Effets de chargements thermocinétiques sur le comportement mécanique d'un composite stratifié à résine thermoplastique.

Lucien Cadieu

▶ **To cite this version:**

Lucien Cadieu. Effets de chargements thermocinétiques sur le comportement mécanique d'un composite stratifié à résine thermoplastique.. Mécanique [physics]. Université de Bordeaux, 2019. Français. NNT : 2019BORD0327 . tel-02482638v2

HAL Id: tel-02482638

https://theses.hal.science/tel-02482638v2

Submitted on 19 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.

université de BORDEAUX

THÈSE PRÉSENTÉE

POUR OBTENIR LE GRADE DE

DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DE BORDEAUX

ÉCOLE DOCTORALE SPI

Mécanique

Par **Lucien Cadieu**

Effets de chargements thermocinétiques sur le comportement mécanique d'un composite stratifié à résine thermoplastique.

Sous la direction de : **Catherine FROUSTEY**
Co-encadrement de la thèse : **Jean-Benoit KOPP**

Soutenue le 9 décembre 2019

Membres du jury :

M. FERRERO Jean-François, Professeur des Universités, MSC, Universtité Paul Sabatier,	Président
M. GUILLAUMAT Laurent, Professeur des Universités, Arts et Métiers ParisTech,	Rapporteur
Mme BAHLOULI Nadia, Professeur des Université, Icube, Université de Strasbourg,	Rapporteur
M. JUMEL Julien, Professeur, IRDL, ENSTA Bretgane,	Examinateur
Mme FROUSTEY Catherine, Maître de Conférences (HDR), I2M, Université de Bordeaux,	Examinateur
M. KOPP Jean-Benoit, Maître de Conférences, I2M, Arts et Métiers ParisTech,	Examinateur
M. GÉRARD Pierre, Ingénieur R&D, ARKEMA,	Invité

Titre : Effets de chargements thermocinétiques sur le comportement mécanique d'un composite stratifié à résine thermoplastique.

Résumé :
Cette thèse présente les effets de chargements thermocinétiques sur le comportement mécanique d'un matériau composite stratifié à résine acrylique thermoplastique, renforcé de fibres continues de verre. Des essais d'indentation/d'impact à faible vitesse à différentes vitesses de sollicitation et à différentes températures permettent d'étudier la réponse mécanique de la structure composite. Ces sollicitations sont représentatives des sollicitations que le composite stratifié pourra rencontrer durant son service (choc durant le transport, chute d'outil lors d'une maintenance, gravillonnage...). Les réponses structurelles du composite stratifié étudié (force maximale atteinte, raideur, énergie absorbée, énergie dissipée) sont estimées. Les mécanismes d'endommagements induits par ces sollicitations sont étudiés de l'échelle microscopique jusqu'à l'échelle macroscopique à l'aide d'un microscope optique à balayage (MEB) et d'un microscope optique. Les effets de chargements thermocinétiques sur les mécanismes d'endommagements observés sont discutés.

Les sollicitations indentation et d'impact sont connues pour induire un mécanisme d'endommagement en particulier : la fissuration inter-laminaire appelée le délaminage. Considéré comