kan00]. 74

47 Forme générale de la fissuration matricielle. ... 75
48 Cône d'endommagement lors d'impacts sur l'âme seule. ... 76
49 Modes d'ouverture de fissures. ... 77
50 Rupture de composite à âme balsa [Abo00]. ... 79
51 Cartographie d'endommagements [Lim04]. ... 80
52 Mode d'endommagement à l'impact d'un sandwich [Bin08]. ... 80
53 a) Observation visuelle d'endommagement Type 1, b) schéma du plan de coupe, c) observation microscopique dans le plan vertical [AA]. ... 82
54 a) Observation visuelle d'endommagement de Type 2, b) schéma du plan de coupe, c) observations microscopiques de coupes dans le plan vertical [BB]. ... 82
55 a) Observation visuelle d'endommagement de Type 3, b) schéma du plan de coupe, c) observations microscopiques de coupes dans le plan vertical [CC]. ... 84
56 Réponse du composite en fonction du type d'impact [Ols00]. ... 84
57 Coupes d'endommagements de Type 4. ... 85
58 Types d'endommagements observés. ... 86
59 Observation de l'échantillon stabilisé après dissolution de l'âme. ... 87
60 Observation microscopique de coupe d'endommagement stabilisé, a) partie gauche, b) partie droite. 88
61 Influence de défauts sur la conduction thermique dans les composites [Mai08]. ... 92
62 Montages de thermographie a) en transmission et b) en réflexion [Mun13]. ... 93
63 Montage initial de contrôle par TIR. ... 93
64 Observation visuelle a), et en TIR des prototypes b) et c). ... 94
65 Schéma de montage final pour la TIR. ... 95
66 Observations en TIR d'endommagements de Type 1 (résolution 1 pi=49µm). ... 96
67 Observations en TIR d'endommagements de Type 2 (résolution 1 pi=49µm). ... 97
68 Endommagement de Type 3 : a) observation visuelle, b) en TIR (résolution 1 pi=49µm). ... 98
69 Observations en TIR d'endommagements de Type 3 (résolution 1 pi=49µm). ... 98
70 Observations en TIR d'endommagement de Type 4 (résolution 1 pi=49µm). ... 99
71 Mécanismes de formation de macro-porosités a), et micro-porosités b) [Tro06]. ... 102
72 Échantillon pour observation en microscopie par réflexion. ... 103
73 Différences d'épaisseur de peau composite observables par microscopie. ... 103
74 Observation de zone riche en résine par microscopie. ... 104
75 Observation de micro-porosité par microscopie. ... 104
76 Observation de macro-porosité par microscopie. ... 105
77 Observation de macro-porosité par microscopie. ... 105
78 Essai de flexion 3 points. ... 111
79 Module en flexion pour les trois systèmes époxydes et pour différents cycles de polymérisation. ... 112
80 Contrainte max en flexion pour les trois systèmes époxydes et pour différents cycles de polymérisation. ... 112
81 Flèche à la contrainte max pour les trois systèmes époxydes et pour différents cycles de polymérisation. ... 113
82 Flèche à rupture en flexion pour les trois systèmes époxydes et pour différents cycles de polymérisation. ... 113
83 Représentation de l'évolution de la température de la résine au front d'avancée en fonction de la longueur depuis le point d'injection. ... 115
84 Courbes de F=f(t), E=f(t) et F=f(δ). ... 117
85 Influence de la combinaison durcisseur + $T_{infusion}$ sur le comportement. ... 119
86 Comparaison des comportements avec âmes lisse et rugueuse pour des infusions à 25°C et avec durcisseur lent. ... 120
87 Comparaison des comportements dans les plaques 40-40-L-L-A et 40-40-L-L-S. ... 122
88 Comportements dans les trois zones de la plaque 25-50-R-L-A. ... 123
89 Comportements dans les plaques 40-50-L-L-A, 40-40-L-L-S et 50-50-L-L-S. ... 124

90 Comportements similaires pour une âme rabotée. 125
91 Comparaison des comportements pour les plaques 50-50-L-L-S et 50-50-R-L-S. 126
92 Comparaison des comportements pour les plaques 50-50-R-S-S et 50-50-L-S-S. 127
93 Cas observés lors d'impacts successifs. 129
94 Évolution de la force en fonction du déplacement pour le second impact (Endommagement initial de Type 1). 130
95 Évolution de la force en fonction du déplacement pour les troisième et quatrième impacts (Endommagement initial de Type 1). 131
96 Endommagement après quatre impacts : a) vue de l'échantillon, b) schéma, c) coupe dans le plan [AA] (Endommagement initial de Type 1). 131
97 Évolution de la force en fonction du déplacement pour le second impact (Endommagement initial de Type 2). 132
98 Évolution de la force en fonction du déplacement pour le troisième et le quatrième impacts (Endommagement initial de Type 2). 133
99 a) endommagement après quatre impacts, b) schéma et c) coupe dans le plan [AA] (Endommagement initial de Type 2). 133
100 Comparaison des courbes de comportement pour l'impact initial et le second impact (Endommagement initial de Type 3). 134
101 Endommagement après un second impact (Endommagement initial de Type 3). 135
102 Évolution de la force en fonction du déplacement pour le troisième impact (Endommagement initial de Type 3). 136
103 Évolution de la force en fonction du déplacement pour le quatrième impact (Endommagement initial de Type 3). 136
104 a) endommagement après quatre impacts, b) schéma et c) coupe dans le plan [AA] (Endommagement initial de Type 3). 137
105 Ligne de rupture de la peau supérieure (Endommagement initial de Type 4). 137
106 Évolution de la force en fonction du déplacement pour les impacts successifs (Endommagement initial de Type 4). 139
107 Vue du coté d'un échantillon impacté neuf fois (Endommagement initial de Type 4). 140
108 a) schéma de l'échantillon, b) coupe dans le plan [DD], c) coupe dans le plan [EE], pour des échantillons impactés neuf fois (Endommagement initial de Type 4). 140
109 Superposition des courbes force-déplacement pour des endommagements initiaux de Type 1. 142
110 Superposition des courbes force-déplacement pour des endommagements initiaux de Type 2. 142
111 Superposition des courbes force-déplacement pour des endommagements initiaux de Type 3. 143
112 Superposition des courbes force-déplacement pour des endommagements initiaux de Type 4. 143
113 Rigidités relatives des échantillons en fonction du nombre d'impacts subis. 144
114 Échantillon après coulée de la résine de stabilisation (a) et avant (b). 154
115 Échantillon dans la cuve à vide pour dégazage. 154

Liste des tableaux

Page

1 Propriétés des composites à base de résines époxydes [Pin95, Sic17a, Sic17b, Sic17c]. 23
2 Principales différences de mise en oeuvre entre thermodurcissables et thermoplastiques [Auc09]..... 25
3 Propriétés physiques et mécaniques typiques d'âmes pour panneaux sandwich [Bin08]..... 30
4 Valeurs de temps ouvert, viscosités initiales et finales en fonction de la température pour le système SR1710 + SD8824. 38
5 Valeurs de températures pour les trois systèmes époxydes utilisés..... 46
6 Propriétés du Sergé 2/2 de fibres de verre E [Sic17c]..... 51
7 Cycles de polymérisation préconisés [Sic16]. 51
8 Températures d'infusion. 54
9 Bilan des paramètres étudiés..... 56
10 Exemple de paramètres d'impacts rencontrés dans la littérature. 62
11 Caractéristiques des comportements observés. 73
12 Caractéristiques des endommagements observés. 87
13 Correspondance des comportements, endommagements et identifications observés. 89
14 Résumé des techniques de CND [Kuh13]. 91
15 Taux de porosité et taux volumiques de fibres en fonction des types d'impacts. 101
16 Résultats des comportements et endommagements pour des plaques fabriquées avec $T_{préf} \neq T_{rés}$. ... 116
17 Comportements et types d'endommagements pour les combinaisons semblables en conditions isothermes à âme lisse. 118
18 Comportements et types d'endommagements pour les combinaisons semblables en conditions isothermes à âme rugueuse. 125
19 Résumé des comportements et endommagements observés pour des âmes lisses. 128
20 Résumé des comportements et endommagements observés pour des âmes rugueuses. 128
21 Conséquence d'impacts répétés selon le type d'endommagement initial. 141

Liste des symboles

BVID	Barely Visible Impact Damage
CAPRI	Controlled Atmospheric Pressure Resin Infusion
CMO	Composite à Matrice Organique
CND	Contrôle Non Destructif
FV (ou GF)	Fibre de Verre (ou Glass Fiber)
ILSS	InterLaminar Shear Strength
LRI	Liquid Resin Infusion
NS	NanoStrength
PEEK	PolyEtherEtherCétones (PolyEtherEtherKeton)
PEI	PolyEtherImide
PES	PolyEtherSulfone
PMI	PolyMéthacrylImide
PPS	PolySulfure de Phénylène
PS	PolyStyrène
PSEE	PolyStyrène Expansé Extrudé
PSEM	PolyStyrène Expansé Moulé
PUR	PolyURéthane
PVC	PolyCholrure de Vinyle (PolyVinyl Chloride)
RTM	Resin Tranfer Moulding
SCRIMP	Seemann Composites Resin Infusion Molding Process
TD	ThermoDurcissable
TIR	Thermographie InfraRouge
TP	ThermoPlastique
TSD	Tilted Sandwich Debond
UD	Renfort Uni-Directionnel
WCM	Wet Compression Molding

Introduction

Régulièrement utilisés dans l'industrie aéronautique et aérospatiale afin de fabriquer des pièces légères et résistantes, les matériaux composites constituent aujourd'hui une partie essentielle de ces domaines. Leur utilisation dans la vie courante est plus restreinte mais reste présente dans les domaines où le besoin en performances surclasse les contraintes budgétaires. En 2012, le 35ème Régiment d'Artillerie Parachutiste (35ème RAP) a fait appel à l'IUT de Tarbes pour développer un système de transport de mortiers par hélicoptère. Spécialiste du soutien d'artillerie aéro-transportée, le régiment est devenu leader d'une compétence : le Raid'Art (Raid d'artillerie). Cette action consiste à transporter dans un hélicoptère de manœuvre un mortier de 120mm au plus près du besoin. Le mortier est transporté désassemblé en trois parties, le train roulant, la plaque de base, et le canon, pesant respectivement 310kg, 200 kg et 117 kg. Lors de la dépose et de la récupération par hélicoptère, l'essieu est manipulé à l'aide d'un brancard constitué d'acier et de bois. Le canon est déposé sur un support métallique dans la soute, tandis que la plaque de base est manipulée telle qu'elle. Afin de ne pas être endommagée, la soute de l'aéronef doit être protégée, à l'aide d'un plancher en bois. L'ensemble du système constitué du brancard, du support incliné et du plancher pèse une centaine de kilos. De plus, l'installation du plancher de protection prend un certain temps, et par conséquent monopolise l'appareil pour la mission de transport d'artillerie. Pour se défaire de ces contraintes, le régiment a demandé à l'IUT de Tarbes de développer un équipement permettant de ne plus utiliser de plancher de protection, tout en diminuant le poids total.

Plusieurs séries de prototypes utilisant les matériaux composites ont été développées, et selon les versions, le poids total est diminué de 40% à 60%, tout en améliorant l'ergonomie lors des manipulations. Les prototypes reposent sur les propriétés des composites à structure sandwich ; celles-ci sont un assemblage de deux peaux composites minces sur une âme (ou cœur) plus léger et de plus faibles caractéristiques mécaniques. Dans le cadre de ce projet, plusieurs solutions ont été étudiées et testées. La combinaison retenue utilise des peaux composites en fibres de verre imprégnées de résine époxyde et des âmes fabriquées à partir de mousses.

Ces prototypes ont permis la vérification du concept en conditions réelles, et ont permis de montrer qu'une solution reposant sur les composites à structure sandwich était viable. En revanche, ces essais ont mis en évidence la mauvaise résistance aux sollicitations hors-plan de ces matériaux. La dépose des matériels à la descente de l'hélicoptère se faisant sur des terrains parfois accidentés, les structures subissent des impacts lors des manipulations pouvant endommager les peaux composites. Un exemple de prototype fabriqué, chargé du matériel transporté est présenté sur la figure 1.

FIGURE 1 – Prototype de structure de transport, chargé d'un essieu de mortier.

La fabrication des divers prototypes a été réalisée par des étudiants de licence professionnelle de l'IUT de Tarbes, dans le cadre de leur projet annuel. En utilisant les différentes techniques de mise en oeuvre enseignées, il a été possible de constater les avantages et inconvénients de chacune d'entre elles, appliquées à ce type de matériels. Le but premier étant de produire des prototypes fonctionnels permettant de tester et valider les choix faits en terme de conception, la technique de fabrication retenue est l'imprégnation au contact. Peu coûteuse et facile à appliquer, cette technique a permis d'explorer plusieurs pistes concernant le moulage, les étapes de production et les solutions applicables pour la fabrication de l'âme des parties sandwich. La mise en oeuvre par cette technique peut être salissante et le rendu final présente des défauts, en termes d'uniformité des propriétés mécaniques, de rendu visuel, mais également de qualité générale de la pièce. Cette technique reposant sur l'appréciation de l'opérateur sur la quantité de résine appliquée, certaines zones peuvent présenter un excédent de résine, tandis que d'autres parties en manquent. D'autres méthodes plus propres et permettant une qualité de pièce finale supérieure sont disponibles. La technique d'infusion de résine liquide constitue un bon compromis en terme d'investissement, de facilité d'utilisation et de qualité finale de la pièce fabriquée. Elle est de plus parfaitement adaptée à une production de grandes pièces en petite série.

Le choix de l'équipe s'est donc porté sur cette technique de mise en oeuvre, et la problématique globale du projet a été de répondre aux questions de résistance à l'impact, en optimisant l'étape de fabrication. La réponse des structures sandwichs à l'impact est un sujet étudié depuis de nombreuses années [Sus18, Wan16, Iva15, Ram14, Moh13, Wan13, Fen13, Has12, Kol12, Ata10, Wan09, Sad08, Shi08, Com06, Gus05, Lim04, Riv03b]. De même, l'élaboration des matériaux composites par infusion de résine liquide a fait l'objet de nombreux travaux [Bhu17, Bra13, Geo12, Wan12, Wan10, Kep11, Kep09, Nig08, Gov08, Sah06]. En revanche, le lien direct entre la méthode de fabrication du composite à structure sandwich et son comportement à l'impact est moins bien compris. Lors de ce projet, nous avons choisi une sollicitation en impact représentative, et nous avons étudié les différents comportements observés, en fonction des variations dans les paramètres d'élaboration choisis. Cette thèse expérimentale a permis la mise en place d'un protocole de fabrication d'échantillons, et l'obtention de données d'impact avec de nombreuses combinaisons de paramètres d'élaboration. L'étude des phénomènes

physiques observés permet d'apporter une meilleure compréhension du lien existant entre la fabrication et la réponse à l'impact.

Afin de répondre aux diverses interrogations, nous avons débuté ce projet par une étude de l'état de l'art des matériaux composites. L'étude des moyens de mise en oeuvre des composites nous a permis d'orienter définitivement le choix vers les procédés d'infusion de résine liquide. Une fois le procédé fixé, l'étude des matériaux utilisables a restreint la sélection des matières premières. Nous avons également pu constater des contraintes de mise-en-oeuvre à prendre en compte et qui ont nécessité des études spécifiques. Une fois les réponses trouvées à ces premières problématiques, nous avons du développer une technique originale de fabrication one-shot de panneaux sandwich, aussi bien applicable à la fabrication d'échantillons en laboratoire, qu'à la production en industrie. Ce procédé se devait d'être robuste, facile à utiliser et devait prendre en compte les spécificités de notre étude.

Une fois les échantillons fabriqués, ces derniers ont été testés à l'impact. L'utilisation d'une tour de chute à poids tombant nous a permis de réaliser des impacts dans des conditions de basse énergie et de basse vitesse. Sur toute la gamme d'échantillons fabriqués (environ 300 échantillons testés pour une trentaine de combinaisons de paramètres d'élaboration) nous avons pu constater trois comportements pendant l'impact, ainsi que quatre types d'endommagements. Une technique de contrôle non destructif a été utilisée pour caractériser les endommagements observés.

L'analyse des comportements en impact et l'observation des endommagements a permis de relier les endommagements, les comportements, et les paramètres d'élaboration. Les paramètres procédés associés à chaque panneau sandwich fabriqué ont été analysés afin de comprendre les mécanismes mis en jeu lors de la fabrication et les conséquences sur les échantillons fabriqués. La résistance résiduelle des structures après impact a été évaluée, en soumettant les échantillons à des impacts répétés.

Première partie
Matériaux composites, structures sandwichs et procédés d'élaboration

L'objectif de ce projet de thèse étant d'étudier l'influence des paramètres d'élaboration des matériaux composites sur leur comportement à l'impact, une recherche bibliographique a été menée afin de recenser les matériaux utilisés ainsi que les principaux procédés d'élaboration. Deux grandes familles de procédés sont utilisés, auxquels sont associés divers matériaux constituants. Dans cette partie, la problématique associée au projet de thèse ainsi que les objectifs de mise en œuvre seront présentés, puis nous verrons les études menées sur les matériaux choisis. Enfin, nous déterminerons les protocoles finaux utilisés pour la fabrication des échantillons.

I.1 Procédés d'élaboration des matériaux composites

Les principaux moyens de fabrication des matériaux composites seront passés en revue dans cette partie. Ce projet s'intéresse à l'étude des composites à matrices organiques (CMO). Ces composites peuvent être mis en œuvre par deux familles de procédés, les procédés voie sèche et les procédés voie liquide. Le projet de thèse s'inscrivant dans une réflexion destinée à l'industrie, et pour des matériels à vocation aéronautique, cette description des procédés de mise en œuvre s'intéressera uniquement à ceux utilisés dans l'industrie aéronautique. Nous n'étudierons donc pas les procédés comme la projection simultanée, ou la pultrusion.

I.1.1 Procédés voie sèche

Les procédés voie sèche regroupent l'ensemble des façons d'utiliser les tissus pré-imprégnés. Ces matériaux semi-finis sont fournis sous forme de feuilles constituées de fibres déjà imprégnées de résine. Ces feuilles sont coupées aux dimensions voulues et empilées avant d'être compactées et de suivre un cycle de consolidation (polymérisation/cuisson). Contrairement aux procédés voie humide, l'opérateur ne manipule pas de résine liquide, et en fait donc une méthode de fabrication plus propre. De plus, les feuilles étant des matériaux ne nécessitant que la mise en forme, les taux de fibres et de résines sont très bien maitrisés, et en fait, pour des applications aéronautiques, un atout important.

L'utilisation de tissus pré-imprégnés permet également d'utiliser des âmes « creuses » comme les structures en nid d'abeille, de très faible masse volumique avec lesquelles l'utilisation de résines liquides n'est pas possible immédiatement (la résine liquide viendrait remplir les cellules vides, et des films d'étanchéité doivent être utilisés). L'utilisation de tissus pré-imprégnés à haute performance nécessite un investissement important en matériel. Une compaction conforme (dépression dans le moule/contre-moule flexible + surpression par dessus le contre-moule flexible) des tissus et une cuisson à haute température est nécessaire, en général dans un autoclave

[Kar97]. Les pièces fabriquées sont réservées à des applications à très haute valeur ajoutée. Durant la fabrication, les pressions et dépressions venant compacter les tissus sur le moule peuvent cependant être à l'origine de défauts sur les composites à structure sandwich. En effet, les cellules des structures en nid d'abeille étant ouvertes, les tissus pré-imprégnés peuvent venir former des surfaces concaves sur l'âme [Sei06]. Dans des applications où l'état de surface est critique, on préfèrera donc utiliser des âmes pleines, plus à même de supporter les tissus pré-imprégnés pendant la polymérisation.

La cuisson à haute température des feuilles pré-imprégnées nécessite un outillage de mise en forme capable de supporter ces températures sans modifications des géométries, et représente également un investissement important. De même, la restriction en termes d'âmes utilisables, et le besoin d'un autoclave pour assurer une compaction optimale nous a poussé à ne pas considérer les procédés voie sèche dans le cadre de cette thèse.

I.1.2 Procédés voie humide

Cette famille regroupe l'utilisation de tissus secs et de résine liquide. On distinguera trois procédés dans cette famille, le moulage par compression, l'injection de résine et l'infusion de résine liquide.

Moulage par compression (WCM)

Le procédé de moulage par compression, ou WCM (Wet Compression Molding) permet l'obtention d'une pièce dont les deux cotés ont été moulés (moule/contre-moule). Les renforts secs sont placés sous une presse contenant le moule, on verse la résine catalysée et on vient fermer la presse. Ce procédé permet d'obtenir des pièces lisses des deux cotés, et bénéficie d'un volume de production élevé, car on peut automatiser la partie de découpe/positionnement des renforts. Il présente également une grande régularité dans la qualité des pièces mais nécessite un investissement conséquent dans l'outillage [Cha01]. La figure 2 décrit le principe du moulage par compression.

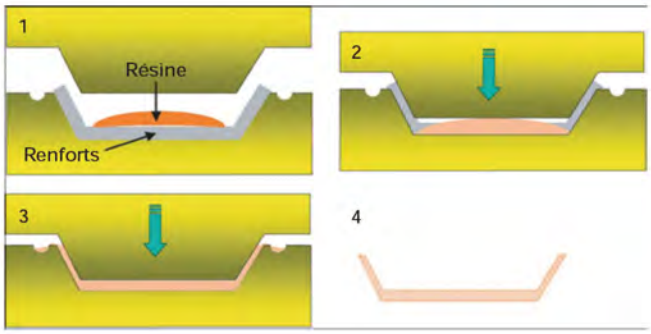

FIGURE 2 – Principe de moulage par compression [Bin06].

Sur cette figure, quatre étapes sont représentées ; dépose de la résine liquide sur la préforme

sèche (1), fermeture du moule (2), compression (3), ouverture du moule et obtention de la pièce finie (4). Du fait de sa ressemblance à l'emboutissage, ce procédé commence à être utilisé dans l'industrie automobile. Afin de réduire le temps de passage dans la presse, on trouve également d'autres étapes supplémentaires dans l'industrie, comme un pré-compactage de la préforme sèche avant l'étape 1, un préchauffage du moule/contre-moule, puis un chauffage rapide du moule fermé entre les étapes 3 et 4. Actuellement, BMW utilise cette technologie pour la fabrication de l'habitacle des modèles « série 7 ». L'utilisation de plusieurs moules et contre-moules sous une même presse, ainsi que l'automatisation de la chaine permettent d'obtenir des cycles de fabrication d'environ 180 secondes [Gar18]. L'investissement est en revanche particulièrement important et oriente l'utilisation vers des productions en grande série.

Moulage par injection de résine (RTM)

Le procédé de moulage par injection de résine, ou RTM (Resin Transfer Molding), ainsi que ses dérivés (RTM light, Compression RTM) reposent sur l'utilisation d'un moule solide fermé [Cha01]. Dans ce procédé la résine est injectée sous pression directement dans le moule après fermeture. On considère que le procédé RTM est plus propre que le WMC car il ne demande pas de manipulation de la résine par l'opérateur, cette étape se faisant directement dans l'injecteur avant passage dans le moule. Cette technique permet une fabrication en moyenne série avec une grande qualité géométrique des pièces. La figure 3 résume le principe du procédé RTM.

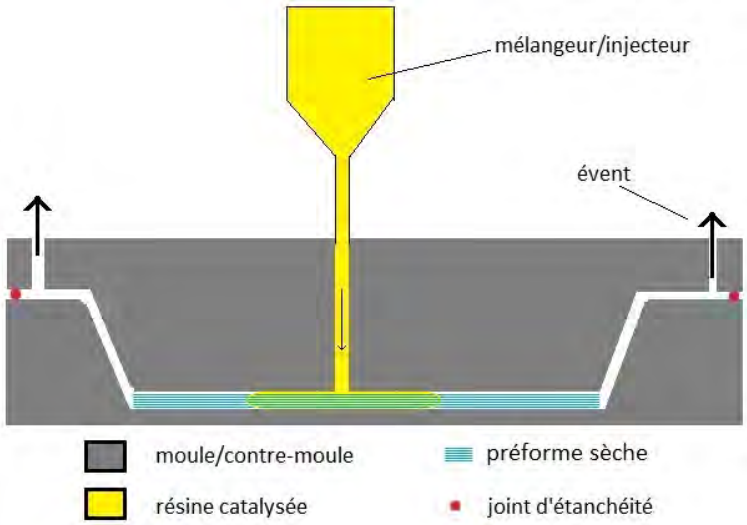

FIGURE 3 – Principe du procédé RTM.

Infusion de résine liquide (LRI)

Lors de l'infusion de résine, les tissus secs et des tissus d'environnement sont empilés sur un moule, et constituent une préforme sèche. Cette préforme sèche est ensuite compactée contre le

moule par l'utilisation d'une bâche à vide ou grâce à un contre-moule semi-rigide (type élastomère). Une fois l'empilement compacté, la résine est infusée dans les tissus d'environnement puis pénètre dans l'épaisseur et imprègne les tissus secs. Après remplissage de la préforme sèche, la polymérisation de la résine est effectuée à l'air libre ou dans une étuve. L'infusion de résine ne nécessitant que peu d'investissement et permettant de réaliser des pièces en petite série, cette technologie est très utilisée dans les petites entreprises, ou pour la fabrication de pièces dont les dimensions ne permettent pas l'utilisation d'autoclaves. On retrouve souvent l'infusion dans la fabrication de coques de bateaux ou d'éoliennes.

La famille des infusions de résine est cependant très large et on peut raffiner la classification en distinguant les pressions et dépressions appliquées, l'outillage permettant la mise sous vide ou les types de résines utilisées. Parmi les grandes familles d'infusions, on retrouve par exemple les technologies brevetées CAPRI de Boeing (Controlled Atmospheric Pressure Resin Infusion) [Nig08] ou SCRIMP (Seemann Composites Resin Infusion Molding Process) [Bil01]. La technologie CAPRI repose sur l'utilisation de résine à pression maitrisée (ie le pot de résine est maintenu à une pression $P_r < P_{atm}$), tandis que dans le procédé SCRIMP la résine infusée est maintenue à pression atmosphérique. Cette partie se limitera à l'analyse de l'infusion de résine liquide (LRI : Liquid Resin Infusion) par dépression sous bâche flexible.

Le principe du procédé d'infusion est représenté figure 4 :

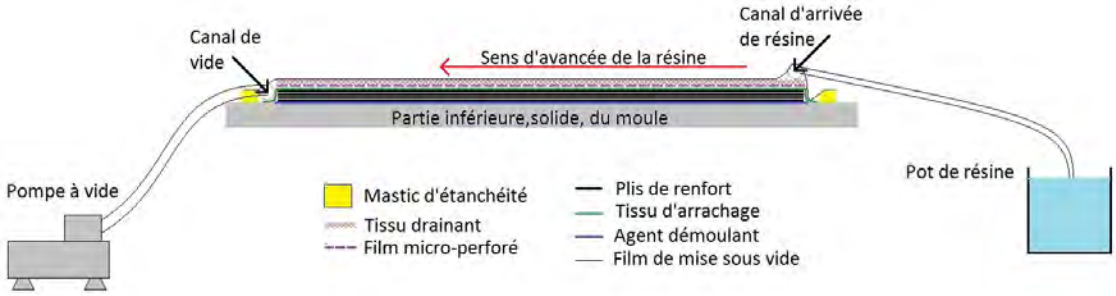

FIGURE 4 – Schéma du procédé d'infusion de résine liquide.

Avant le canal d'arrivée de résine se situe un réservoir chauffé, permettant de maintenir la résine à la température d'infusion choisie, et éventuellement hermétique pour permettre une mise en pression ou dépression du mélange réactif. Le tissu drainant permet la progression rapide de la résine en surface de la préforme. Différentes perméabilités de drainant permettent de faire varier la vitesse de progressions de résine et ainsi d'ajuster les vitesses d'avancée et de remplissage, en fonction du résultat qu'on souhaite obtenir. L'imprégnation des tissus secs se fait dans le sens de l'épaisseur du renfort sec, jusqu'à saturation des tissus. La pompe à vide assurera à la fois le compactage des tissus constituant la préforme, et l'aspiration de la résine pendant l'infusion. La figure 5 montre le dispositif expérimental de mise en oeuvre par infusion qui servira pour cette étude.

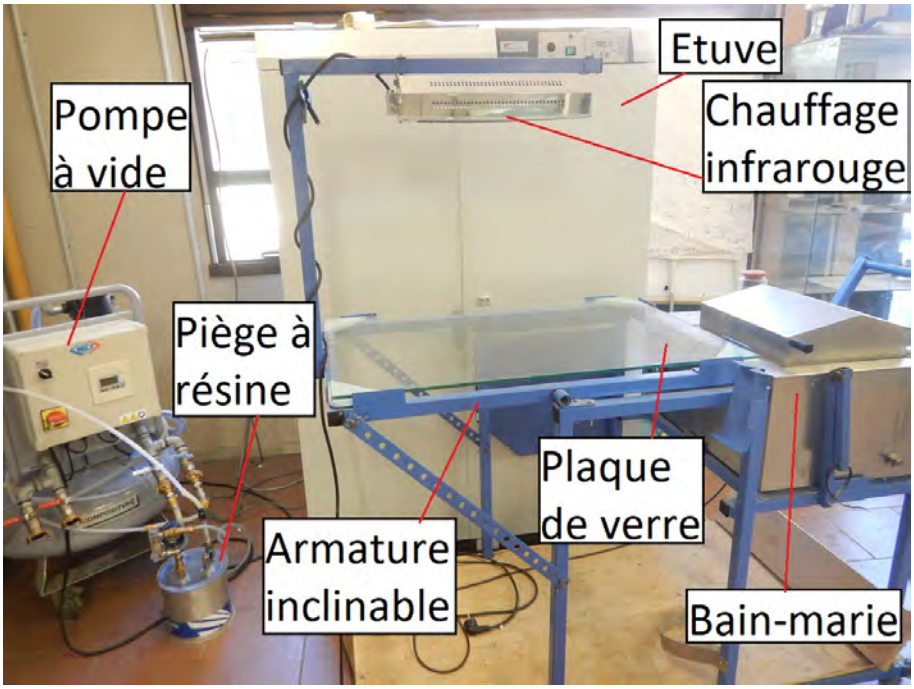

FIGURE 5 – Dispositif de mise en oeuvre par infusion.

Le procédé LRI permet la mise en oeuvre des composites via une méthode relativement propre (peu de contact avec la résine liquide), et ne nécessite pas d'investissement important dans les moyens de production. En revanche, ce procédé est particulièrement sensible aux variations des conditions de fabrication, comme les positions d'arrivée de résine et de prise de vide, des différents tissus d'environnement, ou des matériaux utilisés.

Dans le cadre de ce projet, un intérêt particulier est porté au procédé d'infusion de résine liquide, notamment pour la facilité de sa mise en œuvre. Le grand nombre d'études déjà menées sur l'infusion [Gan12, Gar11, Kep11, Gon11, Nji11, Wan10, Liu06, Tro06, Oli95, Str89] permettra également de quantifier l'influence de chaque paramètre d'élaboration afin de venir optimiser ce procédé le plus finement possible.

I.2 Matériaux constituants

Aux différents procédés d'élaborations sont associés un certain nombre de matériaux constituants, comprenant les fibres, les résines, les âmes dans le cas des matériaux composites à structure sandwich, les éventuels additifs, ainsi que les tissus d'environnement permettant l'obtention des pièces.

I.2.1 Renforts fibreux

Fibres de verre

Connues depuis 1938 [Faw38], l'utilisation des fibres de verre (FV) dans les matériaux composites a évolué en fonction des demandes du marché et des évolutions techniques et scientifiques. Utilisées dans la fabrication des radômes d'avions dès la fin de la seconde guerre mondiale [Gor76], l'intérêt principal de ce matériau était de protéger les radars du vent, de la glace et d'éventuels débris, tout en permettant aux ondes électromagnétiques de passer. L'usage de la fibre de verre s'est depuis très largement ouvert et ce sont surtout les propriétés mécaniques et l'allègement des structures que l'on privilégie aujourd'hui. Selon la composition du verre à l'origine de la fibre, on distinguera plusieurs applications ; dans le cas de la tenue mécanique, on utilisera principalement des verres de type E, R ou S, chaque lettre marquant une composition chimique différente. Le type de fibre de verre le plus rencontré est le type E, cette dénomination étant due à son utilisation pour fabriquer des isolants électriques. Noté E-Glass ce type de fibres de verre sera souvent rencontré sous différentes formes au cours de cette étude en raison de son bas coût de fabrication. Les verres de types R (R pour Renfort : verre alumino silicate sans MgO ni CaO avec de hautes propriétés mécaniques), et S (S pour Strength, verre alumino silicate sans CaO mais à haute teneur en MgO pour une haute valeur du module en traction) sont plus spécialisés car ils présentent de meilleures propriétés mécaniques, une meilleure résistance chimique (milieux acides ou humides par exemple) et à la température, mais ont un prix de revient plus élevé.

Une fois la composition chimique du verre obtenue, on le met en forme par passage à l'état fondu dans une filière, puis par étirage. On le trouvera sous forme de fibres courtes (l <10cm) dans les mats de verre ou de fibres longues qui seront ensuite utilisées sous diverses formes. En sortie de filière, les fibres de verre subissent une étape d'ensimage où elles passent dans une émulsion comprenant par exemple des agents lubrifiants, des agents collants, des agents mouillants, ou des tensioactifs assurant un bon couplage fibre-matrice [Hei16]. Ces fibres sont par la suite assemblées sous forme de brins (aussi appelés torons ou mèches) et bobinées. L'étape finale de la fabrication consiste à assembler ces torons, par exemple en les tissant. La figure 6 présente un exemple de filage/ensimage/tissage/bobinage de fibres de verre.

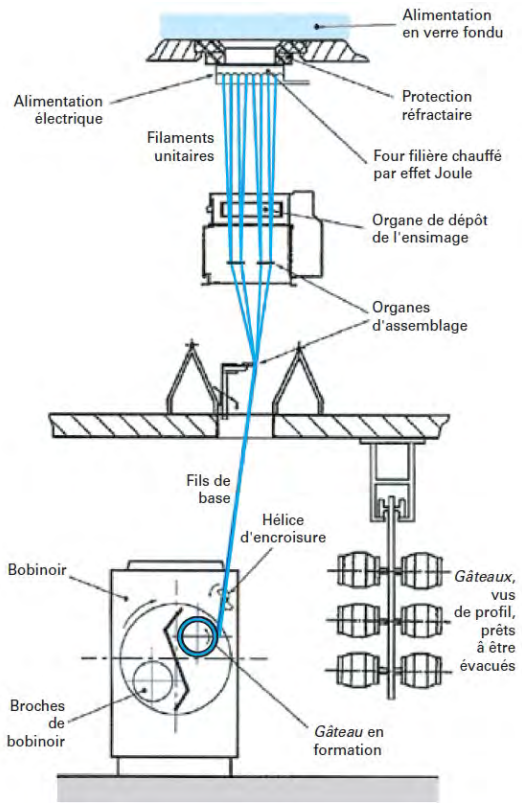

FIGURE 6 – Ligne de fabrication de fibres de verre [Ber08].

Armures des tissus

Les fibres utilisées dans les composites peuvent se présenter sous différentes formes [Car06]. On retrouve principalement :

— les mats, architectures textiles dont les fibres sont orientées aléatoirement et sont liées par diverses techniques (liaison chimique, mécanique ou thermique). Les composites fabriqués à partir de ces textiles ont des propriétés quasi-isotropes dans le plan du fait de cette répartition aléatoire. En revanche, les performances mécaniques ne sont pas très élevées. Les fibres utilisées sont généralement assez courtes (environ 5cm), contrairement aux fibres longues qu'on retrouve dans les autres armures. Grâce à la très bonne déformabilité de ces tissus, ils sont le plus souvent utilisés lors de la fabrication de moules composites ou de pièces d'apparence.

— les uni-directionnels, ou UD dont les fibres suivent une direction principale (fils de chaine), et sont maintenues, ou non, par des fils de trame, mais dont les propriétés mécaniques sont négligeables par rapport aux fils dans la direction principale. La très bonne prédictibilité des propriétés mécaniques de tissus UD en fait d'excellents candidats dans les applications techniques où les propriétés mécaniques doivent être parfaitement maitrisées.

— les toiles ou taffetas, où chaque fil de trame passe au-dessus d'un fil de chaine puis en-dessous du suivant (réciproquement pour les fils de chaine). La figure 7a) montre

cette armure. Le nombre important d'intersection de torons de fibres rend ces tissus peu déformables. Leur utilisation est restreinte à des pièces à la géométrie simple.

— les tissus sergés, où chaque fil de trame passe au-dessus de n fils de chaine et chaque fil de chaine passe au-dessus de m fils de trame ; l'armure du tissu est notée sergé n/m. Les figures 7b) et 7c) montrent deux exemples de sergés d'armure différente. La bonne déformabilité du sergé permet son utilisation dans des moules aux formes complexes.

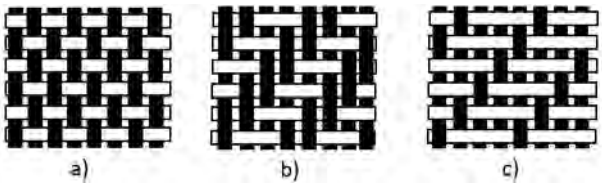

FIGURE 7 – a) Exemple de toile, b) Exemple de sergé 2/2, c) Exemple de sergé 1/3.

— les satins, définis par un rapport d'armure et un décochement ; le tissu est une répétition de carrés dont la taille est le rapport d'armure, et le décochement décrit le décalage latéral du point de liage sur le fil de trame supérieur. Les points de liage ne se touchant jamais (contrairement aux toiles et aux sergés), l'aspect de surface est uni. La figure 8 montre un exemple d'armure satin.

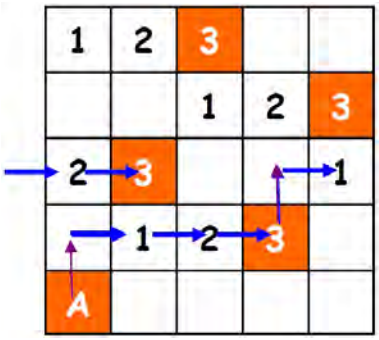

FIGURE 8 – Exemple d'armure satin 5/3 [Cap15].

A l'échelle d'une pièce, les plis secs de composites peuvent être considérés comme des tissés plans (épaisseur très faible devant la longueur et la largeur). L'évolution des techniques de tissage et l'accroissement de la demande en renforts de plus en plus performants ont favorisé le développement de tissus tridimensionnels permettant de trouver un compromis entre le maintien d'un taux volumique de fibre important et un renforcement dans l'épaisseur [Nem03]. Un exemple de tissé tridimensionnel est présenté figure 9.

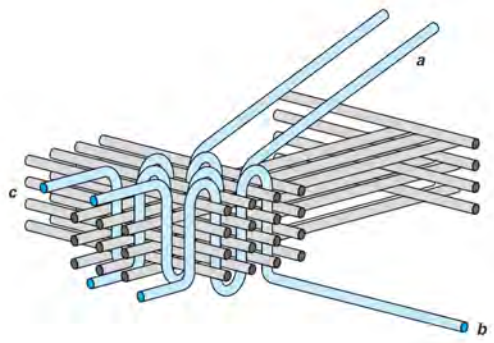

FIGURE 9 – Schéma de principe du tissage orthogonal 3 Tex [Nem03].

Le principal avantage du tissage de fibres dans l'épaisseur est l'amélioration de la résistance transversale à l'impact. En effet, ce renforcement fait disparaitre le délaminage en localisant la zone impactée dans l'échantillon, et non à une interface. Ce comportement peut être relié à une meilleure résistance à la fissuration et à une diminution du pontage entre les fissures formées (réduction de la propagation des fissures) [HM13].

Le choix du renfort fibreux entraine des différences dans les caractéristiques du composite fabriqué. Selon la nature de la fibre, les propriétés mécaniques du composite final peuvent fortement varier. Il convient donc de choisir judicieusement le type de renfort en fonction de l'application, du prix et des moyens de mise en œuvre disponibles. De même, le tissage de ces fibres joue un rôle important ; l'utilisation d'un tissu UD permettra d'obtenir les propriétés mécaniques recherchées dans la direction des fils de chaine, mais la résistance du composite dans la direction orthogonale sera très faible. Le choix de l'empilement se montrera également particulièrement important et a déjà fait l'objet de nombreuses études ([Kol11, Gon11, Kol12, Dü15, AA15, Bin08]). Ces publications permettent d'orienter les choix en termes d'empilement et de structure en général, en fonction de l'application et des caractéristiques mécaniques souhaitées. Quelques propriétés de ces fibres utilisées dans un composite à matrice époxyde, pour des UD et des tissus équilibrés sont présentés dans le tableau 1.

		Aramide (Twaron)		Carbone HR 3k		Verre E	
		UD	Tissu	UD	Tissu	UD	Tissu
Fraction volumique en fibres	(%)	60	45	60	45	60	45
Résistance en traction	(MPa)	1380	550	1240	560	1100	400
Module de traction	(GPa)	80	30	130	70	40	20
Résistance en compression	(MPa)	275	170	1100	560	590	400
Module en compression	(GPa)	80	30	130	70	40	20
Résistance en flexion	(MPa)	620	345	1960	600	1170	600
Module de flexion	(GPa)	75	28	130	60	40	25
Résistance au cisaillement	(MPa)	45	28	95	60	80	50
Module de cisaillement	(GPa)	2,1	/	4,8	/	3,4	/
Densité		1,35	1,33	1,6	1,54	2,08	1,9
Prix du tissu au mètre carré	(€)	/	20	20-70	45	6	5

Tableau 1 – Propriétés des composites à base de résines époxydes [Pin95, Sic17a, Sic17b, Sic17c].

I.2.2 Matrices

Un matériau composite est principalement un assemblage d'une matrice et d'un renfort. Le projet de recherche ne s'intéressant qu'aux composites à matrices organiques, les CMC et CMM ne seront pas détaillés dans ce manuscrit. Cette partie détaillera les différentes familles de matrices organiques pouvant être utilisées, en particulier dans le cas de l'utilisation de renforts à fibres longues. Les matrices composant les CMO sont séparées en deux catégories : les polymères thermoplastiques, et les polymères thermodurcissables.

Polymères thermoplastiques

Les polymères thermoplastiques (TP) sont des composés macromoléculaires linéaires dont la caractéristique principale est la thermoplasticité. Sous l'effet de la chaleur, la rigidité de ces matériaux diminue jusqu'à ce que le matériau passe à l'état fondu [Cha98]. Inversement, l'action du froid fera passer le plastique fondu à l'état solide. Cette propriété étant réversible, une mise en oeuvre rapide par thermoformage ou par soudage est possible. De plus, il est possible de recycler les thermoplastiques. Le comportement mécanique de ces matériaux et leur ténacité sont des propriétés particulièrement intéressantes lorsqu'on souhaite améliorer la résistance aux chocs. Ces matériaux demandent cependant des hautes températures pour pouvoir être travaillés. Ils présentaient à l'origine une mauvaise résistance aux solvants et à la chaleur. Divers polymères ont depuis été étudiés pour résoudre ces problématiques, parmi lesquels on trouve les PolyEtherSulfones (PES), les PolyEtherImides (PEI), les PolyEtherEtherCétones (PEEK) ou les PolySulfures de Phénylène (PPS). Ces matériaux étant très visqueux à l'état fondu, l'imprégnation des fibres est assez complexe, mais leur facilité de mise en oeuvre et la réduction du temps de formage font du développement des composites thermoplastiques un enjeu industriel

important. La figure 10 résume les viscosités des grandes familles polymères utilisées dans le domaine des matériaux composites.

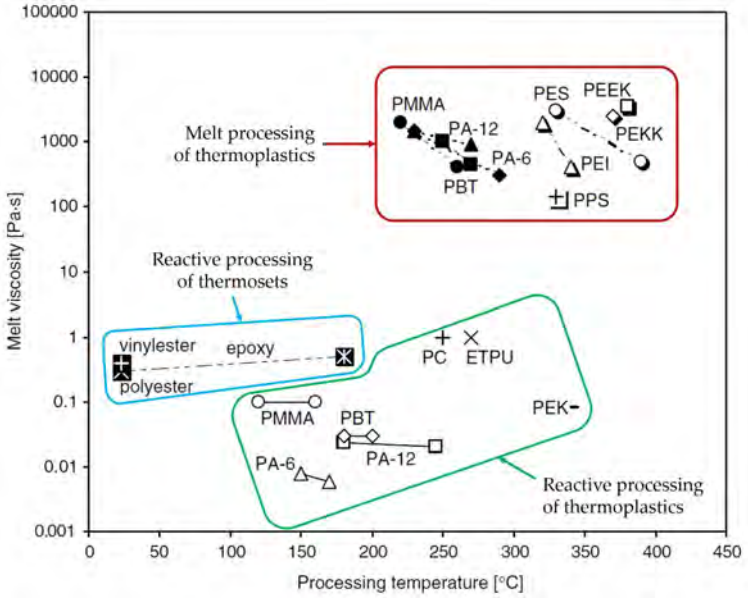

FIGURE 10 – Viscosités et températures de mise en oeuvre pour les grandes familles de polymères [vR07].

Les polymères thermoplastiques utilisés dans des procédés de moulage par compression nécessitent des températures d'utilisation élevées, mais conservent malgré tout des viscosités élevées (comparées aux résines thermodurcissables). Les systèmes réactifs permettent d'obtenir des viscosités compatibles avec les procédés en voie liquide tels que l'infusion de résine liquide ou le RTM. Le développement de résines thermoplastiques pour des applications d'infusion est en plein essor, et on trouve notamment les résines acryliques de la gamme Elium développée par Arkema [Com16], permettant l'utilisation du procédé LRI [Bou17]. D'autres méthodes envisagées se concentrent sur l'utilisation de systèmes réactifs in-situ [Vic17, Vic18].

Polymères thermodurcissables

Les matrices thermodurcissables (TD) sont des mélanges de produits organiques permettant de passer de façon irréversible de l'état liquide à l'état solide. Ces matériaux sont généralement préparés par réaction de deux composés, une résine comprenant le précurseur du polymère ou directement des monomères, et un durcisseur ou catalyseur de réaction. Sous l'action de ce composant et de la chaleur, la résine va réticuler et créer un réseau tridimensionnel [Cas13]. Contrairement aux thermoplastiques, ces résines polymérisent in situ et demandent donc la manipulation de mélanges réactionnels, nécessitant des précautions d'emploi. Parmi les polymères thermodurcissables, on trouve principalement :

— les résines polyesters : bon accrochage aux fibres, peu coûteuses, important retrait, forte odeur pendant la réticulation.

— les résines vinylesters : caractéristiques mécaniques supérieures aux polyesters, faible absorption d'eau, bonne durabilité, souvent utilisées en construction marine.
— les résines phénoliques : moins bonnes propriétés mécaniques que les époxydes, toxicité, mais résistance au feu.
— les résines polyimides ou bismaleimides : mise en oeuvre compliquée et chères à l'achat. Elles sont surtout utilisées pour leur tenue en température.
— les résines époxydes : bon accrochage sur les fibres, faible retrait au moulage, bonnes propriétés mécaniques, bonne tenue à la chaleur, mais souvent plus chères. Ce sont les plus utilisées en aéronautique.

L'utilisation du procédé LRI dans le cadre de ce projet de thèse limite fortement le choix des matrices. Les thermodurcissables sont les principales matrices utilisées lors de la mise en oeuvre car leur faible viscosité à température ambiante permet une bonne imprégnation des fibres (cf figure 10). Pourtant les caractéristiques mécaniques des thermoplastiques en font des matériaux de choix lors d'une utilisation en résistance aux impacts. L'utilisation des thermoplastiques sous forme solide ne demande pas de précautions particulières pour les opérateurs et leur stockage n'est pas limité dans le temps, a contrario des résines thermodurcissables. Les deux principales industries consommatrices de composites, l'aéronautique et l'automobile, privilégient respectivement les thermodurcissables et les thermoplastiques. Les contraintes économiques étant le moteur principal dans le choix du matériau pour l'automobile, ce secteur se tourne vers le matériau le plus facile et le plus rapide à mettre en oeuvre, tandis que le monde aéronautique privilégie la performance. On peut résumer les principales différences de mise en oeuvre entre les matrices thermoplastiques et les résines thermodurcissables dans le tableau 2. Les propriétés données ne sont qu'à titre indicatif, l'ajout de charges ou d'additifs permettant, dans une certaine mesure, de modifier les propriétés des matrices utilisées.

Matrices	Thermodurcissables	Thermoplastiques
État	liquide visqueux à polymériser	solide prêt à l'emploi
Temps de stockage	réduit dans le temps	illimité
Imprégnation des renforts	aisée	difficile
Moulage	chauffage	chauffage + refroidissement
Cycle	quelques minutes à plusieurs heures	quelques secondes
Tenue aux chocs	limitée	assez bonne
Tenue en température	bonne	réduite (sauf TP thermostables)
Chutes et déchets	perdus ou utilisés comme charges	recyclables
Conditions de travail	émanation de solvants	fortement automatisé

Tableau 2 – Principales différences de mise en oeuvre entre thermodurcissables et thermoplastiques [Auc09].

I.2.3 Âmes

La fabrication de structures sandwich repose sur l'utilisation de matériaux d'âmes, placés entre deux peaux, ici constituées de matériaux composites. L'augmentation de l'épaisseur de la structure grâce à l'âme permet d'augmenter le moment quadratique, sans trop alourdir la structure. Divers matériaux ont été développés et utilisés comme matériaux d'âme, parmi lesquels des mousses, des structures en bois, ou des structures en nid d'abeille. Les matériaux d'âme sont sélectionnés en fonction du procédé de fabrication, des contraintes spécifiques des pièces produites, ainsi que des coûts.

Nous présenterons ici les matériaux classiquement utilisés dans la fabrication de panneaux sandwich, tels que : les mousses rigides à base de PolyStyrène (PS), de PolyChlorure de Vinyle (PVC), de PolyURéthane (PUR) et de PolyMéthacrylImide (PMI). Nous verrons également les panneaux en nid d'abeille ainsi que les structures en bois.

Mousses polystyrènes

Élaborées à partir de thermoplastique polystyrène, ces mousses sont principalement utilisées dans les matériaux d'isolation thermique en raison de leur conductivité thermique faible (0,030 W/M.°C) mais aussi de leur faible coût. Faciles à usiner et légères (masse volumique de 5 à 65 kg/m^3), les structures sandwich à âmes PS sont très répandues dans la fabrication de planches de surf [Wya08]. Lors de la réalisation des matériels à destination du 35ème RAP, deux types de mousses PS ont été utilisés, le polystyrène expansé extrudé (PSEE) qu'on trouve sous forme de plaque à cellules fermées dont les faces supérieures et inférieures sont lissées, et le polystyrène expansé moulé (PSEM) présentant l'aspect d'une plaque constituée de billes agglomérées.

— Polystyrène expansé extrudé

Le procédé de fabrication du PSEE consiste à fondre du polystyrène cristal (polystyrène pur sans plastifiant) dans une extrudeuse et à mélanger le polymère fondu à des agents de nucléation et d'expansion. Ce mélange maintenu sous pression est ensuite poussé à travers un conformateur tefloné (d'où la présence d'une pellicule et l'aspect lissé sur les faces supérieures et inférieures) à la sortie de laquelle les agents d'expansion (en Europe du CO_2) forment les cellules. La plaque est ensuite refroidie afin de former les plaques ou feuilles de PSEE.

— Polystyrène expansé moulé

Le PSEM est obtenu à partir de l'expansion d'un produit semi-fini appelé polystyrène expansible produit par ajout d'un agent d'expansion introduit sous pression lors de la réaction de polymérisation des monomères de styrène dans l'eau. Les billes de polystyrène expansible obtenues après cette étape sont ensuite chauffées par de la vapeur d'eau dans une enceinte pressurisée, entrainant le gonflement des billes jusqu'à leurs tailles finales. Ces billes sont ensuite stockées pour séchage et maturation, étape durant laquelle la pression dans les billes expansées et le milieu extérieur s'équilibre. Une fois les billes stabilisées, elles sont introduites dans un moule parallélépipédique et de la vapeur d'eau est diffusée entre les billes expansées. Ce chauffage entraine un soudage des billes entre elles et une mise en forme d'un bloc de la taille du moule. Ces blocs sont ensuite découpés pour obtenir des plaques aux dimensions désirées. La figure 11 montre un exemple de mousse PSEM, dont les billes expansées sont visibles.

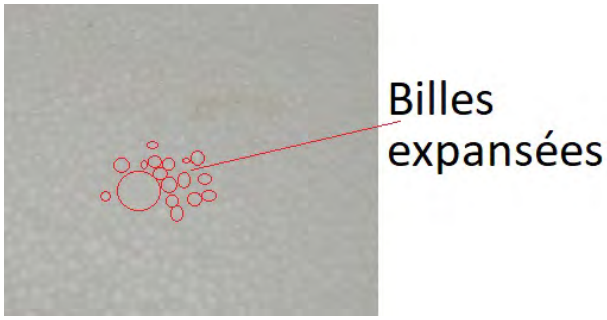

FIGURE 11 – Mousse PolyStyrène Expansé Moulé.

Bien qu'utilisés principalement dans un but d'isolation thermique, en particulier dans la construction, leur faible masse volumique (environ 30kg/m^3), leur coût très faible et leur disponibilité en fait d'excellents candidats comme matériaux d'âmes dans un composite à structure sandwich. Dans le cas d'une utilisation dans des panneaux sandwich, les principales différences entre le PSEE et le PSEM seront l'aspect de surface, correspondant aux découpes du bloc moulé, et à la constitution interne, le PSEM étant constitué de billes agglomérées et soudées entre elles. Le PSEE passant dans une filière plate, la surface extérieure des plaques est pelliculée. La principale différence de propriétés mécaniques est due à la différence d'architecture du matériau. La structure du PSEM peut entrainer un effondrement des billes lors d'essais de compression en quasi-statique ou en dynamique [Kru16]. Le PSEE ayant une structure interne homogène, son comportement en compression ne présentera pas d'effondrement de la structure.

Mousses PVC

Couramment utilisées dans la fabrication de panneaux sandwich à hautes performances, les mousses PVC sont en réalité des mousses hybrides PVC + PUR. Ces mousses peuvent se trouver dans des versions ignifugées (par exemple dans les mousses Airex), rendant leur utilisation dans le domaine aéronautique particulièrement intéressante. La bonne résistance des mousses PVC au styrène permet leur emploi avec des résines polyester [Bin08]. La fabrication de plaques de PVC repose sur le même principe que la fabrication du PSEE. Les plaques de mousse PVC sont par la suite coupées aux épaisseurs désirées, retirant la pellicule supérieure et laissant apparente la structure en cellules fermées.

Mousses PUR

Les PUR sont issus de la réaction de polyols avec un isocyanate. La mousse formée peut ensuite être moulée en blocs et taillée (de façon semblable au PSEM), ou extrudée en continu (comme pour les PSEE). L'utilisation courante en mousse d'isolation consiste à mélanger directement les deux composants (sous forme d'aérosols ou liquide) et à le projeter sur la surface à couvrir. De la même façon, il est possible d'expanser in-situ ces mousses, lorsqu'elles sont introduites sous forme liquide entre deux peaux d'un sandwich. Leurs propriétés mécaniques sont moyennes, en particulier au niveau de l'interface âme/peau qui a tendance à se dégrader

avec le temps, entrainant un risque de décollement des peaux. On retrouvera principalement ces mousses dans le domaine automobile ou de l'ameublement, par exemple dans la fabrication de réfrigérateurs [Wya14].

Mousses PMI

Comparées aux autres mousses classiquement utilisées dans la fabrication de panneaux sandwich, les mousses PMI présentent de meilleures résistances mécaniques et de rigidités, à densités égales. De plus, leur stabilité thermique en fait un matériau particulièrement intéressant lors de l'utilisation de tissus pré-imprégnés polymérisant à haute température sous autoclave. Leur coût élevé limite leur utilisation à des applications hautes performances comme le domaine aérospatial ou certaines pièces critiques du domaine aéronautique [Bin08]. On constate une diminution du coût de fabrication de 80% avec les mousses PMI par rapport aux mêmes pièces avec des âmes en nid d'abeille, la fabrication se faisant en « one-shot » et la mise en forme de l'âme pouvant être jusqu'à 10 fois plus rapide. Comparée aux pièces fabriquées avec des structures en nid d'abeille, l'utilisation de mousses PMI permet d'obtenir un meilleur aspect de surface et des pièces de meilleure qualité. La durée de vie en service des pièces est également étendue, en particulier dans la fabrication de pâles d'hélicoptères [Sei06].

Structures en nid d'abeille

Les structures en nid d'abeille, (ou Nida en abrégé) sont classiquement utilisées lors de la fabrication de panneaux pré-imprégnés. Formées de cellules hexagonales rappelant les rayons de ruches d'abeilles, ces structures peuvent être fabriquées dans différents matériaux comme les TP, le papier, le métal ou le tissu, présentant diverses résistances, rigidités et masses volumiques. On trouve l'utilisation de Nida lors de la fabrication de panneaux par collage ou lors de l'utilisation de pré-imprégnés. Les plaques de Nida sont généralement fabriquées par la méthode d'expansion, consistant à coller des bandes d'adhésif sur le matériau choisi jusqu'à former un bloc qui est ensuite étiré pour former les cellules. Dans le cas des structures métalliques, l'empilement est simplement coupé à la taille choisie et utilisé tel quel, tandis que pour les structures en papier ou en tissu, le bloc est d'abord plongé dans un bain de résine permettant ainsi d'obtenir la rigidité suffisante pour être coupé à l'épaisseur voulue. L'autre méthode de fabrication consiste à pré-onduler les plaques puis à les superposer afin de former la structure finale [Bin08], ou de directement mouler la structure dans le cas des Nida TP.

Du fait de leur structure, les âmes en Nida permettent la fabrication de panneaux sandwich très légers et résistants, mais leur surface de collage réduite avec les peaux nécessite l'utilisation de résine haute performance, permettant d'assurer une meilleure adhésion, ou de films de colle. De plus, ce matériau étant particulièrement anisotrope, les sollicitations non perpendiculaires aux faces du sandwich peuvent rapidement entrainer la ruine de l'âme. Un autre problème majeur de ces structures est l'absorption d'humidité en service [Sei06].

Mousses métalliques

La mousse métallique la plus utilisée dans l'industrie est la mousse d'aluminium. Cette mousse rigide présentant une très bonne tenue en température, des propriétés de conduction thermique et électriques ainsi qu'une bonne résistance aux flammes, en font un matériau adapté dans certaines applications aérospatiales. Ces mousses sont également adaptées dans le cas d'absorption mécanique et acoustique. Leur assemblage mécanique est plus facile que pour les mousses organiques. Leur principal inconvénient, par rapport à des mousses thermoplastiques par exemple, se trouve dans le poids souvent plus élevé, et ce pour des propriétés mécaniques équivalentes [Bin08].

Âmes en bois

Le bois le plus utilisé dans les structures sandwich est le balsa. Utilisé dès 1940 en association avec des peaux aluminium pour la fabrication de flotteurs d'hydravions, le balsa a depuis été utilisé en combinaison avec des peaux composites grâce à ses bonnes propriétés en compression et ses capacités d'isolation thermique et acoustique. A l'échelle microscopique, sa structure peut être assimilée à un nid d'abeille en raison de sa structure cellulaire hexagonale et ses propriétés sont souvent meilleures que les mousses polymères. Les inconvénients de ce matériau sont notamment la possibilité d'absorption de résine pendant la stratification et la susceptibilité de putréfaction de l'âme si celle-ci est soumise à l'humidité. De plus, la densité élevée de ce matériau peut en faire un mauvais candidat lorsque le poids des structures est un paramètre critique de conception. Les âmes en bois constituent cependant des candidats intéressants en termes de résistance à l'impact [Sus18, Sus17a].

Les propriétés typiques des matériaux d'âmes précédemment évoqués sont rassemblées dans le tableau 3.

Matériau	PVC	PS	PUR	Nid d'abeille (Alu)	Nid d'abeille (Nomex)	Balsa
Masse volumique ($kg.m^{-3}$)	30	30	30	29	32	96
Coefficient de dilatation (10^{-6}/°C)	35	70	100	/	/	/
Conductivité thermique ($W.°C.m^{-1}$)	0,022	0,025	0,025	/	/	0,0509
Température maximale (°C)	80	75	100	/	/	200
Résistance en traction (MPa)	0,9	0,5	0,3	/	/	6,9
Résistance en compression (MPa)	0,3	0,3	0,2	0,7	101	6,5
Module d'Young (MPa)	20	8-20	10	/	/	2240
Résistance en cisaillement transverse (MPa)	0,35	0,25	0,2	0,6	1.1	1,85
Module de cisaillement transverse (MPa)	1,3	4,5	3	120	34	108

Tableau 3 – Propriétés physiques et mécaniques typiques d'âmes pour panneaux sandwich [Bin08].

Les matériels de transport développés à l'IUT de Tarbes pour le 35ème RAP ont été conçus à partir de mousses polystyrène PSEE et PSEM d'une masse volumique de $30kg.m^{-3}$. Ces mousses ont été fournies en bloc et taillées aux formes désirées. De la mousse expansive PUR a également été utilisée sur certains prototypes. Parmi les autres matériaux utilisables, les structures en nid d'abeille ont également été envisagées, mais pour des raisons liées à l'utilisation des matériels, cette piste n'a pas été retenue dans le cadre du projet. En effet, le risque de perçage de la peau par les impacts étant présent lors des manipulations des structures, le risque de pénétration d'humidité dans les cellules était non négligeable. Localement des inserts en bois ont été utilisés, cependant leur densité importante par rapport aux mousses utilisées a fortement restreint leur utilisation, la réduction du poids étant un des objectifs principaux du projet. Les premiers tests sur les mousses PSEM ayant montré un risque d'absorption de la résine, pouvant entrainer un essorage du composite lors du procédé d'infusion, le choix en matériaux d'âme s'oriente vers l'utilisation de panneaux de mousse PSEE.

I.2.4 Additifs

Les résines typiquement utilisées dans les composites présentent des propriétés mécaniques peu appropriées à l'impact. En effet, les polymères thermodurcissables ne présentent que peu ou

pas de zone plastique dans leur mécanisme de déformation ; le matériau viendra donc casser avant que la déformation ne puisse dissiper suffisamment d'énergie. Afin d'améliorer la dissipation de l'énergie dans la matrice, plusieurs solutions ont été envisagées parmi lesquelles on trouve l'utilisation de nodules thermoplastiques ou de nanoparticules.

Additifs thermoplastiques

Une solution envisagée dans ce projet est l'utilisation de matrices thermoplastiques [Auc09]. Les conclusions en terme de propriétés à l'impact et à l'endommagement sont particulièrement encourageantes mais le problème principal reste les moyens de mise en oeuvre du thermoplastique afin d'obtenir un composite, le recours à des techniques de moulage par compression étant quasi-obligatoire. Le choix en résines thermoplastiques étant actuellement assez restreint ([Bou17]), une solution permettant de conserver la facilité (comparativement aux thermoplastiques) de mise en oeuvre des thermodurcissables dans les composites, tout en bénéficiant des propriétés des thermoplastiques consiste à introduire des thermoplastiques directement dans la résine en tant qu'additifs. En revanche, dans la très grande majorité des études utilisant des additifs, une hausse de la viscosité est notée, dont la conséquence est la présence potentielle de défauts d'imprégnation. Le seul additif ne semblant pas causer d'augmentation de la viscosité est l'additif thermoplastique Fortegra développé par Dow [Tur08]. Cette hausse de viscosité devra donc être prise en compte, et son impact sur la qualité des pièces produites devra être étudié.

De dimension nanométrique [Nan08] lors de l'introduction, ces additifs vont permettre d'améliorer la dissipation de l'énergie d'impact en créant des zones de déformation plastique locale dans le matériau. Plusieurs études ont notamment été publiées par la même équipe sur l'additif Nanostrength (désigné par l'abréviation NS) commercialisé par Arkema ([Bou14, Den12]). Ces études décrivent l'influence de l'additif sur la résistance à l'impact d'un composite. Il ressort que l'additif apporte un meilleur comportement lors d'essais en tour de chute, les nanoparticules permettant de délocaliser l'impact et de transmettre l'énergie de l'impacteur sur une zone plus grande. Le mécanisme de rupture est également modifié puisqu'un composite non chargé sera endommagé principalement par délaminage. Les composites chargés présentaient principalement des endommagements par fissuration de la matrice.

Additifs nano-dimensionnés

L'étude de Reis et al. [Rei12] s'est intéressée à la comparaison de nanoparticules de liège et d'argile en tant qu'additifs. De cette publication, il ressort que la charge maximale F_{max} supportée avant rupture, est augmentée dans les deux cas, avec une augmentation maximale de 16,1% obtenue pour un taux massique de $3\%_m$ en nanoparticules d'argile. De même l'énergie dissipée est augmentée par l'ajout de nanoparticules (40% d'énergie dissipée en plus pour un impact de 21J). Il ressort également que la taille de la zone endommagée augmente, en accord avec le comportement dissipateur des additifs. Il sera important de trouver un compromis entre la dissipation d'énergie et la taille de la zone endommagée. Paris et al. [Par11] se sont intéressé à l'influence des cycles de cuisson sur les additifs présents dans le pré-imprégné. Ils

ont pu constater qu'une cuisson du composite à une température supérieure à la T_f de l'additif thermoplastique entraine une perte des nodules renforçants et potentiellement une baisse des propriétés mécaniques. Il conviendra donc de vérifier les propriétés des additifs afin d'en assurer une utilisation optimale, notamment lors des cycles de cuisson du composite.

La plupart de ces additifs étant utilisés lors de mise en oeuvre par imprégnation au contact, la viscosité du mélange obtenu n'est pas un facteur déterminant. Le fort potentiel de ces additifs pour des applications d'impact est particulièrement intéressant, cependant, lors d'une infusion de résine liquide, l'imprégnation est directement influencée par la viscosité de la résine. Une étude fine de la viscosité des mélanges est donc à prévoir. L'homogénéité de la dispersion des additifs dans la résine est également une source d'interrogations, de même que la possibilité de filtration des additifs par les renforts fibreux.

I.2.5 Matériaux d'environnement

La fabrication de pièces en matériaux composites, en voie sèche ou en voie humide nécessite l'utilisation d'un certain nombre de matériaux d'environnement, permettant la bonne compaction de la préforme, l'écoulement de la résine dans la préforme sèche, ou simplement une répartition uniforme de la résine dans le composite. Le choix de ces matériaux est déterminé par le choix de la méthode de mise en œuvre, mais également par la qualité des pièces désirées. Parmi les méthodes présentées dans la partie I.1, les procédés en voie sèche et d'infusion de résine liquide nécessitent obligatoirement l'utilisation de complexes techniques, a contrario des autres méthodes où ces derniers sont optionnels.

En voie sèche, la compaction des plis de pré-imprégnés nécessite une répartition uniforme du vide entre le moule rigide et l'outillage flexible (bâche à vide). Pour cela un feutre absorbant est disposé sur toute la surface de la pièce. Afin de limiter l'aspiration de résine liquide et l'essorage de la pièce, un film séparateur, micro-perforé ou non, est positionné entre le stratifié et le feutre. Une couche de tissu d'arrachage, constitué de nylon tefloné peut également être utilisé afin de faciliter la séparation des tissus d'environnement de la pièce finie. Pour des applications spécifiques, l'état de surface laissé sur la pièce après séparation du tissu d'arrachage facilite le collage et la mise en peinture.

Pour réaliser une infusion de résine liquide sur une préforme sèche, on retrouve également le tissu d'arrachage, le séparateur micro-perforé et localement le feutre absorbant, mais le principe même de l'infusion repose sur l'utilisation d'une grille drainante. La grande perméabilité de cette dernière, par rapport à celle des renforts fibreux secs, assure le remplissage rapide de la préforme. La grille drainante permet l'écoulement de la résine sur la surface de la pièce avant pénétration dans l'épaisseur de la préforme, et imprégnation des tissus secs. Diverses solutions sont commercialement disponibles, avec différentes perméabilités et structures géométriques de grilles, permettant d'ajuster la vitesse de progression de la résine en surface de la pièce.

I.2.6 Bilan des procédés et matériaux envisagés

Les premiers prototypes développés pour le 35ème RAP reposent sur l'utilisation de structures sandwich et différentes solutions ont été étudiées pour les âmes. On retrouve notamment l'utilisation de mousses polystyrène, expansées ou moulées, de mousses expansives PUR ou époxydes, ou de bois. Dans le cas des mousses PS, les blocs sont taillés aux formes désirées, puis les peaux composites sont drapées directement sur les âmes. Pour les mousses expansives, les peaux ont été fabriquées séparément, assemblées pour former une structure évidée et l'expansion de la mousse s'est faite in-situ. Les peaux composites utilisées ont été élaborées par moulage au contact (aussi appelé stratification au contact, principe présenté sur la figure 12), à partir de tissus de fibres de verre, et d'une résine époxyde aéronautique.

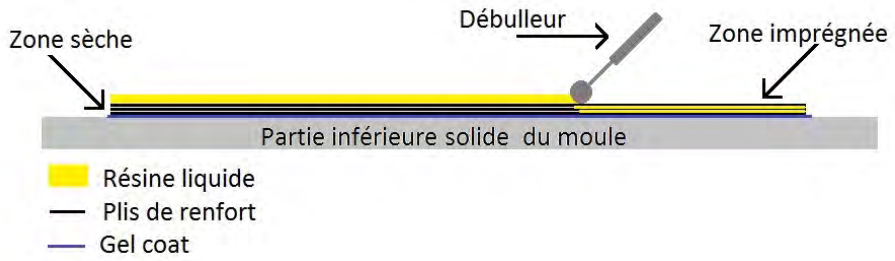

FIGURE 12 – Principe du procédé de moulage au contact.

Le procédé de moulage au contact se faisant à température ambiante et sans compactage du renfort fibreux, on peut obtenir des pièces de grandes dimensions et pour un coût modique. La qualité du composite n'est cependant pas optimale ; on considère que le taux massique de fibre dans le composite se situe entre 25% et 45%, et de nombreux défauts de fabrication peuvent être présents. Dans le cas de démonstrateurs technologiques et de prototypes fonctionnels, cette solution est acceptable, cependant afin de se rapprocher d'une solution industrielle, une méthode permettant d'obtenir une qualité de pièces finies supérieure a été choisie.

Dans le cadre du projet de thèse, notre choix s'est orienté vers la technique d'infusion de résine liquide. L'utilisation de ce procédé permet d'obtenir une qualité mécanique supérieure des pièces, dont la fabrication est également plus propre. Nous avons décidé d'utiliser un tissé de verre d'armure sergé 2/2 pour le renfort fibreux, et une résine infusable à température ambiante (Sicomin SR1710). Afin de se placer dans un contexte industriel, nous avons choisi d'utiliser des mousses PSEE. L'utilisation de mousses expansives n'étant pas compatible avec le procédé d'infusion, cette solution n'est pas considérée. Une fois les matériaux sélectionnés et le procédé d'élaboration fixé, nous avons du développer une méthode de production originale de structures sandwich par infusion de résine liquide, permettant de produire des échantillons représentatifs. Afin d'optimiser la fabrication, nous avons décidé de réaliser cette infusion par un procédé one-shot, permettant l'obtention des sandwichs finis en une seule étape. La partie suivante présentera les problématiques et études nécessaires au développement de ce procédé.

I.3 Procédé one-shot d'infusion de composites à structure sandwich

Le procédé d'infusion de résine liquide est bien connu, et de nombreux outils sont disponibles afin d'optimiser l'infusion de pièces monolithiques ([AA15, Ace08, Bad02, Gov08, Wan12]). En revanche, la littérature ne donne que peu d'informations sur l'infusion de composites à structure sandwich. Plusieurs études présentent les résultats de fabrication de panneaux sandwichs à peaux composites par LRI, mais aucun protocole de mise en oeuvre n'a été trouvé ([Sri03, Maj03, Sah06, Ata10, Mir11, Wan13, Gor14, Kur15]). Dans le cadre de cette thèse, nous cherchons à fabriquer des panneaux sandwichs dont l'épaisseur de l'âme a été fixée à e=4cm. Le renfort fibreux sera constitué de fibres de verre sous forme de sergé 2/2. La largeur et la longueur des panneaux sont fixées par rapport aux dimensions du dispositif d'infusion disponible au laboratoire (cf figure 5). Nous infuserons la résine depuis un point d'entrée unique relié à une rampe, et la prise de vide sera également unique, reliée à une rampe de tissu frein. Suite à différents essais d'infusion sur des composites monolithiques, il a été décidé de limiter la durée d'infusion à 45 minutes maximum. Dans ce cas les panneaux infusés ont une longueur totale de 75cm avec les zones techniques (entrée + sortie). Avec ces conditions de distance à parcourir, de température et de durée, nous nous plaçons volontairement dans la situation la plus défavorable afin de déterminer les conditions extrêmes au delà desquelles la mise en oeuvre est impossible. Nous chercherons également à utiliser des additifs permettant d'améliorer la tenue à l'impact des composites à structure sandwich élaborés par infusion.

Le premier objectif de cette étude a donc été de développer un protocole d'infusion de résine liquide de matériaux sandwich à peaux composites, permettant d'obtenir une pièce finie lors d'une opération one-shot. Dans cette partie, nous étudierons les principales problématiques qui ont guidé notre recherche, l'étude menée sur les viscosités des résines utilisées, les premières solutions envisagées, puis nous verrons la méthode développée pour la fabrication des échantillons.

I.3.1 Problématiques

Les principaux défis d'une infusion one-shot sont l'infusion simultanée des deux faces du sandwich, la viscosité des résines infusées, et le temps disponible pour l'imprégnation du panneau sandwich.

Infusion simultanée des deux peaux

L'infusion simultanée des deux faces d'une structure sandwich repose sur l'utilisation de composants spécifiques, permettant le passage de la résine dans les peaux. Les solutions les plus courantes sont les âmes rainurées, et les âmes perforées. La figure 13 présente un exemple de composite à structure sandwich (impacté) avec une âme rainurée.

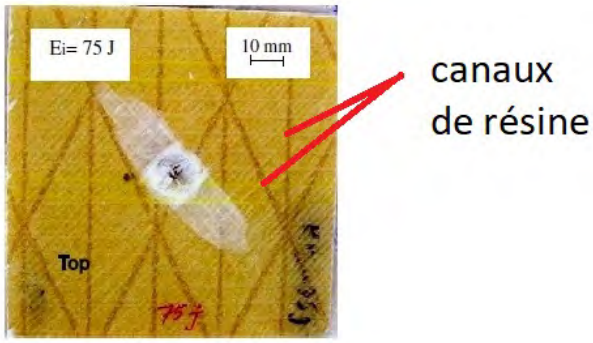

FIGURE 13 – Exemple de composite avec âme PVC rainurée [Ata10].

Les canaux sont clairement visibles, et permettent l'écoulement de la résine entre l'âme et les peaux du sandwich. Le principe d'une infusion avec ce type d'âme est décrit sur la figure 14. Ce schéma montre une coupe dans le plan orthogonal à la progression de la résine.

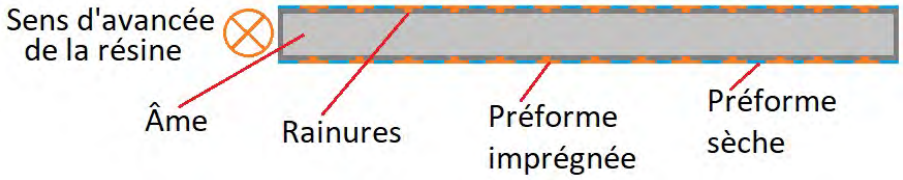

FIGURE 14 – Schéma de principe d'infusion avec âme rainurée.

Les canaux permettent à la résine d'avancer sans aucune opposition à l'écoulement. La résine peut ensuite progresser dans les plis de fibre sèche et imprégner le renfort fibreux. Ces canaux permettent l'imprégnation des deux peaux composites de la structure sandwich, en revanche ils seront constitués de zones de résine pure. Lors d'un impact, ces zones peuvent constituer des points de fragilité.

Lors de l'utilisation d'âmes perforées, des passages de résine sont permis entre la face supérieure où se trouve la grille drainante, et la face inférieure dépourvue de drainant. La figure 15 présente une coupe de la préforme dans un plan vertical parallèle au sens d'infusion.

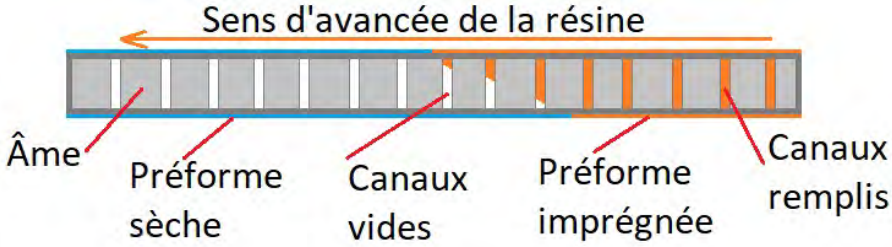

FIGURE 15 – Schéma de principe d'infusion avec âme perforée.

D'autres types d'âmes déjà couvertes de plis de tissus secs et pourvues de coutures fibreuses dans l'épaisseur reliant les deux faces peuvent également être utilisées comme présenté sur la figure 16.

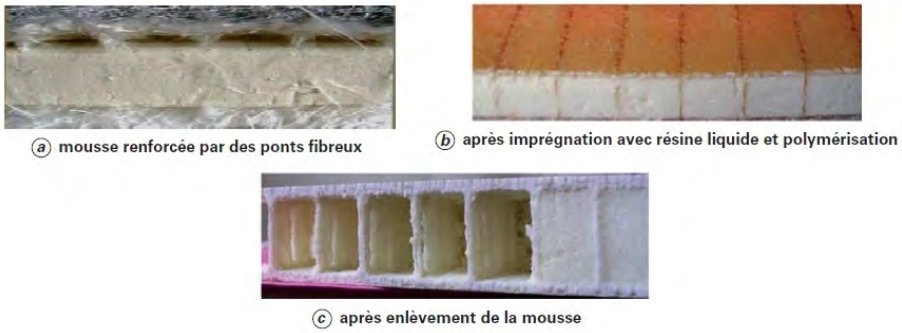

FIGURE 16 – Exemple de structure tissée [Bin08].

La figure 16 a) montre la préforme sèche avant imprégnation. Les pont fibreux permettent le passage de la résine de la face supérieure vers la face inférieure, par capillarité. Le passage de l'étape b) à c) sur la figure 16 se fait par dissolution de l'âme, par exemple à l'aide d'un solvant. Le choix de l'épaisseur du sandwich, ainsi que la nature du renfort fibreux sont fixés lors de la fabrication du matériau et ne peuvent pas être modifiées par l'utilisateur.

Les solutions présentées ci-dessus permettent effectivement une infusion simultanée des deux peaux, mais les contraintes du projet de thèse, notamment l'application à l'impact, nous ont amené à ne pas les considérer. Les méthodes utilisant des âmes rainurées ou perforées reposent sur l'utilisation de zones de résine non renforcée. Lors d'essais d'impact, il est fort probable que ces zones constituent des points de fragilité dans l'âme, pouvant dégrader les propriétés de résistance des sandwichs. De la même façon, les ponts fibreux entre les faces du sandwich dégradent les propriétés mécaniques des mousses structurelles. Il existe également des matériaux sandwich sans mousse (constitué uniquement de ponts fibreux entre les faces), cependant ces structures ne peuvent être utilisées lors du procédé d'infusion. Il nous a donc fallu trouver une alternative à ces méthodes, permettant l'utilisation d'âmes épaisses (e=4cm), sans perforation, et sans canaux de propagation de résine.

Viscosité et temps ouvert

Une solution classique pour diminuer la durée du procédé d'infusion consiste à chauffer le mélange réactionnel. Ce faisant, la viscosité dynamique du mélange diminue, permettant une vitesse d'infusion plus grande, en accord avec la loi de Darcy :

$$< \overrightarrow{v} >= \frac{-\overline{\overline{k}}}{\mu} \overrightarrow{\nabla} P \tag{1}$$

avec : $<\overrightarrow{v}>$ la vitesse superficielle de la résine (moyenne sur le volume), P la pression, µ la viscosité dynamique du fluide et k le tenseur de perméabilité du renfort [Gan12].

La résine époxyde SR1710 est constituée de prépolymères de bisphénol A et de composants aux fonctions amine et éther [Sic14b]. Les durcisseurs associés (le SD8824, désigné durcisseur standard et le SD8822, désigné durcisseur lent) sont composés de polyamines [Sic14a]. La réaction d'un amine primaire avec des groupes époxydes se fait par polyaddition, réaction chimique exothermique [Bar97]. De par la nature de cette réaction, une augmentation de la température de mélange augmente la vitesse de réaction. La réaction de polymérisation des époxydes entraine la formation de chaines polymères et de réseaux macromoléculaires (réticulation). L'apparition de ce réseau est synonyme de la gélification du mélange, caractérisant la transformation depuis l'état de liquide visqueux vers un gel viscoélastique. Lors de la gélification, la viscosité du mélange augmente exponentiellement et l'imprégnation de la préforme sèche se dégrade rapidement, jusqu'à être totalement impossible. Le temps mis par le mélange réactif pour atteindre cet état est appelé temps ouvert.

En conséquence, le préchauffage de la résine et son maintien en température permettent de diminuer le temps de remplissage de la préforme, mais diminuent également le temps disponible avant gélification. Il s'agira donc d'étudier les propriétés rhéologiques des systèmes époxydes utilisés afin de déterminer les températures optimales d'utilisation.

I.3.2 Etude de la viscosité des résines

Pour déterminer les propriétés rhéologiques des résines utilisées, un viscosimètre Brookfield DV1 a été utilisé. Ce viscosimètre mesure le couple nécessaire pour faire tourner un mobile immergé dans un fluide. Plusieurs vitesses et mobiles sont disponibles, permettant de mesurer des viscosités comprises entre 6.10^{-3}Pa.s et 10^{6}Pa.s.

Étude du temps ouvert

Les premières infusions de stratifiés monolithiques et le contrôle de la température dans le mélange réactionnel pendant l'infusion ont montré que malgré la présence d'un bain thermostaté autour du pot de résine (bécher de 600mL), le caractère exothermique de la réaction dégage une quantité de chaleur non dispersable par le bain marie. Le phénomène de prise en masse et l'emballement de la réaction peuvent causer le non-remplissage de la préforme, mais également un risque de sécurité. Par principe de précaution, il a été décidé de stopper les infusions lorsque la température dans le pot de résine a augmenté de 5°C (par rapport à la température en début d'infusion).

Nous avons mesuré l'influence de la température sur la viscosité des systèmes époxydes, son évolution au cours du temps, et l'influence de la température sur le temps ouvert. Pour cela nous avons utilisé le système époxyde standard (SR1710 + SD8824). Les courbes de l'évolution de la viscosité en fonction du temps sont représentées sur la figure 17.

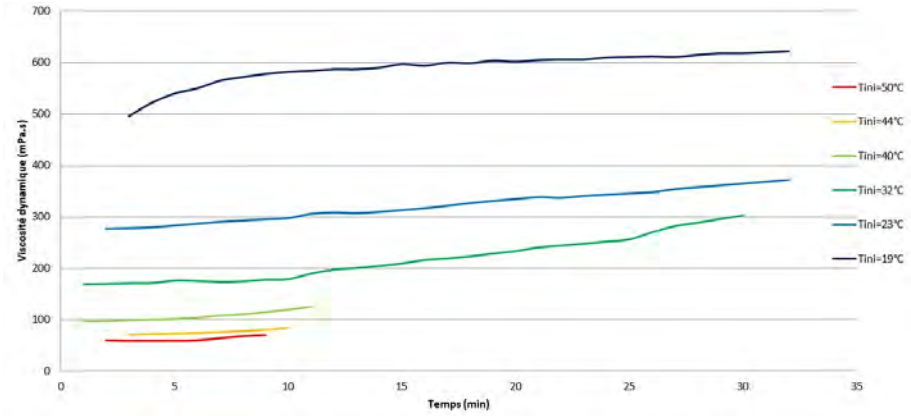

FIGURE 17 – Mesure de viscosité du système SR1710 + SD8824 en fonction du temps sur volume réduit, avec $T<T_{ini}+5°C$.

Ces courbes montrent l'évolution de la viscosité en fonction du temps pour différentes températures initiales, et montrent également le temps ouvert de la réaction. En effet, l'ensemble du mélange réactif est placé dans un bain thermostaté. Cependant notre condition d'arrêt $T_{finale}=T_{initiale}$ + 5°C est atteinte, quelque soit la température initiale. Nous pouvons donc définir pour chaque température initiale étudiée, une valeur du temps au delà de laquelle l'exothermie de la réaction est atteinte. Cette valeur nous donne une bonne indication du temps de vie en pot après mélange du système résine + durcisseur, et par conséquent du temps ouvert disponible pour effectuer l'infusion. Les résultats de temps ouvert, de viscosité initiale, et de viscosité finale en fonction de la température initiale de mélange SR1710 + SD8824 sont résumés dans le tableau 4.

Température initiale (°C)	19	23	32	40	44	50	60
Viscosité initiale (mPa.s)	496	277	169	97	71	60	50
Temps ouvert (min)	>32	32	30	11	10	9	<5
Viscosité finale (mPa.s)	622	372	303	125	84	70	/

Tableau 4 – Valeurs de temps ouvert, viscosités initiales et finales en fonction de la température pour le système SR1710 + SD8824.

Ces valeurs montrent assez logiquement que plus la température initiale du système époxyde est élevée, plus le temps ouvert est faible. La mesure de l'évolution de la viscosité en fonction du temps pour une température de 60°C s'est soldée très rapidement par une exothermie du mélange et la mesure de la viscosité au cours du temps fût impossible, l'évolution de cette dernière étant trop instable et trop rapide. Ces résultats ont conduit à limiter les températures de l'étude sur une plage allant de 20°C à 50°C. Les premiers essais d'infusion de structures sandwich confirment qu'entre 20°C et 50°C, l'infusion sur la longueur caractéristique (75cm) était réalisable.

Étude en volume réduit

Le viscosimètre Brookfield DV1 est composé d'un boitier de mesure, d'un mobile et d'un étrier de protection (figure 18).

FIGURE 18 – Viscosimètre Brookfield DV1.

Ce viscosimètre est étalonné pour une mesure de la viscosité sur un échantillon fluide de 600mL contenu dans un bécher de 600mL. La préparation de ce mélange représente environ 500g de système époxyde. La détermination des propriétés rhéologiques de la résine nécessitant un nombre conséquent de mesures, nous avons choisi de développer un protocole de mesure sur volume réduit. Le montage original bécher + mobile + étrier a été remplacé par un montage simplifié comprenant un réservoir cylindrique de 50mL et le mobile. Le système obtenu reprend le principe d'un rhéomètre Couette à cylindres concentriques et ne demande plus que 35g de mélange époxyde pour effectuer la mesure. Le tube de 50mL peut également être placé dans un bain thermostaté.

Les résines étudiées suivent une loi exponentielle de type Arrhénius en début de réaction [Gil17] :

$$\mu = ke^{-\alpha T} \tag{2}$$

Cette loi est équivalente à l'équation :

$$ln(\mu) = ln(k) - \alpha.T \tag{3}$$

Il est donc possible de représenter l'évolution de la viscosité en fonction de la température sous la forme d'une fonction affine en affichant les résultats avec une échelle logarithmique. Nous pouvons déterminer expérimentalement les coefficients k et α des différents fluides. Pour

cela, nous effectuons deux séries de mesures, avec deux fluides différents. L'étude de R. Gantois [Gan12] a montré que l'huile de colza constituait un bon substitut aux mélanges époxydes pour des mesures de perméabilité. Lors de ces mesures, l'utilisation d'huile de colza permet un bon contrôle de la viscosité pendant la mesure (pas de réaction), une maintenance simplifiée, et utilisée à température ambiante, elle permet une bonne représentation des résines époxydes industrielles. Nous avons donc choisi d'utiliser l'huile de colza afin de vérifier que le montage sur volume réduit permettait une mesure représentative de la viscosité. Un étalonnage de la mesure en volume réduit a ensuite été réalisé, sur de l'huile de colza (figure 19), et sur de la résine pure (figure 20).

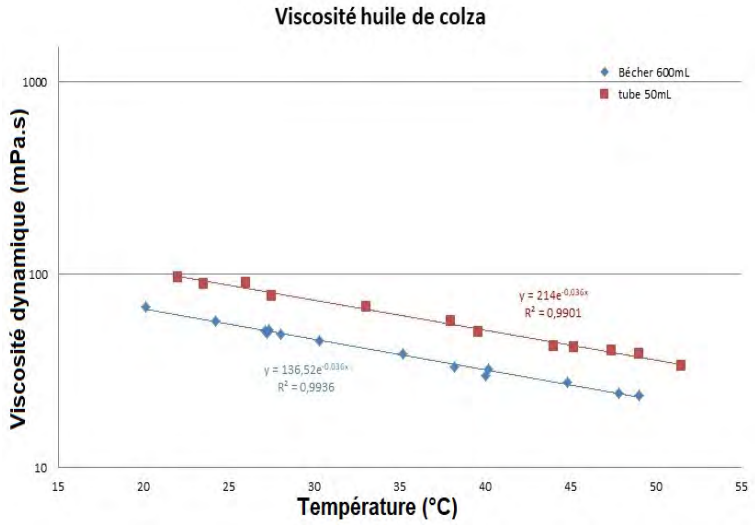

FIGURE 19 – Mesures de viscosité réelle et en volume réduit sur l'huile de colza.

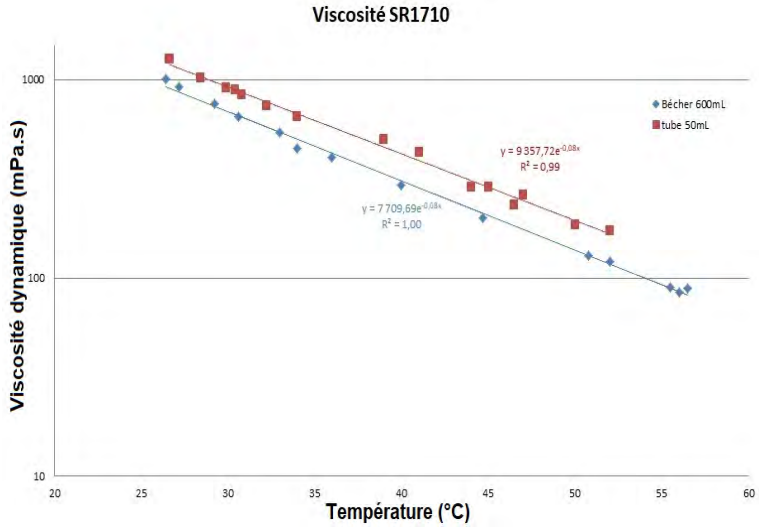

FIGURE 20 – Mesures de viscosité réelle et en volume réduit sur la résine SR1710 pure.

Ces mesures de viscosité en volume réduit et en volume étalonné donnent deux informations ; la première est la possibilité d'obtenir la viscosité « réelle » obtenue sur un bécher de 600mL à partir d'une mesure sur un échantillon réduit de 35mL. La deuxième est la différence entre le comportement rhéologique de la résine et de l'huile. Pour un même fluide dont la viscosité est mesurée en volume réduit ou en volume étalonné, la pente de la courbe est identique. Le coefficient α pour les deux volumes peut donc être déterminé à partir des valeurs en volume réduit. Le coefficient k est en revanche lié au volume de mesure. Nous distinguerons donc le coefficient $k_{réel}$ et $k_{réduit}$. La détermination du coefficient $k_{réel}$ devra se faire expérimentalement sur un volume de 600mL de mélange. Les valeurs des coefficients k et α sont spécifiques à chaque fluide étudié. Il sera donc nécessaire d'effectuer un étalonnage spécifique à chaque système époxyde, permettant le passage d'une mesure sur 35mL à la viscosité réelle. La transposition des valeurs en volume réduit vers les valeurs réelles est donc de la forme :

$$\mu_{réelle} = \frac{k_{réel}}{k_{réduit}} . \mu_{réduite} \tag{4}$$

Pour la suite de l'étude, nous n'utiliserons plus l'huile de colza ou la résine pure mais uniquement les trois systèmes époxydes infusés : SR1710 + SD8824, SR1710 + SD8822 et SR1710 + 7%NS + SD8822. Les vitesses de rotation du mobile dans l'échantillon sont de 5, 10 ou 20 tours par minute, cette valeur étant maintenue constante au cours de l'essai et déterminée au préalable en fonction de la plage de viscosités mesurables par le viscosimètre. Nous avons vérifié que les plages de viscosités mesurées étaient continues avec ces différentes vitesses de rotation du mobile. Ainsi, tant que la mesure est réalisable avec la vitesse de rotation choisie, son choix n'a pas d'influence sur la valeur relevée.

Les données recueillies durant la préparation des échantillons (I.4.6) ont permis de vérifier ce protocole permettant de passer d'une mesure en volume réduit à la viscosité dynamique réelle du mélange. A partir des mesures effectuées durant l'ensemble du projet, nous avons pu déterminer une loi de transposition valable pour le système époxyde SR1710 + durcisseur, avec et sans additifs. Les figures 21 et 22 montrent les résultats des mesures de viscosité en volume réduit et en volume réel, respectivement pour les systèmes époxydes avec durcisseur standard, et avec durcisseur lent. Les équations des courbes extrapolées à partir des valeurs expérimentales sont indiquées sur les graphiques.

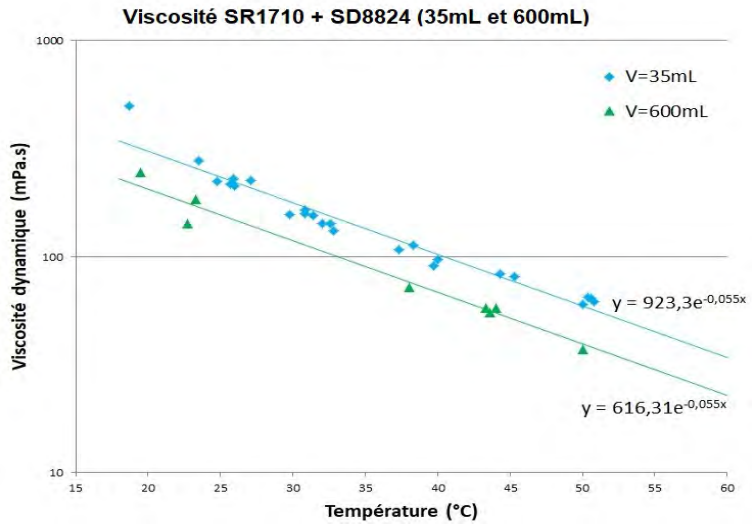

FIGURE 21 – Mesures de viscosité réelle et en volume réduit sur le système SR1710 + SD8824.

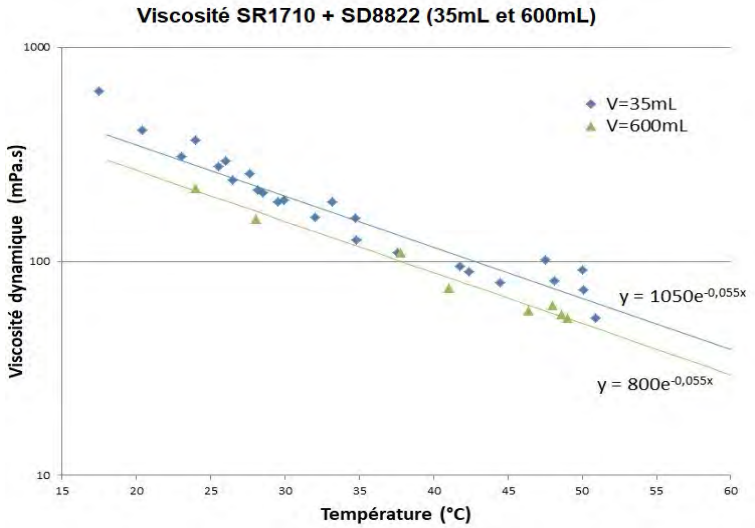

FIGURE 22 – Mesures de viscosité réelle et en volume réduit sur le système SR1710 + SD8822.

L'analyse de ces mesures montre que le coefficient α est le même avec les deux durcisseurs, en revanche les coefficients $k_{réel}$ et $k_{réduit}$ sont différents en fonction du durcisseur utilisé.

Cette étude nous permet de déterminer rapidement les valeurs de viscosités initiales de nos systèmes époxydes sur une plage de température allant de 15°C à 60°C. Cet outil s'est révélé utile lors de l'étude de la viscosité de la résine additivée (I.3.2). Nous avons ainsi pu déterminer les températures minimales d'infusion pour plusieurs systèmes époxydes, avec deux taux d'additifs ($7\%_m$ et $10\%_m$). Lors de cette étude, nous avons pu vérifier que sur la plage de température [15°C ; 60°C] nos mesures ont une dispersion de $\pm$ 10% au maximum, et plus la viscosité mesurée est faible, plus cette dispersion est importante.

Le protocole de mesure des viscosités développé dans cette partie peut être décomposé en trois étapes :

1. Essai en volume réduit → au moins deux mesures de viscosités à températures différentes → détermination du coefficient α et du coefficient $k_{\text{réduit}}$
2. Essai en volume réel → au moins une mesure de viscosité → détermination du coefficient $k_{\text{réel}}$, si plus d'une mesure, vérification de la valeur de α
3. Vérification au cours des essais de la concordance des mesures en volume réel avec les valeurs calculées

Etude de la viscosité des résines additivées

Parmi les solutions d'additifs disponibles, notre attention s'est portée sur les Nanostrength M52N, développés par Arkema [Nan08]. Les précédentes études menées par S. Denneulin [Den12], et R.M. Boumbimba [Bou17, Bou14] montrent qu'un taux d'additif compris autour de 10% est suffisant pour améliorer les propriétés à l'impact de panneaux sandwich. En revanche, l'utilisation de système époxyde additivé n'est rendue possible que par l'ajout d'un diluant réactif dans le mélange, permettant l'imprégnation des tissus par moulage au contact [Bou14]. Cette solution n'étant pas disponible pour le système époxyde choisi, la diminution de la viscosité de la résine ne peut être obtenue dans notre cas, que par une augmentation de la température du mélange.

Afin de préparer un système époxyde contenant deux taux massiques d'additif Nanostrength, nous avons suivi le même protocole que celui présenté par Boumbimba dans la publication [Bou14]. La résine SR1710 seule et l'additif sous forme de poudre sont placés dans une étuve à T=130°C pendant une heure afin de supprimer toute trace d'eau. La quantité de poudre est ensuite ajoutée à la résine pour atteindre les taux massiques choisis et la résine est mixée à l'aide d'une pâle d'agitation pendant 2 heures à une vitesse de 300 tours par minute. Une fois l'additif dissous dans la résine pure, la résine additivée peut être stockée sous cette forme jusqu'à utilisation [Nan08].

Les valeurs de viscosité obtenues pour un taux de 10% en additif montrent que la température minimale d'infusion est de 45°C. En dessous de cette température, le mélange est trop visqueux pour envisager l'infusion. Un essai préliminaire sur résine additivée a permis de déterminer que la longueur caractéristique de 75cm nécessite un temps compris entre 30 et 40 minutes pour un taux d'additif de 10% en masse, et cela pour un système maintenu à respectivement T=50°C et T=45°C. A T=45°C, l'étude présentée dans le tableau 4 montre que le temps ouvert pour le système avec durcisseur standard est d'environ 10 minutes. Il était donc impossible d'infuser correctement le système SR1710 + NS + SD8824 dans ces conditions.

Afin de réussir le remplissage de la préforme avec une résine additivée, le taux de Nanostrength dans la résine fût diminué à 7%. L'utilisation d'un durcisseur lent est également apparu comme nécessaire et celui ci fût utilisé pour tous les mélanges contenant des additifs NS. Ce

durcisseur présente des valeurs de viscosité similaires au durcisseur standard, mais le temps ouvert disponible pour le remplissage de la préforme est environ quatre fois plus long.

Nous avons vérifié le protocole de détermination des viscosités des résines à partir d'une mesure en volume réel et une en volume réduit pour le système époxyde avec additifs. La figure 23 montre en rouge une mesure unique effectuée en volume réel et en volume réduit, ainsi que les droites (en échelle logarithmique) passant par ces points, dont le coefficient directeur est le même que sans additifs NS. Nous avons par la suite relevé les valeurs expérimentales sur volume réel et sur volume réduit et nous avons vérifié que ces mesures correspondaient bien aux valeurs attendues.

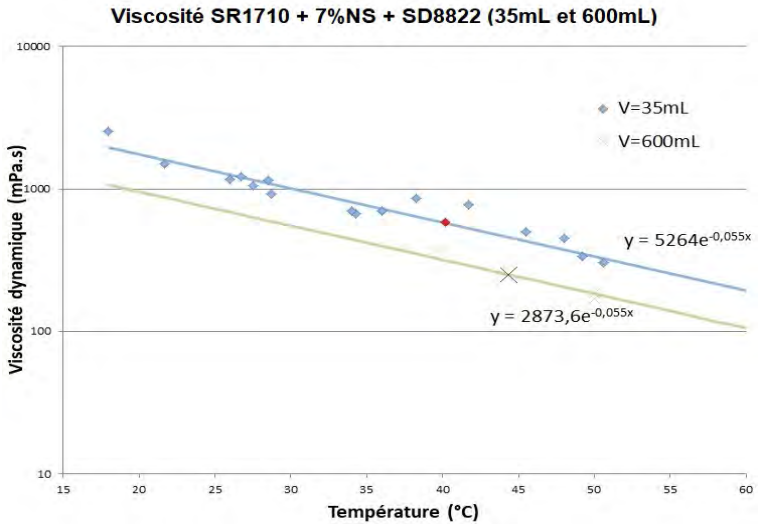

FIGURE 23 – Mesures de viscosité réelle et en volume réduit sur le système SR1710 + 7%NS + SD8822.

Pour la suite de l'étude, trois systèmes époxydes seront utilisés, SR1710 + SD8824, SR1710 + SD8822, SR1710/7%NS + SD8822. Les valeurs de viscosité en fonction de la température initiale du mélange pour ces trois systèmes sont présentées figure 24 (en échelle logarithmique).

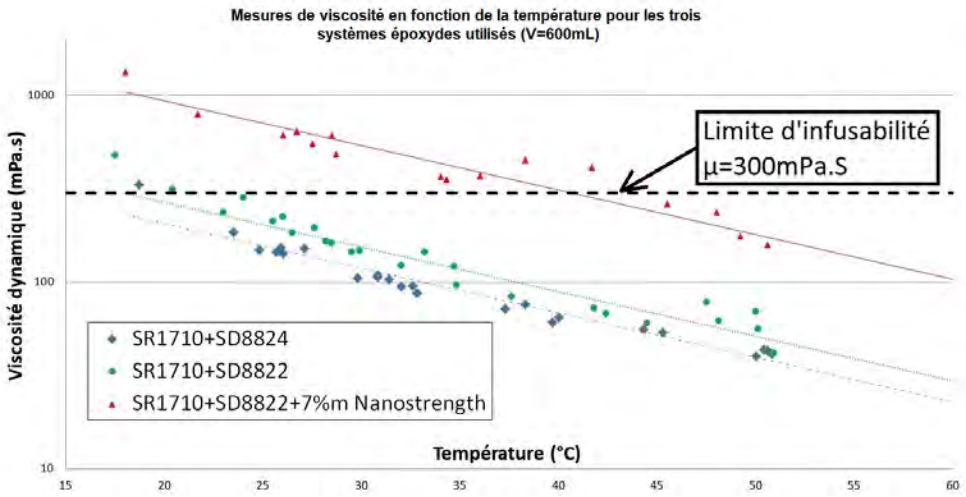

FIGURE 24 – Valeurs des viscosités dynamiques initiales en fonction de la température de mélange.

Ces courbes montrent que la viscosité des deux systèmes époxydes non-additivés sont similaires (moins de 10% de différence). La viscosité du mélange additivé est en revanche 3 à 4 fois supérieure suivant les températures. Nous pouvons également constater que la limite d'infusabilité optimale de µ=300mPa.S (correspondant à une infusion à température ambiante pour les systèmes époxydes non-additivés), limite l'infusion de la résine avec 7% en masse d'additifs NS à des températures supérieures à T=40°C.

Détermination des températures optimales d'infusion

La résine SR1710 ayant été développée pour l'infusion à température ambiante [Sic16], la température minimale d'infusion choisie pour cette étude a été fixée à 25°C, température correspondant à la température ambiante maximale atteinte dans la salle de préparation du laboratoire. Dans nos conditions expérimentales, la température maximale d'infusion avec le durcisseur standard étant de 50°C, nous décidons que celle-ci est la température maximale pour l'étude, quelque soit le durcisseur. Nous avons également constaté que les températures de 40°C et 50°C permettaient l'infusion correcte de résine additivée. Afin de représenter les températures minimales, maximales, et intermédiaires d'infusion, trois températures sont finalement choisies : 25°C, 40°C et 50°C.

Lors des infusions de résine sur âme en mousse, un problème de compatibilité est cependant apparu. Après réticulation et cuisson des panneaux sandwich, dans le cas où le système époxyde SR1710 + SD8822 et l'âme du sandwich étaient chauffés à 50°C, l'interface âme/peau présentait d'importants vides de matière. En conséquence, l'utilisation du système SR1710 + SD8822 fut limitée à des températures inférieures ou égales à 40°C. Les températures des systèmes époxydes utilisées sont résumées dans le tableau 5.

$T_{préf}$	SR1710 + SD8824	SR1710 + SD8822	SR1710/7%NS + SD8822
25°C	✓	✓	⊗
40°C	✓	✓	✓
50°C	✓	que si $T_{préf} \leq 40$°C	que si $T_{préf} \leq 40$°C

Tableau 5 – Valeurs de températures pour les trois systèmes époxydes utilisés.

I.3.3 Procédé d'infusion one-shot

Afin de valider les choix faits, en terme de températures, tissus d'environnement et géométries d'âmes, un certain nombre d'essais préliminaires ont été menés. Parmi ceux-ci, les principaux ont porté sur l'infusion simultanée des deux faces d'une âme pleine, l'optimisation de la géométrie de l'âme, et sur l'aspect de surface des échantillons obtenus.

Infusion double face

Les premières infusions double face ont été réalisées avec une âme mesurant 50x20 cm^2 et de 1 cm d'épaisseur afin de valider le principe. Ces infusions ont permis de mettre en évidence l'impossibilité d'infuser telle quelle la face inférieure. La figure 25 montre un résultat de test de principe. Les traits noirs sur l'image sont séparés de 5 cm.

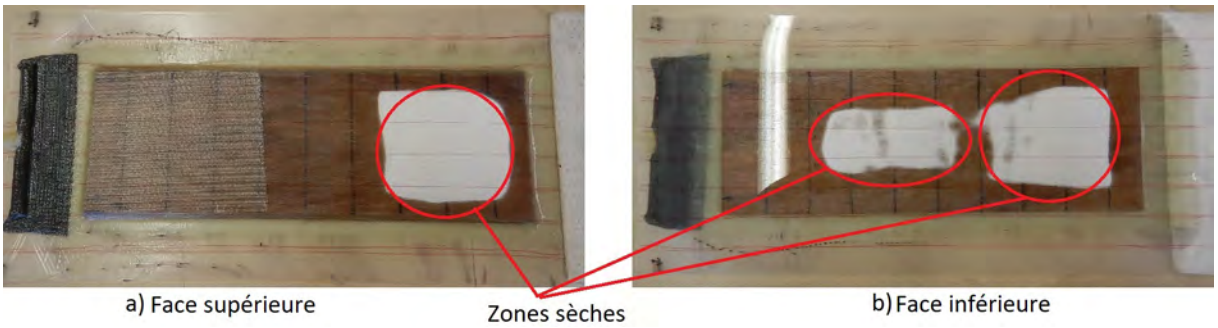

FIGURE 25 – Résultat d'infusion sur une âme en contreplaqué.

Lors de l'infusion (de la gauche vers la droite sur la figure), il est apparu que les plis de fibres sèches situés sur les cotés de l'âme créaient des chemins préférentiels pour le passage de la résine. En conséquence l'apparition de zones sèches situées sur les faces supérieures et inférieures était inévitable. On peut noter que sur la face supérieure l'infusion semble s'être déroulée sans problème sur la partie couverte par la grille drainante. Enfin, la partie inférieure du sandwich révèle que les parties imprégnées de résine sont celles à proximité des chemins préférentiels. La résine a pu progresser par capillarité depuis ces zones vers l'intérieur de la face inférieure, cependant toute cette zone n'a pas pu être totalement imprégnée. Plusieurs méthodes ont été testées afin de limiter les chemins préférentiels tout en assurant l'imprégnation correcte de la face inférieure. En couvrant la totalité de la surface supérieure du sandwich par de la grille

drainante, la vitesse de progression de la résine dans les chemins préférentiels était équivalente à la vitesse de progression de la résine dans la grille drainante. Une feuille de séparateur micro-perforé fut également placée entre la grille drainante et le tissu d'arrachage afin d'améliorer la répartition de la résine lors du remplissage. L'infusion de la face supérieure se fit correctement et le risque d'apparition de zone sèche était supprimé. Il fut décidé d'utiliser de la grille drainante sur les deux faces du sandwich et après vérification et validation, la méthode fut appliquée pour la suite de l'étude.

Problèmes dus à la géométrie

L'application d'une grille drainante sur les deux faces du sandwich a effectivement permis le remplissage de la préforme fibreuse sans création de zones sèches. Cependant, il est apparu une difficulté lors de la fabrication, liée à la géométrie de l'âme. L'épaisseur importante de l'âme (e=4cm) implique une différence de distance à parcourir entre la face supérieure et la face inférieure. Outre les problèmes de drapabilité des tissus en surface supérieure de l'âme au niveau des changements de géométrie, la différence de longueur parcourue correspond à deux fois l'épaisseur (cf figure 26a). En utilisant une pente en montée et en descente de résine (cf figure 26b), le positionnement des tissus est facilité, et la différence de distance parcourue est réduite.

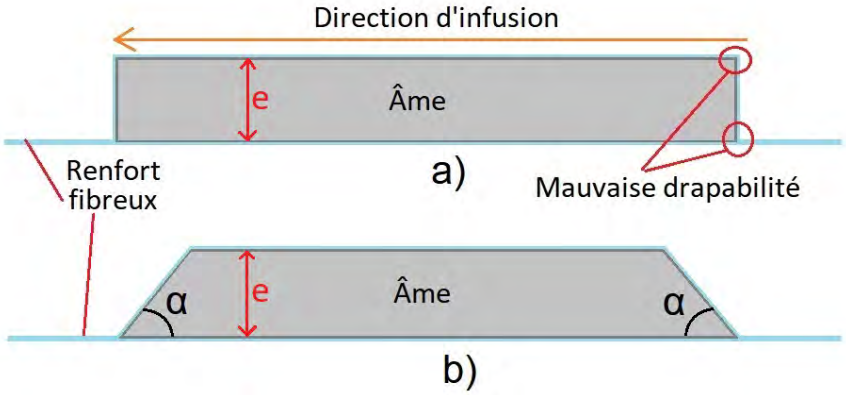

FIGURE 26 – Différence de longueurs infusées.

En taillant une montée et une descente d'un angle α, la différence de longueur infusée ΔL entre la face supérieure et la face inférieure, est calculée suivant l'équation :

$$\triangle L = 2.e(\frac{1}{\sin\alpha} - \cos\alpha) \tag{5}$$

Afin de conserver une surface utile optimale tout en minimisant la différence de longueur infusée, l'angle α=45° est choisi. Dans ce cas, et pour une âme épaisse de e=4cm, on obtient $\triangle l = 3,3$cm. La géométrie choisie pour le reste de l'étude consistera en une pente en montée et en descente, les parois verticales étant laissées nues et non couvertes de renfort fibreux. La figure 27 montre un exemple de sandwich pendant l'infusion et utilisant cette géométrie.

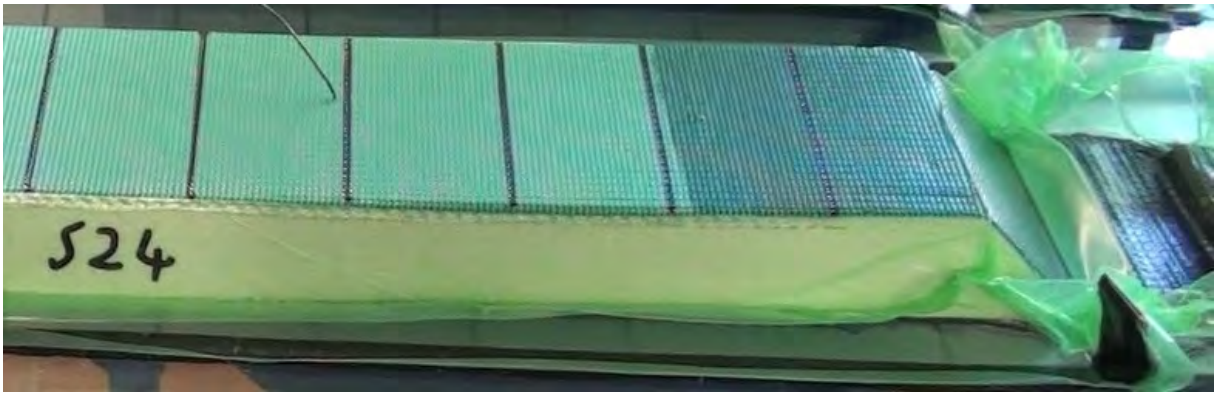

FIGURE 27 – Géométrie pour infusion de résine liquide.

Les dimensions globales du panneau infusé sont également choisies pour optimiser la fabrication. La table d'infusion présentée sur la figure 5 limite la largeur utile à 60cm. La nécessité d'avoir des plages techniques sur les cotés du panneau sandwich limite les dimensions de l'âme à 60x40 cm^2. Ces dimensions permettent de couper 12 échantillons dans le panneau (3 rangées de 4 colonnes) mesurant 15x10 cm^2 conformément aux normes Airbus AITM 1-0010 [Sus17b] pour les essais d'impacts tout en laissant des zones mortes entre les rangées d'échantillons. Ces zones sont conservées et permettent de faire des mesures de taux de porosité et de taux de fibres. La disposition des échantillons sur un panneau sandwich est présenté figure 28.

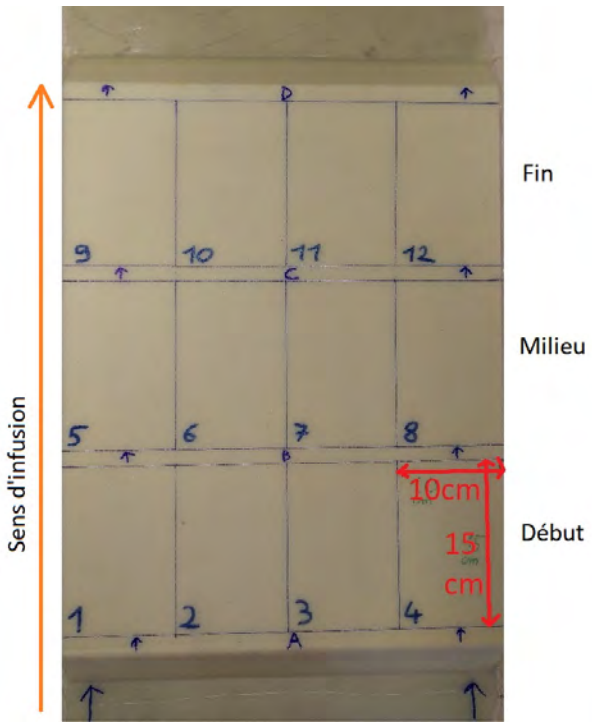

FIGURE 28 – Disposition et référencement des échantillons sur un panneau sandwich.

Lors de la fabrication des premiers panneaux sandwich, nous avons observé une différence de vitesse de progression de la résine entre les faces supérieures et inférieures. La figure 29 montre un instantané pris 60 secondes après le début d'infusion.

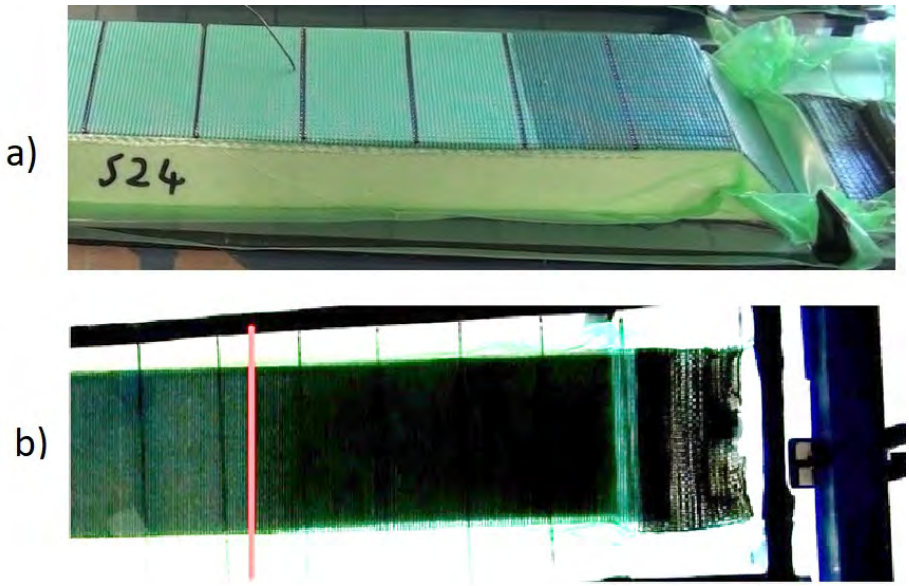

FIGURE 29 – Infusion à t = 60s, a) face supérieure, b) face inférieure.

La face supérieure présente une longueur infusée d'environ 15 cm, tandis que la face inférieure présente une longueur infusée d'environ 23 cm. Le calcul précédent montre pourtant une différence théorique de $\triangle L = 1,65$ cm. La géométrie n'est donc pas la seule explication de la différence de vitesse d'infusion. L'observation de la figure 29a) montre une surface quadrillée en face supérieure. Celle-ci est causée par la géométrie de la grille drainante. La bâche à vide venant compacter l'ensemble de la préforme, cette dernière vient épouser la géométrie de la grille. La perméabilité de la grille drainante sur la face supérieure est donc dans ce cas réduite. La grille drainante sur la face inférieure se trouve contre le moule rigide (la plaque de verre), et sa perméabilité n'est pas changée. La vitesse de progression de la résine est donc modifiée, et afin de conserver la géométrie du drainant en face supérieure, une plaque de plexiglas rigide est placée entre le drainant et la bâche à vide.

Aspect de surface

Parmi les méthodes d'identification des endommagements, nous avons choisi d'utiliser une méthode de Contrôle Non Destructif (CND), la Thermographie InfraRouge (TIR). Cette méthode est présentée en détail dans la partie consacrée à la détection des endommagements (Partie II.4.3). Les premiers essais d'impact (II.1.2) et l'observation en TIR ont révélé un problème d'observation déjà évoqué dans les travaux d'E. Perronet [Per12]. Les figures 30a) et 30b) montrent les résultats d'observations en TIR sur des échantillons impactés.

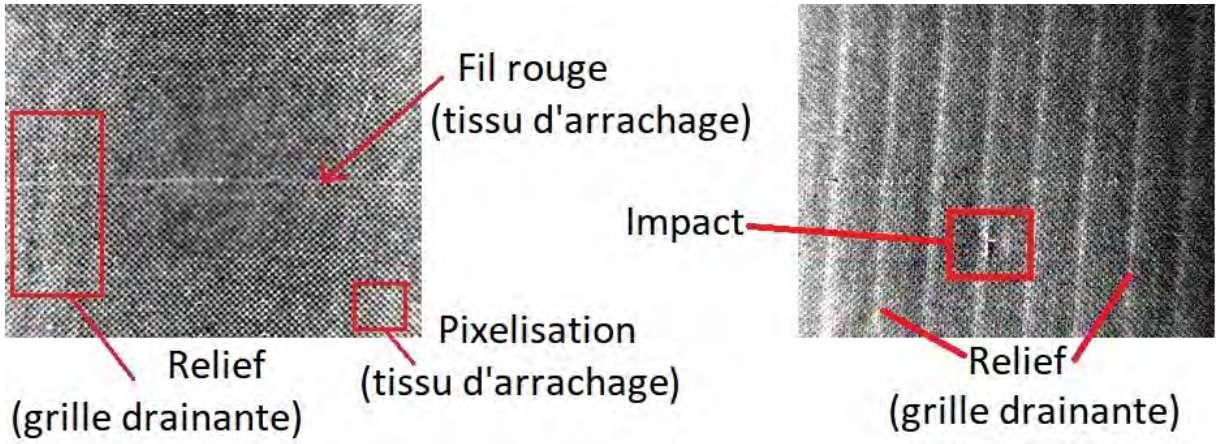

FIGURE 30 – Observations brouillées en TIR.

La pixelisation apparente est causée par le tissu d'arrachage, tandis que les « vagues » sont causées par la géométrie de la grille drainante utilisée lors des premiers essais. En conséquence l'utilisation de tissu d'arrachage a été supprimée et remplacée par un complexe drainant comprenant un séparateur micro-perforé. Ce complexe permet également de moins marquer les pièces (effet de vagues atténué et ne gênant pas l'observation en TIR).

I.4 Protocole final

Suite à ces constatations de contraintes de temps d'infusion, de viscosités, de compatibilités entre l'âme et les résines, un protocole de préparation de la préforme sèche est présenté. Le protocole durant et après l'infusion est également décrit.

I.4.1 Renfort des peaux composites

Le renfort des peaux composites choisi pour cette étude est un sergé 2/2 équilibré, constitué de fibres de verre E, de masse surfacique 300g/m^2. Les propriétés de la fibre utilisée sont rappelées dans le tableau 6.

Caractéristiques		Nominal	
Poids surfacique	g/m²	290	
Armures		Sergé 2/2	
Compatibilité (ensimage)		Époxyde	
Construction		Chaine	Trame
Nature de fibre		Verre E (EC9 68 x 3)	Verre E (EC9 68 x 3)
Nombre de fils	par cm	7	7
Distribution du poids	%	50	50
	g/m²	145	145
Épaisseur	mm	0,23	

Tableau 6 – Propriétés du Sergé 2/2 de fibres de verre E [Sic17c].

Afin de représenter au mieux les conditions d'endommagement des structures réelles, nous avons choisi d'utiliser trois plis de sergé 2/2 de verre sur chaque face du sandwich, avec une âme de 4cm d'épaisseur. Sur les prototypes, le sergé 2/2 de verre a été positionné à 0°,en prenant comme direction principale la longueur du porte-essieu. Nous avons donc choisi d'orienter tous les plis de la même façon en alignant les fils de chaine avec la direction d'infusion. La séquence d'empilement utilisée pour la préforme sèche est donc $[(0°/90°)_3/\hat{A}mePSEE/(90°/0°)_3]$.

I.4.2 Matrices et cycles de cuisson

Le système SR1710 + SD8824 constituant la matrice de référence pour cette étude, nous avons choisi d'appliquer le cycle préconisé pour ce système à toutes les plaques fabriquées durant cette étude. La fiche produit de la résine SR1710 [Sic16] préconise divers cycles de polymérisation-cuisson pour les systèmes à durcisseur standard (SD8824) et à durcisseur lent (SD8822). Ces cycles sont rappelés dans le tableau 7.

	SR1710 + SD8824 (Standard)	SR1710 + SD8822 (Lent)
$t_{attente}$ à 20°C	20 heures	9 heures
$t_{attente}$ à 30°C	9 heures	5 heures
« Cuisson » minimum	20 heures à 50°C	24 heures à 40°C
« Cuisson » recommandée	16 heures à 60°C	8 heures à 60°C

Tableau 7 – Cycles de polymérisation préconisés [Sic16].

Dans le cas de composites monolithiques de fortes épaisseurs (e>3mm), des temps d'attente à 20°C et à 30°C sont recommandés par le fabricant, afin d'éviter l'exothermie dans le composite. Malgré l'épaisseur faible de stratifié, nous avons fait le choix d'attendre une nuit complète à température ambiante. La préforme infusée est ensuite placée dans l'étuve pendant 8 heures à $T_{cuisson}$=60°C.

I.4.3 Matériaux d'âme

Le procédé de fabrication des panneaux de PSEE entraine la formation d'une pellicule lisse et imperméable en surface. Après infusion, cette pellicule marquera l'interface entre les peaux et l'âme du sandwich. Les panneaux de PSEE étant constitués de mousse à cellules fermées, en enlevant la pellicule supérieure, il deviendrait alors possible de permettre une légère pénétration de la résine dans l'épaisseur, et un déplacement de l'interface âme-peau. L'étude de Mir et al. [Mir11] sur les composites sandwich à âmes en liège révèle l'influence de la densité de l'âme sur les propriétés en flexion. Les âmes de plus faible densité sont plus susceptibles d'absorber de la résine dans les espaces vides entre les granulés de liège. Cette pénétration dans l'épaisseur rend le sandwich plus rigide mais plus fragile et augmente son module en cisaillement.

Pour cela des panneaux de PSEE de même densité et provenant du même fabriquant ont été sélectionnés (référence URSA XPS N III L). Deux épaisseurs ont été utilisées : e=6cm et e=4cm. Les panneaux de 6cm d'épaisseur ont ensuite été progressivement rabotés dans une dégauchisseuse-raboteuse jusqu'à atteindre une épaisseur de e=4cm. Cette méthode nous permet d'obtenir un état de surface identique sur tous les panneaux rabotés et de maitriser correctement l'épaisseur finale des plaques. Si les panneaux PSEE présentent un état de surface lisse grâce à la pellicule de surface, le passage dans la dégauchisseuse-raboteuse permet d'obtenir un état de surface rugueux. De cette façon, l'étude pourra également traiter de l'influence de l'état de surface de l'âme sur les propriétés à l'impact.

I.4.4 Protocole de préparation de la préforme sèche

La mise en place de la préforme sèche comprend les étapes de préparation du moule (ici une plaque de verre minéral) et des plaques de plexiglass, la mise en place des tissus d'environnement et des renforts fibreux, et la préparation de la bâche à vide. Le procédé utilisé ayant été optimisé en terme de découpes et de géométries, cette préparation prend environ 2h30 min, en comptant la vérification de l'étanchéité de la préforme sèche. La longueur totale d'infusion à parcourir par la résine est de 75 cm. Il est important de noter que cette longueur caractéristique comprend des zones tampon en entrée et en sortie d'infusion. La structure sandwich ne mesure que 60x40 cm^2 et la zone utile servant à la découpe d'échantillons est de 45x40 cm^2.

Dans le protocole mis en place pour la préparation de la préforme sèche, la première étape consiste à nettoyer les plaques de verre (minéral et acrylique), à l'aide d'un grattoir et de les dégraisser à l'alcool. Sur la plaque de verre minéral, le périmètre d'étanchéité est immédiatement posé sous forme d'un joint butyl. De cette façon, aucun produit ni fibre ne se trouve entre la plaque et le joint d'étanchéité. Cette précaution assure la pose d'une poche à vide hermétique. Les plaques de verre sont ensuite couvertes d'agent démoulant et lustrées. Une rampe d'infusion, constituée d'épaisseurs superposées de grille drainante munie d'une gaine spiralée, est positionnée en entrée de résine, permettant un front d'avancée de résine quasi-rectiligne, comme on peut le voir sur la figure 31.

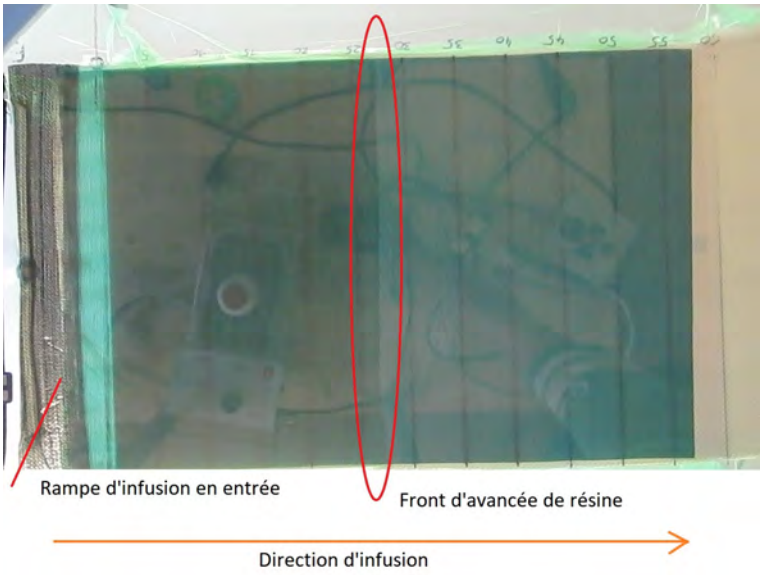

FIGURE 31 – Exemple de front d'avancée de résine.

La grille drainante est ensuite positionnée sur toute la longueur de l'âme, puis les trois plis de fibres de verre (avec les fils de chaine parallèles à la direction d'infusion), et l'âme. La symétrie est ensuite appliquée, avec trois plis de fibres de verre orientés de la même façon, la grille drainante, et les plaques de verre acrylique. La prise de vide est positionnée 10 cm après la pente descendante de l'âme et une épaisseur de frein de résine est positionnée entre la prise et les fibres de verre. Ce frein permet une répartition de la prise de vide sur toute la largeur de la plaque. La figure 32 présente une coupe de la préforme sèche dans un plan parallèle à la direction d'infusion.

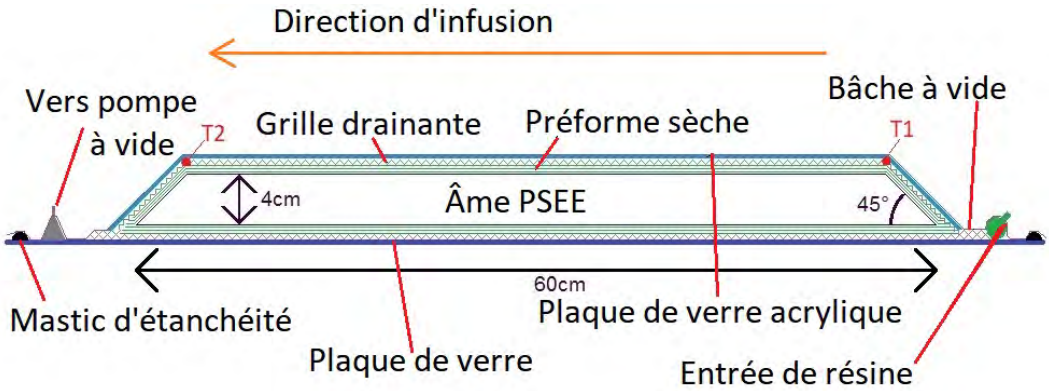

FIGURE 32 – Schéma de principe d'infusion one-shot de sandwich.

Une fois la préforme sèche préparée, la bâche à vide est mise en place sur les joints d'étanchéité. Afin de vérifier l'étanchéité de la préforme, un vacuomètre est branché sur la prise de

sortie afin de vérifier que le niveau de vide est constant pendant au moins 10 minutes. Si cette condition est vérifiée, la préforme est chauffée en vue de l'infusion de résine liquide.

I.4.5 Mise en température des constituants

Comme vu dans la partie consacrée aux températures optimales d'infusion (I.3.2), trois températures d'étude ont été sélectionnées, 25°C, 40°C, 50°C. L'étude de Wang et al. [Wan12] portant sur l'observation de la progression du front de résine grâce à des thermocouples a montré que lorsque le renfort fibreux et la résine n'étaient pas à la même température, un échange thermique important avait lieu, pouvant être à l'origine de différences de propriétés mécaniques dans le composite produit. Le chauffage de la résine diminuant la viscosité de la résine, on retrouve souvent cette méthode pour accélérer le remplissage de la préforme. Nous avons cherché à déterminer l'influence de ce chauffage sur les propriétés à l'impact du composite. Nous étudierons également l'influence de la différence de température entre la préforme $T_{préf}$ et la résine $T_{rés}$ sur les propriétés des plaques obtenues. Pour cela, deux séries de plaques sont préparées, une série isotherme ($T_{préf} = T_{rés}$) et une série an-isotherme ($T_{préf} < T_{rés}$). Un essai supplémentaire an-isotherme extrême a également été réalisé, avec le système époxyde maintenu dans un bain d'eau glacée à $T_{rés}$=10°C, tandis que la préforme était chauffée dans l'étuve à $T_{préf}$ = 50°C. Les combinaisons de températures étudiées sont présentées dans le tableau 8.

	Combinaison de températures	$T_{préf}$ (°C)	$T_{rés}$(°C)
Isotherme	1	50	50
	2	40	40
	3	25	25
An-isotherme	4	40	50
	5	25	50
An-isotherme extrême	E	50	10

Tableau 8 – Températures d'infusion.

I.4.6 Protocole durant l'infusion

Après avoir préparé la préforme sèche de la structure sandwich, l'ensemble est placé dans une étuve à la température $T_{préf}$ pendant une durée de 2h. La résine, le durcisseur, le pot de mélange, ainsi que le mobile et l'étrier de protection du viscosimètre sont placés à la température $T_{rés}$. Une masse totale de résine de 750 grammes (résine + durcisseur) est préparée et une mesure de viscosité sur 600 mL est effectuée. Le pot de résine est ensuite replacé dans le bain-marie afin de le maintenir en température pendant toute la durée de l'infusion. La pompe à vide est réglée pour fournir une dépression à -985mbar constante pendant toute la durée de l'infusion. La résine est ensuite laissée libre de remplir la préforme sèche (toujours maintenue en température dans l'étude). Durant l'infusion, des vidéos sont enregistrées, permettant de mesurer l'avancée du

front de résine en face supérieure et en face inférieure. La température dans le pot de résine est également vérifiée tout au long de l'infusion afin de s'assurer que l'élévation de la température ne dépasse pas 5°C avant la fin de l'infusion. Deux thermocouples (T1 et T2 sur la figure 32) permettent également de contrôler la température du front de résine en début et en fin d'infusion. Lorsque la résine a complètement rempli la préforme et atteint la zone tampon en fin de plaque (prise de vide), l'entrée de résine et la sortie sont simultanément clampées. La préforme remplie est alors sortie de l'étuve et laissée à l'air libre pendant une nuit, puis cuite à T=60°C pendant 8 heures, conformément au cycle décrit précédemment (I.4.2).

Lorsque le cycle de cuisson est terminé, les panneaux polymérisés sont laissés à température ambiante pour redescendre progressivement en température. Une fois la température ambiante atteinte, les tissus d'environnement sont enlevés et les panneaux sont découpés à l'aide d'une scie diamantée sous aspersion d'eau. Les échantillons sont nettoyés et étuvés avant d'être stockés, prêts à être impactés.

I.4.7 Combinaisons des paramètres étudiés

L'ensemble des combinaisons de paramètres d'élaboration étudiés pendant cette étude est résumé dans le tableau 9. La nomenclature des panneaux fabriqués est : [$T_{préf}$] en °C - [$T_{rés}$] en °C - Abréviation de l'état de surface : [L ou R], respectivement pour Lisse ou Rugueux - Type de durcisseur : [S ou L], respectivement pour Standard ou Lent - Présence ou non de Nanostrength [S ou A], respectivement pour Sans ou Avec. Par exemple, la plaque 40-50-R-L-A est fabriquée avec une préforme chauffée à 40°C et une résine chauffée à 50°C. L'âme a été rabotée et le système époxyde contient le durcisseur lent et des Nanostrength. Les plaques 50-50-L-L-S et 50-50-R-L-S présentent un risque d'échec en raison de l'incompatibilité du durcisseur avec l'âme à ces températures (cf I.3.2), d'où leur identification en rouge dans le tableau. Ces panneaux sont tout de même réalisés et les essais d'impact sont réalisés.

		Âme lisse		
		Durcisseur standard (SD8824)	Durcisseur lent (SD8822)	
Températures (°C)				
$T_{préf}$	$T_{rés}$	Sans additif	Sans additif	7%m NS
50	50	50-50-L-S-S	50-50-L-L-S	/
	10	50-10-L-S-S	/	/
40	50	40-50-L-S-S	40-50-L-L-S	40-50-L-L-A
	40	40-40-L-S-S	40-40-L-L-S	40-40-L-L-A
25	50	25-50-L-S-S	25-50-L-L-S	25-50-L-L-A
	25	25-25-L-S-S	25-25-L-L-S	/

		Âme rabotée		
		Durcisseur standard (SD8824)	Durcisseur lent (SD8822)	
Températures (°C)				
$T_{préf}$	$T_{rés}$	Sans additif	Sans additif	7%m NS
50	50	50-50-R-S-S	50-50-R-L-S	/
40	50	40-50-R-S-S	40-50-R-L-S	40-50-R-L-A
	40	40-40-R-S-S	40-40-R-L-S	40-40-R-L-A
25	50	25-50-R-S-S	25-50-R-L-S	25-50-R-L-A
	25	25-25-R-S-S	25-25-R-L-S	/

Tableau 9 – Bilan des paramètres étudiés.

Conclusion

Dans cette partie nous avons décrit les réflexions qui nous ont conduit à la mise en place d'un protocole de fabrication de panneaux sandwich par infusion de résine liquide. Un état de l'art des procédés aéronautiques de fabrication de composites à structure sandwich a montré que les procédés voie liquide, et en particulier les procédés d'infusion de résine liquide, constituent une solution particulièrement intéressante. La fabrication de structures sandwich ayant une résistance à l'impact est tout à fait envisageable avec ce procédé. L'utilisation de résines thermoplastiques ou simplement d'additifs nano-dimensionnés permet d'améliorer la résistance à l'impact des composites, cependant les viscosités des systèmes infusés doivent être pris en compte. Dans le cadre de cette étude, l'emploi de résines époxydes est privilégié. L'étude des viscosités des systèmes époxydes envisagés a permis de répondre à certaines de ces questions, et également de délimiter un cadre de faisabilité de l'étude. L'importance des choix faits sur la nature des mousses, et des différents renforts fibreux est également présenté. Nous avons restreint ces options aux tissus de verre et aux mousses PSEE pour ce projet.

Le développement d'un procédé de fabrication one-shot de panneaux a mis au jour un certain nombre de difficultés à surmonter. De même, les considérations de géométries ont orienté nos choix en termes de tissus d'environnement et de mise en place de la préforme. Les paramètres d'élaboration sélectionnés sont représentatifs de solutions industrielles et permettent à l'étude de balayer une gamme de choix réalistes.

Les essais préliminaires ont montré l'influence des tissus d'environnement sur l'état de surface final des pièces fabriquées et par conséquent des problèmes induits lors de contrôle non destructif en thermographie infrarouge. Nous avons également montré que la géométrie de la préforme sèche avait une forte influence sur le bon déroulement du remplissage de la préforme. La formation de chemins préférentiels dûs à un positionnement non-optimisé des renforts fibreux entraine des défauts d'imprégnation. Un travail sur la géométrie de l'âme et sur le positionnement des plis de fibres de verre a permis de résoudre ces problèmes. De même, l'infusion simultanée des deux peaux du panneau sandwich a montré la différence de vitesse d'avancée de résine sur les faces, causée par la grille drainante. L'application d'un renfort rigide entre la grille drainante et la poche à vide permet d'obtenir une perméabilité de la grille drainante équivalente sur les deux faces du sandwich.

L'étude des viscosités des résines sélectionnées pour cette étude a montré l'importance primordiale des températures retenues. Le chauffage des constituants permet d'abaisser la viscosité apparente de la résine, augmentant la vitesse de progression dans les tissus, mais diminuant également le temps disponible pour remplir la préforme. Nous avons également développé un protocole de mesure des viscosités en volume réduit. Cette méthode permet de déterminer rapidement et économiquement la viscosité d'une résine sur une plage de température. Dans le cadre de cette étude, le protocole a permis d'effectuer de très nombreuses mesures sur les divers systèmes époxydes utilisés, avec différents taux d'additifs, et dans diverses conditions de température. Nous avons ainsi pu délimiter un cadre d'étude et des conditions de température représentatives.

Le procédé « One-shot » développé durant cette thèse permet l'infusion simultanée des deux

peaux de la structure, en utilisant des âmes épaisses. Ces âmes ne présentent pas de géométrie particulière facilitant l'infusion et pouvant créer des zones de fragilité lors d'une sollicitation en impact. La robustesse du protocole permet l'utilisation de plusieurs combinaisons de paramètres sans changer le principe de fabrication. Les panneaux obtenus ont des dimensions représentatives d'applications industrielles et permettent le prélèvement d'un nombre conséquent d'éprouvettes à impacter. Il est également possible de récupérer à partir de ces panneaux, des informations sur la qualité de la structure produite (vitesses d'avancée de la résine, taux volumique de fibres, taux volumique de porosité).

Une fois le procédé de fabrication fixé et les paramètres matériaux étudiés, l'influence de ces derniers sur la résistance à l'impact des composites produits a été étudiée. La seconde partie de cette étude s'attachera aux tests d'impact effectués sur les échantillons préparés, et sur les différents comportements et endommagements constatés.

Deuxième partie

Essais d'impact, comportements et endommagements observés

Dans le cadre du projet pour le 35ème RAP, les endommagements constatés sur les matériels correspondent à des impacts de faibles énergies et faibles vitesses, dus à des chocs lors de la dépose des matériels sur des surfaces rocailleuses. Nous pouvons restreindre les moyens d'essais à des impacts sur tour de chute et négliger les essais d'impact balistiques (canons à poudre, canons à air comprimé). Les endommagements attendus sont de type « à peine détectables », communément désignés BVID (Barely Visible Impact Damage).

La problématique de la résistance des matériaux composites aux impacts est tout particulièrement critique dans le domaine aéronautique [Tro15], où on doit protéger les structures des débris éventuels, des conditions climatiques telles que la chute de grêle, de chutes d'objets, ou simplement de coups lors d'opérations de manutention. La bibliographie sur le sujet couvre différents domaines d'étude, aussi bien la caractérisation des impacts, la simulation, la détection des endommagements, ou l'influence de la fabrication des structures sur leur réponse à l'impact. L'utilisation de la technique d'infusion de résine liquide appliquée à la fabrication de structures sandwichs est en revanche moins étudié [Mon17a, Mon17b]. De même, le lien entre les paramètres d'élaboration et le comportement des structures à l'impact est encore mal compris. Nous avons choisi de nous intéresser à ce lien en impactant des structures sandwichs fabriquées avec des conditions différentes et d'étudier les différences de comportements et d'endommagements à l'impact. Dans cette partie nous présenterons le dispositif utilisé pour impacter les échantillons, ainsi que la méthodologie appliquée, en recoupant l'état de l'art, les moyens disponibles, et les premières constatations expérimentales. Nous verrons ensuite la démarche utilisée pour classer les comportements à l'impact, et les endommagements constatés. Nous présenterons également une méthode de détection et de caractérisation des endommagements par thermographie infrarouge.

II.1 Dispositif d'impact et protocole expérimental

Le principe de base d'un essai d'impact sur tour de chute est de laisser tomber une masse connue le long de guides vers la plaque qu'on souhaite impacter. L'échantillon est maintenu, ou non, en bas de la tour de chute par différents systèmes de fixation, comme des sauterelles ou un système à vis [Mon17b, Ari15, Ces07, Kan00]. Selon l'outillage disponible, il est possible de modifier la hauteur de chute, la masse de l'impacteur, la géométrie de l'impacteur, d'ajouter un système de ressorts permettant de donner plus d'énergie initiale à l'impacteur, de modifier le système de fixation de l'échantillon, ou de suivre l'impact grâce à différents capteurs. D'autres systèmes peuvent être mis en place afin de répondre à des conditions particulières, par exemple un montage donnant un angle aux échantillons [Iva15], un système permettant d'impacter des

plaques précontraintes [Kur15], ou une enceinte refroidie pour des impacts à basse température [GdR05].

On considère que l'essai d'impact se déroule dans les conditions de chute libre. Connaissant la hauteur de chute ainsi que la masse de l'impacteur, on détermine l'énergie de l'impacteur au moment du contact avec l'échantillon à partir de la définition de l'énergie mécanique $E_m = m.g.h$. Divers capteurs permettent de déterminer les caractéristiques d'impact telles que la vitesse de l'impacteur, le déplacement en temps réel de l'impacteur, ou le déplacement de la face opposée à l'impacteur. L'étude des protocoles d'essai décrits dans la littérature montre une grande variété dans les énergies choisies, en fonction des phénomènes physiques souhaitant être reproduits [Cha, Shi08, Mam08, Mir11, Sah06, Fen13, Esn16, Maj03, Oli95, Liu06, Gon11, Jan89].

II.1.1 Tour de chute et échantillons

La tour de chute utilisée à l'Espace Clément Ader est un dispositif à poids tombant développé par S.Rivaillant durant ses travaux de thèse [Riv03a]. Ce dispositif permet la chute libre d'un poids de 1 ou 2 kg, d'une hauteur maximale de 5 mètres, soit une énergie d'impact maximale d'environ 100 J. Le dispositif d'impact tel qu'il a été utilisé durant la thèse est présenté sur la figure 33.

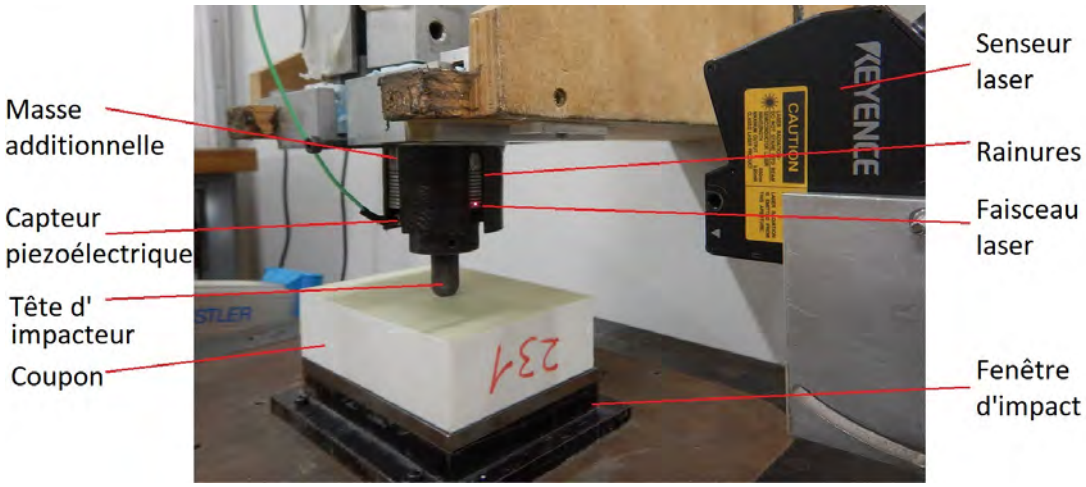

FIGURE 33 – Tour de chute.

L'impacteur est constitué par l'ensemble Tête + Cellule de charge + Masse additionnelle. La masse totale de l'impacteur utilisé est de m_{tot}=2.066 kg. L'impacteur a un profil hémisphérique d'un diamètre de 16 mm. La tête de l'impacteur possède un épaulement situé à 22 mm de son extrémité. Les dimensions principales de l'impacteur utilisé pendant cette étude sont rappelées sur la figure 34.

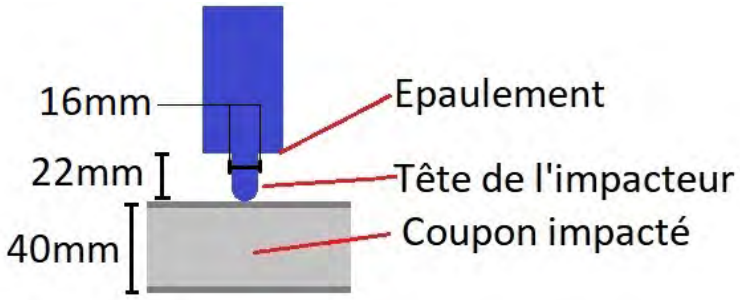

FIGURE 34 – Dimensions de l'impacteur.

La tour de chute est équipée de deux capteurs, une cellule de charge et un senseur laser. La cellule de charge (constituée d'une rondelle piézoélectrique Kistler de capacité 120 kN) permet d'obtenir la force appliquée sur le coupon impacté, et le senseur laser permet d'obtenir la vitesse de déplacement de l'impacteur au moment du contact avec l'échantillon.

Les données recueillies pendant l'impact sont transmises à une station d'acquisition Genesis Gen7Ta à enregistrement continu. Le déclenchement de l'évènement d'impact est fixé sur l'excitation de la cellule de charge. La station transfère alors 50ms de données, dont 40% avant le déclenchement, soit 20 ms avant le contact impacteur/échantillon et 30ms après. La fréquence d'acquisition du système est de 1 MHz.

La norme Airbus AITM 1-0010 pour les essais d'impact et de CAI donne des dimensions de 150x100 mm^2 pour les éprouvettes d'impact. La configuration du dispositif d'infusion nous permettant d'obtenir, pour chaque infusion, douze coupons correspondant aux tailles dictées par la norme. Ces douze coupons sont disposés en trois rangées de quatre échantillons. Nous avons fait le choix d'impacter trois échantillons de chaque rangée, et d'en conserver un par rangée en cas de problème de mesure, ou pour effectuer d'autres essais. Le dispositif expérimental initial ne permettant pas de maintenir correctement l'échantillon sur la fenêtre d'impact, nous avons fait le choix de ne pas venir brider la face impactée, mais de les laisser en appui simple sur la fenêtre d'impact.

II.1.2 Détermination des paramètres d'impact

Afin de déterminer les paramètres d'impact utilisés dans ce projet, une étude de la bibliographie a permis de montrer le vaste choix de protocoles d'impact. Dictés par des considérations matérielles, de normes, ou en fonction des phénomènes observés, nous avons pu déterminer qu'il n'existait pas qu'une seule méthode valable pour toutes les situations. A partir de l'état de l'art, nous avons donc cherché à comprendre comment les paramètres pouvaient être choisis et appliqués à notre étude.

État de l'art

On peut classer en quatre catégories les essais d'impact rencontrés dans la littérature :

— Les essais « évènementiels », pour lesquels on choisit E_{impact} en fonction d'endommagements réels qu'on souhaite reproduire en laboratoire.
— Les essais normés, lors desquels les chercheurs ont suivi des protocoles pré-établis.
— Les essais « logistiques », dont les conditions dépendent du matériel à disposition.
— Les essais « prédictifs », pour lesquels on ne connait pas les valeurs d'énergie à l'avance, mais on balaie des valeurs qu'on suppose proches.

Le tableau 10 résume une partie des paramètres rencontrés dans la littérature.

Auteur(s)	Energie (J)	Paramètres d'impact	Justification
Alemi-Ardakani et al. [AA15]	200	12,35kg - 5,69m/s	Norme ASTM D7136 [Int]
Arikan et Sayman [Ari15]	20/50/80/110	5kg	Répétition d'impacts jusqu'à perforation
Boumbimba et al. [Bou13], [Bou14]	5,3/8,8	1,77kg - h=0,3m / 1,77kg - h=0,5m	/
Kepnang [Kep11]	35	/	Reproduction d'impacts supérieurs au BVID
Gomez et al. [GdR05]	2 à 13	3,62kg	Endommagements minime jusqu'à perforation
Gonzales et al. [Gon11]	19,3/28,6/38,6	/	Obtention de délaminages inter-plis
Escalé [Esc13]	900/2500	64g - 170m/s et 240m/s	Norme Airbus/BVID
Kang et Kim [Kan00]	30 à 150	/	Obtention de délaminages inter-plis
Njionhou et al. [Nji11]	35	/	BVID
Garnier [Gar11]	25	3kg - h=0,849m	BVID
Reis et al. [Rei12]	6/12/21	3,005kg	Taille importante sans perforation
Gustin et al. [Gus05]	5 à 45		Reproduction d'endommagements
Taraghi et al. [Tar14]	45	7,11kg	Perforation de l'échantillon de référence
Düring et al. [Dü15]	9/16/28/37/50	/	Effet de la protection en fonction de l' E_{impact}
Olsson [Ols00]	10	/	Comparaison basse vitesse, grande masse/faible masse, haute vitesse

Tableau 10 – Exemple de paramètres d'impacts rencontrés dans la littérature.

Suite à l'étude des différents protocoles expérimentaux rencontrés dans la littérature, ainsi que des paramètres d'impacts associés, nous avons effectué un balayage en énergie par incréments

de 5J, allant de 5J à 40J. Les différents endommagements obtenus sont ensuite analysés afin de déterminer l'énergie d'impact la plus représentative des endommagements trouvés sur les prototypes.

Valeurs d'énergie et de vitesse retenues

Grâce à l'observation des prototypes en service, nous avons pu déterminer que les impacts réels sur les structures se faisaient à basse vitesse, et pour des énergies inférieures à 100 J. Les premiers essais d'impact sur nos échantillons ont montré que des impacts entre 5 J et 15 J permettaient d'obtenir le type d'endommagements observés en conditions réelles. Nous avons fait le choix de fixer l'énergie d'impact E_{impact} à 10J pour tous les essais. Avec cette énergie d'impact, la hauteur de chute correspond à :

$$h = \frac{Eimpact}{g.m_{tot}} = \frac{10}{9,81.2,066} = 49\,cm$$

De même, si on fait l'hypothèse qu'un cas de chute libre sans frottement est réalisé, alors :

$$E_{impact} = E_{cinétique} = \frac{1}{2}m.v^{\mathbf{2}}$$

donc

$$v = \sqrt{\frac{2.E_{impact}}{m_{tot}}} = \sqrt{\frac{2.10}{2,066}} = 3,1m.s^{-1}$$

Cette étude se trouve donc effectivement dans le cadre de l'impact basse énergie / basse vitesse. Lors des essais, les valeurs réelles d'E_{impact} se situent en réalité entre 9J et 10J et la vitesse d'impact est comprise entre 2,9 et 3,1 $m.s^{-1}$. Cette variation est sans doute due aux frottements avec le bâti de la tour de chute.

II.2 Dépouillement des essais d'impact

Une fois les données d'impact acquises, un protocole de traitement des résultats a été développé afin d'être appliqué tout au long du projet.

II.2.1 Analyse des résultats

Les premières observations des courbes de force en fonction du temps montrent la présence d'un signal périodique parasite pouvant gêner les observations. Un exemple de signal brut en sortie de station d'acquisition est présenté figure 35.

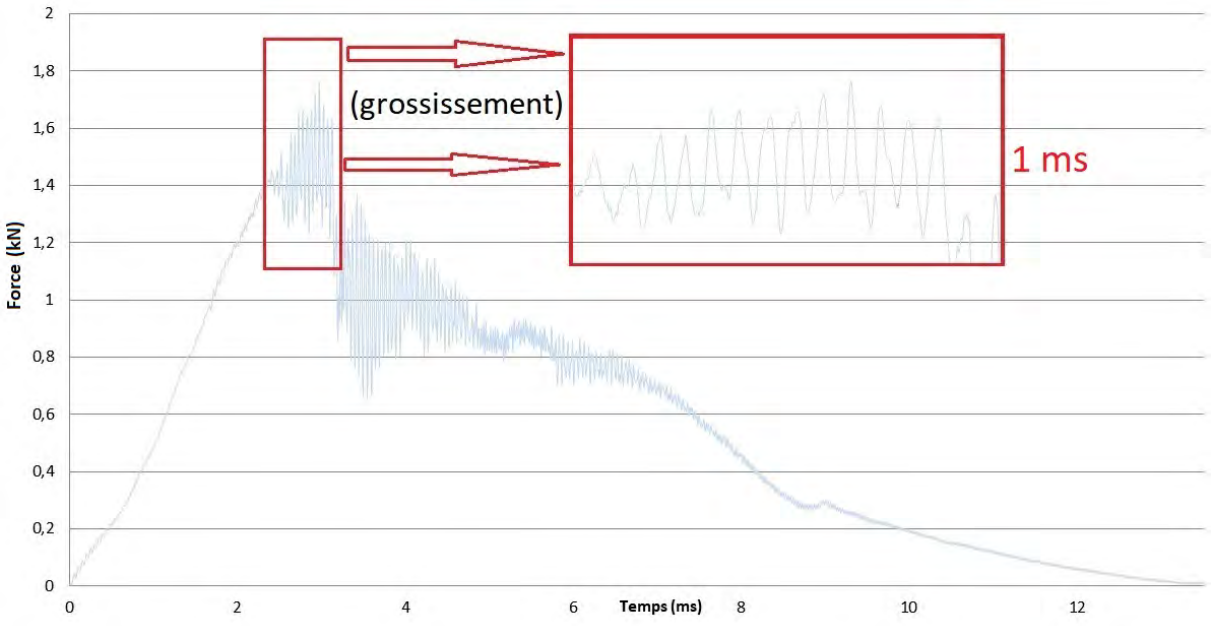

FIGURE 35 – Exemple de courbe brute Force=f(t).

La bibliographie montre que ce type de bruitage est courant (figure 36), et dû à la propagation de l'onde de compression dans la tour de chute.

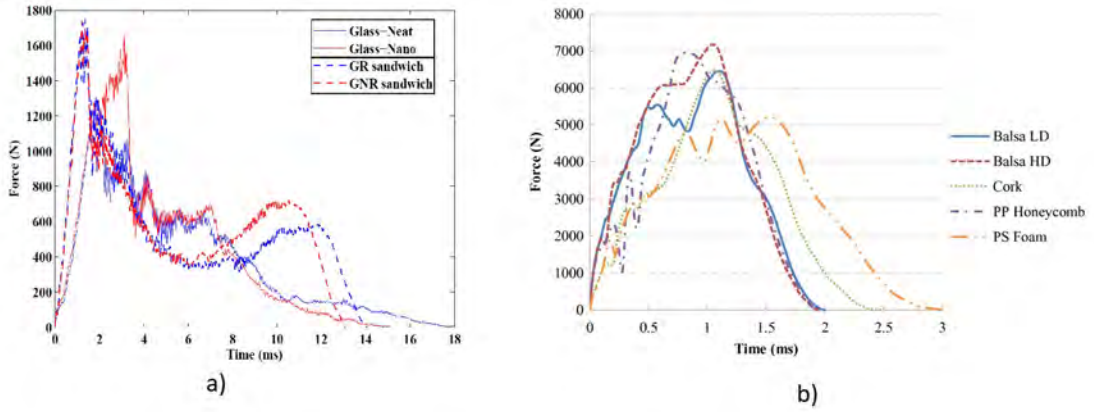

FIGURE 36 – Exemple de courbes bruitées a)[Ram14], b)[Wan16].

Les bruitage observables sur la figure 36 a) et b) correspondent aux parasites observables sur nos courbes. Dans ces deux études les parasites ont été constatés et pris en compte comme potentiellement néfaste à l'analyse des courbes, mais aucune mesure n'a été prise pour les atténuer ou pour filtrer le signal.

Une analyse par Transformée de Fourier Rapide sous Scilab (code fourni dans l'annexe A) d'un signal bruité est présenté figure 37.

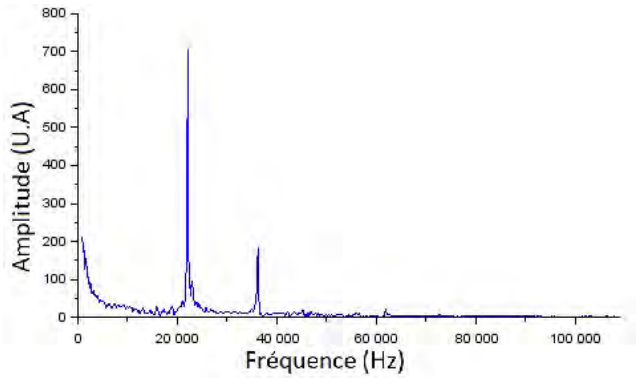

FIGURE 37 – Transformée de Fourier Rapide du signal F=f(t).

Deux pulsations sont remarquables, dont celle de plus forte amplitude à une fréquence de 22 kHz. La longueur totale de l'impacteur (de la tête de l'impacteur au bout de la masse additionnelle) est de l=13 cm. La vitesse de propagation d'une onde mécanique dans de l'acier est d'environ 5000 m.s^{-1}. Un rapide calcul montre que pour parcourir un aller retour dans l'impacteur, cette onde mettra :

$$t = \frac{d}{v} = \frac{2.13.10^{-2}}{5000} = 5,2.10^{-5}s \tag{6}$$

Ceci correspond à une fréquence de 19 kHz, résultat cohérent avec la fréquence du signal parasite détecté. On peut donc conclure que ce pic correspond à la propagation d'une onde dans l'impacteur et n'est pas utile pour la suite de cette étude. Nous pouvons en revanche constater la présence d'un autre pic à une fréquence de 36 kHz, dont nous ne sommes pas arrivés à déterminer l'origine.

Afin de nettoyer le signal brut enregistré pendant l'impact, plusieurs traitements sont possibles. La méthode la plus simple consiste à utiliser une moyenne mobile. La fréquence d'échantillonnage pendant l'impact est de 1MHz et le signal parasite a une fréquence de 20 kHz, soit une période correspondant à 50 ms. L'intervalle d'acquisition étant de 1ms nous avons décidé d'appliquer une moyenne mobile centrée sur 51 valeurs (25 avant et 25 après), selon le système suivant :

$$\begin{cases} Pour\ \ i > 25 & F_i = \frac{1}{51}\sum_{j=i-25}^{i+25} F_j \\ Pour\ \ i \leq 25 & F_i = F_i \end{cases} \tag{7}$$

Cette moyenne mobile centrée sur la valeur i permet d'atténuer le bruit causé par les aller-retours de l'onde de compression dans l'impacteur et les courbes obtenues sont semblables à celles présentées figure 38. (Nota : La moyenne mobile n'est pas appliquée sur les 25 premières valeurs, mais l'impact n'étant effectivement enregistré par le système qu'après plus de 10.000 valeurs, ces 25 premières valeurs n'ont aucune influence.)

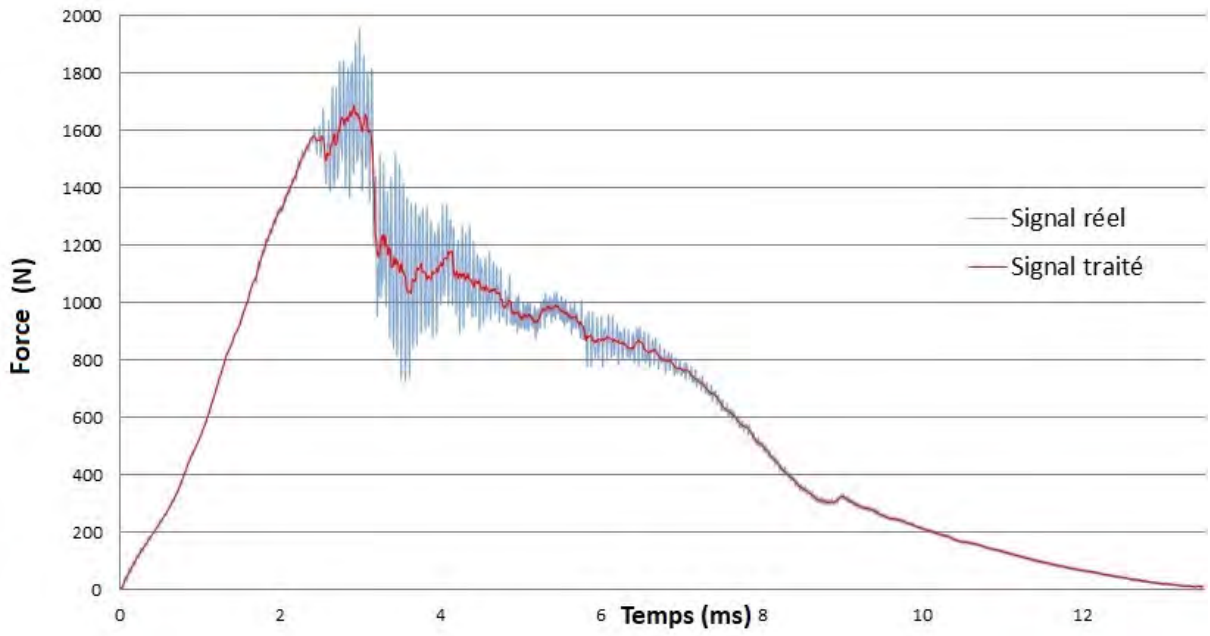

FIGURE 38 – Comparaison signal bruité/signal filtré.

Après ce traitement nous constatons que la valeur de la force au pic est diminuée d'environ 15%. La nature bruitée du signal original nous empêche de dire si cette valeur maximale est réellement due à l'essai d'impact ou au bruitage du signal. Une nouvelle analyse du signal traité par transformée de Fourier montre la disparition de l'autres signal parasite présent sur la figure 37 à f=36kHz. Ce signal étant présent à partir du contact avec le composite, nous supposons qu'ils est également causé par le système d'essais et non du à un phénomène physique intervenant pendant la propagation de l'impact, comme des endommagements.

Le capteur piézoélectrique étant compris entre la tête de l'impacteur et la masse additionnelle, la charge mesurée ne correspond pas à la charge réellement appliquée sur le composite, mais à la compression de la cellule entre la tête de l'impacteur et la masse additionnelle. En effectuant un bilan des forces sur la cellule de charge, on trouve que la force ressentie par le composite est calculée selon l'équation 8 :

$$F_{réelle} = \frac{m_{tot}}{m_{tot} - m_{tête}} F_{mesurée} \tag{8}$$

En appliquant la formule de la moyenne (éq. 7) sur l'équation précédente, on obtient :

$$F_{réelle,i} = \frac{m_{tot}}{51.(m_{tot} - m_{tête})} \sum_{j=i-25}^{i+25} F_{mesurée,j} \tag{9}$$

L'application du principe fondamental de la dynamique sur le coupon impacté donne la formule de l'accélération :

$$a_i = g - \frac{1}{m_{tot}}.F_{réelle,i} \tag{10}$$

On peut également exprimer l'accélération à l'instant i sous la forme :

$$a_i = \frac{v_i - v_{i-1}}{\triangle t} \tag{11}$$

On obtient ainsi l'expression de la vitesse à l'instant i :

$$v_i = v_{i-1} + \triangle t.a_i \tag{12}$$

De même, on peut exprimer le déplacement à l'instant i en fonction de la vitesse à l'instant i avec la formule :

$$\delta_i = \delta_{i-1} + \triangle t.v_i \tag{13}$$

Grâce au calcul du déplacement, on obtient l'énergie d'impact suivant :

$$E_i = E_{i-1} - m_{tot}.a_i.(\delta_i - \delta_{i-1}) \tag{14}$$

Pour mener à bien tous ces calculs, les données d'entrée sont : $F_{mesurée}$, m_{tot}, $m_{tête}$, et v_0. La vitesse initiale v_0 est calculée à partir des mesures faites par le détecteur laser (cf figure 33). La masse additionnelle étant pourvue de rainures de tailles et d'espacements connus, le détecteur laser renvoie un signal créneau. La crête du signal correspond à la partie haute de la rainure et le creux du signal à la partie basse de la rainure. La lecture du Δt entre plusieurs signaux crête correspond à la détection du même nombre de rainures, on en déduit la longueur vue par le laser et le Δt correspondant, donc la vitesse au moment de la détection par le laser. La détection se faisant au moment de l'impact du coupon, on considère que cette vitesse est v_0.

II.2.2 Valeurs clés du traitement des mesures

L'état de l'art sur l'impact montre qu'un certain nombre de valeurs caractéristiques sont exploitables durant l'impact. Selon l'étude à laquelle on se réfère dans la bibliographie, divers critères sont désignés comme principaux. On peut notamment retrouver : l'énergie absorbée par le composite (E_{abs}), l'énergie restituée à l'impacteur ($E_{élas}$), l'indentation maximale, la surface endommagée, la force au pic, le déplacement maximal. Dans le cadre de notre étude, nous avons fait le choix d'analyser une très grande partie de ces critères afin de déterminer l'éventuelle influence des paramètres d'élaboration sur chacun de ces critères. Durant la comparaison des résultats, nous avons pu constater que certains étaient plus critiques, comme le temps d'impact, la force maximale (F_{max}), le déplacement maximal (δ_{max}), et le pourcentage de l'énergie d'impact (E_i) restituée à l'impacteur. La figure 39 montre les différents paramètres retenus dans l'étude des comportements à l'impact.

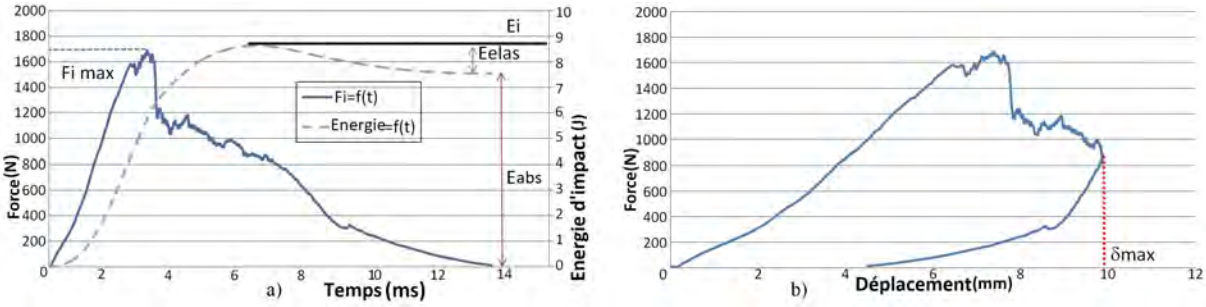

FIGURE 39 – Valeurs clés de l'étude des comportements.

II.3 Comportements mécaniques durant l'impact

Afin d'analyser l'influence des différents paramètres choisis pour la fabrication des panneaux composites, nous avons décidé dans un premier temps d'identifier les diverses réponses. Nous avons ainsi pu observer plusieurs comportements et types d'endommagements. Cette identification nous a permis de classer les différentes séries d'essais en fonction de leur réponse pour ensuite pouvoir remonter aux facteurs causant ces différences, c'est-à-dire les paramètres d'élaboration.

II.3.1 Comportements décrits dans la littérature

Reis et al. [Rei12] ont mesuré la réponse à l'impact de composites Kevlar/époxydes additivés de nanoparticules de liège. Lors de leurs travaux ont notamment été réalisés des essais d'impact à 6 J, 12 J et 21 J. Les énergies ont été enregistrées, et les courbes obtenues sont présentées sur la figure 40.

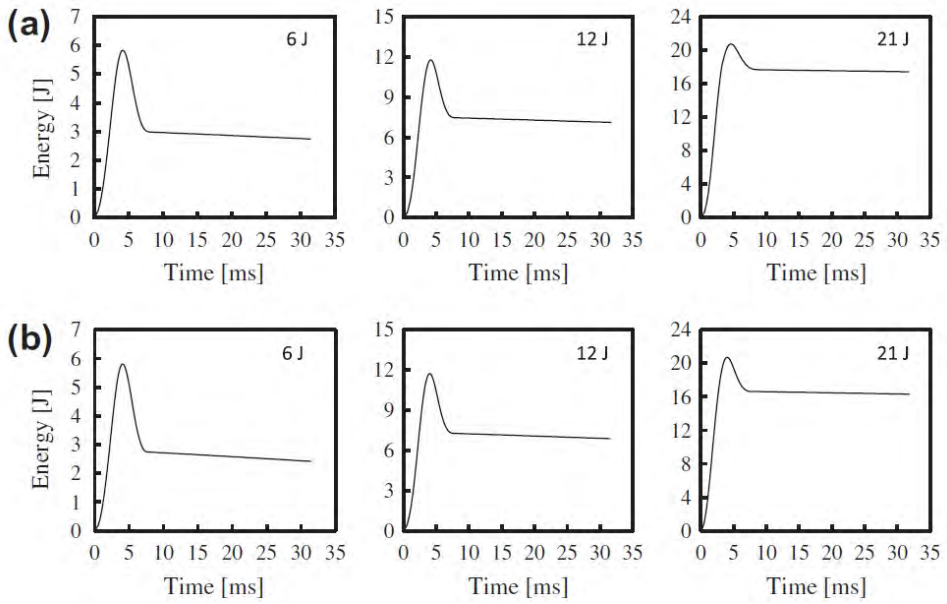

FIGURE 40 – Énergie en fonction du temps pour des composites Kevlar/époxydes (a) et Kevlar/époxydes+liège(b) [Rei12].

Ces courbes montrent qu'à l'instant de l'impact, l'impacteur a effectivement une énergie de 6, 12, ou 21 J, et qu'après l'impact, seule une partie de cette énergie initiale est restituée à l'impacteur. Dans les publications [Kan00, GdR05] portant sur différents matériaux, mais aux comportements semblables, les auteurs ont montré que le plateau observable sur les courbes de la figure 40 correspond à la perte de contact entre l'impacteur et l'échantillon. L'énergie au plateau est donc celle transmise au composite, qu'on notera E_{abs} pour énergie absorbée, et la différence entre l'énergie initiale de l'impacteur et l'énergie absorbée correspond à l'énergie élastique notée $E_{élas}$, que l'échantillon retransmet à l'impacteur après le contact initial. La publication [Rei12] donne également les valeurs de l'énergie d'impact pour lesquelles il n'y a plus de composante élastique. En effet, tant que la réponse du matériau possède une composante élastique, l'impacteur ne traverse pas l'échantillon. Inversement, si l'impacteur traverse le composite, on ne verra plus de composante élastique.

Les essais effectués dans le cadre de la thèse ont tous été réalisés à la même énergie (E_{impact}=10 J), mais avec des matrices différentes en fonction des paramètres de mise en oeuvre. L'$E_{élas}$ étant une des valeurs clés de notre étude, nous porterons une grande attention à ses variations en fonction des paramètres d'élaboration.

II.3.2 Comportements observés

Sur l'ensemble des essais d'impact réalisés, nous avons pu observer trois comportements distincts. Nous séparons ces comportements notamment par rapport aux allures des courbes, aux valeurs d'énergie enregistrées, aux valeurs de force au pic, et aux durées des impacts. Nous avons effectué une étude statistique consistant à moyenner les valeurs clés relevées pour chaque

combinaison de paramètres d'élaboration. Grâce à cette étude sur l'ensemble des séries d'essais, nous avons pu classer les échantillons, et nous avons également obtenu des valeurs moyennes représentatives de chacun des comportements.

Comportement I

Les courbes correspondant au comportement I sont marquées par une force au pic dont la valeur est proche de 1800 N (±150 N), un temps de contact supérieur à 13 ms (±1 ms), un déplacement maximal de 10 mm (±1 mm), et une valeur de $E_{élas}$ de 13 % (±4 %). La figure 41 montre un exemple représentatif de courbes observées dans le cas d'un impact avec un comportement I. La courbe de l'évolution de la force en fonction du temps montre trois phases : 1) une augmentation de la force jusqu'à atteindre F_{max}, 2) une diminution brutale (entourée en rouge sur la figure), 3) une deuxième diminution plus lente jusqu'à la valeur nulle. La pente initiale marque le chargement de l'échantillon par l'impacteur. Lorsque F_{max} est atteinte le composite a également atteint la charge max qu'il peut supporter et des endommagements apparaissent. Cette diminution brutale est le signe qu'une rupture instable se propage dans le composite [Gor14, Wan16]. Elle est également visible sur la courbe de la Force en fonction du déplacement (figure 41-b).

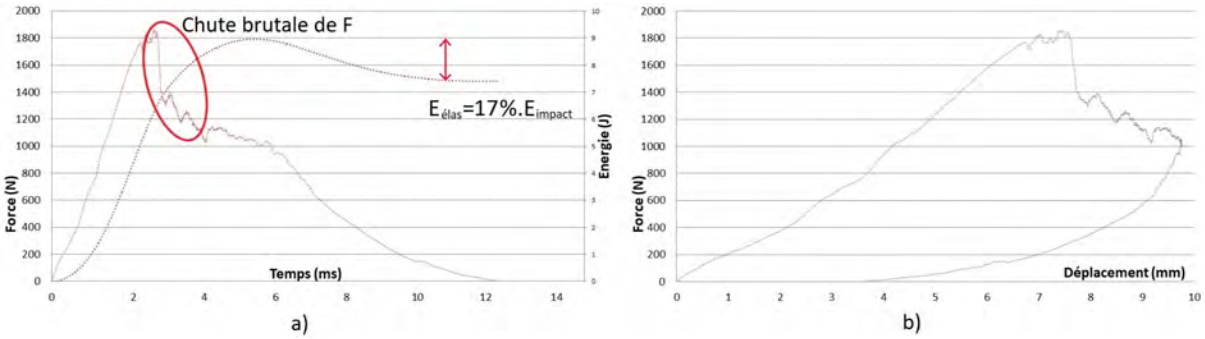

FIGURE 41 – Exemple de courbes pour le comportement I.

La chute de la valeur de la force représente une baisse rapide de la rigidité de la structure. Elle entraine de la fissuration matricielle et une propagation rapide de fissures à l'interface fibre-matrice. Le déplacement maximal de l'impacteur représentant environ 25 % de l'épaisseur totale du sandwich, des ruptures de fibres et une déformation permanente du sandwich seront observables. Ce comportement est représentatif d'une rupture fragile de l'échantillon.

Comportement II

Le comportement II est marqué par une F_{max} également située autour de 1800 N (±150 N) et un déplacement maximal de 10 mm (±1 mm), mais le temps de contact est de 12 ms (±1 ms), et l'$E_{élas}$ est de 23 % (±7 %). La forme de la courbe est marquée par une augmentation initiale jusqu'à F_{max}, puis une diminution initiale lente et une deuxième diminution plus rapide jusqu'à

revenir à la valeur nulle. La figure 42-b montre que la 2ème diminution de force sur la figure 42-a correspond en réalité au retour de l'impacteur (diminution de la valeur du déplacement).

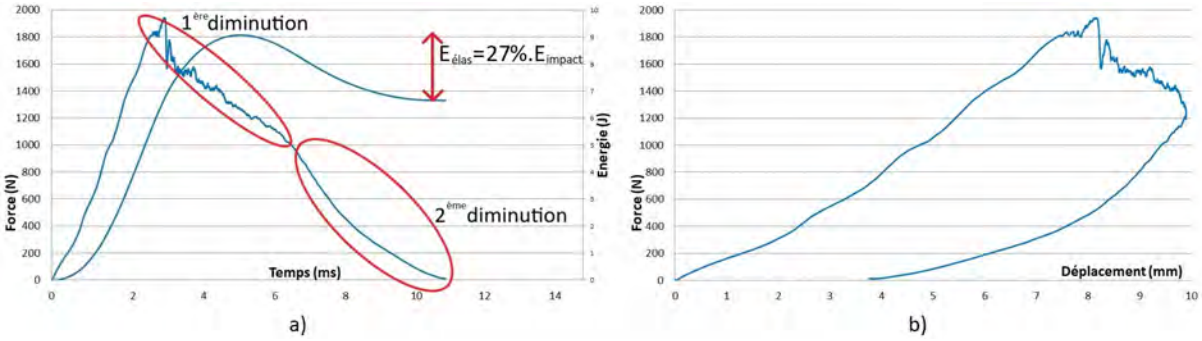

FIGURE 42 – Exemple de courbes pour le comportement II.

Comportement III

Sur la figure 43, on peut observer une F_{max} d'environ 1600 N (±100 N), un temps de contact de 10 ms (±0,5 ms), un déplacement maximal de 9 mm (±1 mm), et une valeur d'$E_{élas}$ de 35 % (±5 %). Ce comportement est particulièrement différentiable des deux autres par le plateau de force très marqué après avoir atteint F_{max}. Une fois la charge maximale atteinte, une légère diminution de la force suivie d'une augmentation est observable. Pendant la durée de ce plateau, la force de contact sur le composite est constante, les peaux se déforment, jusqu'à ce que la déformation maximale soit atteinte et que le composite ne se relaxe vers un état proche de celui d'origine. Ce relâchement coïncide avec la diminution de force jusqu'à ce qu'il n'y ait plus de contact entre l'impacteur et l'échantillon. La courbe 43-b montre bien le plateau de force correspondant à un déplacement de l'impacteur sans variation de la force de contact avec le composite.

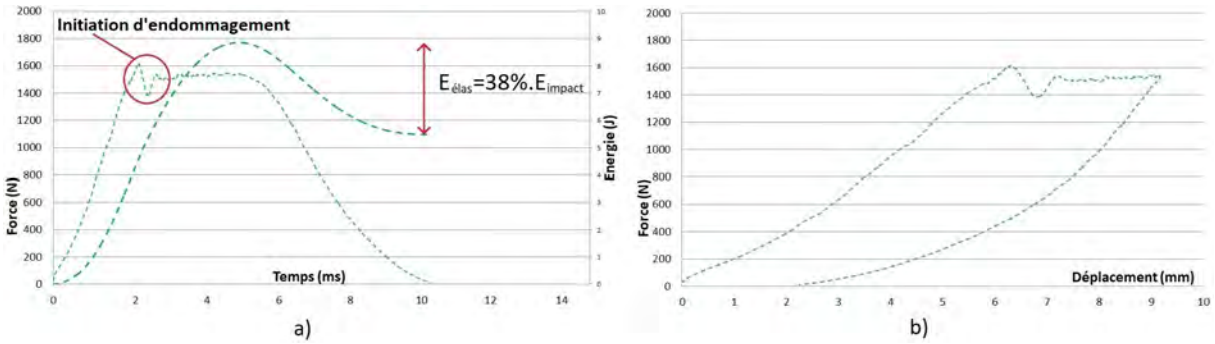

FIGURE 43 – Exemple de courbes pour le comportement III.

La légère diminution avant le plateau correspond à l'initiation d'un endommagement brutal dans le matériau comme l'initiation de la fissuration matricielle et délaminage âme/peau. Le

plateau observable par la suite peut correspondre à l'opposition du matériau au délaminage âme/peau. Une perte de rigidité et un cisaillement transverse dans la peau impactée peut également contribuer à ce plateau [Sus18]. Ce phénomène peut être représentatif d'une bonne adhésion entre les fibres et la matrice, et de propriétés ductiles dans la matrice. Après le plateau de force observable, la valeur de la force de contact entre l'impacteur et l'échantillon diminue jusqu'à être nulle. Dans cette situation l'E_{abs} est plus faible que dans les comportements I et II. Une grande partie est absorbée par la déformation du composite et par le décollement âme/peau. Suffisamment d'énergie est dissipée par ces mécanismes et ainsi la quantité restante n'est pas suffisante pour causer d'autres endommagements comme des ruptures de fibres. Nous considérons ce comportement comme ductile.

L'ensemble de ces trois comportements est superposé sur la figure 44.

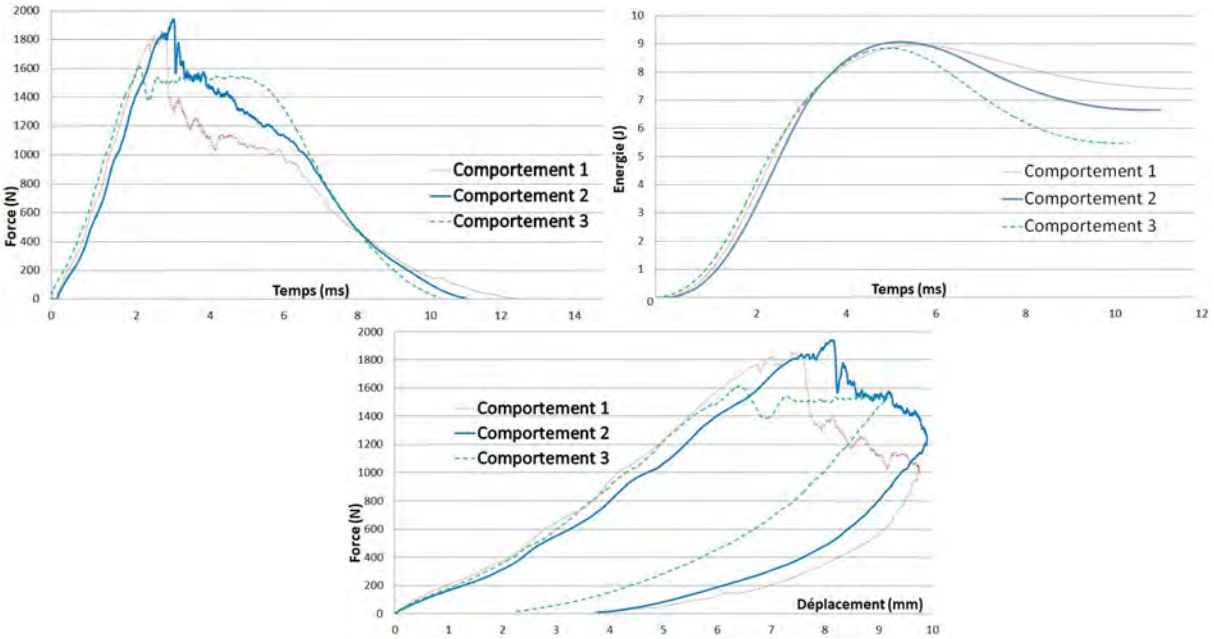

FIGURE 44 – Comportements observés F=f(t), E=f(t), F=f(δ).

La comparaison du comportement II avec les comportements I et III nous laisse envisager que ce comportement marque la transition entre les deux autres comportements observés. Les valeurs de F_{max}, de la durée d'impact, du déplacement maximal et de l'$E_{élas}$ (en pourcentage de l'$E_{élas}$ par rapport à E_{impact}), combinées aux profils des courbes, sont suffisants pour différencier les trois comportements. Ces valeurs sont comparées sur la figure 45.

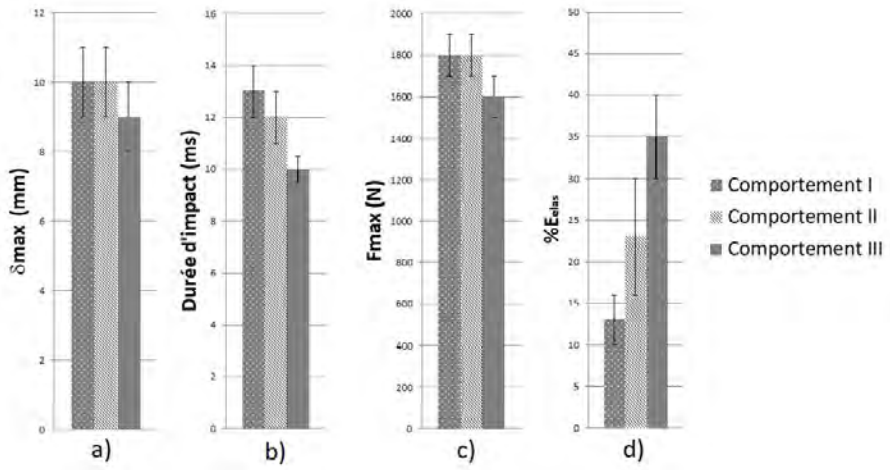

FIGURE 45 – Valeurs moyennes du déplacement maximal a), de la durée d'impact b), de la F_{max}c), et du pourcentage d'$E_{élas}$ d) pour les trois comportements observés.

Les caractéristiques de ces trois comportements sont résumées dans le tableau 11.

Comportement	Force max (N)	Durée d'impact (ms)	Déplacement maximal	Pourcentage d' E_{abs}	Allure des courbes F=f(t)
I	1800 ±150	13 ±1ms	10 ±1mm	13 ±4%	Chute brutale puis 2 diminutions
II	1800 ±150	12 ±1ms	10 ±1mm	23 ±7%	Pas de chute brutale avant 2 diminutions
III	1600 ±100	10 ±0,5ms	9 ±1mm	35 ±5%	Légère chute puis plateau de F

Tableau 11 – Caractéristiques des comportements observés.

II.4 Endommagements détectés

Après impact les échantillons relaxent pendant au moins 24h. Les endommagements sont alors observés visuellement, puis à l'aide d'une technique de contrôle non destructif. Une méthode d'observation destructive a également été mise en place afin d'observer l'endommagement dans l'épaisseur de la structure sandwich. Une étude de la bibliographie a permis de déterminer le type d'endommagements attendus et de les comparer avec ceux observés après nos essais.

II.4.1 Mécanismes de dissipation de l'énergie d'impact

Dans la partie consacrée aux comportements observés, nous avons vu que l'énergie d'impact transmise à un composite peut être décomposée en : $E_{impact} = E_{abs} + E_{élas}$. L'énergie absorbée

E_{abs} par le composite peut à son tour être décomposée en plusieurs termes, représentant les mécanismes d'endommagement du composite. Au cours de l'étude bibliographique, il apparait qu'en fonction des auteurs, les avis divergent concernant les phénomènes entrainant la ruine du composite. Kang & Kim [Kan00] considèrent que l'énergie absorbée par le composite comprend une composante transmise au système de fixation de la plaque, une dissipation en membrane et en flexion et une énergie d'endommagement comprenant le délaminage, les ruptures de fibres et la fissuration matricielle. Gonzalez et al. [Gon11] considèrent dans leur étude que le phénomène de délaminage étant lié à la fissuration matricielle et à la rupture d'interface fibres/matrice, ces trois phénomènes ne sont représentés que par une seule énergie. Reis et al. [Rei12] négligent les ruptures de fibres dans le cas du Kevlar et ne différencient pas les fissurations matricielles du délaminage. Dans ses travaux de thèse portant sur les blindages composites à matrice thermoplastique PEEK, Escalé [Esc13] associe la flexion du panneau cible à la composante élastique de l'énergie d'impact et englobe les fissurations matricielles, les délaminages et les ruptures de fibres dans la composante absorbée de l'énergie d'impact.

Nous pouvons constater que toutes les publications étudiées recensent les mêmes mécanismes de dissipation de l'énergie au point de vue théorique, cependant lors de leurs recherches expérimentales, certains phénomènes ont été négligés par rapport à d'autres. La suite de cette partie présentera les différents phénomènes tels qu'ils ont été étudiés dans la littérature et au cours de ce projet de thèse, un choix sera fait concernant leur importance relative.

Dissipation en membrane et en flexion

Contrairement à la composante élastique de l'énergie d'impact transmise au composite, une partie de l'énergie absorbée E_{abs} est dissipée par déformation irréversible du composite. Visuellement, on constate cette déformation en observant le composite qui après relaxation porte les traces de l'impact, comme une indentation permanente de la face impactée [Jan89]. Afin de calculer les valeurs des énergies dissipées par la déformation du composite en membrane et en flexion, Kang et Kim [Kan00] utilisent une méthode d'analyse d'images pour établir une représentation numérique en 3D d'une plaque déformée de composites époxyde-kevlar, présentée sur la figure 46.

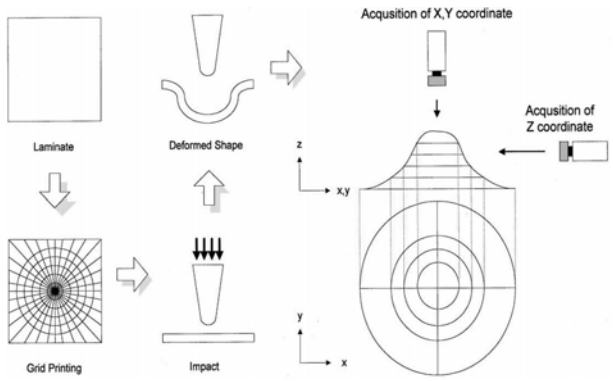

FIGURE 46 – Procédure d'analyse d'image pendant l'impact [Kan00].

Cette plaque est décomposée numériquement en éléments triangulaires dont l'évolution est suivie avant et après déformation par corrélation d'images. A partir de cette vue, ils peuvent remonter aux coordonnées des triangles puis aux énergies de déformation en membrane et en flexion associées à l'impact. Cette méthode de calcul est valable lorsqu'il n'y a pas perforation du composite, et permet la détermination de l'énergie d'impact dissipée par déformation du composite.

Fissuration matricielle

Lorsqu'on observe un stratifié monolithique à l'instant de l'impact et qu'on étudie la façon dont il vient se déformer, on peut décomposer l'action de l'impacteur comme une combinaison d'une compression dans le sens des fibres pour les couches supérieures du composite (face impactée) et une traction le long des fibres au niveau des couches inférieures. Dans le cas d'une structure sandwich, il est possible que la peau impactée ne soit sollicitée qu'en compression, tandis que la peau inférieure n'est sollicitée qu'en traction.

La compression de la matrice au point d'impact et la transmission de l'énergie d'impact au composite entrainent un cisaillement transverse dans l'épaisseur du composite. L'observation de coupes du stratifié, par tomographie ou observation directe, montre la propagation de fissures dans la matrice, que ce soit dans les plis suivant un cône d'endommagement orienté à 45° par rapport à l'axe de l'impacteur, ou le long de l'interface entre les plis de différentes orientations [Gar11, Yan16, GdR05, Sjo88]. La forme générale de cette fissuration matricielle est représentée figure 47. On peut distinguer deux types de fissurations ; celles orientées suivant le cône d'endommagement correspondent à la propagation de l'énergie d'impact dans l'épaisseur, traversant le stratifié, et une fissuration de la matrice pouvant être observée dans le dernier pli suivant l'axe des fibres. Cette dernière décohésion fibre-matrice est la réponse mécanique au comportement en traction évoqué plus tôt. On peut observer le même profil de fissuration dans le cas d'un essai de traction sur un composite unidirectionnel avec chargement perpendiculaire à l'axe des fibres.

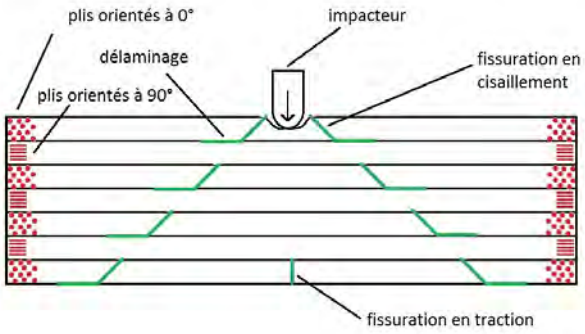

FIGURE 47 – Forme générale de la fissuration matricielle.

Dans le cas d'unidirectionnels empilés avec des orientations différentes, les délaminages aux interfaces entre les plis sont observables [Gon11, Lon15]. Dans le cadre de notre étude, nous

avons utilisé un tissu sergé et l'empilement des trois plis est selon les mêmes directions. Ces délaminages ne seront pas forcément observables, et l'épaisseur réduite de la peau composite peut également minimiser cet endommagement. En revanche, les essais préliminaires ont montré que lors d'impacts sur l'âme seule, un cône d'endommagement était très clairement observable, comme visible sur la figure 48.

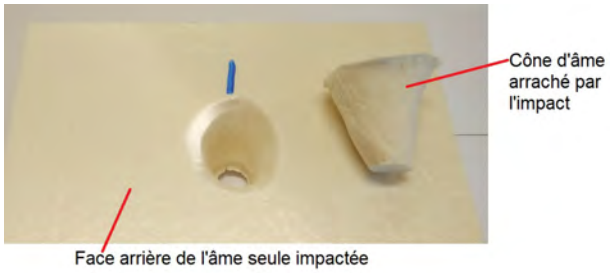

FIGURE 48 – Cône d'endommagement lors d'impacts sur l'âme seule.

Kang et Kim [Kan00] ont fait le choix de ne pas différencier l'énergie dissipée par fissuration matricielle de l'énergie dissipée par délaminage. En effet, il ne peut y avoir de délaminage sans fissuration matricielle pour la partie suivant le cône d'endommagement et l'énergie nécessaire à fissurer la matrice sur la face inférieure (fissuration en traction) est négligeable. Reis et al. [Rei12] font le même constat et considèrent que l'énergie dissipée par délaminage comprend une partie due à la fissuration matricielle.

Délaminage

L'étude de la bibliographie montre le lien existant entre la fissuration matricielle et le délaminage. La capacité de résistance d'un composite à un délaminage est quantifiée par la résistance au cisaillement interlaminaire (l'InterLaminar Shear Strength ou ILSS). Lorsque la fissuration matricielle intra-pli se propage dans l'épaisseur jusqu'à une interface entre deux plis superposés, on voit apparaitre une fissuration horizontale entrainant la perte de cohésion entre les couches [Oli95, Liu06, Gon11]. On parle dans ce cas de fissuration inter-plis. Il convient cependant de noter que le délaminage ne provient pas forcément d'une rupture de la matrice. En effet, l'étude des mécanismes d'adhésion entre la matrice et le renfort montre que la propagation de l'impact dans l'épaisseur peut entrainer une fissuration non pas dans l'épaisseur de la matrice, mais à l'interface entre la fibre et la matrice [Kal90]. Ce phénomène est généralement réduit par l'ensimage de la fibre permettant d'augmenter la cohésion fibre-matrice. On considère généralement ce mode d'initiation du délaminage lorsqu'on étudie le phénomène au niveau microscopique, tandis que l'étude macroscopique du délaminage considère deux autres modes d'initiation : le cisaillement entre les plis et la propagation de la fissuration matricielle à l'interface. Ces initiations correspondent aux modes 2 et 3 d'ouverture et de propagation de fissure [Nai01] représentés figure 49.

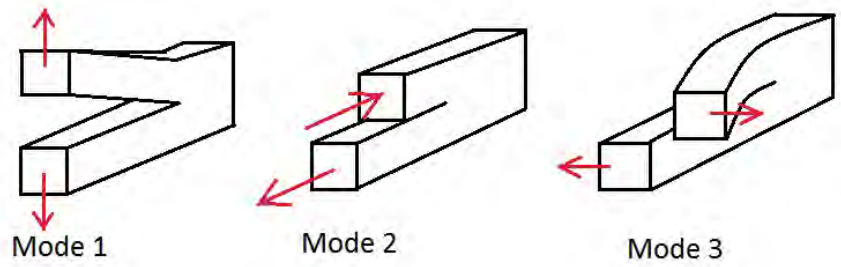

FIGURE 49 – Modes d'ouverture de fissures.

Sur ces figures le mode 1 correspond à l'ouverture, le mode 2 au cisaillement et le mode 3 au vissage [Esc13].

Afin d'évaluer l'énergie nécessaire au délaminage de deux couches de composite époxyde-kevlar, Kang et Kim [Kan00] ont réalisé des tests d'impact sur des composites épais (8 mm) à des énergies de 30J. En se plaçant dans ce cas particulier, l'équipe considère que l'énergie d'impact n'est pas suffisante pour déformer le composite et donc que l'énergie absorbée E_{abs} est celle provoquant le délaminage (pas de différenciation entre l'énergie de délaminage et celle dispersée par fissuration matricielle). En utilisant une technique de « deply », consistant à infiltrer un produit coloré puis à séparer mécaniquement les couches pour mesurer la surface infiltrée, l'équipe a pu remonter à la surface totale délaminée en fonction de l'énergie absorbée. Il est intéressant de noter qu'une valeur minimale de l'E_{abs} doit être dépassée pour délaminer ; la fissuration matricielle intervient donc avant le délaminage et en est le précurseur. Cette étude montre également la relation linéaire entre l'E_{abs} et la surface délaminée. En effet, les composites présentant une ILSS supérieure demandent plus d'énergie absorbée pour être délaminés. Les auteurs précisent qu'un modèle exponentiel reliant l'énergie absorbée et la surface délaminée peut être plus juste afin de calculer la valeur de l'énergie d'initiation du délaminage. Les auteurs ont également réalisé des essais de délaminage artificiel où des feuillets sont insérés entre les couches afin de créer des zones non solidaires. En mesurant les énergies d'impact, ils ont pu constater que l'énergie absorbée par les plaques était plus faible (20% d'E_{abs} dans leur cas), montrant que le délaminage ne représente que 20% de l'énergie dissipée lors de l'endommagement de leurs composites.

Rupture de fibres

Jang et al. [Jan89] se sont également intéressés aux caractéristiques mécaniques des fibres et le lien existant entre ces caractéristiques et les propriétés à l'impact du composite stratifié. Leur étude comparative de fibres de nature différente a notamment montré que les composites à renforts PE et PET possédaient de très bonnes propriétés à l'impact. Pourtant, comparés aux autres fibres utilisées (Kevlar, Carbone, Nylon, Polyester), ces deux renforts ne semblent pas être les meilleurs candidats à l'impact. L'équipe a proposé plusieurs explications. Les propriétés des fibres sèches sont déduites d'essais en traction, dont l'allongement à la rupture en traction. Ces essais étant quasi-statiques, ils ne sont peut-être pas révélateurs du comportement à l'impact,

cet évènement étant beaucoup plus rapide. L'équipe propose plutôt de caractériser la ductilité à l'impact des fibres sèches, par exemple lors d'essais de choc-Charpy ou de choc-Izod. De plus, la résine pouvant avoir un comportement limitant dans les propriétés du composite fabriqué, la résistance à l'impact d'un composite n'est pas uniquement due à un type de fibre ou de matrice, mais à la combinaison des propriétés du renfort fibreux, de la ductilité de la matrice, et de l'interface fibre-matrice.

Dans leur étude comparant le comportement à l'impact de tissés 2D et 3D, Seltzer et al. [Sel13] ont caractérisé la limite de charge supportable dans le composite 2D par la rupture de fibres. En effet, ce phénomène étant chronologiquement le dernier dans les mécanismes d'endommagement du composite, et intervenant de façon marquée sur la face arrière du composite, lorsque les fibres sont rompues, tous les mécanismes de dissipation d'énergie ont eu lieu et rien n'empêche la perforation totale de la plaque impactée.

Décollement âme/peau

Du point de vue structurel, la perte de cohésion entre la peau et l'âme a des conséquences désastreuses. En effet, une rupture de l'interface entraine une discontinuité mécanique dans le sandwich. Par conséquent les contraintes en cisaillement et en tension des peaux ne sont plus transférées à l'âme. Dans un composite sollicité en compression et dans lequel l'interface âme/peau a été rompu, la région endommagée peut être propice au flambement local des fibres, ces dernières n'étant plus en contact avec l'âme. Si le sandwich est sollicité en cisaillement, la pointe de fissure au niveau de l'interface peut devenir l'initiation d'une fissure se propageant dans l'épaisseur de l'âme [Maj03].

Une méthode de caractérisation de l'interface peau/âme consiste à étudier l'adhésion et les phénomènes de propagation de fissure autour de cet interface en mesurant la ténacité de la liaison peau/âme. L'étude de Mir et al. [Mir11] consistant à caractériser un composite jute/liège a utilisé une caractérisation par flexion 4 points. Après rupture de l'éprouvette, on peut constater la propagation d'une fissure sur toute la largeur de l'échantillon à l'interface peau/âme, et la rupture de l'âme dans l'épaisseur au niveau de la fissure, conformément au mécanisme évoqué dans le paragraphe précédent. La méthode de Décollement de Sandwich Incliné (TSD pour « Tilted Sandwich Debond ») développée par Li et Carlsson [Li99] permet de mesurer une énergie de fissuration en s'assurant que la propagation de la fissure se fasse à l'interface âme/peau et non dans l'épaisseur de l'âme.

La détermination de la souplesse C de l'interface (de la forme polynôme d'ordre 2) permet ensuite de remonter à l'énergie de fissuration G_c . A partir de cette méthode de caractérisation de l'énergie de décollement peau/âme, Srinivasagupta et al. [Maj03, Sri03] ont étudié les mécanismes de rupture et l'influence de paramètres d'élaboration des sandwichs sur le décollement âme/peau. Pour un même composite à structure sandwich fibres de verre/époxyde à âme PVC, une température d'élaboration plus élevée permet une meilleure fluidité de la résine et une meilleure pénétration dans l'âme, entrainant une plus grande énergie de fissuration ; de la même façon, pour une âme plus dense on aura un G_c plus grand. L'équipe a également constaté en comparant des âmes de 300kg.m^{-3} et 75kg.m^{-3} que plus l'âme a une densité faible, plus la résine

a tendance à pénétrer en profondeur. Ainsi, la fissuration aura lieu sous l'interface âme/peau, tandis que pour des âmes de densité plus élevée, la fissuration se fera le long de l'interface.

Mécanismes d'endommagement de l'âme

Abot et al. [Abo00] se sont intéressés aux modes de rupture de panneaux sandwichs soumis à un impact pour des âmes en balsa, en nid d'abeille, en nid d'abeille rempli et en PUR. Ils ont pu constater que pour des impacts d'énergie E_{impact}=27J, tous les panneaux sont détruits (perforation totale de l'échantillon). Pour des impacts à une énergie plus faible E_{impact}=8,8J, les modes d'endommagement de l'âme sont différents. Pour les âmes en balsa, on remarque un décollement âme/peau sur les faces supérieures et inférieures, ainsi qu'une rupture verticale de l'âme, comme présenté figure 50. Pour les structures Nida aluminium, une déformation permanente est observable, ainsi qu'un décollement âme/peau.

FIGURE 50 – Rupture de composite à âme balsa [Abo00].

Il existe donc une valeur d'E_{impact} au-delà de laquelle il n'est plus possible de différencier les propriétés de fabrication des échantillons par un test d'impact. Pour une même énergie d'impact, la nature de l'âme du sandwich et les caractéristiques de l'interface âme/peau entrainent une différence dans les mécanismes d'endommagement du sandwich. Les densités et épaisseurs des âmes testées dans cette étude sont semblables, en revanche leur nature entraine de fortes différences dans les propriétés mécaniques, pouvant être à l'origine des comportements lors des impacts.

Pour des âmes en mousse, Lim et al. [Lim04] ont fait varier l'épaisseur des peaux et la densité des âmes (âmes PVC, peaux fibres de verre/époxyde) afin de comparer les modes de rupture et de déterminer une cartographie des endommagements de l'âme. Les résultats expérimentaux sont présentés figure 51.

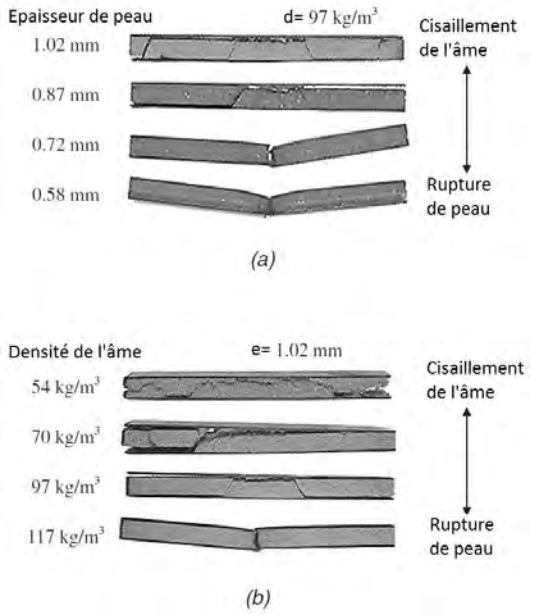

FIGURE 51 – Cartographie d'endommagements [Lim04].

Pour ces âmes, on peut constater deux modes de rupture de l'âme, une rupture en cisaillement lorsque la peau résiste à l'impact, et une fissuration verticale lorsque la peau supérieure est transpercée par l'impacteur. Ces endommagements peuvent être comparés à ceux mis en évidence par Binétruy [Bin08], comme présenté sur la figure 52.

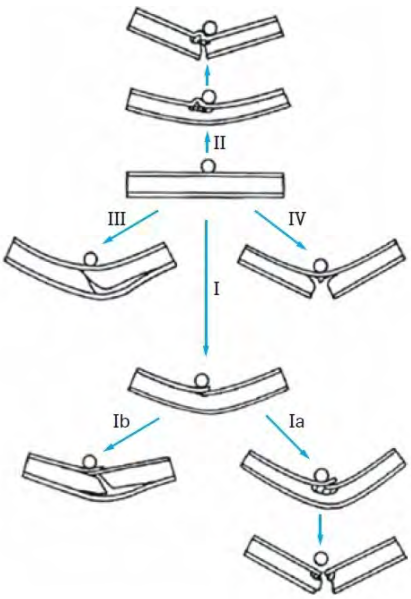

FIGURE 52 – Mode d'endommagement à l'impact d'un sandwich [Bin08].

Le mode I correspond à la rupture en compression de la peau composite impactée, suivie d'un écrasement de l'âme (mode Ia), ou d'une rupture en cisaillement de l'âme (mode Ib). Le mode II représente la rupture par écrasement de la peau supérieure, le mode III la rupture par cisaillement de l'âme sans rupture de la peau impactée, et le mode IV décrit la rupture en traction de la peau inférieure. Pour une densité d'âme fixée et une épaisseur de peau de 1,02mm ou 0,87mm, on constate que l'endommagement de l'âme correspond au mode III, tandis que pour des épaisseurs de 0,72mm et 0,58mm, on se trouve dans le mode I_a, avec rupture de peau accompagnée d'un écrasement de l'âme jusqu'à rupture complète de l'âme. Les endommagements subis par les composites dont les peaux ont une épaisseur de 1,02mm et 0,87mm montrent également la présence d'un cône d'endommagement dans l'âme, dont la forme est semblable aux phénomènes décrits dans les cas d'impacts sur composites monolithiques. De cette étude, Lim et al. ont conclu que les capacités d'absorption de l'E_{impact} dépendent du mode de rupture du sandwich et que pour maximiser l'énergie absorbée par les panneaux, on doit chercher à favoriser l'endommagement par rupture des peaux, c'est-à-dire privilégier le mode I.

II.4.2 Endommagements observés visuellement

L'observation visuelle est à la base d'un grand nombre de méthodes de contrôle. Un exemple souvent rencontré dans la littérature est l'endommagement de type BVID, défini comme un dommage d'impact à peine visible. En accord avec ce nom, on peut également parler de VID (Visible Impact Damage) pour les dommages visuellement identifiables, et CVID (Clearly Visible Impact Damage), pour les endommagements clairement identifiables [Gor14]. Durant cette étude, tous les défauts se trouvent dans ces trois catégories, et l'identification visuelle des endommagements est à la base de nos observations. Grâce à la transparence des composites fibres de verre-époxydes, il est aisé de détecter les endommagements. La nature exacte est plus difficile à déterminer, cependant on peut déjà donner les dimensions de l'indentation. Si aucune indentation n'est immédiatement remarquable en profondeur, on peut en revanche donner la taille en surface du défaut observable et éventuellement des détails présents (rupture de fibres, décollement âme/peau).

Dans un cas d'utilisation réelle des structures représentées dans cette étude, l'étape de contrôle interviendrait après la détection du défaut par contrôle visuel. Lors de la première étape de contrôle visuel, avons pu observer quatre types d'endommagements, d'envergure différentiables. Trois mécanismes ayant causé ces endommagements sont directement identifiables : la rupture de fibre, le décollement peau-âme, et l'endommagement de l'âme (écrasement et fissuration). L'association de l'observation des endommagements aux comportements durant l'impact permet également d'inclure un endommagement non identifiable à l'œil nu : la fissuration matricielle. Enfin, une coupe des échantillons impactés permet d'observer dans certains cas la présence d'endommagements dans les peaux composites.

Type 1

Les endommagements de Type 1 sont les plus visibles de notre étude. Clairement détectables à l'œil nu (cf figure 53-a), ils se distinguent par un profil de rupture en croix fine d'une taille

supérieure à 20x20mm^2, et l'observation de la peau impactée montre clairement la perforation de la peau supérieure. Ces endommagements présentent une profondeur d'indentation résiduelle entre 2mm et 4mm, et il est également possible de distinguer à l'œil nu des ruptures de fibres.

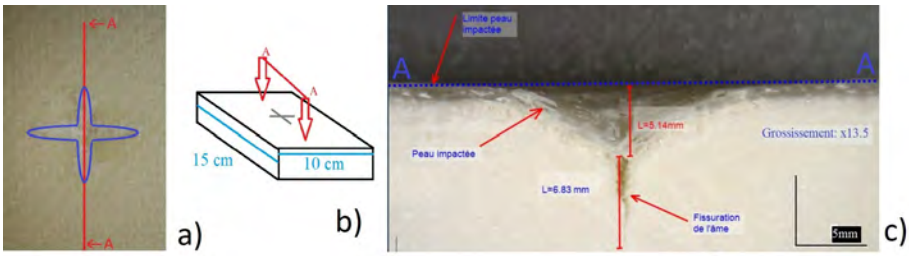

FIGURE 53 – a) Observation visuelle d'endommagement Type 1, b) schéma du plan de coupe, c) observation microscopique dans le plan vertical [AA].

La forme de l'endommagement renseigne également sur la nature de ce dernier. La rupture est fine et étendue le long des fibres primaires (0°/90°), comme décrit par Naik et Shrirao [Nai04]. Le mécanisme d'endommagement associé est donc une rupture fragile avec cassure des fibres. La longueur de la rupture est équivalente dans les deux directions, le tissu et le stratifié étant équilibrés. La vue en coupe (figure 53-c) permet d'observer la présence d'une fissure dans l'épaisseur de l'âme. Cette fissure montre que les endommagements de Type 1 visibles sur les peaux en surface sont également caractérisés par la présence d'endommagements en profondeur de l'âme du sandwich. L'indentation permanente de la peau supérieure, ainsi que la rupture de l'âme représentent un endommagement sur environ 10mm de profondeur, soit 25% de l'épaisseur du sandwich.

Les mécanismes dissipatifs correspondant aux endommagements de Type 1 sont donc : fissuration matricielle, rupture de fibre, déformation en membrane et fracture de l'âme.

Type 2

Également détectables en observation visuelle directe ces endommagements sont caractérisés par une fissuration en croix de dimension inférieure à 20x20mm^2, et une indentation permanente inférieure à 1mm de profondeur. La forme de croix observable est plus large mais moins longue que celle observée sur les endommagements de Type 1, comme le montre la figure 54-a.

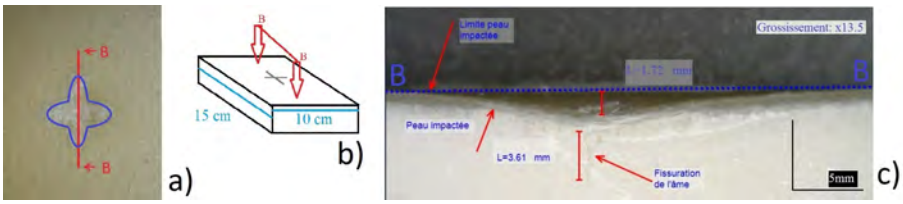

FIGURE 54 – a) Observation visuelle d'endommagement de Type 2, b) schéma du plan de coupe, c) observations microscopiques de coupes dans le plan vertical [BB].

La nature plus étendue de l'endommagement autour des fibres primaires montre une propagation autour de la zone impactée, caractéristique de la fissuration matricielle dans la peau impactée et pouvant potentiellement aller jusqu'à l'arrachement fibre-matrice. La vue en coupe d'endommagements de Type 2 montre comme dans le cas d'endommagements de Type 1, qu'une fissure est présente dans l'âme du sandwich.

Pour les endommagements de Type 2, l'énergie d'impact est dissipée par : fissuration matricielle, arrachement fibre-matrice, déformation en membrane et fracture de l'âme.

Les endommagements de Type 1 et Type 2 montrent un enfoncement de la peau supérieure, accompagnée d'un écrasement de l'âme allant jusqu'à l'initiation de sa rupture. Ces types d'endommagements correspondent au mode Ia présenté par Binétruy (cf figure 52). Nous pouvons faire une distinction entre ces deux types d'endommagements en raison de la forme et de l'étendue des dommages observés. L'orientation de l'endommagement suivant le sens des fibres primaires montre que le mécanisme principal est la décohésion à l'interface fibres-matrice. L'endommagement de Type 1 étant plus étendu le long des fibres que pour l'endommagement de Type 2, nous pouvons également conclure que dans le cas des échantillons présentant un endommagement de Type 1, l'interface fibres-matrice est plus fragile que pour les échantillons présentant un endommagement de Type 2.

Type 3

L'observation visuelle d'endommagements de Type 3 montre une zone blanchie contenue dans un cercle de moins de 8mm de diamètre, visiblement sans indentation permanente et sans rupture de fibres apparente. Lorsque l'échantillon est peint en noir (nécessaire pour une observation en TIR, partie II.4.3), cet endommagement n'est plus visible. Cette étape de peinture est également représentative d'une pièce industrielle, où la surface du composite ne serait pas laissée nue, mais serait peinte. Il serait donc impossible de repérer cet endommagement dans un cas réel.

L'apparence de tâche blanche de cet endommagement visible sur la figure 55-a) laisse immédiatement supposer que ce dernier est caractérisé par de la fissuration matricielle. La coupe d'endommagement de Type 3 présentée figure 55-c) montre la présence d'une initiation de fissure dans l'âme. Il est possible de repérer un décollement entre l'âme et la peau sous la zone d'impact. Enfin nous pouvons observer grâce à cette coupe que la zone blanchie est située sous la surface du composite.

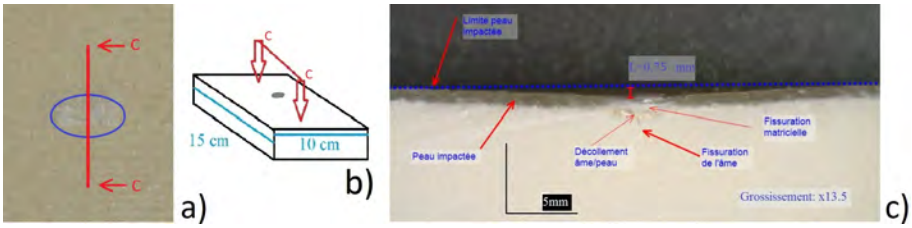

FIGURE 55 – a) Observation visuelle d'endommagement de Type 3, b) schéma du plan de coupe, c) observations microscopiques de coupes dans le plan vertical [CC].

Il est également parfois possible de détecter l'initiation du décollement âme/peau sans faire de coupe du sandwich, au niveau des bords extérieurs de l'échantillon (sens de la longueur).

De ces observations, nous pouvons conclure que l'endommagement de Type 3 est principalement constitué de fissuration matricielle au niveau de la zone impactée.

Type 4

Comme dans le cas des endommagements de Type 3, les endommagements de Type 4 présentent également en surface une zone blanchie, contenue dans un cercle de diamètre inférieur à 8mm. Les endommagements Type 3 et Type 4 sont différenciés en raison d'un détail observable sur la tranche (grand coté) des échantillons. Dans le cas des endommagements de Type 3, le décollement âme/peau est à peine initié. Nous considérons que les échantillons pour lesquels ce décollement est total présentent un endommagement de Type 4.

La différence entre les endommagements Type 3 et Type 4 est due à la nature de l'interface entre l'âme et la peau, moins résistant dans les cas des endommagements de Type 4. L'étude de Olson [Ols00] montre que dans le cas d'impacts de courte durée, la réponse est dominée par des ondes de flexion, partant du centre vers les extrémités du composite. Les types de réponse en fonction de la vitesse de l'impact sont présentés sur la figure 56.

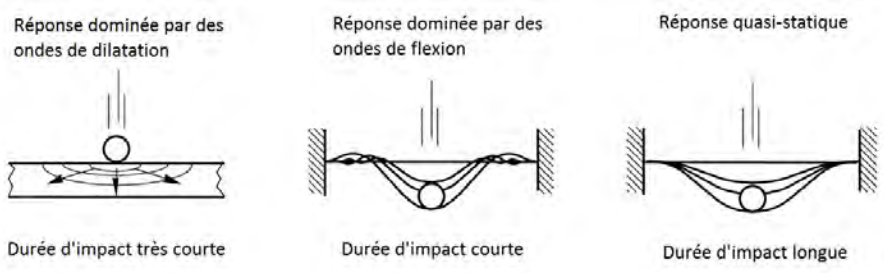

FIGURE 56 – Réponse du composite en fonction du type d'impact [Ols00].

Pour les endommagements de Type 3 et de Type 4, la déformation du composite est initiée à l'endroit du contact avec l'impacteur. L'âme du matériau étant environ 40 fois plus épaisse que

les peaux composites, sa rigidité apparente est beaucoup plus élevée. La peau impactée du sandwich est capable de se déformer fortement pendant l'impact. L'âme ne pouvant pas se déformer de la même façon, la différence de rigidité entre les deux matériaux provoque l'initiation du décollement aux abords de la zone impactée. En effet, la différence de rigidité en compression entre l'âme et la peau impactée entraine une différence de la contrainte en compression. La différence de contrainte de cisaillement à l'interface entre l'âme et la peau peut expliquer l'initiation du décollement. De plus, on peut également considérer la présence d'ouverture en mode I une fois le décollement initié. En compression, l'ouverture d'une fissure à l'interface favorise le flambement local de la peau, puis la propagation en mode mixte (ouverture et cisaillement) de la fissure [Maj03, Sri03, Car02]. Pour les endommagements de Type 3, l'interface entre l'âme et la peau est suffisamment rigide pour s'opposer au décollement, tandis que pour les endommagements de Type 4 une rupture fragile de l'interface entraine un décollement total des peaux jusqu'aux extrémités.

Les coupes d'endommagements de Type 4 présentées sur la figure 57 ont nécessité un grossissement plus important afin de pouvoir observer les conséquences d'un impact.

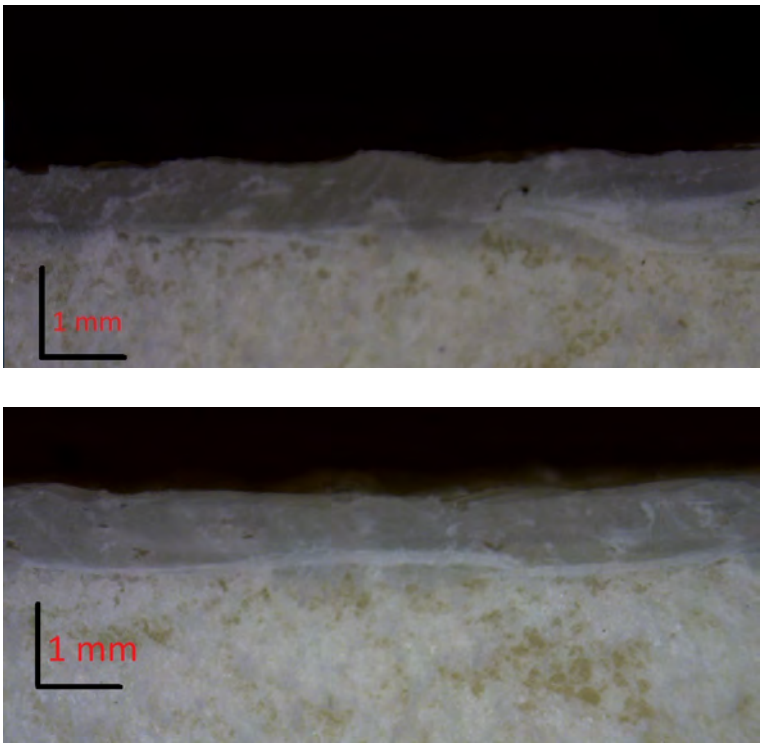

FIGURE 57 – Coupes d'endommagements de Type 4.

Grâce à ces coupes, nous pouvons constater que la zone blanchie détectable en surface est bien située sous la surface de la peau impactée. L'examen de la zone autour du point d'impact ne montre pas d'indentation permanente de l'échantillon. Une grande partie des échantillons présentant des endommagements de Type 4 contiennent des nano-additifs. Ces matériaux donnant des propriétés de déformation plastique aux résines, il est possible que la zone blanchie

identifiée comme de la fissuration matricielle soit en réalité une zone dans laquelle a eu lieu une déformation plastique de la matrice. Le comportement ductile d'un composite soumis à des impacts a déjà été observé pour des composites thermoplastiques [Bor17, Ari15]. Lors des essais de flexion 3 points (cf figure 78) nous avons pu constater que la rupture des éprouvettes de résine pure se faisait selon une rupture fragile, tandis que pour les éprouvettes contenant des NS, nous pouvions observer une zone blanchie autour de la cassure, correspondant à une déformation plastique du matériau. Une opération de ressuage sur les coupes au niveau des zones blanchies permettrait de préciser le mécanisme d'endommagement. Si le ressuage révèle la présence de cavités, on peut conclure que l'endommagement présente des fissurations matricielles, tandis que l'absence de cavités montrerait que cette zone est hermétique au pénétrant. Elle serait donc uniquement constituée de zones de déformation plastique de la matrice.

Les différents types d'endommagements observés et les coupes associées sont résumés sur la figure 58 et dans le tableau 12.

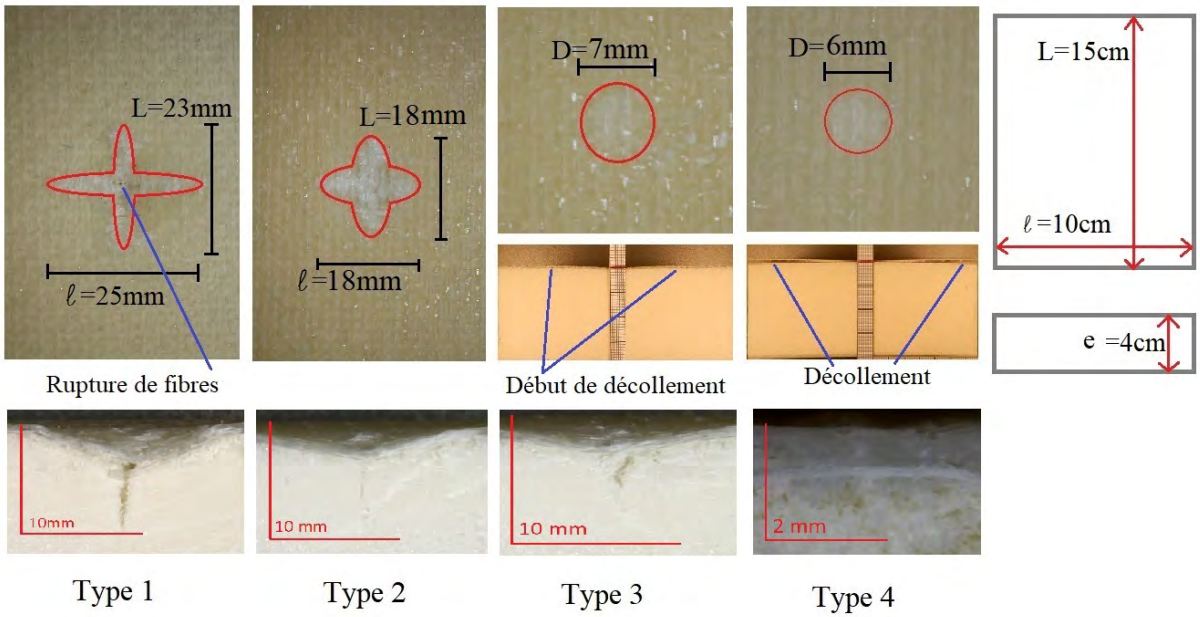

FIGURE 58 – Types d'endommagements observés.

Type	Profondeur d'indentation	Forme	Taille	Autre	Mécanismes d'endommagement
1	2 à 4 mm	Croix (fine)	>20x20 mm²	Pénétration de peau, écrasement de l'âme	Rupture de fibre
2	<2 mm	Croix (large)	<20x20 mm²	Écrasement de l'âme	Rupture d'interface fibre-résine
3	/	Ovale	<8 mm de diamètre	Peau légèrement pliée, début de décollement	Fissuration matricielle, décollement âme-peau
4	/	Rond	<8 mm de diamètre	Peau visiblement pliée, décollement marqué	Fissuration matricielle, décollement âme-peau

Tableau 12 – Caractéristiques des endommagements observés.

Méthode destructive d'observation des endommagements

Afin de caractériser les types d'endommagements, une méthode d'observation destructive a été utilisée. Une première étape a consisté à stabiliser l'endommagement afin de s'assurer que l'étape de coupe ne déforme pas les peaux et l'âme des échantillons impactés. Cette méthode est décrite en annexe B. L'utilisation d'un solvant comme l'acétone permet la dissolution de l'âme après stabilisation de l'endommagement, et une observation tridimensionnelle de la déformation des peaux ainsi que de la fissuration de l'âme. Un exemple d'observation après dissolution de l'âme est présenté sur la figure 59.

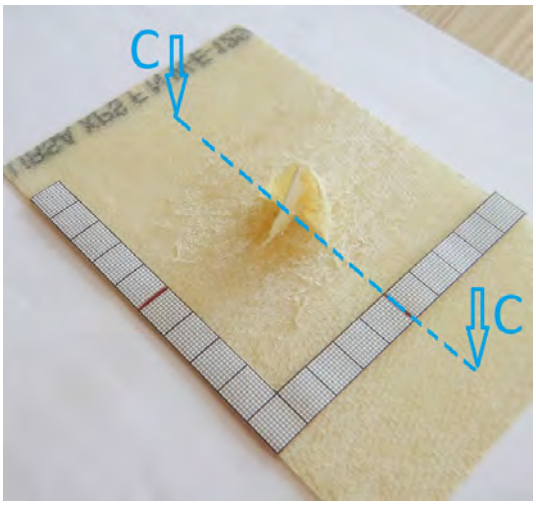

FIGURE 59 – Observation de l'échantillon stabilisé après dissolution de l'âme.

La fissuration de l'âme a une forme de pointe de flèche dans les plans verticaux selon l'alignement 0° et 90° de l'échantillon. Ces endommagements importants suivent les fibres primaires

des peaux.

La réalisation d'une coupe de l'échantillon sans dissolution de l'âme suivant le plan [CC]. de la figure 59 permet d'obtenir deux parties d'un coté et de l'autre du plan de coupe, dont les observations en microscopie sont présentées sur la figure 60.

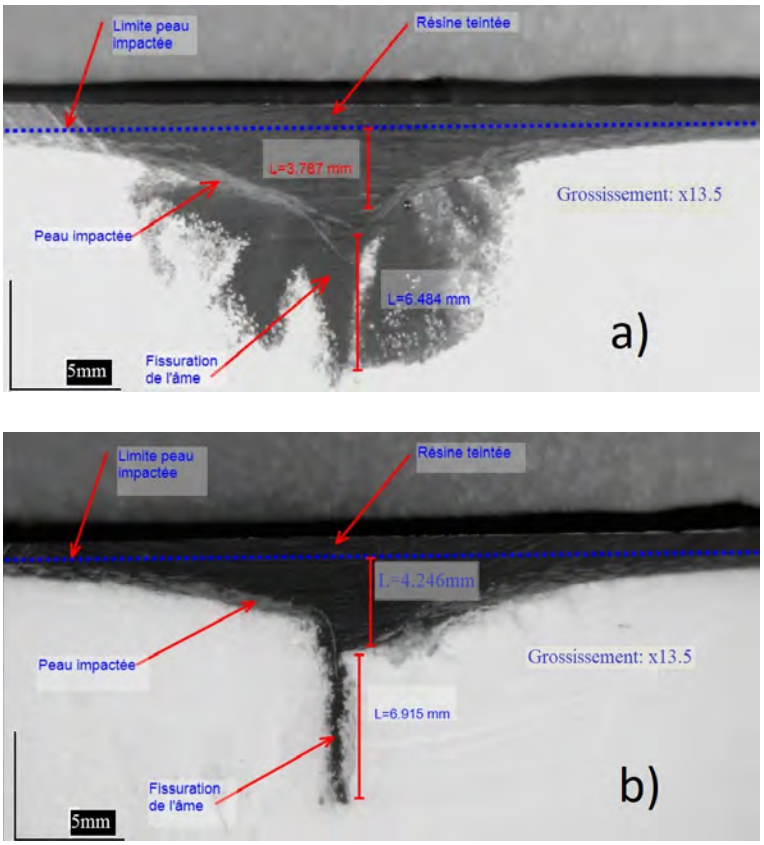

FIGURE 60 – Observation microscopique de coupe d'endommagement stabilisé, a) partie gauche, b) partie droite.

La coupe présentée sur la figure 60 a) montre la fissuration de l'âme contenue dans le plan C-C (alignée selon l'orientation à 0° des fibres), tandis que la coupe de la figure 60 b) montre l'endommagement de l'âme suivant les fibres orientées à 90°. Grâce à la figure 60 b) il est possible de constater que dès qu'on s'éloigne du plan [CC], c'est à dire hors de la zone des fibres primaires, les peaux sont encore solidaires de l'âme du composite. Il n'y a donc pas eu de décollement âme/peau causé par l'impact. Les vues en coupe au niveau de la peau ne révèlent pas la présence de délaminage, en revanche la fracture des fibres est clairement identifiée par la non-continuité de la peau visible sur les deux coupes.

Les différentes observations effectuées nous permettent de dresser un bilan des endommagements rencontrés pendant l'étude. D'après la classification utilisée par Gordon et al. [Gor14],

les endommagements de Type 1 sont des CVID, les Type 2 des VID et les Type 3 et Type 4 correspondent à des BVID. Comme vu dans la partie consacrée aux endommagements de Type 4 (II.4.2), il est possible de différencier les endommagements de Type 3 et Type 4 grâce au décollement âme-peau beaucoup plus marqué dans le cadre des endommagements de Type 4. Dans le cas de pièces réelles, faisant partie d'une structure plus grande, et certainement peinte, il serait difficile de détecter ces deux types d'endommagements, et encore plus de les différencier. L'étude des comportements pendant l'impact montre que les comportements II peuvent également faire penser à un état transitoire entre les comportements I et III. De plus, les endommagements de Type 3 et de Type 4 étant fortement semblables, nous pouvons conclure que les endommagements de Type 3 sont associés à un état de transition entre les dommages BVID et VID.

Les associations entre endommagements, comportements, et identifications que nous avons pu observer sont résumées dans le tableau 13.

<table>
<tr><td>Endommagement</td><td>Type 1</td><td>Type 2</td><td>Type 3</td><td>Type 4</td></tr>
<tr><td>Comportement</td><td colspan="2">I</td><td>II</td><td>III</td></tr>
<tr><td>Identification</td><td>CVID</td><td>VID</td><td colspan="2">BVID</td></tr>
</table>

Tableau 13 – Correspondance des comportements, endommagements et identifications observés.

Parmi les quatre types d'endommagements identifiés, les Type 1 et Type 2 semblent plus graves que les endommagements de Type 3 et Type 4. La zone endommagée est plus importante, et la fracture de l'âme diminue la capacité de la structure à supporter un chargement en flexion. Pour les endommagements de Type 4, le décollement âme/peau parait particulièrement préjudiciable. En effet, la perte de la liaison entre constituants d'une structure sandwich entraine une forte réduction de la rigidité en flexion. Dans le cas des endommagements de Type 3, la zone endommagée est la plus petite après les endommagements de Type 4, l'indentation permanente n'est pratiquement pas visible à l'œil nu, et la structure sandwich est préservée. D'après les informations que nous avons extraites de cette étude, les endommagements de Type 3 semblent être ceux qui présentent le meilleur compromis.

II.4.3 Détection et caractérisation des endommagements par Thermographie InfraRouge

Au cours de l'étude précédente, nous avons pu constater qu'un impact unique pouvait entrainer quatre types d'endommagements distincts (cf partie II.1). Afin de caractériser ces endommagements, nous avons mené une campagne de CND. Le CND a pour but d'évaluer la santé matière des structures analysées sans modification des propriétés. Il permet un suivi de la qualité des pièces durant leurs cycles de vie et constitue aujourd'hui un élément primordial du contrôle dans l'industrie aéronautique. De nombreux travaux de thèse ont été menés dans le laboratoire sur les techniques de CND appliquées aux matériaux composites

([Bar16, Cua15, Kuh13, Per12, Gar11]), dans le cadre de technique de suivi ou de contrôle. En général, les techniques de CND se déroulent en trois étapes : une sollicitation mécanique, thermique, acoustique ou électromagnétique, une perturbation causée par les défauts de la pièce, et une révélation par un capteur, faisant le lien entre l'excitation et la perturbation. Dans le cas des matériaux composites, les défauts recherchés vont être dus aux imperfections de fabrication, ou comme dans notre cas aux endommagements causés par l'utilisation des matériaux. Les techniques de CND couramment utilisées dans le domaine aéronautique et applicables aux matériaux composites sont présentées dans le tableau 14.

Dans le cadre de cette thèse, la méthode choisie est la TIR. Cette technologie permet une mesure de champ sans contact en temps réel et se révèle facile à mettre en œuvre industriellement. Elle peut être utilisée en suivi d'essais afin d'observer l'évolution d'un matériel ou d'un défaut lors d'un essai mécanique. Elle peut également être utilisée dans le cadre de CND. Cette partie s'attachera à l'utilisation de la TIR sur les matériaux composites, en particulier dans le cadre de l'observation des endommagements causés par un impact. La détection d'endommagements est assez facile sur nos échantillons, les défauts se situant systématiquement dans la zone centrale. L'observation en TIR permet la distinction entre les défauts de fabrication et les endommagements causés lors des utilisations et qui nous intéressent dans notre projet.

Rappels de thermique

Dans le cas des contrôles par thermographie, on considère que les échanges de chaleur sont principalement dus à la conduction dans la pièce étudiée. Le temps de chauffage/observation du composite étant de l'ordre de la dizaine de secondes [Kuh13], ce temps est trop court pour que les phénomènes de convection naturelle aient une influence sur la température de surface du matériau, ces phénomènes seront donc négligés.

L'observation en TIR d'un matériau repose sur les principes du rayonnement thermique. Tout corps dont la température est supérieure au zéro absolu émet un rayonnement électromagnétique. La relation entre la température d'un objet et son rayonnement thermique est donnée par la loi de Stefan-Boltzmann. Les longueurs d'onde constituant le rayonnement infrarouge sont situées entre 0,75 µm et 1000µm. On peut décomposer ce domaine en trois zones : l'infrarouge proche [0,75µm ; 3µm], l'infrarouge moyen [3µm ; 5µm] et l'infrarouge lointain [5µm ; 1000µm] [Pas07]. Une caméra thermique n'est pas capable de quantifier la puissance rayonnée par un corps, mais elle est en revanche capable de mesurer une luminance, c'est-à-dire un flux de puissance rayonnée. Ce flux est ensuite traduit en température grâce à des courbes d'étalonnage et permet d'obtenir une cartographie thermique de l'objet.

Dans le lexique du rayonnement, on distingue trois types de corps en fonction de leur capacité à absorber un rayonnement électromagnétique. Ces corps sont classés selon leur émissivité, c'est à dire du rapport entre l'énergie qu'ils émettent par rayonnement sur l'énergie émise par un corps de référence à la même température. Le corps noir a une émissivité $\varepsilon = 1$, ne réfléchit aucune partie du rayonnement incident et donc absorbe la totalité du rayonnement thermique, quelle qu'en soit la longueur d'onde, et la direction d'observation. De plus c'est un émetteur

Technique	Contrôle visuel	Thermographie	Ressuage	Magnétoscopie	Courants de Foucault	Émission acoustique	Ultrasons	Radiographie	Tomographie
Structure testée in-situ	+ + +	+ + +	+ + +	+ + +	+ + +	+ + +	+++ si au contact	- - -	- - -
Taille de l'échantillon	illimitée	illimitée	illimitée	illimitée	illimitée	illimitée	limitée	limitée	limitée
Complexité de géométrie d'échantillon	-	+	- - -	- - -	-	+	+ +	+ + +	+ + +
Test par transmission	- - -	+ + +	- - -	- - -	- - -	+ + +	+ + +	+ + +	+ + +
Test par réflexion	+ + +	+ + +	+ + +	+ + +	+ + +	+ + +	+ + +	- - -	- - -
Détection surfacique	+ + +	+ + +	+ + +	+			+ + +	+ + +	+ + +
Détection volumique	- - -	+ + +	- - -	+	+ +	+ + +	+ + +	+ + +	+ + +
Type de contact	Air	Air	Fluide	Solide	Solide	Fluide/Solide	Fluide/Air	Air	Air
Respect de l'intégrité de la structure	+ + +	+ +	-	-	+ + +	+ + +	+	+	+
Possibilité d'automatisation	+ + +	+ + +	- - -	- - -	-	-	+ + +	- - -	+
coût	+ +	-	+ + +	+ + +	+ +	+ +	- -	- - -	- - -

Tableau 14 – Résumé des techniques de CND [Kuh13].

- - - : Très mauvaise adéquation avec la caractéristique considérée / impossibilité
+ + + : Très bonne adéquation avec la caractéristique considérée

parfait, l'énergie émise à une température donnée sera la plus grande avec ce type de corps [Gar11]. Le corps blanc a une émissivité de 0, il est parfaitement réflecteur, tandis que le corps gris a une émissivité comprise entre 0 et 1. Dans le cas des observations par TIR, il est donc utile de peindre en noir mat les surfaces observées afin de considérer l'émissivité comme proche de 1 et de négliger les effets de la réflexion.

Dans le cadre de notre étude, nous travaillons en réflexion. Il est possible d'analyser le comportement thermique de l'échantillon durant sa chauffe, ou durant son refroidissement. Dans les deux cas, les transferts de chaleur dans le matériau ne s'effectuent pas au niveau des défauts de la même manière que dans le reste du composite. Ces phénomènes peuvent être représentés comme sur la figure 61.

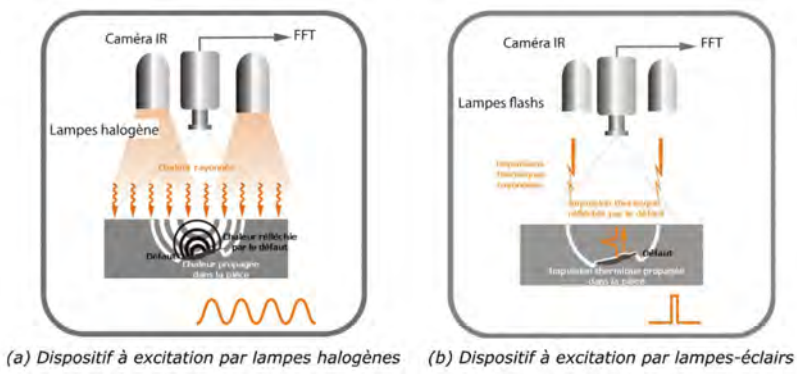

FIGURE 61 – Influence de défauts sur la conduction thermique dans les composites [Mai08].

La TIR permettra dans un premier temps de repérer les défauts, puis en analysant leur forme, de déterminer si ces derniers sont causés par des endommagements ou par des erreurs de mise en oeuvre.

Principe de l'observation

Le principe de base de la thermographie est d'observer la réaction d'un objet à une excitation thermique. Cette excitation thermique peut être due à une sollicitation mécanique (par exemple des frottements entre les fibres du composite provoqués par un essai de caractérisation [Cua15] ou par une vibration [Kuh13]) ou due à une source de chaleur. Cette dernière peut être utilisée en transmission, c'est-à-dire qu'on chauffe une face du matériau et qu'on observe la face opposée avec la caméra thermique, ou en réflexion, cas dans lequel on chauffe et on observe le matériau sur la même face. Dans le cas d'un échantillon épais, comme les structures sandwich, le temps nécessaire au flux de chaleur pour traverser le matériau étant long, on préfèrera utiliser une observation en réflexion. Le contrôle en réflexion permet également d'observer des structures depuis l'extérieur sans les démonter, et présente donc un intérêt industriel fort. Les matériels fournis au 35^{ème}RAP étant constitués d'une âme en mousse isolante de 4cm à 10cm d'épaisseur,

l'observation se fera en réflexion. Les montages expérimentaux utilisés lors de la thèse de V. Munoz [Cua15] et disponibles au laboratoire sont représentés sur la figure 62.

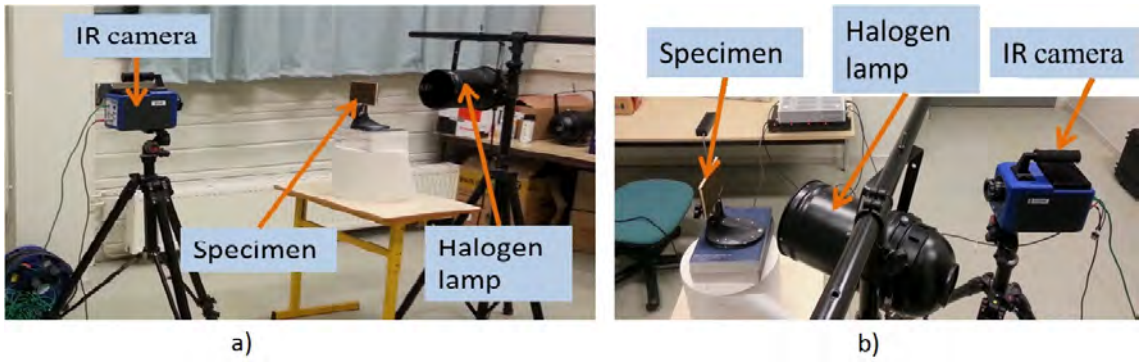

FIGURE 62 – Montages de thermographie a) en transmission et b) en réflexion [Mun13].

La caméra thermique utilisée est une caméra FLIR MWIR, Jade III rétrofitée Titanium. La résolution thermique du capteur InSb est de 25mK, et le capteur possède 320x256 pi. Lors du contrôle, les conditions environnementales peuvent apporter du « bruit » aux résultats et modifier les observations. Parmi les causes, on note : les réflexions du rayonnement source, l'impact thermique au point focal de la source, l'état de surface de l'objectif, ou l'état de surface de l'échantillon [Per12]. Nous avons pris en compte l'influence des tissus d'environnement sur la qualité de l'observation en TIR lors de l'établissement du protocole de fabrication des panneaux sandwichs (cf partie I.3.3).

Premières observations et protocole final de contrôle

Après avoir visuellement identifié des zones d'intérêt sur les prototypes et susceptibles d'être des endommagements, nous avons effectué un contrôle par TIR en mode réflexion. Le montage utilisé pour cette détection est présenté figure 63.

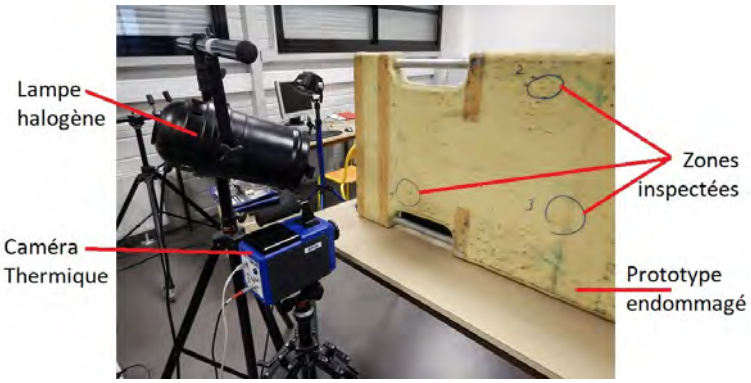

FIGURE 63 – Montage initial de contrôle par TIR.

Le système comprend l'objet à étudier, une lampe halogène servant à chauffer la zone d'intérêt, et la caméra thermique.

A partir des premières mesures, nous avons pu constater la présence de nombreux défauts sur les prototypes. La fabrication de ces structures ayant été faite en moulage au contact, la qualité et l'uniformité du composite ne sont pas garanties. De plus, il se peut que la surface observée ne soit pas parfaitement plane. Certaines zones ne se situeront pas dans le plan focal de l'observation et seront vues en TIR comme des zones défectueuses. La figure 64 montre le résultat de l'observation à l'œil nu d'une zone endommagée des prototypes (a), accompagnée d'une observation en TIR de cette zone (b), et un zoom sur l'endommagement d'impact (c).

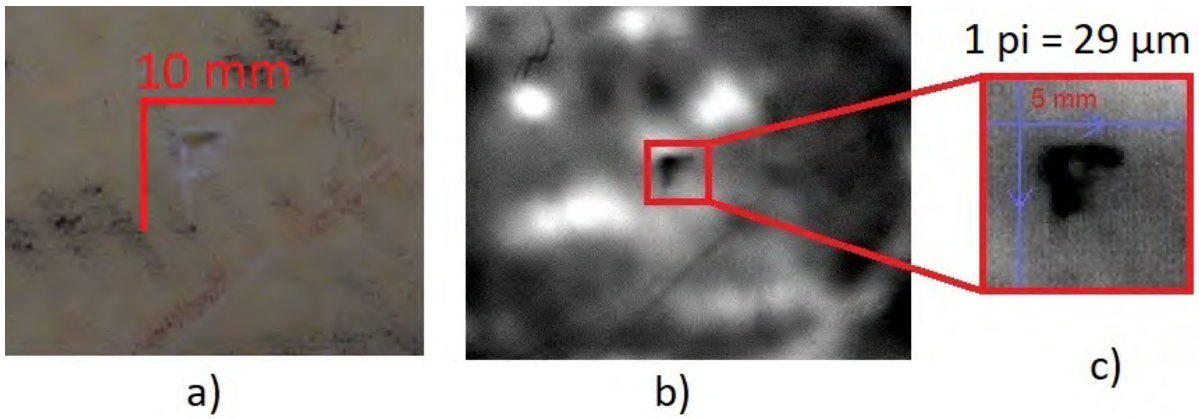

FIGURE 64 – Observation visuelle a), et en TIR des prototypes b) et c).

Afin de réduire le bruit causé par les défauts de surface (présenté partie I.3.3) et les problèmes dus au système de lampes halogènes, un nouveau banc de chauffage par lampes infrarouges est fabriqué. Ce montage permet un chauffage uniforme de la surface de l'échantillon, sans gêner le positionnement de la caméra. Un schéma du dispositif est présenté figure 65. Le protocole durant l'observation consiste à préchauffer les lampes, puis à éclairer l'échantillon pendant 15 secondes, avant d'occulter les lampes. Nous avons choisi de limiter l'observation de l'échantillon à la phase de refroidissement. Lorsque le système de chauffe est actif, la quantité d'énergie apportée au composite est trop importante pour permettre une observation correcte. En revanche, l'utilisation de cette rampe permettant d'occulter complètement les lampes infrarouges après la période de chauffe, on supprime totalement les problèmes de réflexion dès que les rampes de chauffage sont masquées. Ainsi, le rayonnement reçu par la caméra ne contient pas de composante due à la réflexion du système de chauffage sur l'échantillon. Grâce à la combinaison des observations visuelles et en TIR, il est possible d'identifier les différents types d'endommagements, de les distinguer, et d'apporter des informations supplémentaires par rapport aux observations faites à l'œil nu.

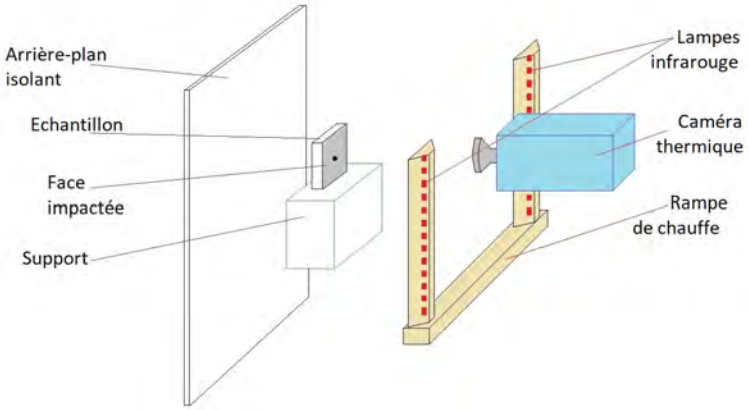

FIGURE 65 – Schéma de montage final pour la TIR.

Caractérisation des endommagements observés par TIR

La première observation visuelle des échantillons après impact donne une grande quantité d'informations sur la nature des endommagements. Grâce à l'observation en TIR, il est possible de mesurer précisément la taille des endommagements présents, et également de visualiser des détails non visibles à l'œil nu, et non détectés lors des observations en coupe.

Endommagements de Type 1 Grâce à l'observation en TIR il est possible de constater que sur certains endommagements de Type 1, présenté sur la figure 66, on peut repérer une zone endommagée au delà de la pointe de fissuration en croix.

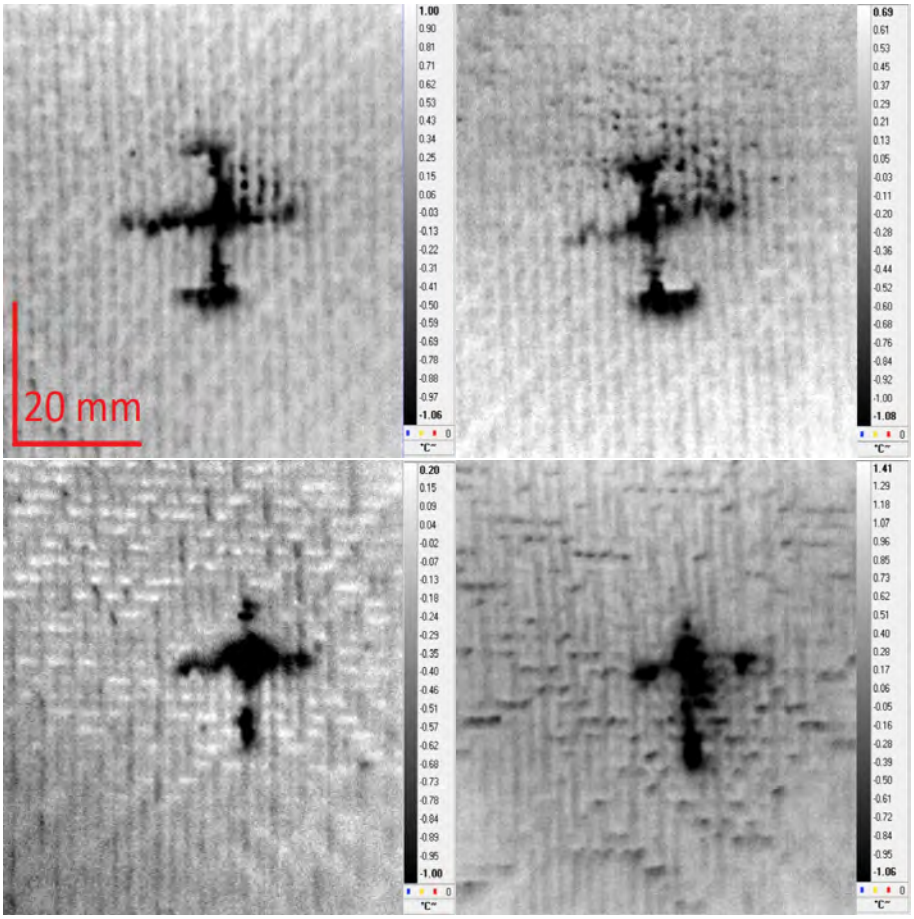

FIGURE 66 – Observations en TIR d'endommagements de Type 1 (résolution 1 pi=49µm).

Les fibres primaires du composite alignées à 0° et 90° sont les fibres ayant subi la plus grande déformation pendant l'impact [Nai04]. Les zones situées aux extrémités des fibres primaires sur la figure 66 sont, dans les peaux, les zones où la déformation des fibres primaires redevient quasi-nulle par rapport à la surface extérieure de la peau. Les fibres primaires ayant été déformées jusqu'à ce point, on peut observer un délaminage intra-pli : les torons perpendiculaires aux fibres primaires sont restés à leur position initiale, en revanche les fibres primaires ont été déformées, laissant une couche d'air entre ces derniers. Cette couche d'air est le défaut observé en TIR.

La fracture de l'âme détectée dans tous les cas après une coupe de l'échantillon endommagé n'est pas systématiquement observable en contrôle visuel, et est complètement impossible en TIR. La forme de croix observable nous renseigne sur la présence du défaut, en revanche avec le protocole que nous avons utilisé, on ne peut pas faire la distinction entre une rupture seule de la peau et un endommagement en profondeur. De même, avec ces observations nous ne pouvons pas déterminer la profondeur de l'endommagement.

Endommagements de Type 2 Des exemples d'observation en TIR d'endommagements de Type 2 sont présentés sur la figure 67.

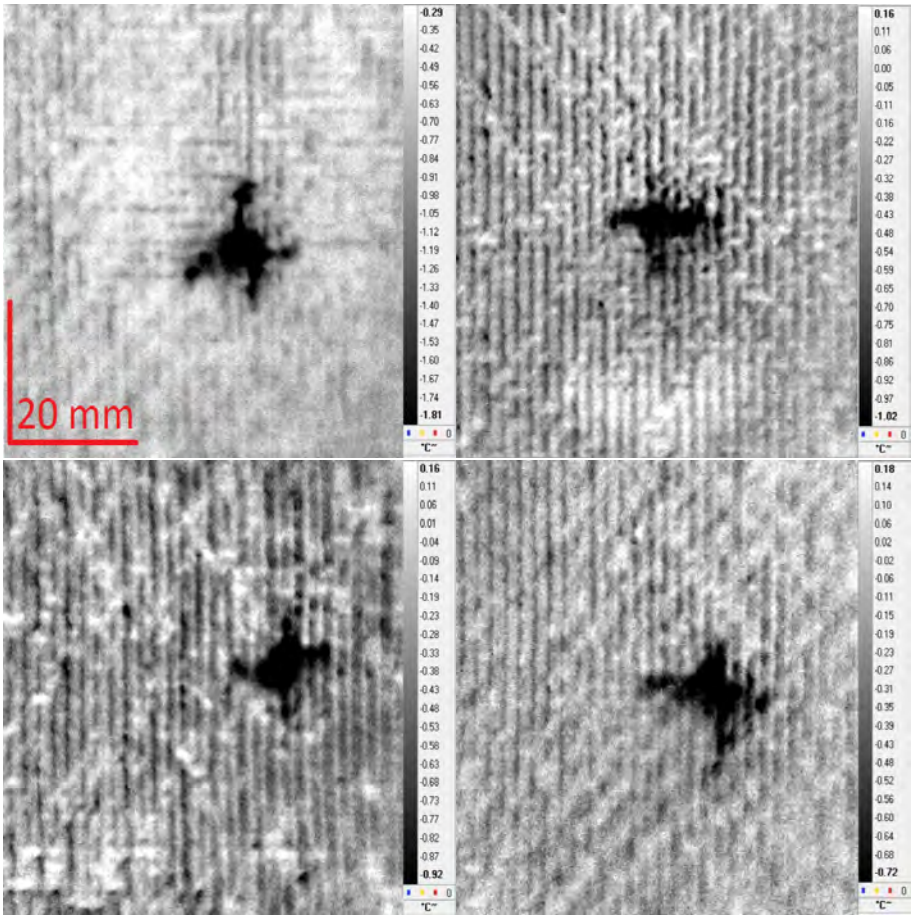

FIGURE 67 – Observations en TIR d'endommagements de Type 2 (résolution 1 pi=49µm).

Ces observations correspondent bien à la détection visuelle des endommagements et les dimensions mesurées sont égales. Nous n'observons pas d'endommagements supplémentaires grâce à la TIR.

Endommagements de Type 3 Comme vu dans la partie consacrée à la détection visuelle des endommagements de Type 3 (partie II.4.2), cette dernière est possible lorsque les peaux du sandwich sont dépourvues de revêtement. En revanche le passage d'une couche de peinture, comme dans une utilisation réelle de la pièce, vient masquer les endommagements, et sa détection lors du contrôle visuel. L'observation en TIR de la pièce après peinture montre qu'il est cependant possible de les détecter avec cette méthode, comme présenté sur la figure 68.

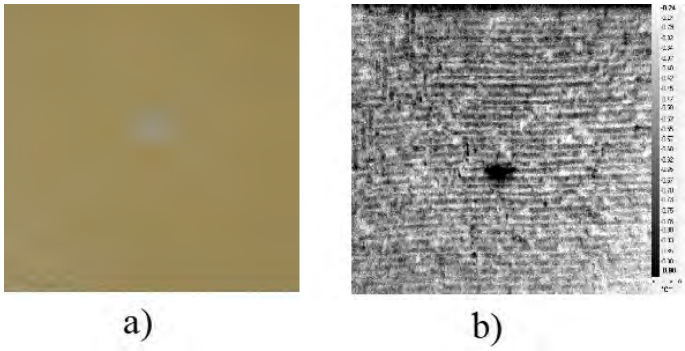

FIGURE 68 – Endommagement de Type 3 : a) observation visuelle, b) en TIR (résolution 1 pi=49µm).

D'autres exemples d'observation en TIR d'endommagements de Type 3 sont présentés sur la figure 69.

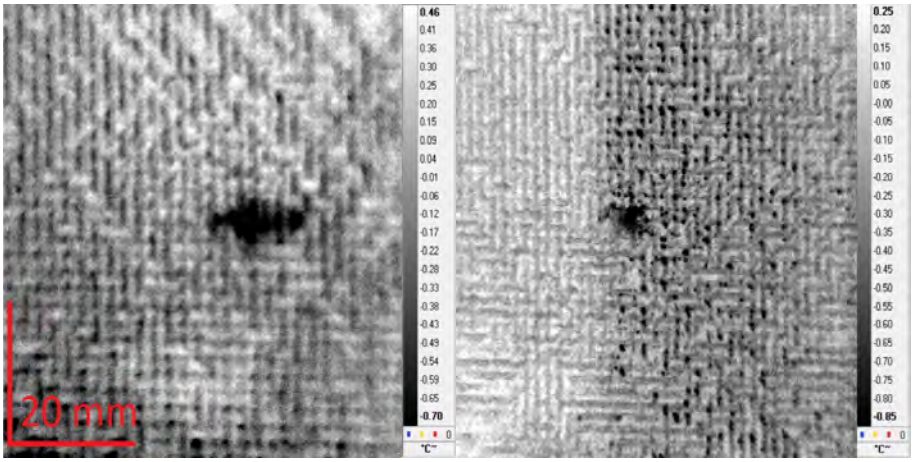

FIGURE 69 – Observations en TIR d'endommagements de Type 3 (résolution 1 pi=49µm).

Endommagements de Type 4 Des observations en TIR d'endommagements de Type 4 sont présentés sur la figure 70.

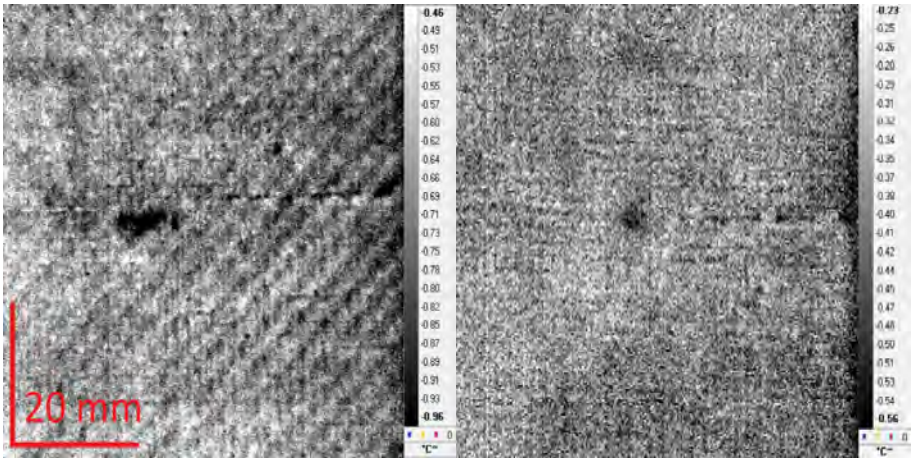

FIGURE 70 – Observations en TIR d'endommagement de Type 4 (résolution 1 pi=49µm).

L'observation en TIR d'endommagements de Type 4 s'est révélée plus délicate que pour les autres types d'endommagements, voir impossible dans certains cas. La zone endommagée étant à la limite de la taille détectable, et à l'interface entre la peau et l'âme (cf figure 57), leur détection nécessite peut-être un post-traitement ou un autre protocole d'observation. Nous pouvons également observer clairement une ligne d'endommagement selon les fibres primaires vers la droite de l'observation. Cet endommagement suit les fibres primaires vers le bord d'échantillon le plus proche de la zone impactée. Il y a donc une influence des conditions aux limites pour les endommagements de Type 4.

L'observation en TIR des endommagements de Type 1 et de Type 4 a montré la présence d'un détail de l'endommagement que nous n'avions pas détecté par contrôle visuel. Dans le cas d'endommagements de Type 3 présents sur des structures réelles, seule la TIR aurait permis leur détection. L'observation des endommagements de Type 2 n'apporte pas d'information complémentaire au contrôle visuel. L'utilisation de cette technique de CND permet d'appliquer la même méthode de détection des endommagements, et la mesure de leur taille en surface, ainsi que la détection de détails complémentaires permet leur classement selon l'un des quatre type. En revanche, nous ne pouvons pas obtenir d'information dans la profondeur de l'endommagement. Dans le cadre de notre étude il n'est donc pas possible d'utiliser uniquement la méthode de contrôle visuel ou de contrôle en TIR, mais ces deux méthodes sont complémentaires.

II.5 Caractérisation du matériau

Afin de déterminer le lien entre les propriétés des peaux composites fabriquées et les comportements des structures sandwich à l'impact, nous avons caractérisé le matériau. Ces essais ont consisté en une évaluation du taux volumique de fibres et du taux de porosité dans les peaux composites, ainsi que des observations microscopiques du stratifié. Quatre échantillons ont été sélectionnés aléatoirement pour chaque type d'endommagement. Les mesures de taux

de porosité et de taux volumiques ont été effectuées à partir des zones mortes des panneaux sandwich, avant et après les échantillons sélectionnés (par rapport au sens d'infusion).

II.5.1 Mesure du taux volumique de porosités et du taux volumique de fibres

Les propriétés mécaniques d'un matériau composite étant liées aux fibres et à la proportion de ces dernières dans le matériau, l'évaluation du taux volumique de fibres présentes dans les peaux peut expliquer les différences entre les comportements et les endommagements observés. La mesure du taux de porosité est également un bon moyen d'évaluation de la qualité du composite. La présence de porosité dans le composite peut influencer les propriétés mécaniques de celui-ci, en particulier au niveau de l'ILSS [Oli95], et des propriétés en flexion du matériau [Liu06].

Calcul du taux volumique de porosités

La mesure du taux de porosité s'effectue avant la détermination du taux de fibre et demande l'utilisation d'un pycnomètre. L'utilisation du pycnomètre est détaillée dans l'annexe C. Cette mesure consiste à déterminer séparément les densités des matériaux utilisés (fibres et résines), puis à déterminer la densité du matériau composite. La détermination du taux de fibre permet d'obtenir le rapport entre les différents constituants, et on en déduit le quantité de vide présent dans le matériau, c'est à dire le taux de porosité volumique. Le calcul du taux volumique de porosités est calculé à partir de l'équation :

$$\tau_{porosités,vol} = 100.(1 - \frac{m_{échantillon} - m_{fibres}}{\rho_{résine}.V_{échantillon}} - \frac{m_{fibres}}{\rho_{fibres}.V_{échantillon}}) \tag{15}$$

$m_{échantillon}$ est déterminée par pesée de l'échantillon propre et sec, tandis que m_{fibres} est déterminé après calcination de l'échantillon. La masse volumique des fibres et des résines utilisées sont également déterminées à l'aide du pycnomètre.

Calcul du taux volumique de fibres

Afin de mesurer les taux volumiques de fibres dans les différents échantillons, nous utilisons une méthode de calcination. Les échantillons sont pesés propres et secs, puis sont placés dans un four à 650°C pendant 10 minutes. Après ce passage au four, la totalité de la résine a été calcinée et il ne reste plus que la fibre de verre. La mesure du poids restant permet de déterminer la quantité de fibre initialement présente dans le composite. A partir des mesures faites pour les taux de porosités, nous connaissons la masse volumique des composants (fibre et matrice), et nous pouvons donc en déduire les taux volumiques. Le calcul du taux volumique est effectué à partir de l'équation 16 :

$$\tau_{fibres,vol} = 100.\frac{\frac{m_{fibres}}{\rho_{fibres}}}{V_{échantillon}} \tag{16}$$

Il est possible de calculer le taux volumique de fibres sans utiliser le volume de l'échantillon, mais dans le cas de nos essais, nous avons d'abord effectué les mesures nécessaires au calcul du taux volumique de porosité, la valeur de $V_{\text{échantillon}}$ était donc connue.

Résultats des essais et discussion

Les résultats des mesures des taux de porosité et de perte au feu sont résumés dans le tableau 15 :

Type d'impact		Taux volumique de fibres (%)		Taux volumique de porosité (%)	
		Valeur	Dispersion	Valeur	Dispersion
Type 1	Début	41,4	±1	0,22	±0,1
	Fin	37,9	±1,3	0,23	±0,1
Type 2	Début	40,9	±2,1	0,21	±0,1
	Fin	39,9	±0,8	0,2	±0,1
Type 3	Début	44,1	±4,7	0,21	±0,1
	Fin	49,9	±0,5	0,19	±0,1
Type 4	Début	50,5	±0,7	0,12	±0,1
	Fin	50,2	±0,2	0,12	±0,1

Tableau 15 – Taux de porosité et taux volumiques de fibres en fonction des types d'impacts.

La colonne début/fin indique que les mesures ont été effectuées en début et en fin de l'échantillon (par rapport au sens d'infusion). Nous supposons donc que la valeur du taux de fibre réel au niveau de l'impact est encadrée par ces deux valeurs. D'après les résultats, nous pouvons constater qu'une différence semble exister entre les types d'endommagements par rapport aux taux de fibres. D'après ces résultats, plus le taux de fibre augmente, plus le type d'endommagement évolue d'endommagements de Type 1 vers les endommagements de Type 4. Les valeurs des taux de fibres pour les endommagements de Type 1 et de Type 2 sont très proches, et nous avons constaté dans les autres parties que les caractéristiques de ces types d'endommagements sont assez similaires. Les différences existant entre les matériaux présentant ces types d'endommagements sont donc certainement très faibles, et une légère variation aussi bien au niveau de la fabrication que du protocole d'essai peut être la cause d'un endommagement plutôt de Type 1 ou plutôt de Type 2. Les valeurs des taux volumiques de fibres pour les endommagements de Type 3 sont encadrés par les valeurs des endommagements de Type 1/2 et de Type 4. Cette observation renforce notre hypothèse que les endommagements de Type 3 sont représentatifs d'une transition entre les endommagements de Type 1/2 et de Type 4.

Les valeurs de taux de porosité sont trop faibles pour être significatives et correctement exploitées. Les dispersions associées ne permettent pas de discriminer les types d'endommagement assurément. La surface du composite étant rugueuse, il est également possible que des bulles aient été présentes lors de la mesure dans le pycnomètre, venant perturber cette dernière. En revanche, il semble y avoir une tendance montrant que les endommagements de Type 4 présentent les taux de porosités les plus faibles.

La figure 71 rappelle les mécanismes de formation de micro et macro-porosités.

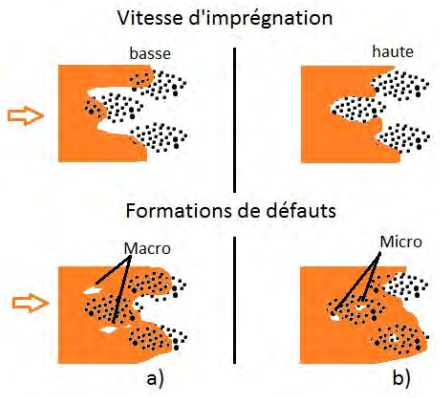

FIGURE 71 – Mécanismes de formation de macro-porosités a), et micro-porosités b) [Tro06].

Notre étude ayant considéré des résines à différentes températures, chargées ou non, une forte différence de viscosité existait entre les résines infusées à 50°C (minimum de 60 mPa.s) et les résines chargées en NS à 40°C (maximum de 350 mPa.s). Cette différence notable de viscosité entraine une différence de vitesse d'infusion, clairement observable lors des essais, les remplissages les plus rapides de préforme ayant lieu en moins de 5 minutes, tandis que certaines infusions avec NS ont pu prendre plus de 35 minutes. Bien que les mesures de densité aient montré que les taux volumiques de porosités sont très faibles lors de nos essais, il n'est malgré tout pas exclu d'en trouver un nombre non négligeable, de taille microscopique, dans les échantillons produits. Parmi les méthodes disponibles, nous avons choisi d'effectuer des coupes et de les observer par microscopie optique.

II.5.2 Observation en microscopie des échantillons

Afin de vérifier la présence de porosités dans les peaux composites, et les positions de ces dernières, des observations en microscopie ont été effectuées. Les échantillons ont été préparés suivant le protocole présenté en annexe D. Ces échantillons étant opaques, nous avons choisi d'effectuer les observations grâce à un microscope optique par réflexion. La figure 72 présente un échantillon préparé pour ces observations.

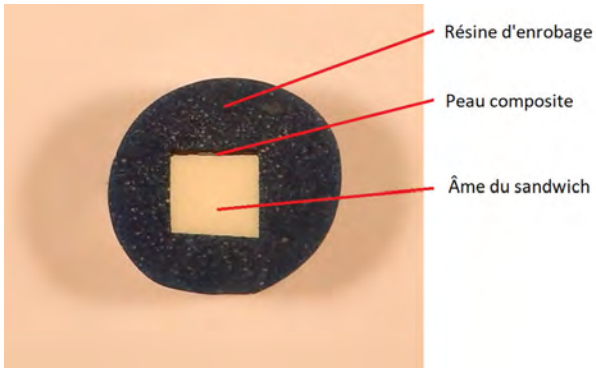

FIGURE 72 – Échantillon pour observation en microscopie par réflexion.

Le microscope utilisé est un microscope à réflexion PMG3-PO équipé des objectifs Olympus Neo Splan 5, 10, 20 et 50 permettant un grossissement total final de x340 à x3400. Parmi les observations possibles, nous avons pu détecter la présence de micro-porosités, de macro-porosités, de zones où la compaction des plis n'était pas optimale, et de zones riches en résine.

La figure 73 montre un exemple d'observation par microscopie des échantillons de composite.

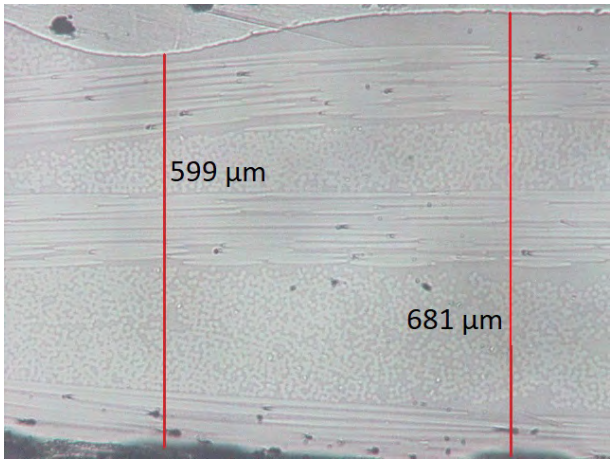

FIGURE 73 – Différences d'épaisseur de peau composite observables par microscopie.

Sur la figure 73, la zone haute de l'image est constituée de résine d'enrobage, tandis que la partie sombre en bas de l'image est l'âme du sandwich. Nous pouvons clairement distinguer les fibres orientées à 0° et à 90°, et nous pouvons également identifier les trois plis constitutifs des peaux composites. Les tâches noires présentes sur l'image ont été observées finement afin de déterminer leur nature. Sur les torons de fibres alignées dans le plan de l'observation, les tâches sont dues à l'arrachement des fibres lors de la préparation d'échantillon. Les tâches dans les torons perpendiculaires au plan d'observation sont placées au dessus de fibres. Celles-ci ne peuvent donc pas être des porosités (elles seraient placées entre les fibres), et nous en concluons que ce sont des impuretés sur la surface observée. Grâce à ces observations il est également possible d'observer une différence d'épaisseur du composite, due à une compaction non-optimale

des tissus, une zone riche en résine étant identifiable sur la droite de la figure. Ces zones peuvent être beaucoup plus importante, comme présenté sur la figure 74.

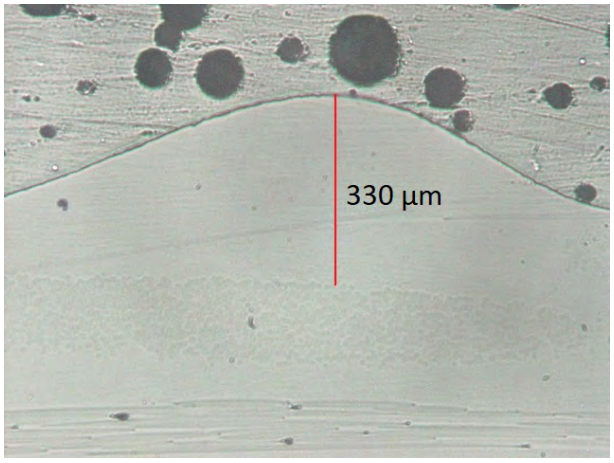

FIGURE 74 – Observation de zone riche en résine par microscopie.

Ce profil de vague au niveau de ce qui constituait la surface supérieure de la peau sandwich est comparable au phénomène que nous avions précédemment détecté lors des premiers essais d'infusion one-shot de matériaux composites à structure sandwich (section I.3.3). La grille drainante utilisée étant amenée à se détendre lors du passage de la résine liquide pendant l'infusion, des zones non compactées peuvent être présentes à l'interface entre la fibre et le drainant. Peu visible à l'œil nu (0,33mm de hauteur), cette observation est flagrante en microscopie.

Bien que les taux de porosités mesurés par détermination des densités soient très faibles, nous avons pu en détecter quelques-unes lors d'observations microscopiques. La figure 75 présente un exemple de micro-porosités observables par microscopie.

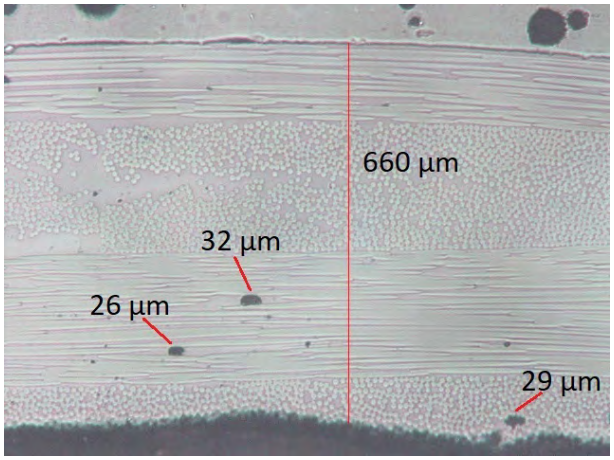

FIGURE 75 – Observation de micro-porosité par microscopie.

Ces micro-porosités sont bien positionnées entre des fibres d'une même orientation, dans un même toron de fibres.

Les figures 76 et 77 montrent des exemples de macro-porosités observées entre les torons de fibres.

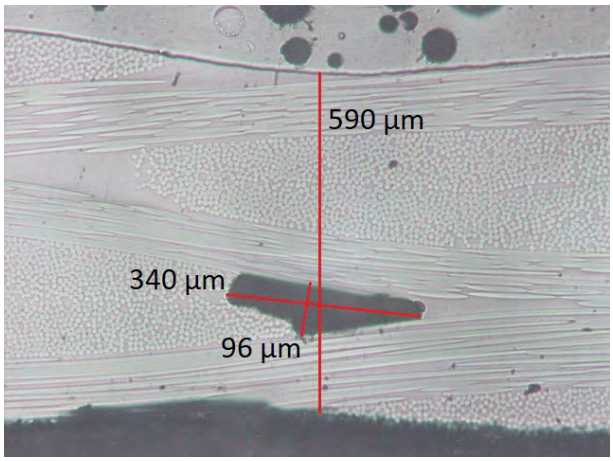

FIGURE 76 – Observation de macro-porosité par microscopie.

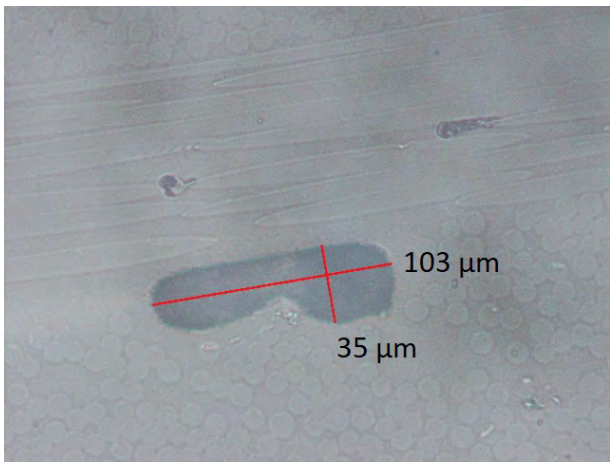

FIGURE 77 – Observation de macro-porosité par microscopie.

Ces figures montrent que les macro-porosités sont bien situées au croisement entre les torons. La taille de ces défauts, ainsi que leurs positions dans le composite permettent de les distinguer facilement des micro-porosités.

Les observations de ces porosités, et leurs positions dans les plis composites sont conformes aux mécanismes de formation décrits dans la littérature [Sis15, Ham04, Bhu17, Geo12, Mad14]. Le faible taux mesuré par calcul des densités a été confirmé lors des observations en microscopie et très peu de porosités (micro ou macro) ont pu être observées. De ces observations nous

pouvons donc conclure que les porosités n'ont pas d'influence sur le type d'endommagement observés pendant notre étude.

Les observations microscopiques ont également montré des différences d'épaisseur significatives dans certaines peaux composites pouvant varier de plus de 10%. Les zones constituées de résine pure mettent en évidence un défaut de compaction lors de l'infusion, probablement dû à la présence de grille drainante sur toute la surface du composite, et à sa relaxation lors du passage de résine liquide. Nous pouvons également observer les différences mesurées dans les valeurs des taux de fibres volumiques. Les composites dont l'observation microscopique montre des plis compactés sans zones riches en résine pure ont bien des taux de fibres volumiques élevés, et inversement. En revanche, la taille des échantillons observés étant très faible par rapport aux dimensions des panneaux sandwich impactés, ces observations peuvent être utilisées pour confirmer les mesures des taux de fibres, mais il parait difficile d'évaluer le taux de fibre à partir uniquement des observations microscopiques.

Conclusion

Dans cette partie nous avons étudié le comportement à l'impact des échantillons produits, ainsi que leurs endommagements. Afin d'impacter les échantillons produits nous avons choisi de les tester grâce à une tour de chute à poids tombant. Les essais préliminaires ont permis de déterminer qu'une énergie d'impact de E_{impact}=10J permettait de reproduire les impacts de type BVID observés sur les prototypes. Les conditions de basse vitesse et basse énergie sont utilisées pour l'ensemble des essais d'impact de cette étude. Nous avons mis en évidence l'importance d'un traitement sur les données brutes afin de pouvoir analyser correctement les impacts. Une analyse par transformée de Fourier des données recueillies a montré la présence de signaux parasites. L'un de ces signaux a été clairement identifié comme étant dû aux aller-retours de l'onde de compression dans l'impacteur. Un nettoyage du signal est inclus lors du traitement des données permettant l'obtention des courbes de force en fonction du temps, d'énergie en fonction du temps et de force en fonction du déplacement. L'état de l'art a montré l'importance de valeurs clés déterminées après dépouillement. Nous avons choisi de concentrer notre étude sur la force maximale atteinte pendant l'impact, le déplacement maximal de l'impacteur, la durée de l'impact, et l'énergie élastique restituée par le composite à l'impacteur. Ces valeurs et les allures des différentes courbes permettent de distinguer trois comportements parmi nos échantillons. Ces courbes nous permettent de prévoir des ruptures fragiles, des comportements ductiles ou des comportements élastiques dans les composites associés aux courbes.

— Les courbes correspondant au comportement I sont marquées par une force au pic dont la valeur est proche de 1800N (±150N), un temps de contact supérieur à 12ms (±1ms), un déplacement maximal de 10 mm (±1mm), et une valeur de $E_{élas}$ autour de 13% (±4%). Le profil de force en fonction du temps est marqué par une chute brutale puis deux diminutions progressives de la force. Ce comportement est associé à de la rupture fragile.
— Le comportement II est marqué par une F_{max} également située autour de 1800N (±150N) et un déplacement maximal de 10 mm (±1mm), mais le temps de contact est de 12ms (±1ms), et l'$E_{élas}$ est de 23% (±7%).Le profil de force en fonction du temps montre qu'après que le pic soit atteint, deux diminutions progressives sont notables, sans chute brutale. Le comportement II correspond à de la rupture ductile.
— Pour le comportement III on peut observer une F_{max} d'environ 1600N (±100N), un temps de contact de 10ms (±0,5ms), un déplacement maximal de 9 mm (±1mm), et une valeur d'$E_{élas}$ de 35% (±5%). Ce comportement est particulièrement différentiable des deux autres par le plateau de force très marqué après avoir atteint F_{max}. Après le plateau, la force en fonction du temps diminue jusqu'à être nulle. Le comportement III est un comportement élastique.

Nous avons également développé un protocole de stabilisation des échantillons endommagés permettant de conserver les déformations des différents composants du composite à structure sandwich lors de coupes. L'observation en microscopie optique de ces coupes nous a renseigné sur les mécanismes d'endommagements des échantillons soumis à un impact. Parmi l'ensemble des combinaisons de paramètres étudiés, nous avons observé trois comportements durant l'impact ainsi que quatre types d'endommagements. Une étape de Contrôle Non Destructif a également

été développée afin d'observer plus finement les endommagements détectés à l'œil nu et de les caractériser (cf partie II.4.3). Après relaxation des composites à structures sandwich, les endommagements ont été observés visuellement et les caractéristiques ont permis la distinction de quatre types d'endommagements. La taille du défaut, sa forme, ainsi que des détails notables comme le décollement âme/peau ou la fissuration de l'âme permettent de comprendre les mécanismes associés à chacun de ces types d'endommagements.

— Les endommagements de Type 1 sont clairement détectables à l'œil nu, ont un profil de rupture en croix fine d'une taille supérieure à 20x20mm^2, et l'observation de la peau impactée montre clairement la perforation de la peau supérieure. Ces endommagements présentent une profondeur d'indentation résiduelle entre 2mm et 4mm, et il est également possible de distinguer à l'œil nu des ruptures de fibres. Ces endommagements sont dus à de la fissuration matricielle, de la rupture de fibres, et une déformation en membrane et fracture de l'âme.
— Sur les endommagements de Type 2, nous remarquons une fissuration en croix de dimension inférieure à 20x20mm^2, et une indentation permanente inférieure à 1mm de profondeur. La forme de croix observable est plus large mais moins longue que celle observée sur les endommagements de Type 1. Pour les endommagements de Type 2, l'énergie d'impact est dissipée par : fissuration matricielle, arrachement fibre-matrice, déformation en membrane et fracture de l'âme. L'interface fibres-matrice pour les endommagements de Type 1 est plus fragile que pour les échantillons présentant un endommagement de Type 2.
— L'endommagement de Type 3 présente une zone blanchie contenue dans un cercle de moins de 8mm de diamètre, visiblement sans indentation permanente et sans rupture de fibres apparente. Il est également parfois possible de détecter l'initiation du décollement âme/peau sans coupe du sandwich, au niveau des bords extérieurs de l'échantillon (sens de la longueur). Ces endommagements sont principalement constitués de fissuration matricielle au niveau de la zone impactée.
— Les endommagements de Type 4 présentent en surface une tâche de fissuration matricielle, contenue dans un cercle de diamètre inférieur à 8mm. Les endommagements Type 4 présentent un décollement prononcé de la peau supérieure, due à la nature de l'interface entre l'âme et la peau, moins résistant dans les cas des endommagements de Type 4

Le protocole d'observation par Thermographie InfraRouge des échantillons que nous avons développé, permet de détecter les endommagements en surface mais également dans l'épaisseur des peaux composites. Le développement d'un banc équipé de rampes de chauffage infrarouge permet de garantir un chauffage uniforme de la zone observée en TIR. Notre méthode assure un chauffage rapide et de forte intensité sur la zone d'intérêt. Le comportement thermique des zones endommagées de l'échantillon fait apparaitre des différences dans le refroidissement de la zone chauffée. Ces différences sont captées par la caméra thermique et l'analyse des thermogrammes montre les zones dont le comportement thermique est différent. Ces zones correspondent effectivement aux parties endommagées de nos échantillons.

L'utilisation de la TIR nous permet d'approfondir le premier contrôle visuel effectué sur les sandwichs impactés. Pour les endommagements de Type 1, les fibres primaires ayant été forte-

ment déformées, on peut détecter un délaminage en pointe de fissure causé par une ouverture en mode I. Dans un cas de pièce réelle, dont la surface a été peinte, les endommagements de Type 3 n'auraient pas pu être détectés. L'observation en TIR permet leur détection, ainsi que la détermination de leur taille, donc l'évaluation de leur gravité sur la structure composite. En observant les endommagements de Type 4, nous avons pu constater qu'en plus de la tâche visible à l'oeil nu et sur les coupes, une zone endommagée supplémentaire était détectable. Cette dégradation de la peau suit les fibres primaires et n'est présente qu'en direction du bord le plus proche de la zone impactée. Ce résultat montre la dépendance de l'endommagement de Type 4 aux conditions aux limites de l'essai, contrairement aux trois autres types d'endommagement rencontrés dans notre étude.

Les mesures de taux de fibres volumiques semblent montrer que plus le taux volumique de fibres augmente, plus l'endommagement observé évolue du Type 1/2 vers le Type 3 puis vers le Type 4. Une tendance du taux volumique de porosité montre qu'un taux très faible de porosités est lié à un endommagement de Type 4. La dispersion des résultats et les conditions de mesure ne permettent pas de conclure définitivement sur l'influence du taux volumique de porosités. Le protocole d'infusion utilisé n'a pas entrainé de formation de porosités, au niveau macroscopique, comme au niveau microscopique. En revanche, ce dernier entraine la formation de zones où la compaction n'est pas optimale, diminuant ainsi le taux de fibre volumique relevé.

Troisième partie

Influences des paramètres d'élaboration sur le comportements à l'impact et les endommagements

Après avoir identifié et classé les comportements et les endommagements de cette étude, nous nous intéressons maintenant aux liens existant entre les propriétés mécaniques et les conditions de fabrication des échantillons. Nous avons débuté cette étude par une caractérisation mécanique de la matrice utilisée dans nos peaux composites. Pour cela des éprouvettes de résine pure ont été fabriquées dans des conditions de température similaires à celles rencontrées lors des infusions. Nous avons ensuite étudié les comportements et endommagements en fonction des paramètres d'infusion. Nous pouvons ainsi lier les comportements et endommagements aux paramètres du procédé. Dans un dernier temps, nous avons soumis les échantillons impactés à plusieurs impacts successifs tout en étudiant les évolutions de leurs réponses.

III.1 Caractérisation mécanique de la matrice en fonction des paramètres d'élaboration

Afin de déterminer les propriétés mécaniques des systèmes époxydes, des éprouvettes de résine pure sont fabriquées. Pour représenter les 3 températures choisies pour l'étude (25°C, 40°C et 50°C), les résines, durcisseurs et moules de coulée sont placés dans l'étuve à chacune de ces températures pendant 2h. Les systèmes époxydes sont ensuite mélangés, dégazés, puis coulés dans les moules. Les moules remplis sont sortis de l'étuve puis laissés à température ambiante pendant une nuit. Après réticulation à température ambiante, les moules sont ensuite placé dans l'étuve pendant 8 heures à 60°C, respectant ainsi le cycle de polymérisation précédemment décrit (cf partie I.4.5). Une série additionnelle d'échantillons a été produite en coulant les systèmes époxydes à 25°C puis en les plaçant immédiatement dans l'étuve à $T_{cuisson}$=60°C pendant 8 h.

Après cuisson, les plaques coulées sont démoulées et les échantillons sont ensuite coupés aux dimensions de la norme ISO178-2010 pour un essai de flexion trois points. Les éprouvettes sont soumises à un essai de flexion 3 points jusqu'à rupture sur un banc d'essais mécanique MTS RT/50 (figure 78) équipé d'une cellule de charge de 10 kN. La vitesse de déplacement de la traverse est imposée à 2mm/min.

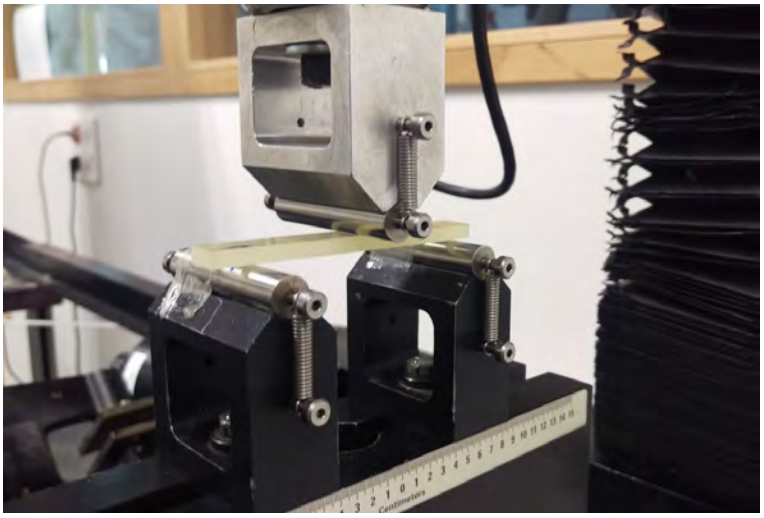

FIGURE 78 – Essai de flexion 3 points.

Les données récupérées sont le déplacement de la traverse et la force mesurée par la cellule de charge.

La contrainte en flexion maximale est déterminée selon l'équation :

$$\sigma_{f,max} = \frac{3.F.L}{2.b.h^2} \tag{17}$$

avec :
$\sigma_{f,max}$: la contrainte en flexion maximale
F : la force en Newton
L : l'écartement des supports (portée)
b : la largeur de l'éprouvette
h : l'épaisseur de l'éprouvette

Pour calculer le module en flexion, et d'après la norme ISO 178-2010, on détermine les déflexions s_1 et s_2 correspondant à une flêche en flexion maximale respective de ε_{f1}=0,0005 et ε_{f2}=0,0025 selon l'équation :

$$s_i = \frac{\varepsilon_{fi}.L^2}{6.h} \tag{18}$$

Le module en flexion est ensuite déterminé selon la formule :

$$E_f = \frac{\sigma_{f2} - \sigma_{f1}}{\varepsilon_{f2} - \varepsilon_{f1}} \tag{19}$$

Avec σ_{fi} la contrainte en flexion (en MPa) mesurée à la déflexion s_i.

A partir des mesures effectuées, pour chacun des essais on détermine les valeurs du module en flexion, de la contrainte maximale de l'éprouvette, de la flèche de l'éprouvette pour cette contrainte maximale, et de la flèche à rupture de l'éprouvette. Ces valeurs sont représentées

en fonction du système époxyde utilisé, et des cycles de réticulation employés. Nous avons également représenté les valeurs données par le fournisseur pour le cycle de réticulation choisi [Sic16].

Les résultats de ces essais mécaniques sont présentés sur les figures 79, 80, 81 et 82.

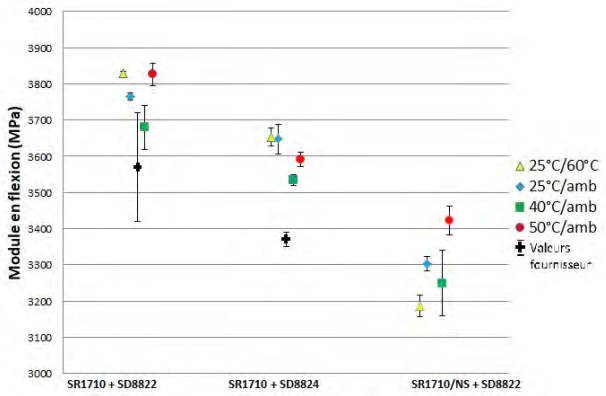

FIGURE 79 – Module en flexion pour les trois systèmes époxydes et pour différents cycles de polymérisation.

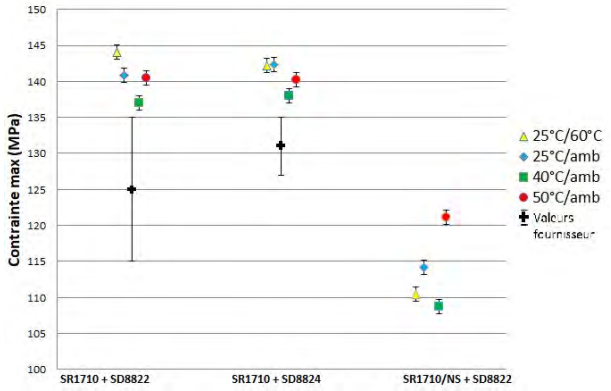

FIGURE 80 – Contrainte max en flexion pour les trois systèmes époxydes et pour différents cycles de polymérisation.

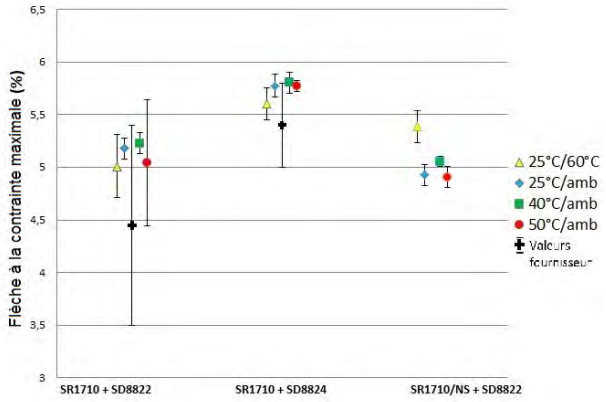

FIGURE 81 – Flèche à la contrainte max pour les trois systèmes époxydes et pour différents cycles de polymérisation.

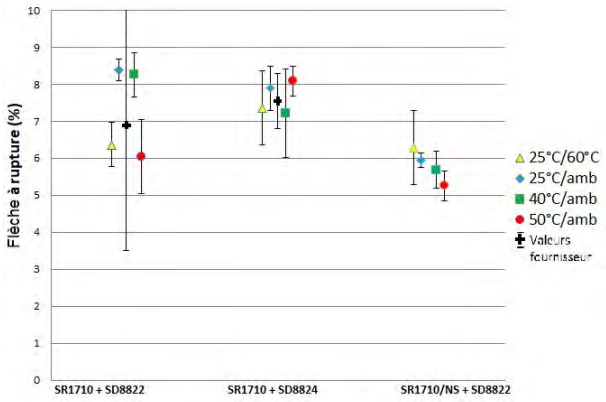

FIGURE 82 – Flèche à rupture en flexion pour les trois systèmes époxydes et pour différents cycles de polymérisation.

Pour chacune des douze configurations possibles (trois systèmes époxydes avec quatre cycles de cuisson), quatre éprouvettes ont été testées en flexion. À partir de ces essais, nous constatons que les trois systèmes époxydes peuvent être différenciés, cependant la dispersion des résultats pour un même système époxyde empêche la distinction des différents cycles de cuisson. Les différences entre la nature de la résine utilisée semblent générer plus d'écarts de différences de propriétés mécaniques que les cycles de cuisson. Ce résultat peut être expliqué par le comportement thermique des moules aluminium utilisés. Leur forte conductivité thermique permet l'évacuation rapide de l'énergie thermique contenue dans les résines. Les systèmes époxydes coulés à chaud (40°C et 50°C) perdent rapidement leur énergie thermique en refroidissant à la température ambiante. Ainsi le comportement thermique des différents systèmes époxydes pendant la réticulation à température ambiante est semblable, entrainant des valeurs semblables pour les quatre cycles de réticulation étudiés.

Nous pouvons en revanche voir l'influence du durcisseur et de la présence d'additifs sur les propriétés mécaniques des résines obtenues. Malgré la dispersion des résultats, nous pouvons conclure que l'ajout de Nanostrength dans la résine entraine une diminution claire du module en flexion (environ 10% par rapport au même système époxyde sans NS) et de la contrainte max (environ 20% par rapport aux autres systèmes époxydes). La déformation à la contrainte maximale ainsi que la déformation à rupture semblent également subir une diminution, moins perceptible en raison de la dispersion des valeurs obtenues.

Lors des essais nous avons pu également constater une différence sur le profil de rupture entre les échantillons sans et avec additifs. Les éprouvettes sans additifs ont toutes subi une rupture fragile et la fracture est nette. Les éprouvettes avec additifs présentent une zone blanchie correspondant à une zone de déformation plastique autour de la zone de rupture. Cette différence montre la présence de propriétés caractéristiques des thermoplastiques, apportées par les additifs.

III.2 Influence de la différence de température entre la résine injectée et la préforme

Dans cette partie nous nous intéresserons aux résultats obtenus avec des panneaux sandwich fabriqués pour $T_{préf} \neq T_{rés}$. Afin de réaliser ces plaques, les préformes sèches sont maintenues dans l'étuve à une température $T_{préf}$, tandis que les pots de résine sont placés dans un bain marie à l'extérieur à une autre température $T_{rés}$ pendant toute l'infusion. Les thermocouples T_1 et T_2 placés respectivement en début et en fin d'infusion (cf. figure 32) permettant la visualisation de la température de la résine lorsqu'elle atteint ces points. Lors de l'infusion, nous avons pu constater que, quelles que soient les températures $T_{préf}$ et $T_{rés}$, si $T_{préf} < T_{rés}$, alors : $T_{préf} < T_1 < T_{rés}$ et $T_2 \approx T_{préf}$, et que si $T_{préf} > T_{rés}$, alors $T_{rés} < T_1 < T_{préf}$ et $T_2 \approx T_{préf}$. En outre, plus la résine est visqueuse, plus le temps qu'elle met à atteindre le thermocouple T_1 est long. Ainsi la quantité de chaleur échangée par la résine avec la préforme sèche et avec les tissus d'environnement en début d'infusion, est plus importante lorsque la résine est plus visqueuse. En conséquence, plus la résine est visqueuse, plus la température de la résine en T_1 est proche de $T_{préf}$. Si on s'intéresse à la température de la résine au niveau du front d'avancée de résine $T_{résine,front}$, on peut résumer l'évolution de cette température en fonction de la longueur infusée par la figure 83 pour deux résines de viscosités différentes, η_1 et η_2, avec $\eta_1 > \eta_2$.

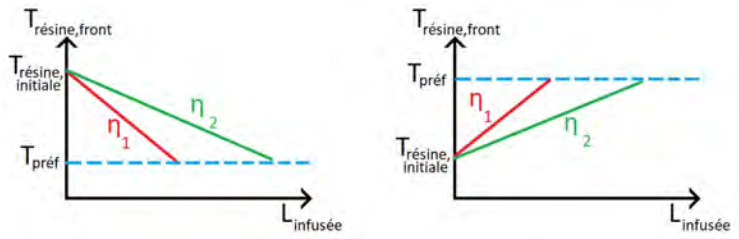

FIGURE 83 – Représentation de l'évolution de la température de la résine au front d'avancée en fonction de la longueur depuis le point d'injection.

Cette non uniformité du champ de température dans la résine selon sa position dans l'infusion entraine des disparités dans la viscosité de la résine au niveau de son front d'avancée. On peut donc supposer que l'imprégnation des tissus secs n'a pas lieu de façon homogène tout au long de l'infusion. Nous définissons trois zones dans l'infusion, début / milieu / fin, correspondant respectivement aux premier / deuxième / troisième rangs d'échantillons (cf figure 28). Le prélèvement de trois échantillons dans la même zone nous permet d'avoir des résultats à une même distance du point d'infusion. On peut donc supposer que l'imprégnation se fait de la même façon et donc que les échantillons prélevés dans une zone ont des comportements et endommagements semblables. Le dépouillement des résultats montre que cette hypothèse est vérifiée dans la quasi-totalité des cas. Les exceptions à notre hypothèse semblent être des combinaisons de paramètres entrainant un état transitoire pour lesquels une légère variation de conditions d'élaboration entraine de fortes différences de propriétés mécaniques. Pour ces combinaisons, sur les trois échantillons d'un même rang, on observe les trois comportements et trois types d'endommagements. Les valeurs d'E_{impact} étant égales pour ces échantillons (moins de 5% de différence entre les valeurs), ces zones de transition sont attribuées aux propriétés mécaniques des échantillons impactés, et non aux valeurs de l'énergie d'impact [Gor14].

Nous avons également pu constater que le gradient de température a une influence sur les propriétés mécaniques. En effet, sur certaines plaques fabriquées avec $T_{préf} \neq T_{rés}$, les comportements et endommagements observés n'étaient pas uniformes. Ainsi, en observant successivement le début, milieu, et fin d'infusion, pour la plaque 40-50-L-S-S (cf tableau 16) on peut constater un comportement III couplé à des endommagements de Type 3, puis un comportement 1 couplé à des endommagements de Type 2, et enfin un comportement 1 couplé à des endommagements de Type 1. De même, pour la plaque 40-50-L-L-A on observe successivement un comportement III avec des endommagements de Type 4, puis un comportement III avec des endommagements de Type 3, et enfin un comportement I avec des endommagements de Type 2. Pour ces deux plaques, les comportements et endommagements étaient bien uniformes dans un même rang.

Pour toutes les plaques fabriquées avec $T_{préf} \neq T_{rés}$, lorsqu'un comportement III était observé en début d'infusion, nous avons pu constater une évolution vers un comportement II et I dans les rangs suivants. Les plaques avec un comportement I dans leur premier rang présentaient toutes un comportement I dans les autres rangs. L'analyse des résultats de comportement et d'endommagements pour les panneaux fabriqués avec $T_{préf} \neq T_{rés}$ est présentée dans le tableau 16. Nous notons le comportement CI/CII/CIII et le type d'endommagement T1/T2/T3/T4

pour chacune des zones de l'infusion (début, milieu, fin).

Référence de plaque	Début d'infusion	Milieu d'infusion	Fin d'infusion
25-50-L-S-S	CIII - T3	CIII - T3	CI - T2
40-50-L-S-S	CIII - T3	CI - T2	CI - T1
25-50-L-L-S	CIII - T3	CIII - T3 / CII - T3	CIII - T3 / CI - T1
40-50-L-L-S	CI - T1	CI - T1	CI - T1
25-50-L-L-A	CI - T1	CI - T1	CI - T1
40-50-L-L-A	CIII - T4	CII - T3	CI - T2
25-50-R-S-S	CI - T1	CI - T1	CI - T1
40-50-R-S-S	CII - T3	CI - T2	CI - T1
25-50-R-L-S	CI - T1	CI - T1	CI - T1
40-50-R-L-S	CI - T1	CI - T1	CI - T1
25-50-R-L-A	CII - T3	CII - T3	CII - T3
40-50-R-L-A	CIII - T4	CII - T3	CII - T3
50-10-L-S-S	CI - T2	CI - T2 / CI - T1	CI - T1

Tableau 16 – Résultats des comportements et endommagements pour des plaques fabriquées avec $T_{préf} \neq T_{rés}$.

L'étude de Wang et al. [Wan12] a montré que le champ de température n'était pas uniforme le long d'une infusion avec $T_{préf} \neq T_{rés}$, ni dans l'épaisseur pour un composite comptant de nombreux plis. Dans notre cas nous supposons que l'imprégnation est simultanée dans l'épaisseur du renfort fibreux. De plus, les études [Zha09, Kep09, Dav07] montrent que les différents cycles de températures vus par la résine ont une influence sur les propriétés mécaniques de la matrice, et donc du composite obtenu.

De cette étude nous pouvons donc conclure que lors d'une infusion avec $T_{préf} \neq T_{rés}$, les propriétés mécaniques d'un panneau sandwich peuvent être différentes. Cette non-uniformité pouvant venir masquer l'influence des autres paramètres d'élaboration, nous avons décidé de nous concentrer sur les infusions isothermes ($T_{préf} = T_{rés}$). Nous avons également montré qu'un comportement mécanique observable dans une zone de la plaque pouvait être différent dans une autre zone du panneau sandwich fabriqué.

III.3 Caractérisation des impacts pour des échantillons élaborés par infusion isotherme

L'étude des infusions isothermes nous permet de supprimer l'influence de la différence de température pour n'avoir que l'influence d'une température d'infusion. Les variations éventuellement observées dans une plaque ne seront dues qu'aux paramètres de fabrication et à leur combinaisons, contrairement aux cas présentés dans la partie III.2. Dans la première partie de

cette étude nous nous sommes concentrés sur l'étude des panneaux sandwichs fabriqués avec une âme lisse.

III.3.1 Etude des cas avec âme lisse

Pour une infusion isotherme avec âme lisse, sept cas sont possibles : 50-50-L-S-S / 50-50-L-L-S / 40-40-L-S-S / 40-40-L-L-S / 40-40-L-L-A / 25-25-L-S-S / 25-25-L-L-S (cf tableau 9). Pour le cas 50-50-L-L-S nous attendons des problèmes de décollement âme/peau en raison des problèmes de compatibilité détectés dans l'étude préliminaire. Lors de l'analyse des comportements et des endommagements, nous avons pu constater que sur les sept plaques comparées, une seule combinaison de paramètres entrainait une réponse à l'impact non uniforme : 40-40-L-L-A (présentée dans la partie III.3.1) tandis que les six autres présentaient effectivement des comportements uniformes sur toute la plaque. Parmi ces six plaques, seule la combinaison de paramètres 25-25-L-L-S (présentée dans la partie III.3.1) se détachait des autres par rapport aux valeurs caractéristiques mises en évidence dans la partie II.2.2 (F_{max}, $\%E_{élas}$, δ_{max}, Δt_{impact}). Les cinq combinaisons semblables (50-50-L-S-S / 50-50-L-L-S / 40-40-L-S-S / 40-40-L-L-S / 25-25-L-S-S) présentent toutes des comportements I et des endommagements de Type 1 ou de Type 2. Les courbes caractéristiques de ces cinq combinaisons sont présentées sur la figure 84. La combinaison des comportements et des types d'endommagements observés pour ces cinq combinaisons sont présentés dans le tableau 17.

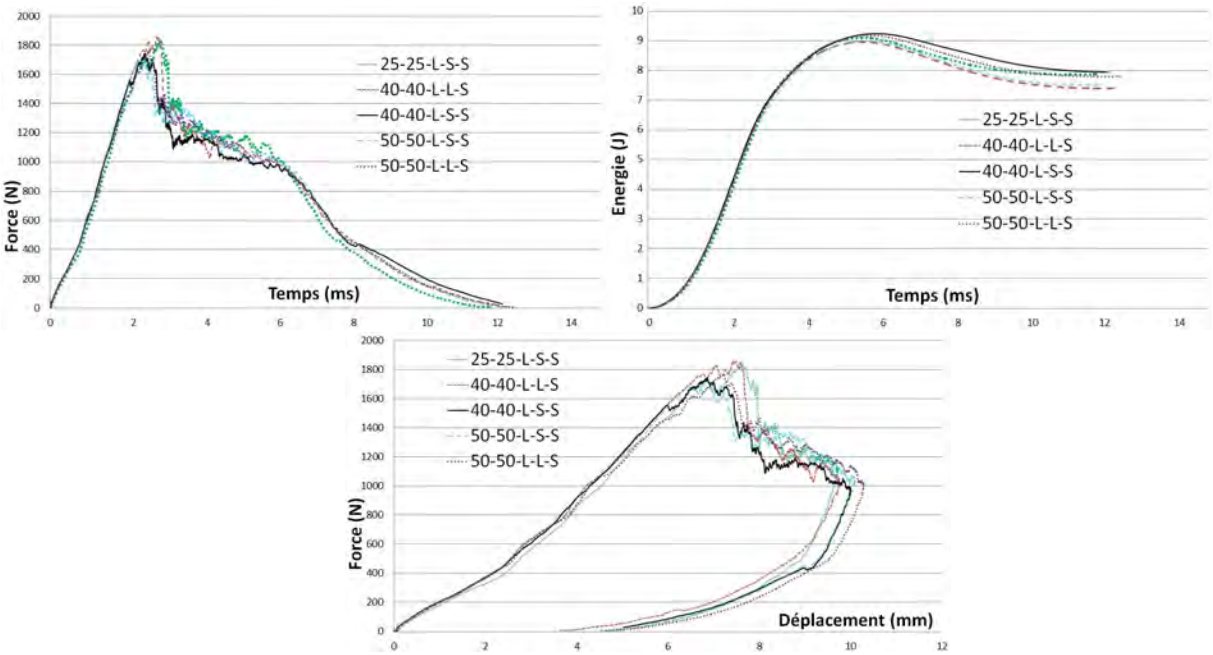

FIGURE 84 – Courbes de F=f(t), E=f(t) et F=f(δ).

Plaque	50-50-L-S-S	50-50-L-L-S	40-40-L-S-S	40-40-L-L-S	25-25-L-S-S
Comportement	CI	CI	CI	CI	CI
Type d'endommagement	T1	T1	T2	T2	T2

Tableau 17 – Comportements et types d'endommagements pour les combinaisons semblables en conditions isothermes à âme lisse.

De cette étude, nous pouvons conclure que pour des températures supérieures à 40°C, la nature du durcisseur n'a pas d'influence significative sur le comportement à l'impact. De même, dans le cas d'une infusion avec le durcisseur standard dans des conditions isothermes, la température d'infusion n'influence pas fortement le comportement pendant l'impact. En revanche, nous notons une différenciation de l'endommagement entre les infusions réalisées à 50°C et en dessous de 40°C. Conformément à nos observations sur la nature des endommagements (partie II.4.2), la nature de l'endommagement, Type 1 à 50°C et Type 2 à 40°C et 25°C, montre qu'au-delà de 50°C le mécanisme de rupture est fragile, tandis qu'en dessous de 40°C le mécanisme de rupture est plus ductile.

Combinaison durcisseur lent + basse température

L'étude statistique des valeurs clés que nous avons choisies a immédiatement montré que la combinaison 25-25-L-L-S était très différente des autres combinaisons étudiées dans le cas des sandwichs à âme lisse. Pour cette combinaison le déplacement de l'impacteur est plus grand que pour n'importe quelle autre plaque, et la quantité d'$E_{élas}$ est la plus faible de tous les échantillons. Afin de comprendre l'influence de la combinaison durcisseur lent + $T_{infusion}$=25°C, nous avons comparé la plaque 25-25-L-L-S avec une plaque produite à la même température avec le durcisseur standard (25-25-L-S-S) et avec une plaque produite avec le même durcisseur à une autre température (40-40-L-L-S). La comparaison des comportements est présentée sur la figure 85.

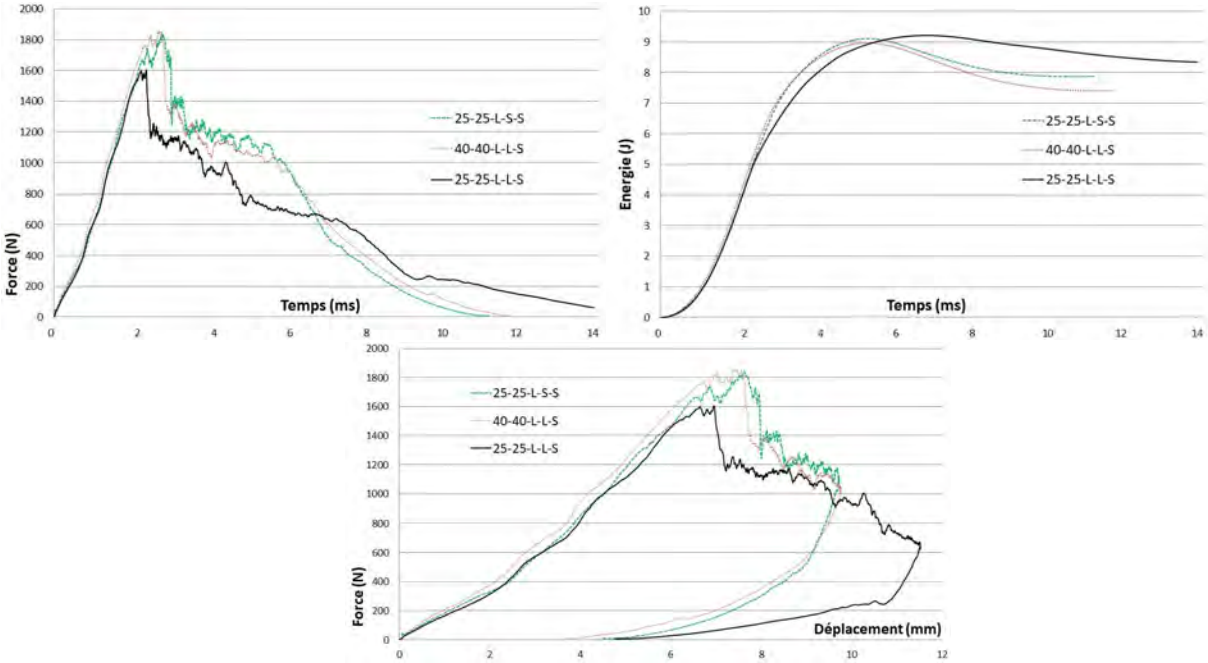

FIGURE 85 – Influence de la combinaison durcisseur + $T_{infusion}$ sur le comportement.

La courbe de F=f(t) montre que les trois courbes ont la même pente initiale. Les échantillons ont donc la même rigidité. En revanche, la valeur de F_{max} est inférieure pour le cas 25-25-L-L-S, montrant que le composite fabriqué est moins résistant à l'impact. Ainsi, l'échantillon commence à se dégrader pour une valeur de F_{max} plus faible. Nous pouvons également constater que la valeur du déplacement pour lequel la F_{max} est atteinte est plus faible. La déformation avant rupture du composite est donc moins importante. Dans la chronologie de l'impact, le composite se dégradant plus tôt, moins d'énergie est retransmise à l'impacteur lors du rebond, d'où une $E_{élas}$ inférieure. De la même façon, comme les peaux s'opposent moins à la pénétration de l'impacteur, le déplacement final de l'impacteur est plus important et le temps de contact est plus long.

L'observation montre que pour la plaque 25-25-L-L-S les endommagements sont de Type 1, tandis que pour les deux autres plaques les endommagements sont de Type 2. Comme la viscosité des résines est semblable pour le durcisseur lent et pour le durcisseur standard (à la même température, moins de 10% de différence), nous pouvons éliminer l'imprégnation des fibres comme mécanisme causant les différences. Nous pouvons également constater que les plaques 25-25-L-S-S et 40-40-L-L-S présentent des comportements et endommagements similaires. La nature du durcisseur à elle seule ne peut donc pas expliquer les différences. Nous nous sommes donc intéressés aux températures de préparation et de polymérisation de ces trois plaques.

Le même cycle de cuisson est utilisé pour l'ensemble des panneaux fabriqués : après infusion, les plaques sont maintenues 24 heures à température ambiante, puis cuites dans une étuve à 60°C pendant 8 heures. Lorsque la résine et la préforme sont chauffées significativement au dessus de la température ambiante (à 40°C et 50°C), l'âme du panneau sandwich emmagasine

de la chaleur. Cette âme étant une mousse d'isolation thermique, lors de la polymérisation de la résine, elle continue à diffuser de la chaleur autour d'elle. Dans une plaque fabriquée à T_{amb}, aucune chaleur additionnelle n'est apportée à la préforme imprégnée pendant les 24h de repos. La réaction de polymérisation étant exothermique, si aucune chaleur n'est apportée, la cinétique de réaction est purement dépendante de la nature du durcisseur. Chauffée à 40°C, la préforme est en mesure de fournir suffisamment d'énergie à la résine pour accélérer la réaction. Ainsi, l'avancement de la réaction dans le panneau 25-25-L-S-S est sans doute équivalent à celui dans le panneau 40-40-L-L-S, après avoir été laissés 24h à température ambiante. Le taux de réticulation final pour ces deux panneaux est certainement très proche, et d'un point de vue mécanique, aucune différence ne devrait exister entre ces plaques.

Afin de confirmer l'influence de la combinaison durcisseur lent + basse température, nous nous sommes intéressés à la plaque fabriquée à 25°C avec durcisseur lent et sans additifs, mais avec une âme rabotée (plaque 25-25-R-L-S). Nous avons pu constater que les comportements et endommagements observés dans la plaque 25-25-R-L-S sont semblables à ceux observés dans la plaque 25-25-L-L-S. Les comparaisons de ces comportements sont présentés dans la figure 86.

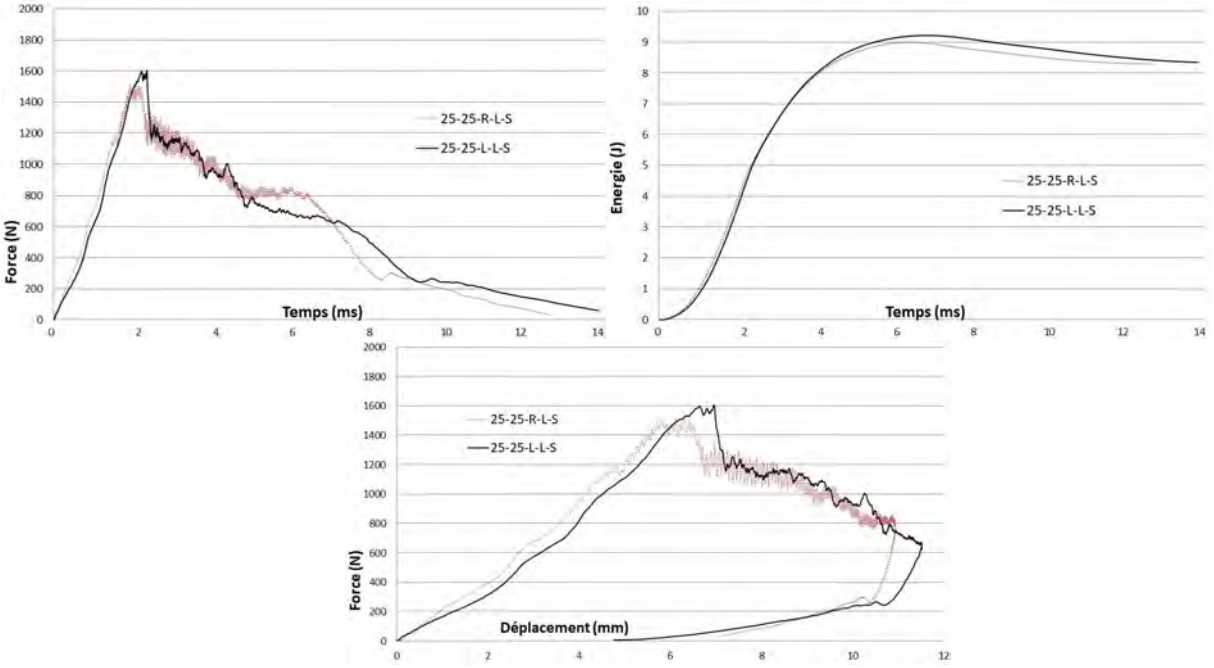

FIGURE 86 – Comparaison des comportements avec âmes lisse et rugueuse pour des infusions à 25°C et avec durcisseur lent.

Les variations présentes sur les courbes obtenues avec un échantillon à âme rugueuse sont expliquées dans la partie consacrée aux sandwichs avec âme rabotée, partie III.3.2.

Nous pouvons conclure que dans le cas d'un sandwich à âme lisse, la combinaison durcisseur lent + basse température entraine une modification significative des paramètres clés de l'étude, et entraine une diminution de la résistance à l'impact. La force maximale supportable

par l'échantillon avant que les endommagements ne s'initient est plus faible, permettant à l'impacteur de dégager plus d'énergie et augmentant ainsi l'énergie absorbée par le composite. Cette énergie étant dégagée dans l'échantillon par des endommagements, la structure résiste moins et l'impacteur peut progresser plus en profondeur dans la structure. Ces conclusions sont confirmées par l'étude de la même combinaison de paramètres, mais avec une âme rugueuse, montrant des comportements et endommagements semblables.

Lors de l'étude des propriétés mécaniques de la résine pure, nous avons coulé des éprouvettes de résine pure en reproduisant les conditions de température et le cycle de cuisson. Le but de cette expérience était de mettre en évidence une différence significative de propriétés mécaniques des résines. Comme le montrent les figures 79, 80, 81, et 82, nous ne pouvons pas différencier clairement le cycle de réticulation (infusion à 25°C + 24h à T_{amb} + cuisson à 60°C pendant 8h) des autres cycles de cuisson utilisés.

Les moules de coulées étant en aluminium, les transferts de chaleur sont très différents de ceux rencontrés dans nos protocoles d'infusions réelles. L'aluminium étant un très bon conducteur thermique, la chaleur des milieux réactionnels dûe aux températures initiales et à la réaction, a pu être évacuée. L'âme des sandwichs étant constituée d'isolant thermique, lorsque l'infusion a lieu, la préforme retient bien la chaleur. En conséquence les transferts thermiques dans le cas des moules en aluminium et des infusions réelles sont très différents. Les cinétiques de réaction et de réticulation dans le cas des moules aluminium sont certainement très différents de ceux rencontrés lors des infusions, ce qui explique pourquoi nous ne sommes pas arrivés à différencier clairement les cycles de polymérisation avec ces essais.

Cas des additifs

Afin de déterminer le potentiel des additifs nano-dimensionnés, deux plaques contenant des additifs Nanostrength M52N ont été produites avec $T_{préf}$=$T_{rés}$=40°C. La viscosité de la résine contenant des Nanostrength ainsi que la préparation de ces résines sont présentées dans la partie I.3.2. Pour ces deux plaques, deux comportements différents sont observés. Dans le cas de la plaque 40-40-R-L-A, on peut observer uniformément sur la plaque un comportement I et des endommagements de Type 1. Dans le cas de la plaque 40-40-L-L-A, on peut constater que les propriétés des échantillons ne sont pas uniformes sur la plaque. Conformément à ce qui était attendu, les échantillons prélevés dans une même zone de la plaque (en début, milieu ou fin d'infusion) présentent les mêmes comportements et endommagements. En revanche on constate des différences entre les zones. Nous avons constaté respectivement dans les zones début/milieu/fin d'infusion les comportements et les endommagements CII-T3/CII-T3/C1-T2. Afin de pouvoir étudier l'effet de ces additifs, la plaque 40-40-L-L-A est comparée à la plaque 40-40-L-L-S. Les différences de comportements sont présentées sur la figure 87.

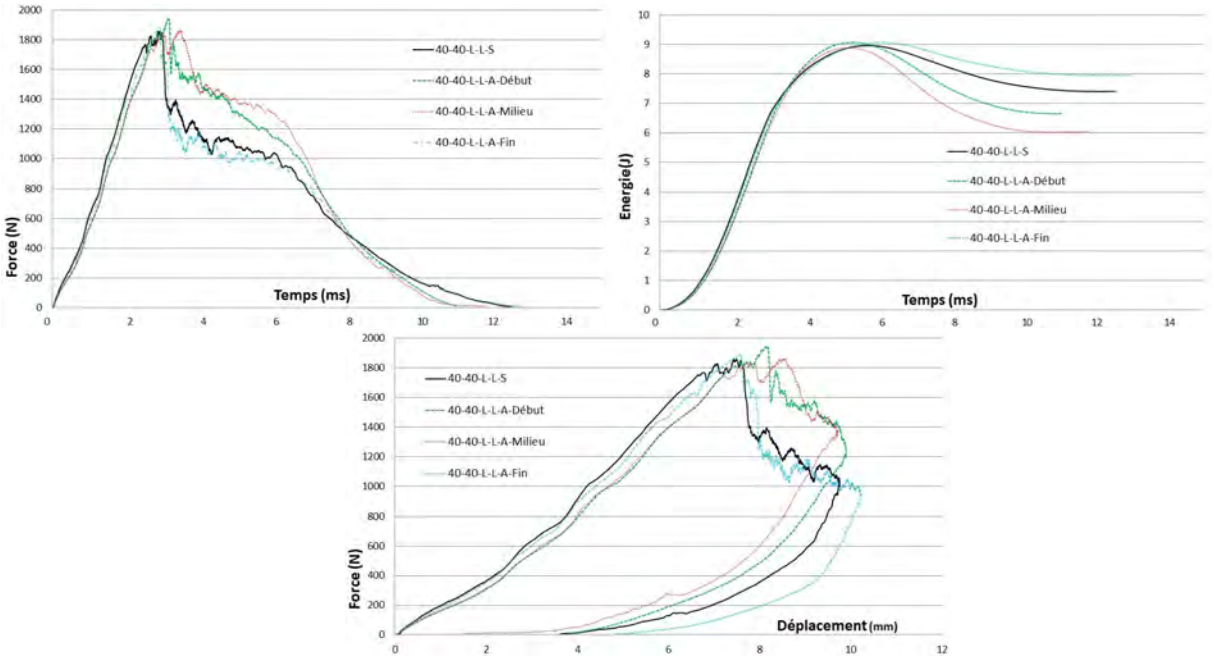

FIGURE 87 – Comparaison des comportements dans les plaques 40-40-L-L-A et 40-40-L-L-S.

Le début et milieu d'infusion correspondent à un comportement II, tandis que la fin de la plaque correspond à un comportement I.

Le temps nécessaire pour infuser les plaques 40-40-L-L-A et 40-40-R-L-A s'est révélé bien plus long que pour les autres infusions. Les infusions avec NS ont pris 35 minutes, tandis que même à température ambiante une infusion sans NS dure moins de 10 minutes. Pendant toute l'infusion le pot de résine est maintenu à température dans un bain d'eau thermostaté, mais la mesure de la température dans le pot montre malgré tout une élévation de 5°C à la fin de l'infusion. Il est fort possible que la réaction ait subi un phénomène de prise en masse et qu'en fin d'infusion le point de gel de la résine était quasiment atteint. De ce fait la viscosité de la résine était fortement augmentée et l'imprégnation des fibres dégradée. Les précédentes études sur les additifs NS ([Den12, Bou13, Bou14, Bou17]) ont contourné la forte augmentation de viscosité par l'utilisation d'un diluant réactif compatible avec le système époxyde utilisé, autant pour des époxydes d'imprégnation au contact, que pour de l'infusion de résinne additivée. Cette solution n'étant pas disponible dans le cas de la résine SR1710 nous n'avons pas pu diminuer la viscosité du mélange. Dans cette configuration, l'infusion ne permet pas d'obtenir des propriétés uniformes sur tout le panneau sandwich produit.

Contrairement à ce qui était attendu dans le cas des plaques fabriquées avec $T_{préf} \neq T_{rés}$, l'étude de la plaque 25-50-R-L-A montre des comportements et endommagements uniformes dans toute la plaque (Comportement II, endommagements Type 3). Il est possible que la préforme sèche ait agi comme une zone froide pour la résine et ait limité la gélification de la résine. En effet, l'exothermie de la réaction étant modérée par la source froide constituée par l'âme du composite, l'augmentation de chaleur entre le début et la fin de la réaction a pu être limitée,

empêchant l'emballement de la réaction. De cette façon l'imprégnation des fibres a été uniforme sur toute la longueur de l'infusion, permettant l'obtention d'une réponse à l'impact uniforme dans tous les échantillons testés. La figure 88 montre la réponse des échantillons dans les trois zones de l'infusion.

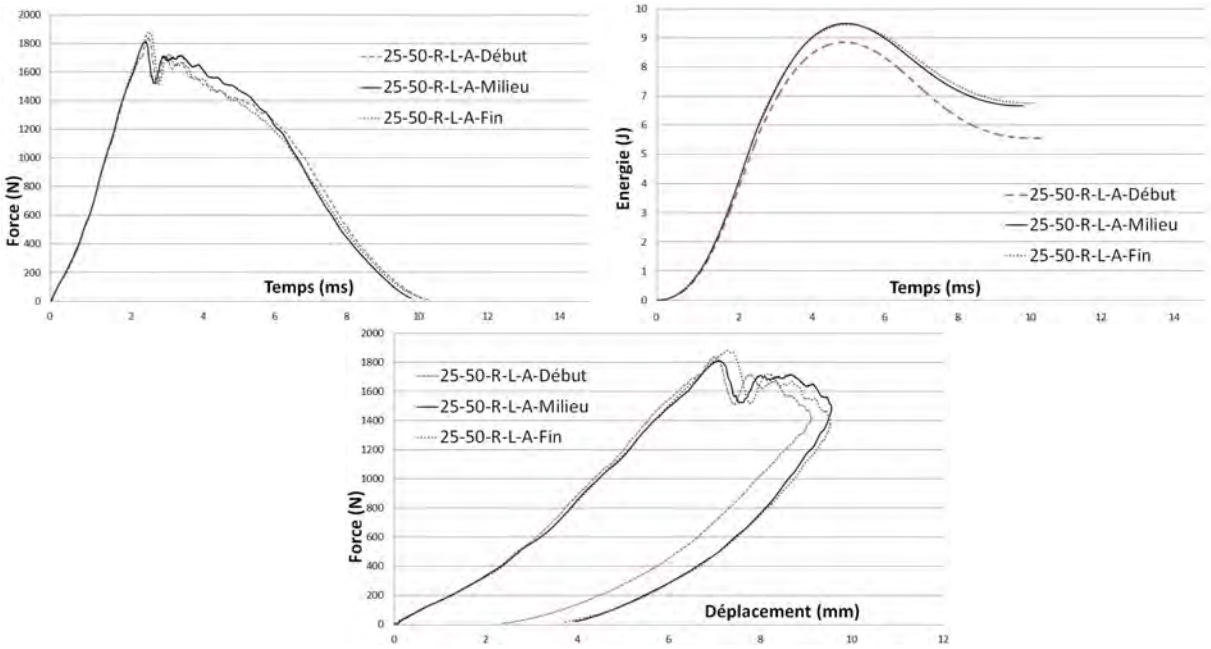

FIGURE 88 – Comportements dans les trois zones de la plaque 25-50-R-L-A.

L'utilisation des additifs NS peut également entrainer l'observation de comportements III couplés à des endommagements de Type 4, comme le montre la figure 89. Le début de la plaque 40-50-L-L-A est comparée aux plaques 40-40-L-L-S et 50-50-L-L-S.

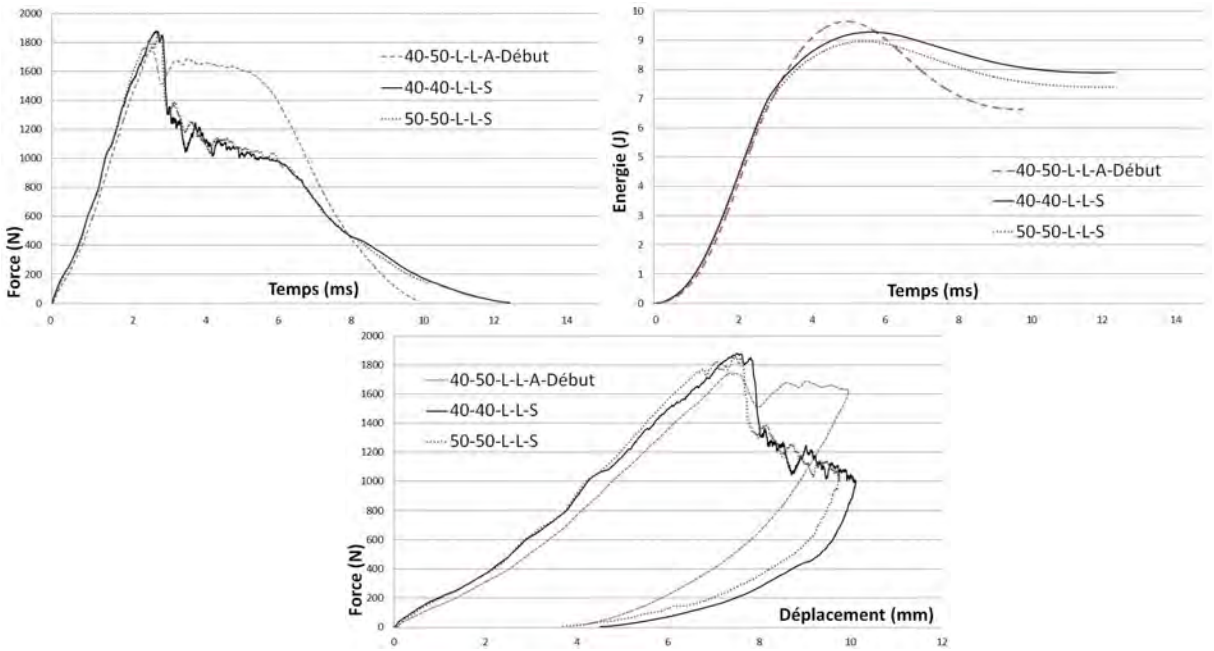

FIGURE 89 – Comportements dans les plaques 40-50-L-L-A, 40-40-L-L-S et 50-50-L-L-S.

Ce comportement dû aux additifs NS n'est en revanche présent que dans le début de l'infusion. Le reste de la plaque présente un comportement III et un endommagement Type 3 dans le milieu et un comportement I couplé à des endommagements de Type 2 dans la zone de fin.

Comme nous avons vu dans la partie consacrée à l'étude des différents types d'endommagements (partie II.4.2), le meilleur compromis en terme d'endommagements est obtenu avec les Type 3. L'étude du cas des additifs nous montre qu'il est possible d'obtenir ce type d'endommagements de façon uniforme dans une plaque infusée (plaque 25-50-R-L-A avec CII-T3). Il est également possible d'obtenir localement des endommagements de Type 4 avec un comportement III (plaque 40-50-L-L-A). La présence d'endommagements de Type 4 en début d'infusion avec des additifs montre que dans ces conditions la problématique ne concerne pas la longueur infusée, mais bien l'uniformité des propriétés mécaniques obtenues. Nous considérons donc que les résultats obtenus dans les conditions de la plaque 25-50-R-L-A sont les meilleurs obtenus avec les additifs NS utilisés.

III.3.2 Etude de l'influence de l'état de surface de l'âme

Nous avons également étudié les cas où l'âme a été rabotée, comme présenté dans la partie I.4.3. Les propriétés de la mousse étant par ailleurs identiques, la seule différence est l'état de surface de l'âme rabotée. La mousse présentant des cellules ouvertes, nous attendons des différences à l'interface entre l'âme et la peau du composite. L'étude de Mir et al. [Mir11] a montré que pour des âmes permettant des pénétrations de résine différentes à l'interface, le

comportement mécanique est modifié. Plus la pénétration de résine est importante, plus le sandwich obtenu est fragile, et plus le module de cisaillement du sandwich est élevé.

De la même façon que sept combinaisons sont possibles pour les sandwichs à âmes lisses dans des conditions isothermes ($T_{préf}$=$T_{rés}$), sept combinaisons sont possibles pour les sandwichs à âmes rabotées. Ces combinaisons sont référencées : 50-50-R-S-S / 50-50-R-L-S / 40-40-R-S-S / 40-40-R-L-S / 40-40-R-L-A / 25-25-R-S-S / 25-25-R-L-S (cf tableau 9). Le comportement et les endommagements sur la plaque 25-25-R-L-S sont présentés dans la partie III.3.1. Parmi les six combinaisons restantes, on peut constater que quatre d'entre elles (40-40-R-S-S / 40-40-R-L-S / 40-40-R-L-A / 25-25-R-S-S) présentent les mêmes comportements et types d'endommagements. Ces comportements sont présentés sur la figure 90.

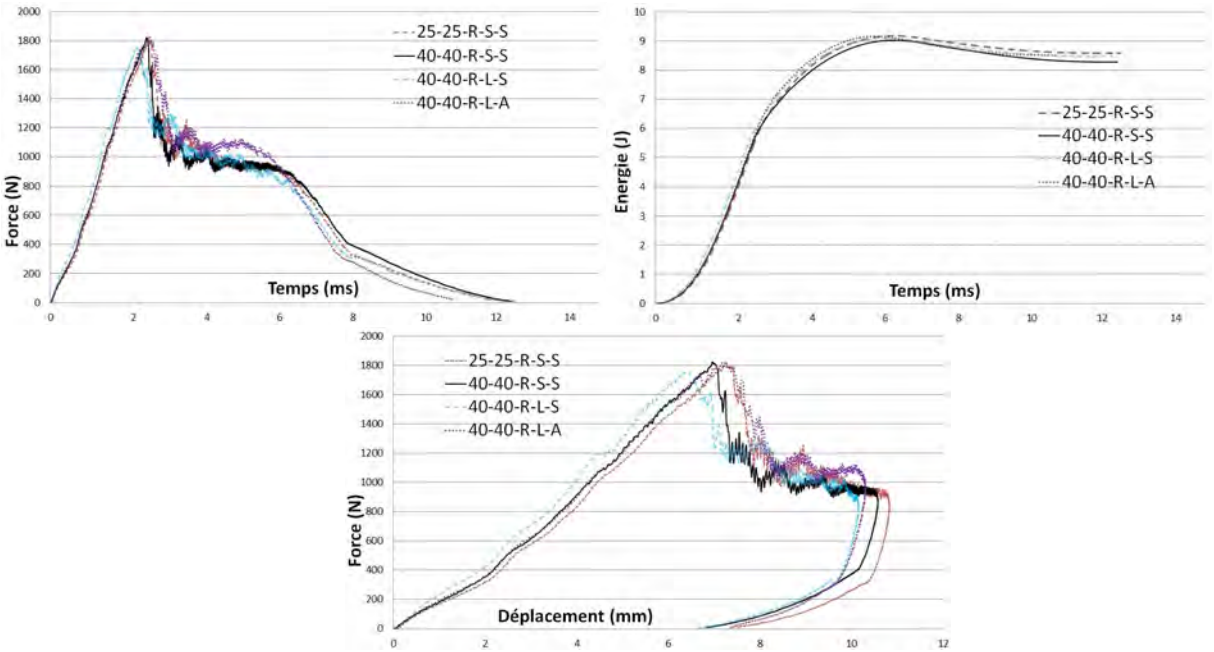

FIGURE 90 – Comportements similaires pour une âme rabotée.

Ces coupons présentent les mêmes caractéristiques que ceux présentés figure 84, où les échantillons présentent également des comportements I. Les endommagements associés à ces courbes sont représentés dans le tableau 18.

Plaque	40-40-R-S-S	40-40-R-L-S	40-40-R-L-A	25-25-R-S-S
Comportement	CI	CI	CI	CI
Type d'endommagement	T2	T2	T2	T2

Tableau 18 – Comportements et types d'endommagements pour les combinaisons semblables en conditions isothermes à âme rugueuse.

On peut noter que les courbes de force en fonction du temps et de force en fonction du déplacement pour les échantillons à âme rabotée semblent présenter des signaux parasites de la même façon que les courbes pour des âmes lisses avant traitement (cf figure 86). Une analyse du signal a de nouveau été effectuée comme présentée dans la partie II.2.1. Ce traitement montre toujours la présence d'un signal parasite situé autour de 20kHz et une étude de l'effet de la moyenne sur le lissage de la courbe a été effectuée. Nous avons pu constater que ces perturbations n'apparaissent que pour les échantillons à âme rugueuse et n'apparaissent qu'après le pic de force maximale, c'est-à-dire qu'après l'initiation d'endommagements dans le composite. Nous concluons donc que cette allure bruitée des courbes n'est pas due à la propagation d'une onde parasite dans le système de mesure mais est due à des endommagements spécifiques au cas des sandwichs à âmes rugueuses.

Combinaison âme rabotée, durcisseur lent, à T=50°C

Dans le cadre de l'étude préliminaire (partie I.3.2), nous avons pu constater un problème de compatibilité entre le durcisseur lent et la mousse polystyrène lorsque ces derniers étaient chauffés à 50°C. Dans le cas d'une âme lisse, nous n'avons pas pu constater de différence flagrante entre les comportements des plaques 50-50-L-L-S et 50-50-L-S-S, comme présenté sur la figure 84. En revanche, nous avons pu constater une grande différence lorsque l'âme du sandwich est rabotée (plaque 50-50-R-L-S). Lors de la comparaison des plaques 50-50-L-L-S et 50-50-R-L-S, nous pouvons constater les mêmes caractéristiques (comportements et types d'endommagements) que dans le cas de la combinaison durcisseur lent + basse température (cf partie III.3.1). La comparaison des résultats pour ces plaques est présentée sur la figure 91.

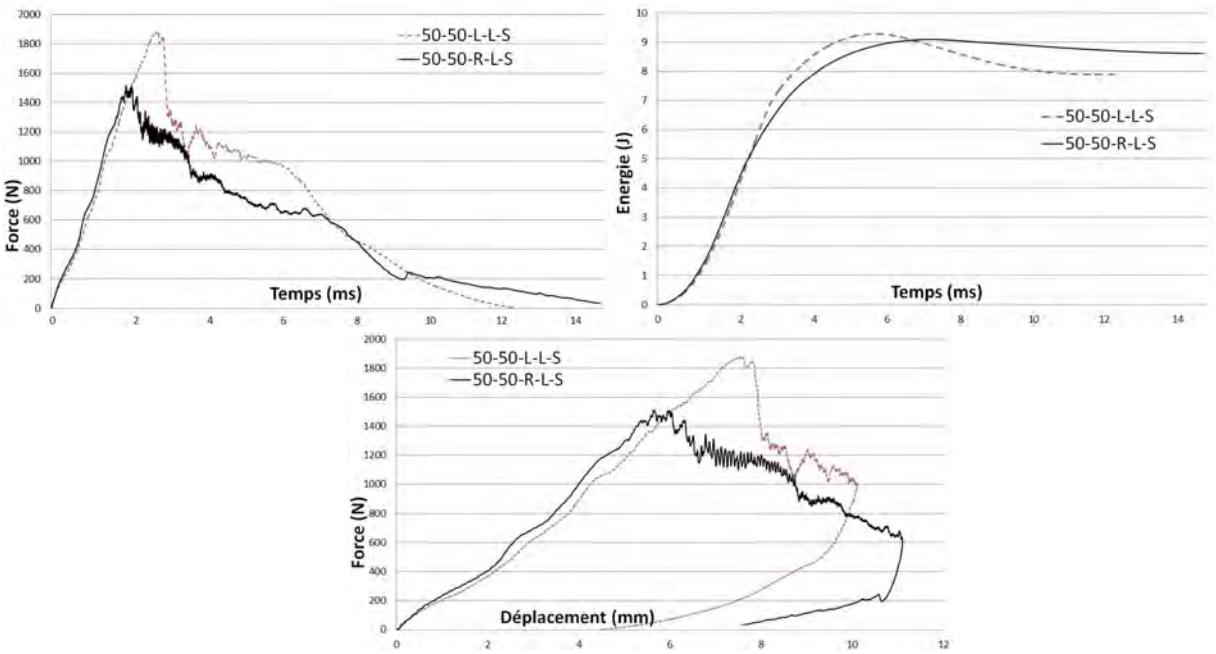

FIGURE 91 – Comparaison des comportements pour les plaques 50-50-L-L-S et 50-50-R-L-S.

Dans le cas de l'âme lisse, la pellicule se trouvant à l'interface entre l'âme et la peau empêche la pénétration en profondeur de la résine. Cette pellicule permet de limiter la dégradation de l'âme par la résine contenant le durcisseur lent à 50°C. Lorsque l'âme est rabotée, la résine est directement en contact avec les cellules de la mousse. Les problèmes de compatibilité évoqués précédemment sont exacerbés, et d'importants vides de matière sont présents entre la mousse et les fibres, dégradant fortement l'interface âme-peau.

Combinaison âme rabotée, durcisseur standard, à T=50°C

Les coupons obtenus dans la plaque 50-50-R-S-S présentent tous des endommagements de Type 3, et les comportements observés correspondent à un comportement II. La comparaison entre les plaques 50-50-R-S-S et 50-50-L-S-S (cf figure 92) montre la différence de comportement observable entre des échantillons fabriqués avec une âme lisse et avec une âme rugueuse, toute autre condition de fabrication étant identique.

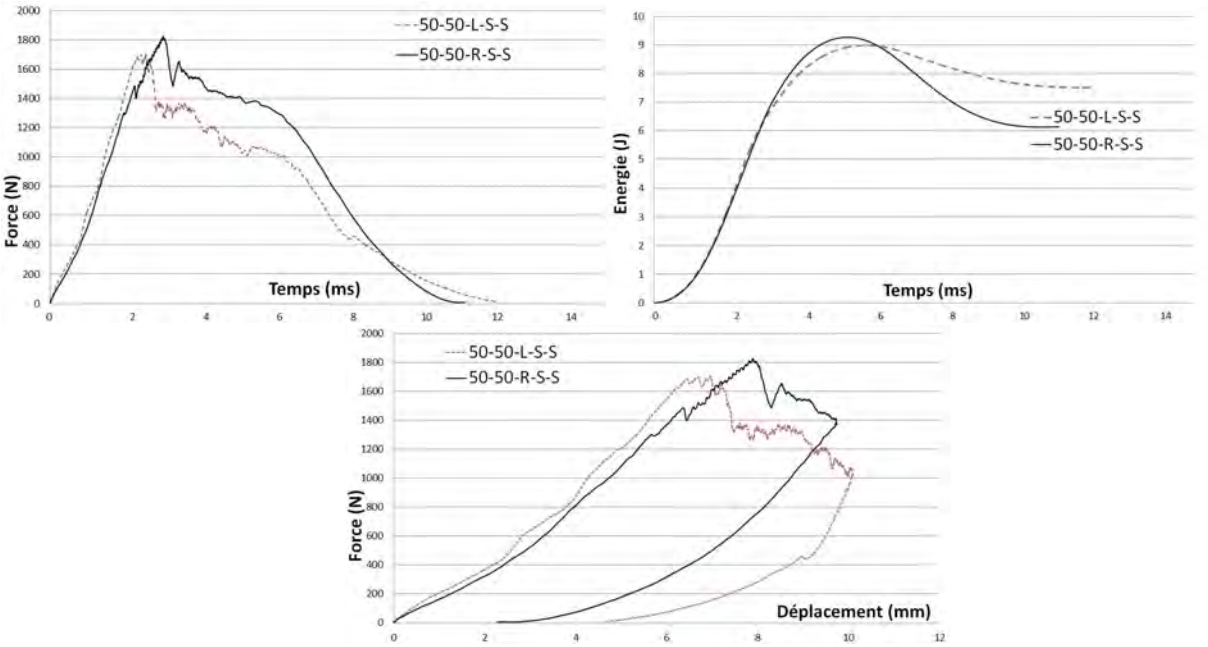

FIGURE 92 – Comparaison des comportements pour les plaques 50-50-R-S-S et 50-50-L-S-S.

En moyenne, le déplacement maximal pour la plaque 50-50-R-S-S est de 9,8mm, tandis que pour la plaque 50-50-L-S-S celui-ci est de 10,1mm. De même, $E_{élas}$ correspond à 27,6% et 16% de E_{impact}, pour 50-50-R-S-S et 50-50-L-S-S respectivement. Entre ces deux plaques, seule la nature de l'interface entre l'âme et la peau diffère. Dans le cas de l'âme lisse, les endommagements principaux correspondent à de la rupture de l'interface entre la fibre et la matrice, tandis que dans le cas de l'âme rugueuse, l'E_{abs} par le composite est principalement dissipée par fissuration matricielle. Le début de décollement entre l'âme et la peau montre l'initiation de la rupture de l'interface âme/peau. De la comparaison des deux mécanismes principaux d'endommage-

ment, on peut conclure que dans le cas de la combinaison âme rabotée+durcisseur standard à $T_{préf}$=$T_{rés}$=50°C, l'interface entre l'âme et les peaux est plus fragile que dans le cas d'une âme lisse. En revanche, le sandwich avec une âme rabotée est capable de restituer plus d'énergie à l'impacteur.

L'utilisation d'une âme rabotée montre que la création d'un interface plus important entre la peau impactée et l'âme entraine une réponse instable pendant l'impact, marqué sur les courbes de comportement par des perturbations du signal après que la force maximale soit atteinte et que les premiers endommagements ne s'initient. Nous avons également constaté que la suppression de la pellicule de l'âme lisse permet la pénétration en profondeur de la résine, déplaçant l'interface dans l'épaisseur du sandwich. Cette suppression de la pellicule peut cependant être néfaste à l'intégrité du sandwich, notamment lorsque la compatibilité de la résine avec la mousse n'est pas totale. Avec une résine chauffée et un durcisseur standard, nous avons pu constater que l'utilisation d'une âme rabotée rend l'interface entre l'âme et la peau plus fragile, mais que dans sa globalité, la structure est capable de se déformer avec une composante élastique plus grande et ainsi de restituer plus d'énergie à l'impacteur.

Les comportements et les endommagements obtenus lors de l'étude des échantillons fabriqués dans des conditions isothermes sont notés dans les tableaux 19 et 20.

Plaque	50-50-L-S-S	50-50-L-L-S	40-40-L-S-S	40-40-L-L-S	40-40-L-L-A	25-25-L-S-S	25-25-L-L-S
Comportement	CI	CI	CI	CI	CI / CII	CI	CI dégradé
Type d'endommagement	T1	T1	T2	T2	T2 / T3	T2	T1 dégradé

Tableau 19 – Résumé des comportements et endommagements observés pour des âmes lisses.

Plaque	50-50-R-S-S	50-50-R-L-S	40-40-R-S-S	40-40-R-L-S	40-40-R-L-A	25-25-R-S-S	25-25-R-L-S
Comportement	C2	CI dégradé	CI	CI	CI	CI	CI dégradé
Type d'endommagement	T3	T1 dégradé	T2	T2	T2	T2	T1 dégradé

Tableau 20 – Résumé des comportements et endommagements observés pour des âmes rugueuses.

III.4 Étude des performances résiduelles d'échantillons impactés

Afin de déterminer l'influence de ces endommagements sur la structure sandwich, plusieurs méthodes sont possibles. La méthode la plus classique consiste à effectuer des essais de CAI sur les structures endommagées. Cet essai permet de déterminer la perte de propriétés en compression par rapport à une structure saine [Sus17b]. Lors du transport de matériels avec les

prototypes développés, la principale sollicitation se fait en flexion lors de l'embarquement et du débarquement des structures. Pour représenter la perte de propriétés mécaniques entrainée par un impact, nous avons choisi de réaliser une succession d'impacts sur les structures déjà endommagées. Les échantillons déjà impactés une fois ont été replacés dans leur position initiale sous la tour de chute et ont été impactés plusieurs fois à E_{impact}=10 J, jusqu'à ce qu'aucune évolution ne soit plus remarquable dans les comportements ou dans les endommagements. Ces essais représentent un cas critique d'utilisation des structures où des impacts successifs auraient lieu exactement au même endroit. Ils permettent la mise en évidence de la perte de rigidité progressive des structures au cours de ces essais. L'étude de Arikan et Sayman [Ari15] s'est attachée à comparer l'effet de chocs répétés sur des composites fibres de verre à matrice thermodurcissable (époxyde) ou thermoplastique (polypropylène). Ils ont pu constater qu'à l'impact le composite à matrice thermodurcissable transmet l'énergie dans l'épaisseur, tandis que la matrice thermoplastique permet de transmettre l'énergie dans tout le composite, donnant à ce dernier une résistance à 18 impacts d'une énergie de 50J tandis que le composite à matrice thermodurcissable ne résiste qu'à 4 impacts.

III.4.1 Protocole expérimental

Pour chaque type d'endommagement observé, cinq échantillons ont été sélectionnés aléatoirement pour être de nouveau impactés, et ce jusqu'à ce qu'aucune évolution de comportement ou d'endommagement ne soit remarquable. Les caractéristiques de l'impacteur sont les mêmes que celles décrites dans la partie II.1.1.

Au cours des essais répétés, nous avons pu constater trois évènements, représentés sur la figure 93. Nous avons choisi d'impacter les échantillons jusqu'à ce qu'aucune évolution ne soit observable, ou dans le cas d'une perforation du composite jusqu'à l'épaulement de l'impacteur (cas c) sur la figure 93).

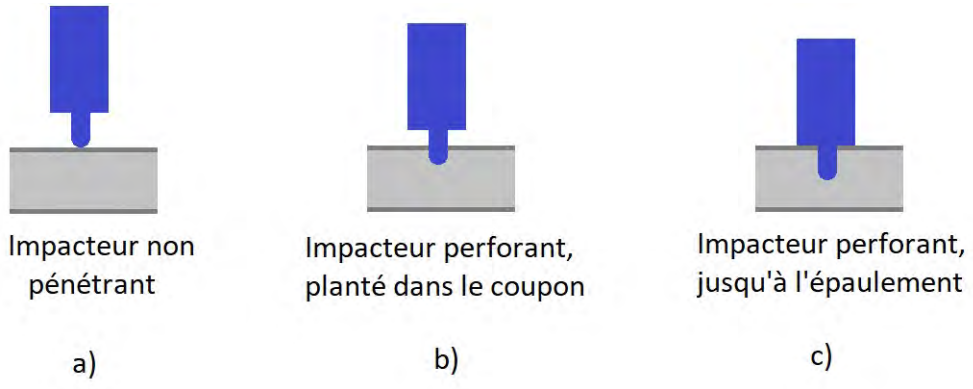

FIGURE 93 – Cas observés lors d'impacts successifs.

III.4.2 Résultats d'impacts répétés par type d'endommagements

La première observation est que les échantillons présentant le même type d'endommagement à l'impact « unique » présentent les mêmes endommagements lors d'impact répétés. De la même façon que nous avons observé quatre endommagements après un impact unique, nous avons bien observé quatre évolutions d'endommagements lors de cette série d'impacts répétés.

Endommagements initiaux de Type 1

Les endommagements de Type 1 sont caractérisés par une propagation fragile de fissure le long des fibres. Il est également possible de constater que l'âme est fissurée et que la peau impactée est perforée après un premier impact. Lors d'un second impact au même endroit, nous avons pu constater que le sandwich n'avait que peu de résistance résiduelle. Une fois la peau supérieure trouée, l'impacteur est libre de perforer totalement l'échantillon jusqu'à ce que l'épaulement entre en contact avec la face supérieure du sandwich comme montré sur la figure 93-c).

La courbe représentative de l'évolution de la force en fonction du déplacement présentée sur la figure 94 montre ce phénomène.

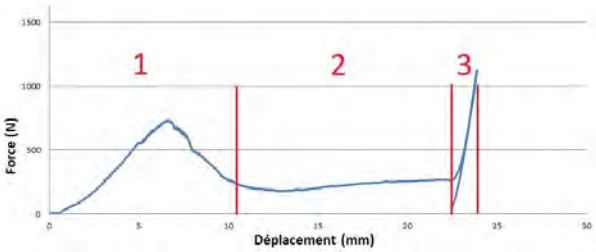

FIGURE 94 – Évolution de la force en fonction du déplacement pour le second impact (Endommagement initial de Type 1).

Trois zones sont observables : la zone 1, caractéristique de la perforation de la peau supérieure du composite. Elle présente une augmentation de la force de contact entre l'impacteur et l'échantillon, montrant une opposition à la perforation de la peau impactée. La valeur relevée de F_{max} sur les quatre essais est de 800N $\pm$ 10%. Lorsque cette valeur dépasse F_{max}, la peau cède et l'impacteur peut progresser dans l'épaisseur du sandwich. La zone 2, caractéristique de l'écrasement de l'âme du sandwich montre la progression de l'impacteur dans l'épaisseur de l'échantillon. Nous pouvons constater que le déplacement s'effectue avec une très faible augmentation de la force de contact entre l'impacteur et l'échantillon. La mousse constituant l'âme du sandwich n'oppose donc que peu de résistance. La zone 3 correspond au contact de l'épaulement avec la peau du composite. Le début de la zone 3 se situe à un déplacement d'environ 23mm. Cette valeur correspond à la longueur de la tête d'impact. Au début de la zone 3, l'impacteur a donc totalement perforé le sandwich, et l'épaulement est en contact avec la face supérieure de l'échantillon. Cet épaulement empêchant la pénétration plus en profondeur de l'impacteur, la valeur de la force de contact augmente brusquement, jusqu'à ce que le reste de l'E_{impact} soit

dissipée. La force de contact diminue jusqu'à être nulle, tandis que la valeur du déplacement décroit également jusqu'à atteindre à nouveau la valeur de 23mm, correspondant à l'enfoncement maximal de l'impacteur.

Nous avons impacté l'échantillon une troisième et une quatrième fois afin de vérifier si une évolution du comportement durant l'impact était observable. Les courbes de la force en fonction du déplacement pour le troisième et le quatrième impact sont représentées sur la figure 95.

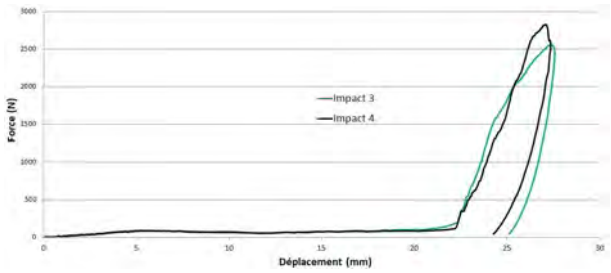

FIGURE 95 – Évolution de la force en fonction du déplacement pour les troisième et quatrième impacts (Endommagement initial de Type 1).

Les courbes d'évolution de la force en fonction du déplacement montrent la disparition de la zone 1 qui correspondait à la perforation de la peau supérieure, cette dernière n'opposant pratiquement plus de résistance au passage de l'impacteur. La progression de l'impacteur s'effectue pour une valeur de la force quasiment constante jusqu'à ce que le déplacement atteigne 23mm, correspondant à l'enfoncement maximal de l'impacteur avant que l'épaulement rentre en contact avec la peau. L'augmentation de la valeur de la force de contact représente la résistance à l'enfoncement opposée par l'épaulement sur la face supérieure de l'échantillon. Après quatre impacts consécutifs, la structure obtenue n'oppose plus de résistance à l'impact avant que l'épaulement ne soit atteint. Nous considérons que l'échantillon est détruit à partir de trois impacts successifs (pour ce type d'essais), et la succession d'impacts est arrêtée. Nous pouvons également conclure que lorsque l'impacteur pénètre le sandwich jusqu'à l'épaulement, la structure est détruite.

Une coupe est effectuée dans le plan [AA], passant par la zone impactée. Un exemple de coupon impacté quatre fois ainsi qu'une coupe sont présentés respectivement sur les figures 96 a) et 96 c).

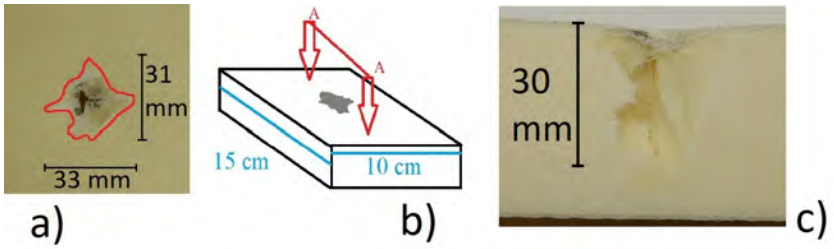

FIGURE 96 – Endommagement après quatre impacts : a) vue de l'échantillon, b) schéma, c) coupe dans le plan [AA] (Endommagement initial de Type 1).

L'observation de l'endommagement ainsi que la coupe de l'échantillon impacté montrent que la zone ayant subi des dégâts est plus étendue en surface et en profondeur que les dimension de l'impacteur ne le laissent prévoir. En surface, l'aire endommagée est d'environ 500mm^2, tandis que l'impacteur hémisphérique (d'un diamètre de 16mm) a une surface projetée de 201mm^2. En profondeur, l'impacteur mesure 23mm de long, et on peut constater que la mousse a été écrasée sur 29mm. La perforation totale de la peau composite ainsi que le fort écrasement de l'âme dans l'épaisseur laisse présager une très forte diminution des propriétés en flexion du sandwich et de sa rigidité.

En conclusion, lorsque l'échantillon a subi un impact causant un endommagement de type 1, la structure ne peut pas résister à un second impact. Le premier endommagement est suffisamment grave pour diminuer dramatiquement la résistance à l'impact de la structure sandwich. Le deuxième impact perfore totalement la peau composite et l'énergie restante est suffisante pour une pénétration totale de l'impacteur. Sans la présence de l'épaulement, l'impacteur aurait certainement atteint la peau inférieure du sandwich et l'aurait également endommagé.

Endommagements initiaux de Type 2

Suite à un endommagement de Type 2, la peau impactée du composite présente un endommagement en forme de croix, étendue, sans perforation, et caractéristique d'une rupture ductile. De plus, le premier impact entrainait un début de fissuration de l'âme. Lors du second impact, nous avons constaté que la totalité des échantillons de cette série subissait un impact perforant mais l'impacteur n'est pas enfoncé jusqu'à l'épaulement (cf figure 93-b)).

La courbe représentative de la force en fonction du déplacement pour cet impact est représentée figure 97.

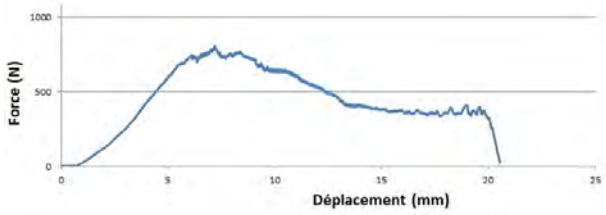

FIGURE 97 – Évolution de la force en fonction du déplacement pour le second impact (Endommagement initial de Type 2).

Conformément à l'observation, le déplacement maximal de l'impacteur est inférieur à 23mm. L'augmentation initiale de la force correspond au contact avec la peau supérieure du sandwich. Cette peau étant déjà endommagée, elle n'est plus en mesure de supporter la sollicitation et elle rompt sous l'effort. La valeur de la force maximale au pic est équivalente à celle relevée dans le cas du second impact sur un endommagement initial de Type 1, ce qui semblerait montrer que la résistance à l'impact répété est similaire pour les endommagements de Type 1 et de Type 2 (en moyenne F_{max} = 800N ± 90N). La différence dans la pénétration de l'âme du sandwich est expliquée par la fissuration plus profonde de la mousse dans le cas des endommagements de

Type 1. L'âme étant plus fissurée dans le cas des endommagements de Type 1, sa résistance est inférieure à celle des âmes ayant subi en endommagement de Type 2. Le déplacement à force constante de l'impacteur montre la pénétration de la mousse.

Le troisième impact est totalement perforant avec pénétration de l'impacteur jusqu'à l'épaulement. Afin de confirmer le comportement, un quatrième impact a été réalisé, à nouveau avec pénétration de l'impacteur jusqu'à l'épaulement mais sans endommagement supplémentaire. Les courbes représentatives de la force en fonction du déplacement pour les troisièmes et quatrièmes impacts sont représentés figure 98.

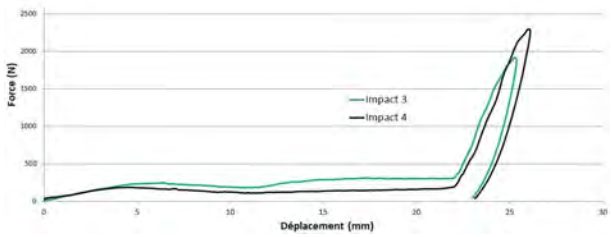

FIGURE 98 – Évolution de la force en fonction du déplacement pour le troisième et le quatrième impacts (Endommagement initial de Type 2).

De la même façon que nous avons considéré que l'échantillon était détruit après trois impacts dans le cas d'endommagements de Type 1, nous considérons aussi que la structure ne peut plus résister après trois impacts sur un endommagement de Type 2. Les répétitions d'impacts sont arrêtées et à nouveau nous effectuons une coupe dans le plan [AA] passant par la zone impactée. Un exemple de coupon impacté quatre fois ainsi qu'une coupe sont présentés respectivement sur les figures 99a) et 99c).

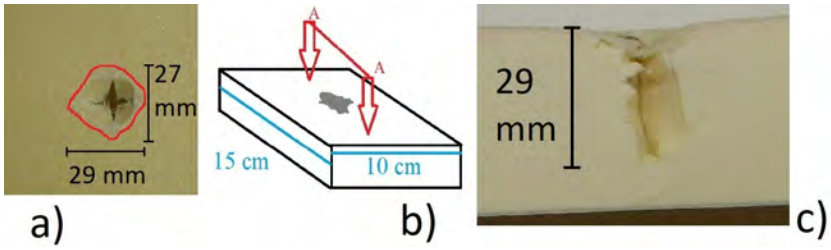

FIGURE 99 – a) endommagement après quatre impacts, b) schéma et c) coupe dans le plan [AA] (Endommagement initial de Type 2).

Les observations de la surface des échantillons montrent que la zone endommagée a une surface d'environ 400mm^2 (comparée aux 201mm^2 de surface projetée de l'impacteur). Nous constatons également que la mousse a été enfoncée sur une profondeur de 30mm.

Suit à un endommagement de type 2, l'échantillon peut subir deux impacts supplémentaires avant d'être considéré comme détruit. Le second impact entraine la perforation de la peau, cependant l'âme du sandwich oppose suffisamment de résistance à l'impacteur pour empêcher sa

pénétration totale. L'étude des endommagements de Type 2 montre (cf figure 54) que l'indentation permanente, ainsi que la fissuration de l'âme sont inférieures à ce qui est observé dans le cas des endommagements de Type 1. Comparée à une structure ayant subi un endommagement de Type 1, la structure ayant subi un endommagement de type 2 est donc capable de mieux résister à un second impact. En revanche, une fois la peau supérieure perforée et l'âme fissurée, la pénétration totale de l'impacteur ne peut être évitée. Nous pouvons également supposer que si l'épaulement n'était pas présent, l'impacteur aurait été libre de pénétrer totalement l'âme de l'échantillon et d'endommager la peau inférieure du sandwich.

Endommagements initiaux de Type 3

Dans le cas des endommagements initiaux de Type 3, nous avons pu constater la présence de fissuration matricielle sur une zone réduite de la peau supérieure. Lors de l'étude des coupes de ces échantillons, nous avons également pu repérer un début de décollement âme/peau dans la zone impactée, ainsi qu'une initiation de fissure de l'âme sous la zone impactée.

Lors du second impact, nous avons observé le rebond de l'impacteur sans perforation de la peau supérieure. Les superpositions des courbe représentatives de la force en fonction du temps, de l'énergie en fonction du temps, et de la force en fonction du déplacement pour le premier et pour le second impact sur le même échantillon sont représentées sur la figure 100.

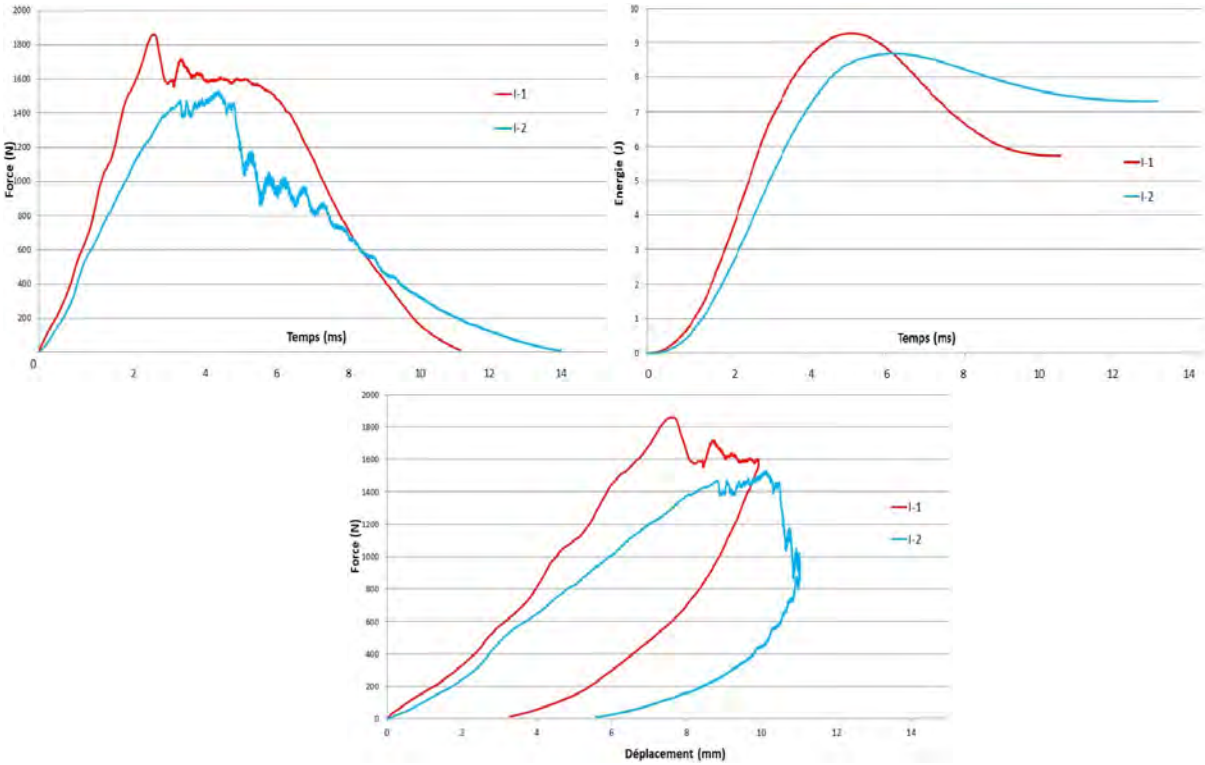

FIGURE 100 – Comparaison des courbes de comportement pour l'impact initial et le second impact (Endommagement initial de Type 3).

La comparaison de ces courbes de comportement montre que la force maximale au pic est inférieure dans le cas du second impact et que le temps de contact est supérieur. Cette durée d'impact supérieure est due à la déformation plus importante de l'échantillon (visible sur la courbe force-déplacement). Il est également possible de constater des oscillations lorsque la force diminue (entre t=5ms et t=8ms). Ces variations correspondent à une propagation instable d'une fissuration dans le matériau, potentiellement de la rupture d'interface fibre-matrice. La courbe de la force en fonction du déplacement pour ce second impact montre un déplacement maximal de l'ordre de 10mm, et l'hystérésis confirme que cet impact se fait sans pénétration de l'impacteur dans le sandwich. Il est également notable que la capacité de restitution de l'énergie d'impact est fortement diminuée après un second impact. Lors du premier impact, $E_{élas}$ représente en moyenne 23% de l'E_{impact}, tandis que dans le cas du second impact, nous relevons une $E_{élas}$moyenne de 13%.

L'endommagement suite à ce second impact est représenté sur la figure 101.

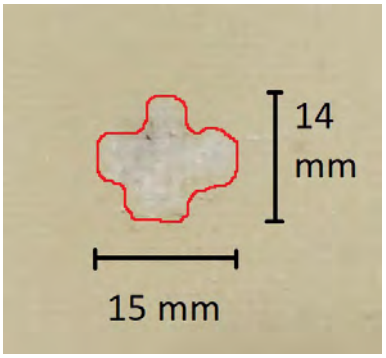

FIGURE 101 – Endommagement après un second impact (Endommagement initial de Type 3).

On peut noter que les caractéristiques de cet endommagement semblent correspondre aux endommagements de Type 2 obtenus après un impact unique : dimensions <20x20 mm^2, forme de croix large, pas de rupture de fibre visible, indentation permanente <2 mm. Un impact supplémentaire entrainant une dégradation de la structure vers un endommagement de Type 2, l'endommagement de Type 3 correspondrait donc bien à une transition entre les endommagements de Type 4 et de Type 2. Cela est confirmé par le troisième impact sur les échantillons présentant des endommagements de Type 3, qui entraine la perforation de l'échantillon. Comme pour le second impact sur endommagements initiaux de Type 2, l'impacteur reste planté dans l'échantillon, avant d'atteindre l'épaulement. La courbe représentative de la force en fonction du déplacement pour le troisième impact (Type 3) est représentée sur la figure 102.

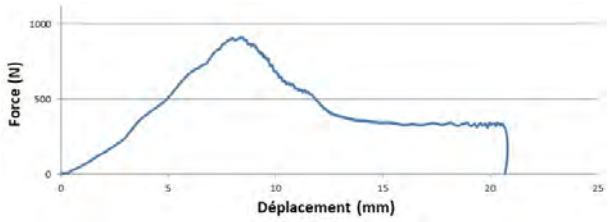

FIGURE 102 – Évolution de la force en fonction du déplacement pour le troisième impact (Endommagement initial de Type 3).

L'augmentation de la force de contact représente la résistance opposée par le composite à la perforation, jusqu'à ce que F_{max} soit atteinte. Nous remarquons que comme pour les endommagements initiaux de Type 1 et de Type 2, la valeur de F_{max} sur les quatre essais est de 800 N $\pm$ 10%. Une fois cette valeur atteinte, la peau supérieure du sandwich ne peut plus opposer de résistance et cède sous l'impact, comme le montre la diminution de la valeur de F. Le déplacement de l'impacteur à F constante montre l'écrasement de l'âme sans que la mousse n'oppose de résistance à l'impacteur. Ce dernier stoppe sa progression une fois l'E_{impact} entièrement dissipée, pour une valeur du déplacement inférieure à δ=23 mm.

De la même façon que pour les impacts répétés sur des endommagements de Type 2, le quatrième impact cause la perforation totale de l'échantillon jusqu'à l'épaulement de l'impacteur. La courbe représentative de la force en fonction du déplacement pour le quatrième impact est représenté sur la figure 103. Nous retrouvons les caractéristiques évoquées auparavant : augmentation du déplacement pour une valeur de la force de contact faible, jusqu'à atteindre δ=23 mm, augmentation rapide de F, et chute brutale de la force de contact lorsque l'impacteur a dissipé toute l'E_{impact} dans l'échantillon.

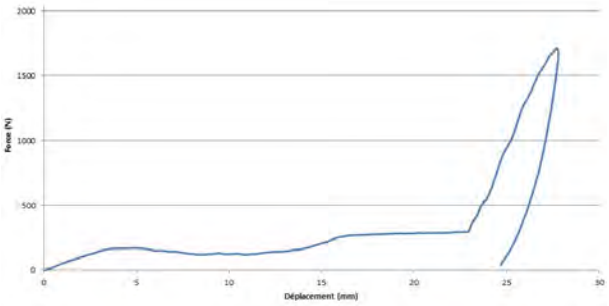

FIGURE 103 – Évolution de la force en fonction du déplacement pour le quatrième impact (Endommagement initial de Type 3).

Après cet impact, l'échantillon est coupé dans le plan [AA], dans la longueur de l'échantillon et en passant par la zone impactée. Un exemple de coupon impacté quatre fois ainsi qu'une coupe sont présentés respectivement sur les figures 104 a) et 104c).

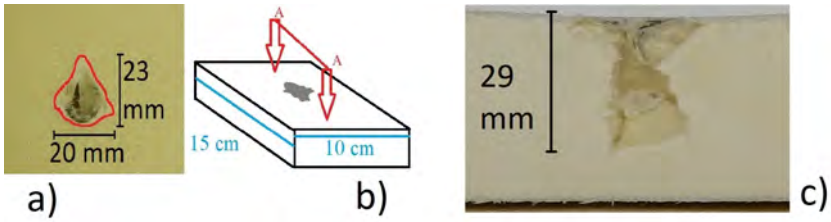

FIGURE 104 – a) endommagement après quatre impacts, b) schéma et c) coupe dans le plan [AA] (Endommagement initial de Type 3).

L'observation de la face impactée quatre fois montre que la perforation laissée par l'impacteur présente une partie circulaire dont le diamètre est de 16mm, correspondant au diamètre de la tête de l'impacteur. Cet endommagement est donc très localisé en surface. Dans la profondeur, nous pouvons constater que l'âme est endommagée sur une épaisseur de 29mm, valeur équivalente à celle mesurée pour les endommagements de Type 1 et de Type 2. Nous concluons donc qu'après un impact ayant entrainé un endommagement de Type 3, la structure peut résister à un second impact, en revanche un troisième impact cause une perforation de la peau. Un quatrième impact entraine la pénétration de l'impacteur jusqu'à l'épaulement et les essais sont alors stoppés.

Endommagements initiaux de Type 4

Dans le cas d'endommagements initiaux de Type 4, nous avons observé la formation d'une zone de fissuration matricielle sur la peau supérieure, mais également le décollement prononcé de l'âme et de la peau. Lors de la répétition d'impacts sur ce type d'échantillons, ce décollement âme/peau s'est accentué. La région autour de la zone impactée ne semble pas présenter de décollement. Nous avons pu également constater que la ligne de fissuration remarquable après le premier impact s'accentuait à mesure que le nombre d'impacts augmentait, allant jusqu'à la rupture nette de la peau suivant cette ligne (cf figure 105) lors du troisième impact. Cet endommagement n'étant marqué que d'un coté de l'échantillon, il est possible qu'il soit dû à la géométrie de l'essai. La zone impactée est légèrement excentrée, et la ligne de fissuration se situe du coté où la distance entre la zone impactée et le bord de l'échantillon est la plus faible.

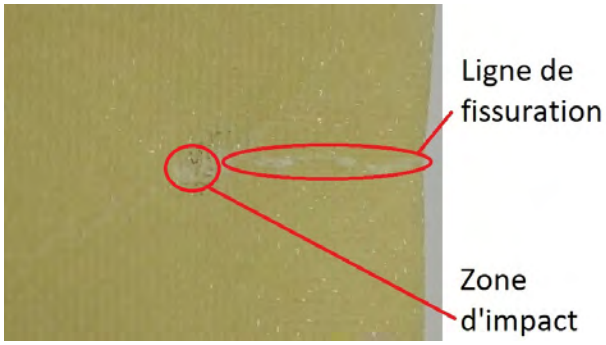

FIGURE 105 – Ligne de rupture de la peau supérieure (Endommagement initial de Type 4).

La géométrie de l'essai ayant été conservée pour tous les impacts, cette ligne de fissuration est observable sur tous les impacts répétés sur endommagements de Type 4. Les observations en TIR réalisées sur un endommagement de Type 4 à l'issue du premier impact montrent que cette ligne de fissuration semble déjà être présente (cf figure 70, section II.4.2). Cette fissuration est très localisée et suit les fibres alignées dans la largeur de l'échantillon. La propagation suivant un toron nous pousse à conclure que cet endommagement est caractéristique d'une rupture de l'interface fibre/matrice. La succession d'impacts venant solliciter la même zone déjà endommagée, la fissure progresse dans l'épaisseur jusqu'à causer la cassure de la peau.

Les courbes représentatives de la force en fonction du déplacement pour les différents impacts 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7 et 8 sont représentés respectivement sur les figures 106 a), b), c), d), e), f), g) et h).

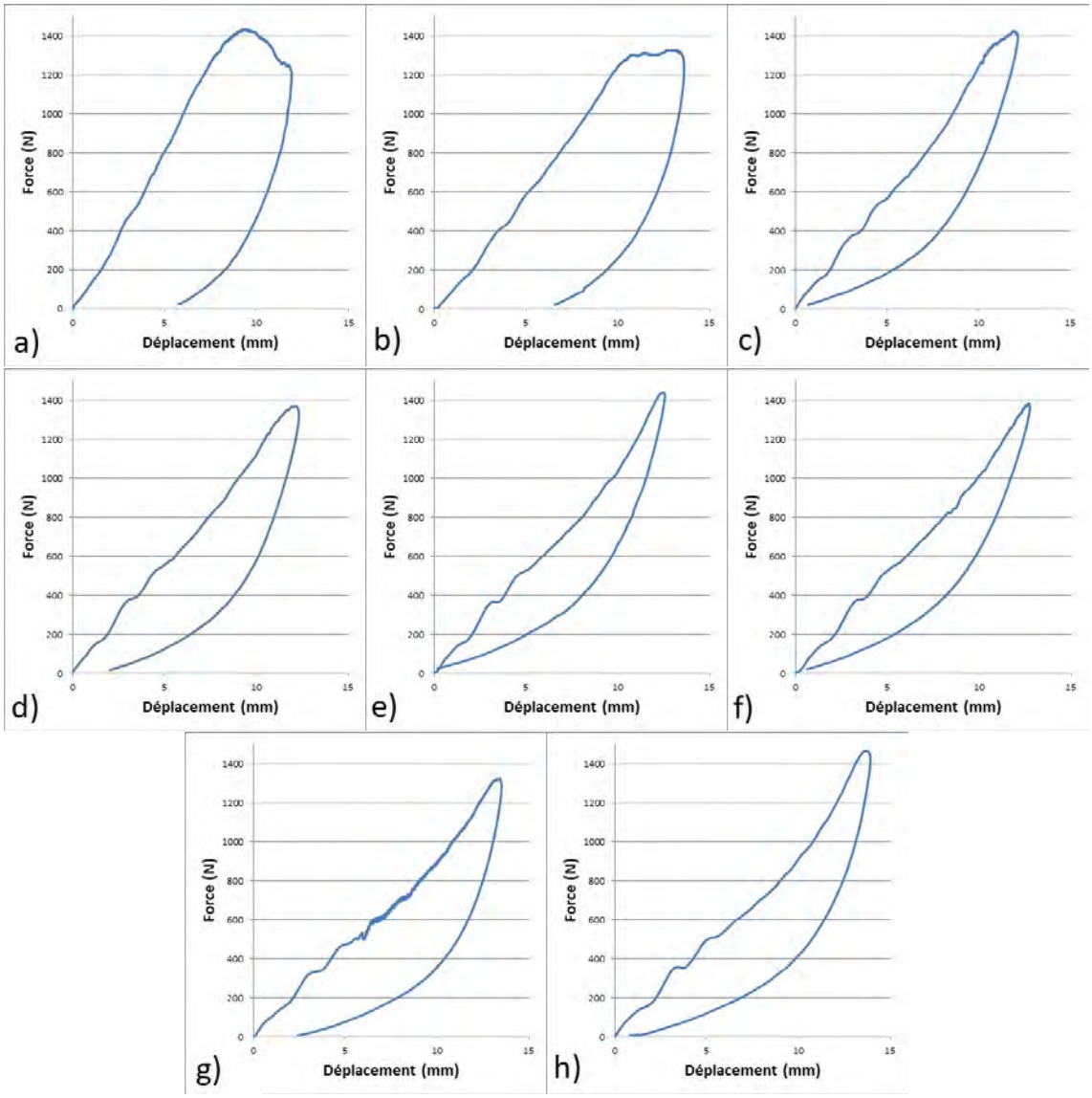

FIGURE 106 – Évolution de la force en fonction du déplacement pour les impacts successifs (Endommagement initial de Type 4).

Ces courbes nous renseignent sur la dégradation de l'échantillon avec la succession d'impacts ; les valeurs de la force maximale au pic restent équivalente (1500N± 100N). De même, le déplacement maximal de l'impacteur reste quasiment constant à δ_{max} = 13mm durant toute la série d'impacts. Nous constatons cependant que la valeur de la pente de la courbe F=f(δ) diminue à mesure que le nombre d'impacts augmente. Ce phénomène est dû à la perte de rigidité en impact de l'échantillon. Suite au neuvième impact sur un échantillon ayant subi un endommagement de Type 4, nous ne constatons plus d'évolution du comportement durant l'impact. À la fin de cette succession d'impacts, les peaux composites sont totalement décollées sur les bords des échantillons, tout en étant toujours solidaires au niveau de la zone centrale de la peau

(zone impactée). Nous pouvons également observer que malgré la non-perforation des peaux composites, une initiation de fissure de l'âme est remarquable. Cette dernière étant visible sur les bords extérieurs de l'échantillon (localisée dans le rectangle rouge sur la figure 107), nous avons effectué deux coupes verticales dans la longueur du composite, une passant par le milieu (coupe plan milieu, noté [DD] sur la figure 108 a)), et une passant au quart de la largeur (coupe plan quart, noté [EE] sur la figure 108 a)). Ces coupes permettent d'observer la présence de la fissuration de l'âme du centre de l'échantillon, jusqu'aux extrémités de l'échantillon. La coupe dans le plan milieu est présentée sur la figure 108 b), et la coupe dans le plan quart sur la figure 108 c).

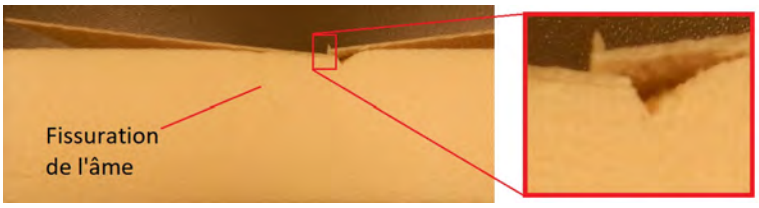

FIGURE 107 – Vue du coté d'un échantillon impacté neuf fois (Endommagement initial de Type 4).

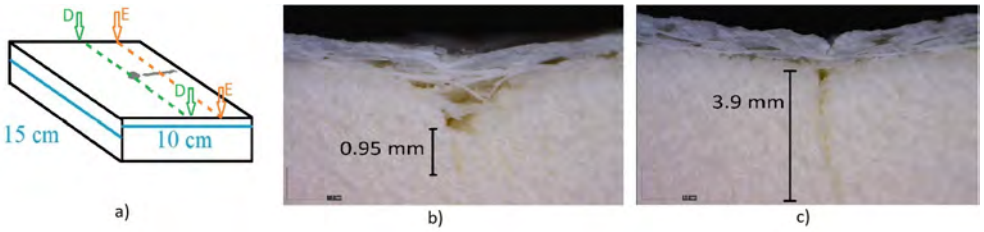

FIGURE 108 – a) schéma de l'échantillon, b) coupe dans le plan [DD], c) coupe dans le plan [EE], pour des échantillons impactés neuf fois (Endommagement initial de Type 4).

La fissuration de l'âme dans la zone d'impact explique la diminution de rigidité en impact du sandwich à la suite d'impacts répétés. Nous pouvons également constater que si la zone impactée ne semble être que légèrement endommagée, vue depuis les bords extérieurs de l'échantillon, en réalité les coupes révèlent des endommagements plus graves. Dans le plan milieu nous observons des ruptures d'interface fibre/matrice, mais également des décollements âme/peau. L'écrasement de l'âme n'est que peu profond, cependant la fissuration est clairement visible. La coupe dans le plan quart montre également ce décollement âme/peau. L'écrasement est plus faible, en revanche la fissuration est plus profonde, traduisant une propagation de l'endommagement loin de la zone d'impact. Comparés aux échantillons présentant les trois autres types d'endommagement, nous pouvons conclure que les échantillons présentant des endommagements de Type 4 ont un comportement permettant une propagation plus loin de la zone impactée. L'endommagement est donc moins important autour de la zone d'impact, en revanche la zone endommagée est plus étendue en surface.

Les différents endommagements suite à des impacts successifs sont résumées dans le tableau 21.

Impact 1	Impact 2	Impact 3	Impact 4	Impact 5	Impact 6	Impact 7	Impact 8	Impact 9
Type 1	Perforation totale	/	/	/	/	/	/	/
Type 2	Perforation	Perforation totale	/	/	/	/	/	/
Type 3	Rebond	Perforation	Perforation totale	/	/	/	/	/
Type 4	Rebond	Rebond, rupture de peau	Rebond	Rebond	Rebond	Rebond	Rebond	Rebond, fissure de l'âme

Tableau 21 – Conséquence d'impacts répétés selon le type d'endommagement initial.

Lors de cette succession d'impacts, nous avons pu constater que les échantillons présentant un endommagement de Type 1 ou de Type 2 lors d'un premier impact sont perforés dès le second impact. La destruction en surface de la peau composite du sandwich ainsi que la diminution de l'épaisseur de l'âme entrainent une forte dégradation des propriétés mécaniques de ces échantillons. Les sandwichs ayant subi un endommagement de Type 3 peuvent résister à un second impact sans perforation, en revanche un troisième impact entrainera une perforation de la peau supérieure, ainsi qu'un écrasement de l'âme. En subissant des impacts répétés, les endommagements de Type 4 ne semblent qu'accentuer les phénomènes déjà observés lors d'un impact unique, sans pour autant perforer la peau supérieure. Le décollement âme/peau observé sur les cotés après un premier impact devient de plus en plus important, et la ligne de rupture d'interface fibre/matrice observable en TIR provoque la cassure du composite suivant cette ligne. La fissuration de l'âme n'était pas observée après un impact unique, mais est visible sur les bords extérieurs de l'échantillon après neuf impacts.

Dans le cas où l'échantillon a été perforé, la surface endommagée du composite est la plus petite pour les endommagements de Type 3, puis Type 2 et Type 1. Dans le cas d'endommagements initiaux de Type 3, cette surface est légèrement supérieure à la surface projetée de l'impacteur, et une partie circulaire correspondant au diamètre de l'impacteur est remarquable. Dans le cas d'endommagements de Type 4, aucune perforation de la peau supérieure n'est notable, cependant l'âme et la peau étant décollée sur quasiment toute la surface de l'échantillon, on peut considérer qu'une grande partie de la face impactée du sandwich est endommagée.

III.4.3 Comparaison de l'effet des impacts répétés

Afin de comparer l'effet des impacts répétés sur les échantillons, nous avons choisi d'évaluer la rigidité en impact de ces derniers, à partir des courbes de la force en fonction du déplacement [Ari15, Shy03]. Les superpositions des courbes de force en fonction du déplacement pour les

types d'endommagements 1, 2, 3 et 4 sont représentées respectivement sur les figures 109, 110, 111 et 112.

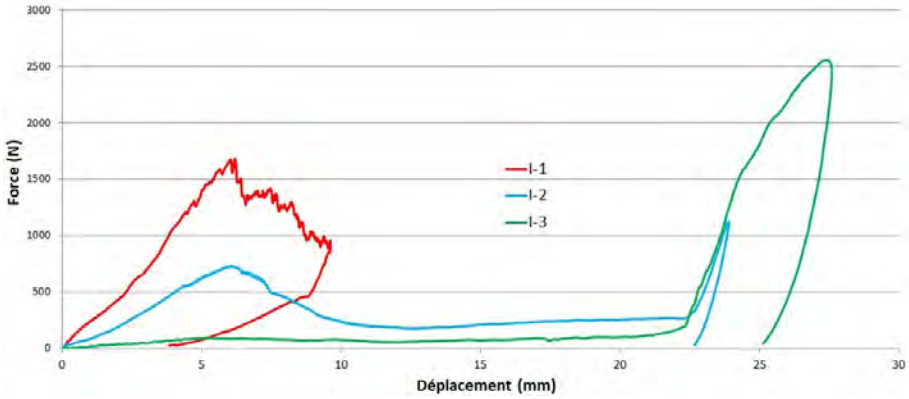

FIGURE 109 – Superposition des courbes force-déplacement pour des endommagements initiaux de Type 1.

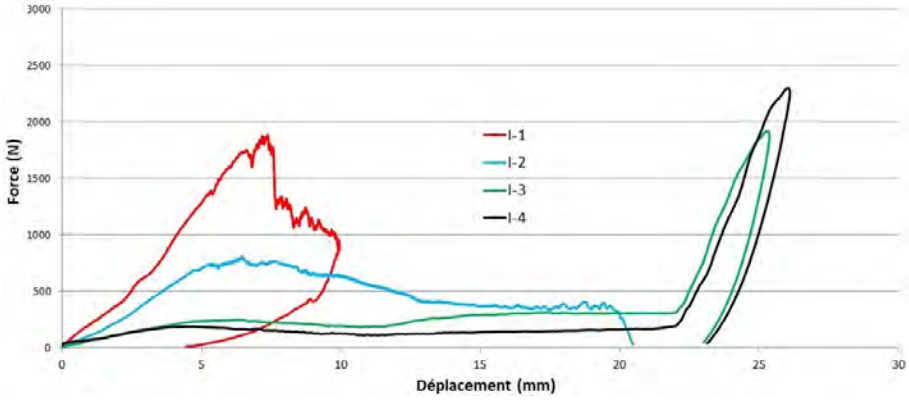

FIGURE 110 – Superposition des courbes force-déplacement pour des endommagements initiaux de Type 2.

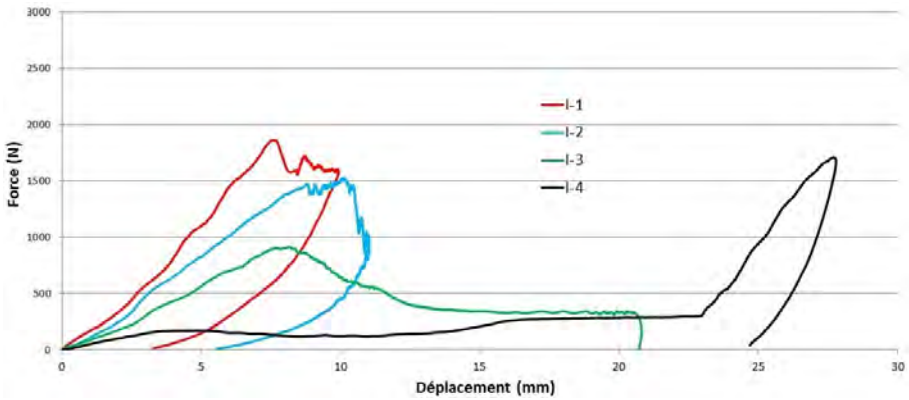

FIGURE 111 – Superposition des courbes force-déplacement pour des endommagements initiaux de Type 3.

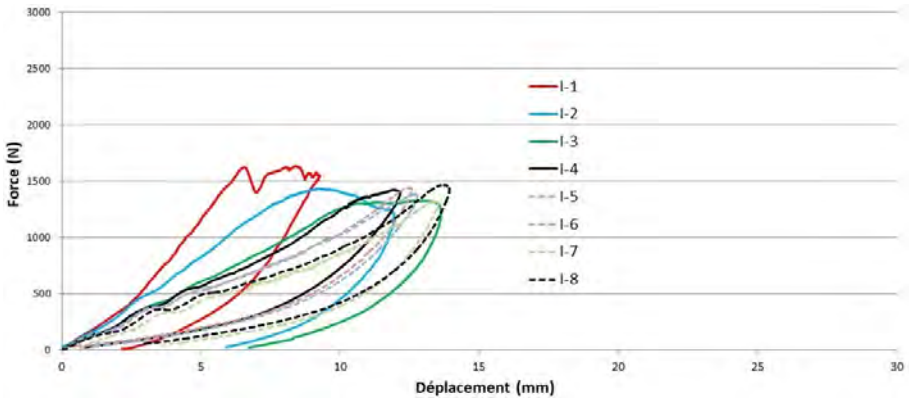

FIGURE 112 – Superposition des courbes force-déplacement pour des endommagements initiaux de Type 4.

Sur ces différentes courbes, nous avons associé les courbes représentant la force en fonction du déplacement créant l'endommagement initial (repérées par I-1 sur les figures), jusqu'à l'impact final après lequel aucune évolution n'est constatée tant en terme de comportements que d'endommagements. La rigidité en impact des sandwichs est évaluée en mesurant la pente de la partie rectiligne pour $\delta > 2$mm sur la courbe $F = f(\delta)$. La partie de la courbe pour $\delta < 2$mm correspond au début du contact entre l'impacteur et l'échantillon et n'est pas prise en compte pour le calcul de rigidité. Dans le cas des endommagements de Type 1, 2 et 3, il est possible de remarquer immédiatement la perte de rigidité des échantillons avec la succession d'impacts. Afin de comparer les pertes de rigidité relatives des échantillons en fonction du type d'endommagement initial et du nombre d'impacts subis, nous avons représenté (en pourcentage) ces évolutions sur la figure 113.

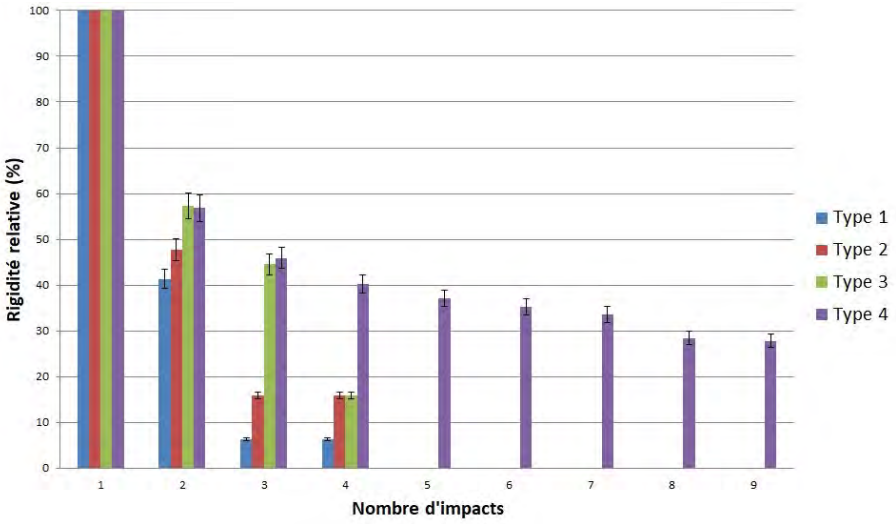

FIGURE 113 – Rigidités relatives des échantillons en fonction du nombre d'impacts subis.

Grâce à ce graphique, nous pouvons constater que dès le second impact, les échantillons perdent tous environ 50% de leur rigidité à l'impact. Nous pouvons également remarquer que les échantillons ayant subi un endommagement de Type 1 et de Type 2 n'ont quasiment plus de rigidité en impact à partir du troisième impact (<15%), tandis que les endommagements de Type 3 permettent un impact supplémentaire pour atteindre le même seuil. Dans le cas des endommagements de Type 4, la perte de rigidité est plus progressive, et on semble atteindre un plateau à 30% de rigidité initiale au delà de 7 impacts. L'endommagement de l'âme et la diminution de l'épaisseur en conséquence expliquent la perte de rigidité des sandwichs testés. Dans le cas d'endommagements initiaux de Type 4, l'âme n'étant que fissurée localement à l'issue de 9 impacts successifs, la baisse de rigidité est moins marquée.

Conclusion

Dans cette partie, nous avons étudié les différents paramètres d'élaboration sélectionnés : températures, type de durcisseur, présence d'additifs nanodimensionnés et état de surface de l'âme, sur les comportements à l'impact et les endommagements des structures sandwichs fabriquées précédemment.

L'analyse des propriétés mécaniques en flexion d'échantillons de résine pure, préparés dans des conditions de température représentatives des conditions d'infusion ont montré les différences entre les types de résines. L'ajout de Nanostrength dans la résine entraine une diminution claire du module en flexion et de la contrainte max. La déformation à la contrainte maximale ainsi que la déformation à rupture semblent également subir une diminution, moins perceptible en raison de la dispersion des valeurs obtenues. Une différence sur le profil de rupture entre les échantillons sans et avec additifs est observable. Les éprouvettes sans additif ont toutes subi une rupture fragile et la fracture est nette. Les éprouvettes avec additifs présentent une zone blanchie correspondant à une zone de déformation plastique autour de la zone de rupture. Cette différence montre la présence de propriétés caractéristiques des thermoplastiques, apportées par les additifs. Il n'est pas possible de distinguer les différences dues aux cycles de température utilisés, les échanges thermiques pendant la réticulation dans des moules en aluminium étant très différents de ceux ayant lieu lors des infusions avec des âmes en mousse polystyrène. Les différences causées par la nature des systèmes époxydes sont plus importantes que les différences causées par les cycles de réticulation utilisés.

Afin d'analyser correctement les influences distinctes des paramètres sélectionnés, il est nécessaire d'avoir la même température dans la préforme sèche ainsi que dans la résine allant être infusée. Une différence de température est susceptible d'entrainer des différences de propriétés mécaniques entre le début et la fin du composite.

Pour des échantillons fabriqués à 40°C et 50°C, dans des conditions isothermes, et avec des âmes lisses, nous n'avons pas constaté de différence causée par la nature du durcisseur sur le comportement durant l'impact. Les endommagements observés montrent que plus la température d'infusion est élevée, plus la structure a un comportement fragile. Lors de l'utilisation d'une âme rabotée à 50°C, le durcisseur standard entraine la création d'un interface âme/peau plus fragile que dans le cas où une âme lisse est utilisée. Nous avons également constaté que la compatibilité entre l'âme du sandwich et la résine est un paramètre important en terme de mise en oeuvre. A 50°C avec un durcisseur lent, la mousse rabotée est rongée par la résine, et nous avons constaté l'apparition de vides à l'interface entre l'âme et les peaux. Ces anomalies entrainent une dégradation des propriétés mécaniques lorsque l'échantillon est soumis à un impact.

Utilisé à basse température, le durcisseur lent provoque la formation d'un composite moins résistant, le cycle de polymérisation n'étant pas optimal. Un système époxyde dont la réaction se fait plus lentement nécessitera un cycle plus long qu'un système standard. Une augmentation de la température de préforme et de résine permet d'accélérer cette réaction.

Lorsque des additifs nano-dimensionnés ont été utilisés, nous avons observé une augmentation des capacités de restitution de l'énergie d'impact par le sandwich, ainsi qu'une modification du mécanisme d'endommagement. En revanche, l'augmentation de viscosité du mélange infusé

peut entrainer une modification de l'imprégnation des fibres au cours de l'infusion, et par conséquent des différences dans les propriétés mécaniques observées.

Nous avons également constaté que la propagation des endommagements dans un sandwich à âme rabotée se faisait de façon instable et entrainait la propagation de vibrations ayant l'apparence de bruit lors du traitement du signal.

Parmi les 14 types de plaques fabriquées dans des conditions isothermes, quatre combinaisons de paramètres ont entrainé des différences notables :

1. Un cycle de réticulation non-optimal entraine une dégradation des propriétés mécaniques du composite.
2. La compatibilité entre la résine infusée et l'âme utilisée doit être vérifiée afin de maintenir l'intégrité du sandwich fabriqué.
3. L'augmentation de la viscosité du mélange entraine des temps d'infusion plus grands et potentiellement des défauts d'imprégnation causant une mauvaise interface fibre-matrice.
4. L'utilisation d'une âme rabotée avec le durcisseur standard à 50°C sans additif permet de fabriquer un composite où l'interface âme/peau est moins résistant que dans le cas où l'âme utilisée est lisse.

Parmi les plaques fabriquées dans des conditions non-isothermes avec des additifs nano-dimensionnés, une combinaison de paramètres a permis l'obtention de propriétés mécaniques uniformes. Le comportement pendant l'impact ainsi que les endommagements en résultant sont les plus intéressants de notre étude car la zone endommagée est très localisée, sans venir compromettre l'intégrité du sandwich. L'utilisation d'une résine chauffée a permis d'obtenir une viscosité suffisamment faible pour infuser correctement, tandis que le maintien de la préforme sèche à une température plus basse lui a fait jouer le rôle de zone froide empêchant l'emballement de la réaction. De cette façon il a été possible de maintenir une viscosité de résine équivalente du début à la fin de l'infusion, et ainsi l'imprégnation des fibres a été similaire dans tout le panneau sandwich. Les additifs nano-dimensionnés ont ainsi pu être exploités sans que les échantillons testés ne montrent de disparités selon leur emplacement dans l'infusion.

Les essais répétés permettent de mettre en évidence la perte de rigidité progressive des échantillons. Pour tous les échantillons, la perte de rigidité lors du second impact représente une baisse d'environ 50%. Lors du troisième impact, les échantillons ayant subi un endommagement initial de Type 1 et de Type 2 ne présentent plus de capacité de résistance à l'impact. Les endommagements de Type 3 permettent aux échantillons de supporter un impact supplémentaire avant de voir leur résistance réduite au minimum. Dans le cas des échantillons ayant subi un endommagement de Type 4, ces derniers conservent une rigidité à l'impact non négligeable au delà de huit impacts successifs. Le décollement âme/peau observable pour les endommagements initiaux de Type 4 est accentué pour chaque impact supplémentaire, allant jusqu'à un décollement total en dehors de la zone impactée. Il est possible que ce décollement soit dû au protocole d'essai et que des conditions aux limites différentes (brides sur la face supérieure, dimension d'échantillon) entrainent un endommagement différent. Une initiation de fissure dans l'âme est également notable, et une rupture de la peau supérieure observable dans nos essais est attribuée à la disposition du matériel d'impact.

Les endommagements de Type 1, 2 et 3 entrainent une perforation totale du composite, mais la zone endommagée est très localisée. La comparaison des zones endommagées après perforation totale montre que dans le cas d'impacts de Type 1 et de Type 2, la zone endommagée est en forme de losange, légèrement plus grande que l'impacteur, tandis que dans le cas d'impacts de Type 3 la zone endommagée semble être peu étendue au delà de la perforation de l'impacteur. Dans le cas d'endommagements de Type 4, les sandwichs ne présentent pas de perforation, mais il est possible que les peaux et l'âme du sandwich viennent à se séparer complètement. Dans ce cas la structure sandwich est compromise et ses propriétés en flexion risquent d'être fortement dégradées.

Conformément aux conclusions de la partie II consacrée à un impact unique, les échantillons présentant un endommagement initial de Type 3 sont les plus performants de cette étude. L'endommagement initial ne compromet pas la performance en flexion de la structure sandwich et lui permet de résister sans perforation à un second impact de la même nature. Lorsque la structure est totalement perforée, la zone endommagée est la plus restreinte de l'étude. Les propriétés mécaniques de ces échantillons seront donc les moins dégradées parmi les différents cas étudiés. Les échantillons présentant un endommagement de Type 4 peuvent présenter un intérêt dans le cadre de la résistance à l'impact, ces derniers n'étant pas perforé après 9 impacts, en revanche la rupture de la peau impactée ainsi que le décollement âme/peau sont des facteurs pouvant fortement diminuer les propriétés mécaniques de la structure sandwich, notamment en flexion.

Applications industrielles

L'approche suivie au long de cette thèse a permis la mise en place d'un protocole de fabrication robuste de structures sandwichs par infusion de résine liquide. Ce dernier est directement applicable dans l'industrie. Grâce à cette méthode, il est possible d'utiliser une âme mise en forme, sur laquelle le renfort fibreux est drapé, et infusé tel quel, sans utilisation de moule ou de contre-moule. Pour de grandes pièces, la fabrication de l'outillage représente un cout certain et un temps de fabrication non négligeable : fabrication du master, moulage, et préparation de l'outillage pour chaque pièce. Il est également possible de modifier rapidement les formes de la pièce fabriquée sans avoir à produire un nouveau moule. Un avantage supplémentaire est l'obtention d'une pièce finie, en une seule étape.

Les conditions d'élaboration étudiées et les endommagement liés sont également directement exploitables lors de la fabrication de pièces industrielles. En fonction du comportement et du type d'endommagements qu'on souhaite obtenir sur les pièces fabriquées, il est possible d'appliquer directement les conditions que nous avons utilisées. Nous avons également mis en évidence l'importance capitale de certaines conditions de fabrication, comme la compatibilité des matrices avec les matériaux d'âme, ou les conséquences d'une différence de température entre la préforme et la résine.

Conclusion générale et perspectives

Au cours de cette thèse nous nous sommes intéressés à la fabrication de panneaux sandwich dont l'utilisation engendrera des impacts et des endommagements. Pour nous placer dans un cadre de fabrication industrielle sans utilisation de moyens lourds, nous avons concentré notre étude sur un procédé en voie liquide, l'infusion de résine. Une première étude expérimentale a permis la détermination de conditions d'essais permettant de reproduire le type d'endommagements présents sur des prototypes fonctionnels issus d'une précédente étude. Pour toute la suite de notre projet nous avons utilisé une tour de chute à poids tombant pour reproduire des impacts à basse énergie et à basse vitesse. Nous avons également développé un dispositif et un protocole de contrôle non destructif permettant d'analyser les échantillons par thermographie infrarouge. Enfin, les échantillons impactés ont été soumis à une succession d'impacts afin d'évaluer leur tenue résiduelle.

— L'étude bibliographique des procédés utilisés dans l'industrie a montré que pour notre application, le procédé d'infusion de résine liquide constituait un excellent candidat. Nous avons également fait le choix d'utiliser des fibres de verre dont l'empilement et l'orientation sont restés identiques pour toute l'étude. Une résine époxyde a été sélectionnée comme matrice de notre composite.

— Un protocole de mesure des viscosités des résines en volume réduit a été mis en place. Grâce à cette méthode il est possible de réaliser de très nombreuses mesures de viscosité, permettant de sélectionner au mieux les systèmes époxydes utilisés, ainsi que les éventuels additifs et leur taux dans les résines.

— La mise au point du protocole de fabrication a montré les nombreux défis que constituait cette étude. Les structures devant être soumises à des impacts, nous avons du prendre en compte ce paramètre et l'utilisation de matériaux d'âme spécifiques à l'infusion a dû être éliminée. Ces derniers pouvant provoquer la présence de points de fragilité dans la structure, nous avons choisi d'utiliser une mousse polystyrène uniforme. Cette contrainte a nécessité le développement d'un protocole de fabrication innovant permettant l'infusion simultanée des deux peaux du composite sandwich. Nous avons choisi de limiter notre étude à cinq paramètres : la température de la préforme, la température de la résine infusée, le type de durcisseur, l'état de surface de l'âme et la présence d'additifs nano-dimensionnés.

— L'étude des comportements pendant l'impact a montré que des signaux parasites peuvent venir gêner l'étude. Un traitement du signal a permis la mise en évidence de ce dernier et la façon de neutraliser son influence sur les courbes de comportement.

— L'utilisation de valeurs clés a permis de distinguer trois comportements parmi les essais. L'étude des comportements enregistrés pendant l'impact a montré qu'il était possible de les classer en trois catégories, en fonction de paramètres clés. Nous avons effectué notre classification par rapport à l'allure des courbes, du pourcentage d'énergie élastique, de la valeur maximale de la force de contact, de la durée d'impact et du déplacement maximal de l'impacteur.

— Chaque endommagement peut être caractérisé par sa forme, sa taille, la profondeur de

l'indentation permanente, ainsi que les détails immédiatement visibles. En analysant les endommagements sur les échantillons impactés, nous avons pu classer ces derniers selon quatre familles.

— Afin de s'approcher du cas d'une utilisation réelle des structures, nous avons choisi de réaliser des contrôles non destructifs par thermographie infrarouge sur les échantillons impactés. Avec le protocole développé, nous avons pu caractériser finement les endommagements et nous avons pu en tirer des conclusions qu'une observation à l'œil nu ne permet pas. De plus, dans le cas de pièces réelles pour lesquelles la surface serait peinte, nous pouvons détecter des défauts qui autrement seraient invisibles.

— L'analyse du taux de fibre volumique et du taux de porosité n'a pas montré de lien fort entre ces valeurs et les types d'endommagements observés. Pour confirmer ces résultats, nous avons observé les échantillons en microscopie optique par réflexion. Les observations confirment les taux quasi-nuls de porosité dans les composites, et mettent en évidence les zones où la compaction n'est pas idéale, expliquant les taux de fibres volumiques parfois faibles. Ces observations semblent montrer que la déformation de la grille drainante semble être la cause de ces zones riches en résine.

— Les propriétés mécaniques des systèmes époxydes ont été caractérisées par un essai de flexion 3 points. Les résultats montrent une différenciation entre les résines pures et les résines comprenant des additifs nano-dimensionnés. Les cycles de réticulation et de cuisson ne peuvent en revanche pas être distingués, certainement en raison des conditions de température utilisées.

— Une différence de température entre la préforme sèche et la résine infusée peut entrainer des différences dans la réponse à l'impact du panneau sandwich produit. Pour des panneaux sandwichs fabriqués avec la même température dans la préforme et dans la résine, nous avons pu constater que les couples comportement/endommagement étaient identiques dans toutes les zones du panneau produit, sauf dans un cas où nous suspectons que l'imprégnation en fin d'infusion n'était plus identique à celle du début d'infusion.

— Nous avons également trouvé deux combinaisons de paramètres permettant de minimiser la taille de la zone endommagée tout en n'ayant absorbé que peu d'énergie. Dans un cas, ces résultats sont dus à l'utilisation d'additifs nano-dimensionnés dans des conditions de température permettant d'empêcher l'emballement de la réaction tout en ayant une fluidité de la résine suffisante pour imprégner la préforme. Dans l'autre cas, l'utilisation d'une âme a permis de déplacer l'interface âme/peau du sandwich, mais l'a rendu plus fragile. Le mécanisme de dissipation d'énergie privilégié de ces deux combinaisons est la fissuration matricielle. Ces combinaisons présentent un excellent compromis dans le cadre de notre étude car l'intégrité de la structure est préservé, et la zone d'impact est réduite en n'étant que peu endommagée.

— La tenue résiduelle des échantillons a été analysée en soumettant les coupons impactés à plusieurs impacts dans les mêmes conditions. Nous avons pu constater que les échantillons présentant une zone fortement endommagée mais peu étendue continuent à être fortement endommagés sans forte augmentation de la zone, jusqu'à ce que l'échantillon soit considéré comme détruit, au maximum après un total de trois impacts. Pour les

échantillons avec une zone peu endommagée mais étendue, la succession d'impacts a continué à étendre la zone endommagée, mais sans être détruite. Après neuf impacts, ces structures n'étaient pas détruites et possédaient toujours une résistance à l'impact.

— Les structures qui avaient montré un intérêt après un impact unique ont à nouveau montré un comportement intéressant. Un second impact sur ces structures a été accompagné d'un rebond sans perforation, avec une zone endommagée plus grande qu'initialement, mais ne compromettant pas le reste de la structure.

— Par rapport à l'utilisation prévue des structures fabriquées, deux approches peuvent être envisagées. Il est possible d'obtenir une structure dissipant beaucoup d'énergie pendant l'impact, et dont la zone endommagée est concentrée autour du point d'impact, ou inversement d'avoir une structure qui dissipe beaucoup moins d'énergie par endommagement, mais pour laquelle la zone endommagée est très étendue et peut compromettre les propriétés en flexion du sandwich. En fonction de l'utilisation et du choix fait pour la durabilité de la structure, il est possible de sélectionner des paramètres de fabrication en accord.

L'ensemble de cette thèse expérimentale a permis la mise en évidence des phénomènes physiques ayant lieu au cours de l'impact, et de leurs liens avec les paramètres d'élaboration. En plus d'avoir constitué une importante base de donnée, il est possible d'exploiter les résultats afin de développer une modélisation de l'impact sur les matériaux composites à structure sandwich, dont les paramètres d'entrée sont les conditions de fabrication.

Lors de ce projet, nous avons déterminé qu'un certain nombre de travaux complémentaires peuvent permettre d'exploiter les conclusions de cette étude.

Il pourrait être intéressant de comparer plusieurs plaques fabriquées avec les mêmes paramètres procédés, mais en essayant d'influencer le taux de fibres de ces derniers. En effet, lors de notre étude il est arrivé que certaines infusions soient imparfaites, notamment à cause de la présence de bulles d'air (fuites sur la poche à vide ou pénétration d'air via l'entrée de résine). Ces plaques ont malgré tout été conservées et testées, et de grandes différences entre les plaques réussies et les plaques imparfaites étaient remarquables. Ces résultats n'ayant pas été reproduits sur un grand nombre d'échantillons (3 plaques au total), nous n'avons pas inclus ces résultats dans cette étude. L'utilisation de techniques d'infusion particulières comme la technique CAPRI ou la technique de double poche à vide (par fois appelée DVBI) permettrait d'obtenir plusieurs taux de fibres volumiques tout en ayant des paramètres de fabrication identiques. Cette étude mettrait en lumière l'influence du taux de fibre et de la compaction des peaux composites sur la réponse à l'impact des panneaux sandwichs.

Parmi les quatre types d'endommagement observés, le Type 4 semble présenter une dépendance à la géométrie d'essai. Il pourrait être pertinent de produire des échantillons dont l'endommagement attendu est de Type 4, mais de plus grandes dimensions afin de vérifier cette dépendance. Il conviendra également de différencier la géométrie de l'impact, de l'échantillon, ainsi que les conditions aux limites imposées : bride ou non, et de quelle forme.

Cette étude a concerné les résines thermodurcissables époxyde. Les avancées dans les résines thermoplastiques en font de très bon candidats pour des applications à l'impact. La comparaison de résines thermodurcissables et de résines thermoplastiques dans les mêmes conditions de

viscosité (donc d'imprégnation de fibres) permettrait de montrer les différences dans les mécanismes d'endommagements. Toutes autres conditions étant équivalentes, les mécanismes mis en évidence seraient uniquement causés par la nature de la matrice, et par la nature de l'interface entre les fibres et la matrice. Ces travaux pourraient compléter notre étude faite sur les nano-additifs thermoplastiques.

Le traitement des résultats d'observation en TIR suivant le protocole présenté par C. Garnier [Gar11] dans ses travaux de thèse permet une automatisation du calcul de la surface endommagée par un impact. En se basant sur ce protocole, il serait certainement possible de fixer des critères (Surfaces, dimensions max, localisation, forme) permettant la distinction entre les types d'endommagements, et de faire ressortir immédiatement les endommagements dont les caractéristiques sont très différentes.

Annexes

A Transformée de Fourier (Scilab)

Ce programme effectue la transformée de Fourier d'un échantillon de 10.000 valeurs stockées dans le fichier « valeurs.xls ». Le programme Scilab affiche graphiquement l'amplitude des signaux périodiques éventuellement présents, en fonction de leurs fréquences en Hertz.

```
clear
fichierexcel=readxls("D :\valeurs.xls")          //Ouvre le fichier valeurs.xls
feuille=fichierexcel(1)          //Récupère les valeurs dans la première colonne du fichier essai201.xls
valeurs=feuille.value

Fe=1000000 ;          //Définit la fréquence d'échantillonnage de l'essai
N=10000 ;          //Définit le nombre de valeurs échantillonées
f=(0 :1 :(N-1))*Fe/N ;
ft=f'

c1=valeurs(1 :10000,1)
y=abs(fft(c1)) ;          //Récupère la valeur absolue de la transformée de Fourier des données

fr=ft(10 :2500,1) ;
y1=y(10 :2500,1)

plot(fr,y1) ;

fb=ft(10 :500,1) ;
yb=y(10 :500,1) ;
plot(fb,yb)
```

B Stabilisation d'endommagement

Pour stabiliser l'endommagement et éviter une déformation de l'âme et de la peau lors de la coupe de l'échantillon impacté, nous coulons une résine époxyde, colorée ou non, afin de figer l'échantillon. La figure 114 a) présente un échantillon au dessus duquel de la résine colorée en noir a été coulée, et la figure 114 b) présente un échantillon impacté avant coulée de la résine colorée.

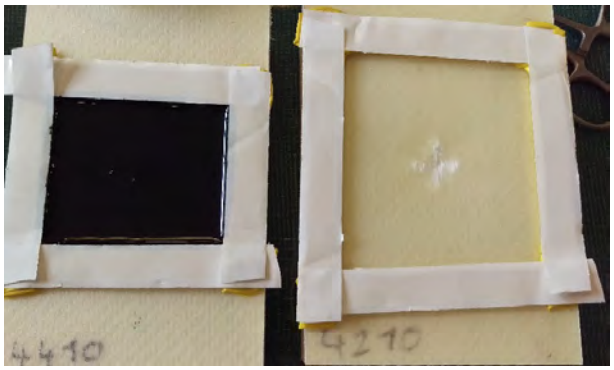

FIGURE 114 – Échantillon après coulée de la résine de stabilisation (a) et avant (b).

La zone de coulée est délimitée par un joint périphérique, puis le coupon entier est placé dans une cuve à vide afin de dégazer l'échantillon et assurer une pénétration optimale de la résine dans la profondeur de l'endommagement (figure 115).

FIGURE 115 – Échantillon dans la cuve à vide pour dégazage.

L'échantillon est ensuite laissé pendant 24h à température ambiante puis cuit à 60°C pendant 8h. Il est ensuite possible de mener deux types d'opérations destructives sur le coupon : une coupe permettant d'observer la déformation de la peau du composite et la pénétration de la résine dans la fissure du matériau d'âme, ou une dissolution de l'âme polystyrène à l'aide d'acétone, permettant d'obtenir un « moulage » de l'endommagement et lui permettant d'être visualisé directement.

C Détermination du taux volumique de porosités

La détermination du taux de volumique de porosités est séparée en deux étapes ; une consistant à déterminer les volumes de chacun des composants (Fibres seules, systèmes époxydes seuls, échantillons de composites), et une consistant à déterminer le taux de fibres.

Utilisation du pycnomètre

Le pycnomètre est un appareil de laboratoire permettant de déterminer la masse volumique d'un échantillon. Le volume du pycnomètre V_{pycno} est connu précisément et en général indiqué directement sur la verrerie. La masse du pycnomètre vide, propre et sec est également mesurée, on connait ainsi m_{pycno}. La première mesure consiste à déterminer la masse volumique de l'eau utilisée à la température à laquelle le reste des essais seront effectués (ici T_{amb}). L' échantillon dont on souhaite connaitre la masse volumique est pesé, permettant d'obtenir $m_{échantillon}$. Ce dernier ensuite placés dans le pycnomètre et l'eau de masse volumique connue est introduite jusqu'à ce que la jauge du pycnomètre soit atteinte. Lorsque le pycnomètre est rempli jusqu'à la jauge, on sait que :

$$V_{pycno} = V_{eau} + V_{échantillon}$$

La mesure de la masse du pycnomètre rempli d'eau et avec l'échantillon nous donne :

$$m_{tot} = m_{pycno} + m_{eau} + m_{échantillon}$$

On peut donc exprimer la masse d'eau ajoutée selon l'équation :

$$m_{eau} = m_{tot} - m_{pycno} - m_{échantillon}$$

Connaissant la masse volumique de l'eau, on peut calculer le volume de l'échantillon :

$$V_{échantillon} = V_{pycno} - V_{eau}$$

soit :

$$V_{échantillon} = V_{pycno} - \frac{m_{tot} - m_{pycno} - m_{échantillon}}{\rho_{eau}}$$

On peut également en déduire la masse volumique de l'échantillon :

$$\rho_{échantillon} = \frac{m_{échantillon}}{V_{pycno} - \frac{m_{tot} - m_{pycno} - m_{échantillon}}{\rho_{eau}}}$$

Calcination et calcul du taux de fibres, massique et volumique

L'essai de calcination à 650 °C permet de calciner totalement la résine et de ne laisser que la fibre de verre. La pesée de l'échantillon nous donne $m_{échantillon}$, et on sait (en supposant que les porosités ont une masse nulle) que :

$$m_{échantillon} = m_{fibres} + m_{résine}$$

La masse de fibres étant connue après calcination, on peut ainsi calculer le taux massique de fibres :

$$\tau_{fibres,massique} = 100.\frac{m_{fibres}}{m_{échantillon}}$$

Le taux de fibres volumique est déterminé par l'équation :

$$\tau_{fibres,vol} = 100.\frac{V_{fibres}}{V_{échantillon}}$$

Connaissant les masses volumiques des différentes parties de l'échantillon, on peut également exprimer le taux de fibres volumique selon l'équation :

$$\tau_{fibres,vol} = 100.\frac{\frac{m_{fibres}}{\rho_{fibres}}}{\frac{m_{fibres}}{\rho_{fibres}} + \frac{m_{résine}}{\rho_{résine}}}$$

Soit :

$$\tau_{fibres,vol} = 100.\frac{\frac{m_{fibres}}{\rho_{fibres}}}{\frac{m_{fibres}}{\rho_{fibres}} + \frac{m_{échantillon} - m_{fibres}}{\rho_{résine}}}$$

D Préparation d'échantillons de microscopie

Les premières observations en microscopie montrent que les découpes du composite effectuées avec une scie diamantée laissent une surface endommagée, empêchant l'observation microscopique. Ces échantillons doivent être poncés et polis afin d'éliminer ces endommagements. Une technique classiquement utilisée en métallurgie consiste à enrober les échantillons à observer dans une résine à chaud. Cette méthode d'encapsulage n'étant pas applicable avec nos échantillons, nous avons mis au point un protocole permettant l'encapsulage à froid. Une fois l'encapsulage solidifié, la résine colorée permet le maintien de l'échantillon lors des phases de ponçage et de polissage.

1. Découpe de l'échantillon : un cube de 1cm de coté est coupé dans le sandwich.
2. Encapsulage à froid : le cube est placé face à observer vers le bas dans le moule d'encapsulage. Une résine époxyde colorée est préparée et coulée dans le moule.
3. Ponçage : après réticulation et post-cuisson de la résine d'encapsulage, l'échantillon est placé sur une polisseuse semi-automatique tournant à 125 tours/min et poncée à l'eau pendant une minute avec les grains successifs : 220/320/500/1000/4000.
4. Polissage : l'échantillon est rincé et séché puis replacé sur la polisseuse à 125 tours/min avec une suspension de polissage de 0,05 µm pendant 10 minutes.
5. Séchage : la surface de l'échantillon poli est nettoyée avec un chiffon doux.

Références

[AA15] M. Alemi-Ardakani, A. Milani, S. Yannacopoulos, et H. Borazghi, «A rapid approach for predication and discrete lay-up optimization of glass fiber/polypropylene composite laminates under impact», *International Journal of Impact Engineering*, vol. 84, pp. 134–144, Octobre 2015.

[Abo00] J. L. Abot, I. M. Daniel, et E. E. Gdoutos, «Failure Mechanisms of Composite Sandwich Beams Under Impact Loading», *in proceedings of the ECF 14*, 2000.

[Ace08] C. M. Aceves, A. Skordos, et M. Sutcliffe, «Design selection methodology for composite structures», *Materials & Design*, vol. 29(2), pp. 418–426, Janvier 2008.

[Ari15] V. Arikan et O. Sayman, «Comparative study on repeated impact response of E-glass fiber reinforced polypropylene & epoxy matrix composites», *Composites Part B : Engineering*, vol. 83, pp. 1–6, Décembre 2015.

[Ata10] C. Atas et C. Sevim, «On the impact response of sandwich composites with cores of balsa wood and PVC foam», *Composite Structures*, vol. 93(1), pp. 40–48, Décembre 2010.

[Auc09] J. Aucher, *Etude comparative du comportement de composites à matrice thermoplastique ou thermodurcissable*, thèse de doctorat, Institut national des sciences appliquées de Rouen (INSA Rouen), Décembre 2009.

[Bad02] M. G. Bader, «Selection of composite materials and manufacturing routes for cost-effective performance», *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, vol. 33, pp. 913–934, 2002.

[Bar97] C. Barrère et F. D. Maso, «Résines époxy réticulées par des polyamines : structure et propriétés», *Revue de l'institut français du pétrole*, vol. 52(3), 1997.

[Bar16] M. Barus, *Signatures thermiques d'interfaces collées pour la réparation des structures primaires en matériaux composites*, thèse de doctorat, Université Toulouse 3 - Paul Sabatier, Octobre 2016.

[Ber08] A. Berthereau et E. Dallies, «Fibres de verre de renforcement», *Techniques de l'ingénieur*, vol. AM5132, 2008.

[Bhu17] S. Bhudolia, P. Perrotey, et S. Joshi, «Optimizing Polymer Infusion Process for Thin Ply Textile Composites with Novel Matrix System», *Materials*, vol. 10(3), p. 293, Mars 2017.

[Bil01] J. Billings, «An overview of the SCRIMP technology», F. tech., TPI Technology, Inc., 2001.

[Bin06] C. Binétruy, «Physique du moulage des composites avancés : applications», *Techniques de l'ingénieur*, vol. AM3719, 2006.

[Bin08] C. Binétruy, «Structures sandwiches», *Techniques de l'ingénieur*, vol. AM5141, 2008.

[Bor17] S. Boria, A. Scattina, et G. Belingardi, «Impact behavior of a fully thermoplastic composite», *Composite Structures*, vol. 167, pp. 63–75, Mai 2017.

[Bou13] R. M. Boumbimba, P. Viot, C. Froustey, F. Léonardi, P.Gerard, et R. Inoubli, «Comportement à l'impact des composites fibres de verre/Epoxy modifiés copolymère à bloc.», *Comptes Rendus du 21ème congrès français de mécanique*, 2013.

[Bou14] R. Boumbimba, C. Froustey, P. Viot, J. Olive, F. Léonardi, P. Gerard, et R. Inoubli, «Preparation and mechanical characterisation of laminate composites made of glass fibre/epoxy resin filled with tri bloc copolymers», *Composite Structures*, vol. 116, pp. 414–422, Septembre 2014.

[Bou17] R. M. Boumbimba, M. Coulibaly, A. Khabouchi, G. Kinvi-Dossou, N. Bonfoh, et P. Gerard, «Glass fibres reinforced acrylic thermoplastic resin-based tri-block copolymers composites : Low velocity impact response at various temperatures», *Composite Structures*, vol. 160, pp. 939–951, Janvier 2017.

[Bra13] R. Brault, *Étude du comportement mécanique des matériaux composites par corrélation volumique : Application à l'analyse des effets du cisaillement transverse*, thèse de doctorat, École nationale supérieure des mines de Saint-Étienne, Mars 2013.

[Cap15] P. Caporossi, «L'armure satin», Novembre 2015.

[Car02] L. A. Carlsson, *On debond failure of foam core sandwich*, pp. 683–688, 2002.

[Car06] L. Caramaro, «Textiles à usage technique», *Techniques de l'ingénieur*, vol. AM5119, 2006.

[Cas13] B. Castanié, C. Bouvet, et D. Guedra-Degeorges, «Structures en matériaux composites stratifiés», *Techniques de l'ingénieur*, vol. BM5080, 2013.

[Ces07] F. Cesari, V. Dal Re, G. Minak, et A. Zucchelli, «Damage and residual strength of laminated carbon-epoxy composite circular plates loaded at the centre», *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, vol. 38(4), pp. 1163–1173, Avril 2007.

[Cha] Chai, G. Boay, Zhu, et Shengqing, «A Review of Low-velocity Impact on Sandwich Structures», .

[Cha98] M. Chatain, «Matières thermoplastiques - Introduction», *Techniques de l'ingénieur*, vol. AM3305, 1998.

[Cha01] M. Chatain, «Matériaux composites : présentation générale», *Techniques de l'ingénieur*, vol. AM5000, 2001.

[Com06] P. Compston, M. Styles, et S. Kalyanasundaram, «Low Energy Impact Damage Modes in Aluminum Foam and Polymer Foam Sandwich Structures», *Journal of Sandwich Structures and Materials*, vol. 8(5), pp. 365–379, Septembre 2006.

[Com16] «Combining the best of two polymer worlds», F. tech., Kunststoffe international, 2016.

[Cua15] V. A. CuartasMunoz, *Identification de mécanismes d'endommagement de stratifiés carbone-époxyde par couplage de l'émission acoustique et de la thermographie infrarouge*, thèse de doctorat, Institut national polytechnique de Toulouse (INP Toulouse), Septembre 2015.

[Dü15] D. Düring, L. Weiss, D. Stefaniak, N. Jordan, et C. Hühne, «Low-velocity impact response of composite laminates with steel and elastomer protective layer», *Composite Structures*, vol. 134, pp. 18–26, Décembre 2015.

[Dav07] L. Davies, R. Day, D. Bond, A. Nesbitt, J. Ellis, et E. Gardon, «Effect of cure cycle heat transfer rates on the physical and mechanical properties of an epoxy matrix composite», *Composites Science and Technology*, vol. 67(9), pp. 1892–1899, Juillet 2007.

[Den12] S. Denneulin, P. Viot, F. Leonardi, et J.-L. Lataillade, «The influence of acrylate triblock copolymer embedded in matrix on composite structures' responses to low-velocity impacts», *Composite Structures*, vol. 94(4), pp. 1471–1481, Mars 2012.

[Esc13] L. Escalé, *Elaboration d'un matériau composite multifonctionnel : matériau structural intégrant la fonction de blindage pour protéger des menaces de type "petits fragments"*, thèse de doctorat, École nationale supérieure des Mines d'Albi-Carmaux conjointement avec L'INP Toulouse, Décembre 2013.

[Esn16] A. Esnaola, I. Tena, J. Aurrekoetxea, I. Gallego, et I. Ulacia, «Effect of fibre volume fraction on energy absorption capabilities of E-glass/polyester automotive crash structures», *Composites Part B : Engineering*, vol. 85, pp. 1–7, Février 2016.

[Faw38] W. H. Fawcett, «Glass cloth new marvel of science», *Modern Mechanix*, vol. 19, Février 1938.

[Fen13] D. Feng et F. Aymerich, «Damage prediction in composite sandwich panels subjected to low-velocity impact», *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, vol. 52, pp. 12–22, Septembre 2013.

[Gan12] R. Gantois, *Contribution à la modélisation de l'écoulement de résine dans les procédés de moulage des composites par voie liquide*, thèse de doctorat, Université Toulouse 3 - Paul Sabatier, Mars 2012.

[Gar11] C. Garnier, *Etude du comportement dynamique des structures composites réalisées par LRI : application à l'impact et à la fatigue*, thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Toulouse (INP Toulouse), Novembre 2011.

[Gar18] G. Gardiner, «Wet compression molding», consulté en Février 2018.

[GdR05] T. Gomez-del Rio, R. Zaera, E. Barbero, et C. Navarro, «Damage in CFRPs due to low velocity impact at low temperature», *Composites Part B : Engineering*, vol. 36, pp. 41–50, Mai 2005.

[Geo12] A. George et K. Drechsler, «Void characterization and membrane selection in the vacuum assisted process», *in proceedings of ECCM 15*, 2012.

[Gil17] V. G. Gilev, A. V. Kondyurin, et S. V. Rusakov, «Investigation of epoxy matrix viscosity in the initial stage of its formation», *in proceedings of IOP conference series, vol. 208*, 2017.

[Gon11] E. Gonzàlez, P. Maimi, P. Camanho, C. Lopes, et N. Blanco, «Effects of ply clustering in laminated composite plates under low-velocity impact loading», *Composites Science and Technology*, vol. 71(6), pp. 805–817, Avril 2011.

[Gor76] J. E. Gordon, *The new science of strong materials,2nd edition*, Penguin Adult, 1976.

[Gor14] S. Gordon, R. Boukhili, et N. Merah, «Impact behavior and finite element prediction of the compression after impact strength of foam/vinylester-glass composite sandwiches», *Journal of Sandwich Structures and Materials*, vol. 16(5), pp. 551–574, Juillet 2014.

[Gov08] Q. Govignon, S. Bickerton, J. Morris, et P. Kelly, «Full field monitoring of the resin flow and the resin infusion process», *Composites : Part A*, vol. 39, pp. 1412–1426, 2008.

[Gus05] J. Gustin, A. Joneson, M. Mahinfalah, et J. Stone, «Low velocity impact of combination Kevlar/carbon fiber sandwich composites», *Composite Structures*, vol. 69(4), pp. 396–406, Août 2005.

[Ham04] Y. K. Hamidi, L. Aktas, et M. C. Altan, «Formation of microscopic voids in resin transfer molded composites», *transactions of the ASME*, vol. 126, pp. 420–426, 2004.

[Has12] M. Z. Hassan, *The low velocity impact response of sandwich structures*, thèse de doctorat, University of Liverpool, 2012.

[Hei16] C. Heitz et E. Barthel, «Ensimage des fibres de verre», consulté en Avril 2016. http ://www.saint-gobain-recherche.fr/svi/Ensimage.htm.

[HM13] C. Ha-Minh, B. Provost, F. Boussu, D. Coutellier, et A. Imad, «Vers la géométrie réelle d'un tissu 3D interlock sur la précision de la simulation numérique à l'impact», *Comptes Rendus du 11ème Colloque National en Calcul des Structures*, 2013.

[Int] A. International, *ASTM D3176*.

[Iva15] I. Ivanez, M. Moure, S. Garcia-Castillo, et S. Sanchez-Saez, «The oblique impact response of composite sandwich plates», *Composite Structures*, vol. 133, pp. 1127–1136, Décembre 2015.

[Jan89] B. Jang, L. Chen, C. Wang, H. Lin, et R. Zee, «Impact resistance and energy absorption mechanisms in hybrid composites», *Composites science and technology*, vol. 34, pp. 305–335, 1989.

[Kal90] J. Kalantar et L. Drzal, «The bonding mechanism of aramid fibres to epoxy matrices», *Journal of materials science*, vol. 25, pp. 4186 – 4193, 1990.

[Kan00] T. Kang et C. Kim, «Energy absorption mechanisms in Kevlar and multiaxial warp-knit and fabric composites under impact loading», *Composite Science and Technology*, vol. 60, pp. 773–784, 2000.

[Kar97] K. F. Karlsson et B. T. Aström, «Manufacturing and applications of sandwich components», *Composites Part A*, vol. 28 A, pp. 97–111, 1997.

[Kep09] A. N. Kepnang, F. Berthet, et B. Castanié, «Parameters affecting mechanical properties of composite manufactured by liquid resin infusion (LRI)», *in proceedings of ICCM 17*, 2009.

[Kep11] A. N. Kepnang, *Contribution à l'étude des variabilités des propriétés des stratifiés fabriqués par infusion de résine liquide*, thèse de doctorat, Université Toulouse 3 - Paul Sabatier, Avril 2011.

[Kol11] A. Kolopp, S. Rivallant, et C. Bouvet, «Impact sur structures sandwich composites pour application de blindage aéronautique», *Comptes Rendus des JNC 17*, 2011.

[Kol12] A. Kolopp, *Impact sur structures sandwiches pour application de blindage aéronautique*, thèse de doctorat, Université Toulouse 3 - Paul Sabatier, Novembre 2012.

[Kru16] A. Krundaeva, G. D. Bruyne, F. Gagliardi, et W. V. Paepegem, «Dynamic compressive strength and crushing properties of expanded polystyrene foam for different strain rates and different temperatures», *Polymer Testing*, vol. 55, pp. 61–68, Octobre 2016.

[Kuh13] E. Kuhn, *Contrôle non destructif d'un matériau excité par une onde accoustique ou thermique. Observation par thermographie*, thèse de doctorat, Université Paris ouest Nanterre la Défense, Décembre 2013.

[Kur15] A. Kursun, M. Senel, et H. M. Enginsoy, «Experimental and numerical analysis of low velocity impact on a preloaded composite plate», *Advances in Engineering Software*, vol. 90, pp. 41–52, Décembre 2015.

[Li99] X. Li et L. A. Carlsson, «The Tilted Sandwich Debond (TSD) specimen for face/core interface fracture characterization», *Journal of Sandwich Structures and Materials*, vol. 1, pp. 60–75, 1999.

[Lim04] T. S. Lim, C. S. L., et D. G. L., «Failure Modes of Foam Core Sandwich Beams under Static and Impact Loads», *Journal of Composite Materials*, vol. 38(18), pp. 1639–1662, Septembre 2004.

[Liu06] L. Liu, B.-M. Zhang, D.-F. Wang, et Z.-J. Wu, «Effects of cure cycles on void content and mechanical properties of composite laminates», *Composite Structures*, vol. 73(3), pp. 303–309, Juin 2006.

[Lon15] S. Long, X. Yao, et X. Zhang, «Delamination prediction in composite laminates under low-velocity impact», *Composite Structures*, vol. 132, pp. 290–298, Novembre 2015.

[Mad14] A. Madra, N. E. Hajj, et M. Benzeggagh, «X-ray microtomography applications for quantitative and qualitative analysis of porosity in woven glass fiber reinforced thermoplastic», *Composites Science and Technology*, vol. 95, pp. 50–58, Mai 2014.

[Mai08] S. Maillard, A. Lario, A. Chiminelli, et I. Amenabar, «La thermographie infrarouge stimulée, une nouvelle technique de contrôle sur les lignes de production», 2008.

[Maj03] P. Majumdar, D. Srinivasagupta, H. Mahfuz, B. Joseph, M. M. Thomas, et S. Christensen, «Effect of processing conditions and material properties on the debond fracture toughness of foam-core sandwich composites : experimental optimization», *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, vol. 34(11), pp. 1097–1104, Novembre 2003.

[Mam08] A. Mamalis, K. Spentzas, N. Pantelelis, D. Manolakos, et M. Ioannidis, «A new hybrid concept for sandwich structures», *Composite Structures*, vol. 83(4), pp. 335–340, Juin 2008.

[Mir11] A. Mir, B. Bezzazi, R. Zitoune, et F. Collombet, «Caractérisation mécanique d'un panneau sandwich à âme en liège et peaux jute/époxy», *Comptes Rendus des JNC 17*, 2011.

[Moh13] R. Mohmmed, F. Zhang, B. Sun, et B. Gu, «Finite element analyses of low-velocity impact damage of foam sandwiched composites with different ply angles face sheets», *Materials & Design*, vol. 47, pp. 189–199, Mai 2013.

[Mon17a] A. Monti, *Élaboration et caractérisation mécanique d'une structure composite sandwiche à base de constituants naturels*, thèse de doctorat, Université du Maine, Décembre 2017.

[Mon17b] A. Monti, Z. Jendli, et L. Guillaumat, «Analyse du comportement dynamique de composites et de structures sandwiches bio-sourcés», *Comptes Rendus des JNC 20*, 2017.

[Mun13] V. Munoz, M. Perrin, M.-L. Pastor, H. Welemande, A. Cantarel, et M. Karama, «Application of non destructive testing to the detection of aeronautical defects in composite structures», *Nonconventional Technologies Review*, Décembre 2013.

[Nai01] N. Naik et S. Meduri, «Polymer-matrix composites subjected to low-velocity impact : effect of laminate configuration», *Composites Science and Technology*, vol. 61, pp. 1429–1436, 2001.

[Nai04] N. Naik et P. Shrirao, «Composite structures under ballistic impact», *Composite Structures*, vol. 66, pp. 579–590, Octobre 2004.

[Nan08] «Nanostrength block copolymers for epoxy toughening», F. tech., Arkema, 2008.

[Nem03] G. Nemoz, «Textures textiles tridimensionnelles», *Techniques de l'ingénieur*, vol. AM5122, 2003.

[Nig08] C. Niggemann, Y. S. Song, J. W. Gillespie, et D. Heider, «Experimental Investigation of the Controlled Atmospheric Pressure Resin Infusion (CAPRI) Process», *Journal of composite materials*, vol. 42(11), pp. 1049–1061, 2008.

[Nji11] K. A. Njionhou, F. Berthet, B. Castanié, et C. Bouvet, «Etude du comportement à l'impact et en compression après impact des stratifiés infusés cousus et non cousus», *Comptes Rendus des JNC 17*, 2011.

[Oli95] P. Olivier, J. P. Cottu, et B. Ferret, «Effects of cure cycle pressure and voids on some mechanical properties of carbon/epoxy laminates», *Composites*, vol. 26, pp. 509–515, 1995.

[Ols00] R. Olsson, «Mass criterion for wave controlled impact response of composite plates», *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, vol. 31, p. 879–887, 2000.

[Par11] C. Paris, G. Bernhart, P. Olivier, et O. D. Almeida, «Influence de cycles de cuisson rapides sur le préimprégné aéronautique M21-T700 : suivi de polymérisation et propriétés mécaniques», *Comptes rendus des JNC 17*, 2011.

[Pas07] M.-L. Pastor, *Contribution aà l'étude en fatigue de structures en aluminium renforcées par patchs composites*, thèse de doctorat, Université Blaise Pascal - Clermont 2, Septembre 2007.

[Per12] E. Peronnet, *Identification expérimentale du comportement d'un fuselage composite : détection de défauts par mesure de champs*, thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Toulouse (INP Toulouse), Octobre 2012.

[Pin95] R. Pinzelli, «Fibres aramides pour matériaux composites», *Techniques de l'ingénieur*, vol. A3985, 1995.

[Ram14] K. R. Ramakrishnan, *Impact behaviour of sandwich structures with nanoparticle reinforced composite face sheets*, thèse de doctorat, École nationale supérieure d'arts et métiers (ENSAM ParisTech), Novembre 2014.

[Rei12] P. Reis, J. Ferreira, P. Santos, M. Richardson, et J. Santos, «Impact response of Kevlar composites with filled epoxy matrix», *Composite Structures*, vol. 94(12), pp. 3520–3528, Décembre 2012.

[Riv03a] S. Rivaillant, *Modélisation à l'impact de pales d'hélicoptères*, thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure de l'Aéronautique et de l'Espace, Décembre 2003.

[Riv03b] S. Rivaillant, J. Ferrero, et J. Barrau, «Impacts on foam stabilised composite structures : experimental and numerical study», *in proceedings of EURODYMAT 2003*, 2003.

[Sad08] M. Sadighi et H. Pouriayevali, «Quasi-Static and Low-Velocity Impact Response of Fully Backed or Simply Supported Sandwich Beams», *Journal of Sandwich Structures and Materials*, vol. 10(6), pp. 499–524, Novembre 2008.

[Sah06] M. C. Saha, M. E. Kabir, et S. Jeelani, «Core/skin debond fracture toughness of S2-glass/epoxy sandwich composites with nanophased polyurethane core», *Society for Experimental Mechanics*, 2006.

[Sei06] H. Seibert, «Applications for PMI foams in aerospace sandwich and structures», *Reinforced plastics*, pp. 44–48, Janvier 2006.

[Sel13] R. Seltzer, C. Gonzàlez, R. Muñoz, J. LLorca, et T. Blanco-Varela, «X-ray microtomography analysis of the damage micromechanisms in 3D woven composites under low-velocity impact», *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, vol. 45, pp. 49–60, Février 2013.

[Shi08] K. B. Shin, J. Y. Lee, et S. H. Cho, «An experimental study of low-velocity impact responses of sandwich panels for Korean low floor bus», *Composite Structures*, vol. 84(3), pp. 228–240, Juillet 2008.

[Shy03] T.-W. Shyr et Y.-H. Pan, «Impact resistance and damage characteristics of composite laminates», *Composite Structures*, vol. 62(2), pp. 193–203, Novembre 2003.

[Sic14a] Sicomin, «Fiche de données sécurité SD8824», F. tech., Sicomin, Mai 2014.

[Sic14b] Sicomin, «Fiche de données sécurité SR 1710», F. tech., Sicomin, Avril 2014.

[Sic16] Sicomin, «Fiche produit SR 1710», F. tech., Sicomin, Septembre 2016.

[Sic17a] Sicomin, «Fiche produit Tissu Aramide», F. tech., Sicomin, Septembre 2017.

[Sic17b] Sicomin, «Fiche produit Tissu carbone», F. tech., Sicomin, Septembre 2017.

[Sic17c] Sicomin, «Fiche produit Tissu verre», F. tech., Sicomin, Septembre 2017.

[Sis15] S. M. Sisodia, E. K. Gamstedt, F. Edgren, et J. Varna, «Effects of voids on quasi-static and tension fatigue behaviour of carbon-fibre composite laminates», *Journal of composite materials*, vol. 49(17), 2015.

[Sjo88] P. O. Sjoblom, J. T. Hartness, et T. Cordell, «On low-velocity impact testing of composite materials», *Journal of Composite Materials*, vol. 22, pp. 30–52, Janvier 1988.

[Sri03] D. Srinivasagupta, B. Joseph, P. Majumdar, et H. Mahfuz, «Effect of processing conditions and material properties on the debond fracture toughness of foam-core sandwich composites : process model development», *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, vol. 34(11), pp. 1085–1095, Novembre 2003.

[Str89] L. G. Stringer, «Optimization of the wet lay-up/ vacuum bag process for the fabrication of carbon fibre epoxy composites with high fibre fraction and low void content», *Composites*, vol. 20(5), pp. 441–452, Septembre 1989.

[Sus17a] J. Susainathan, F. Eyma, E. D. Luycker, A. Cantarel, et B. Castanie, «Manufacturing and quasi-static bending behavior of wood-based sandwich structures», *Composite Structures*, vol. 182, pp. 487–504, Décembre 2017.

[Sus17b] J. P. Susainathan, *Development and characterization of wood based eco-structure*, thèse de doctorat, Institut national des sciences appliquées de Toulouse (INSA Toulouse), Mars 2017.

[Sus18] J. Susainathan, F. Eyma, E. D. Luycker, A. Cantarel, et B. Castanie, «Experimental investigation of impact behavior of wood-based sandwich structures», *Composites Part A*, vol. 109, pp. 10–19, Février 2018.

[Tar14] I. Taraghi, A. Fereidoon, et F. Taheri-Behrooz, «Low-velocity impact response of woven Kevlar/epoxy laminated composites reinforced with multi-walled carbon nanotubes at ambient and low temperatures», *Materials & Design*, vol. 53, pp. 152–158, Janvier 2014.

[Tro06] F. Trochu, E. Ruiz, V. Achim, et S. Soukane, «Advanced numerical simulation of liquid composite molding for process analysis and optimization», *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, vol. 37(6), pp. 890–902, Juin 2006.

[Tro15] A. Tropis, «Composite structure : evolution & future challenges», *GDR Week 2015*, Roubaix, Novembre 2015.

[Tur08] R. Turakhia, «Novel epoxy toughening for coatings and composites applications», *Thermoset Resin Formulators Association's Meeting*, The Dow Chemical Company, Epoxy R&D, Septembre 2008.

[Vic17] C. Vicard, O. D. Almeida, A. Cantarel, et G. Bernhart, «Experimental study of polymerization and crystallization kinetics of polyamide 6 obtained by anionic ring opening polymerization of E-caprolactam», *Polymer*, vol. 132, pp. 88–97, Décembre 2017.

[Vic18] C. Vicard, *Etude et modélisation de la synthèse du polyamide 6 pour la mise en oeuvre de composites thermoplastiques par voie liquide réactive*, thèse de doctorat, Ecole nationale supérieure des Mines d'Albi-Carmaux, Janvier 2018.

[vR07] K. van Rijswijk et H. Bersee, «Reactive processing of textile fober-reinforced thermoplastic composites - An overview», *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, vol. 38, pp. 666–681, 2007.

[Wan09] D. Wang, «Impact behavior and energy absorption of paper honeycomb sandwich panels», *International Journal of Impact Engineering*, vol. 36, pp. 110–114, Janvier 2009.

[Wan10] P. Wang, *Etude numérique et expérimentale de procédé d'élaboration des matériaux composites par infusion de résine*, thèse de doctorat, École nationale supérieure des mines de Saint-Étienne, Mars 2010.

[Wan12] P. Wang, J. Molimard, S. Drapier, A. Vautrin, et J.-C. Minni, «Monitoring the resin infusion manufacturing process under industrial environment using distributed sensors», *Journal of composite materials*, vol. 46(6), pp. 691–706, 2012.

[Wan13] J. Wang, A. M. Waas, et H. Wang, «Experimental and numerical study on the low-velocity impact behavior of foam-core sandwich panels», *Composite Structures*, vol. 96, pp. 298–311, Février 2013.

[Wan16] H. Wang, K. R. Ramakrishnan, et K. Shankar, «Experimental study of the medium velocity impact response of sandwich panels with different cores», *Materials & Design*, vol. 99, pp. 68–82, Juin 2016.

[Wya08] D. Wyart, «Polystyrène expansé ou PSE», *Techniques de l'ingénieur*, vol. AM3341, 2008.

[Wya14] D. Wyart, «Mousses PUR : transofmation, façonnage, recyclage», *Techniques de l'ingénieur*, vol. FP0987, Mai 2014.

[Yan16] L. Yang, Z. Wu, D. Gao, et X. Liu, «Microscopic damage mechanisms of fibre reinforced composite laminates subjected to low velocity impact», *Computational Materials Science*, vol. 111, pp. 148–156, Janvier 2016.

[Zha09] J. Zhang, Y. C. Xu, et P. Huang, «Effect of cure cycle on curing process and hardness for epoxy resin», *Express Polymer Letters*, vol. 3(9), pp. 534–541, 2009.

Lors d'une étude précédente, des prototypes destinés à transporter des matériels militaires lourds (600kg) par hélicoptère ont été produits. Reposant sur l'utilisation de matériaux composites à structure sandwich, ces structures ont convaincu par leur légèreté et leur résistance à la charge, mais ont montré des faiblesses lors de la sollicitation en impact basse énergie / basse vitesse. Lors de cette thèse, nous avons cherché à optimiser la résistance des structures sandwich à ce type d'endommagements en étudiant l'influence des paramètres d'élaboration par un procédé de mise-en-oeuvre industriel.

Une étude bibliographique a permis la mise en évidence des paramètres critiques de faisabilité du projet. Le choix du procédé de fabrication a été arrêté à l'infusion de résine liquide, technique couramment utilisée dans l'industrie est facilement utilisable par des petites et moyennes structures. L'état de l'art a également révélé des pistes d'amélioration des structures sandwich via les conditions de fabrication. Un procédé particulier a du être mis en place afin de fabriquer des structures composites sandwich en une seule étape. Avec cette méthode, quatre jeux de paramètres ont été retenus pour l'étude : les températures de fabrication, la nature de la matrice, l'état de surface de l'âme, ainsi que la présence (ou non) d'additifs nano-dimensionnés dans la matrice. Diverses combinaisons de ces paramètres ont été utilisées pour fabriquer des panneaux sandwich ensuite découpés en échantillons afin d'être testés en impact à l'aide d'une tour de chute.

Une première série de tests a permis de déterminer les conditions d'impact représentative des cas réellement rencontrés, les techniques permettant l'identification et la caractérisation des endommagements, ainsi que l'observation des comportements pendant l'impact. A partir des observations pendant et après l'impact, nous avons pu constater trois comportements et quatre types d'endommagements, sur l'ensemble des échantillons testés.

Ces comportements et endommagements ont pu être reliées aux paramètres d'élaboration sélectionnés. Une combinaison de paramètres de fabrication a particulièrement retenu notre attention et ces derniers ont été analysés afin de comprendre les mécanismes mis en jeu lors de la fabrication. La résistance résiduelle des structures après impact a été évaluée en soumettant les échantillons à une série d'impacts répétés. Quatre comportements ont été observés, correspondant aux quatre endommagements initialement identifiés. Le choix d'une structure optimale a pu être confirmé.

In a previous study, prototypes for heavy military equipment (>600kg) transportation by helicopters were developed. Based on sandwich composite structures, these materials showed promising results in terms of weight reduction and load bearing capabilities, but weaknesses were observed during low velocity/low energy impact solicitations. During this PhD project, we aimed at optimizing sandwich structure's resistance to impacts, by studying elaboration parameter's influences of an industrial production method on impact behaviors.

A bibliographic review showed critical parameters for this project's feasibility. We chose to use the Liquid Resin Infusion as the elaboration process; this technique is commonly used in the industry, and is suited for small production structures. State of the art also showed impact resistance improving methods for sandwich structures, in terms of processing conditions. A particular elaboration method was designed, to produce sandwich structures in a one-shot process. In this study, and with this method, four sets of parameters were selected: elaboration temperatures, matrix types, core's surface nature, and whether or not the matrix contained nano-scaled additives. Several combinations of these parameters were used to produce sandwich panels, which were cut in samples, to be impacted on a drop-weight tower.

Preliminary testing allowed to determine representative impact conditions, similar to real-life situations, the observation and characterization techniques of damages, and behavior observation methods during impact. Based on that, we were able to identify three behaviors during impact, and four damage types, over all tested samples.

These behaviors and damages were linked to the selected elaboration conditions and one set appeared very promising. The analysis of the parameters allowed us to understand the mechanisms occurring during the production of the panel. Residual resistance after impact was characterized by subjecting the samples to consecutive impacts. Four behaviors were observed, directly linked to the damages initially observed. The choice of an optimal structure was confirmed.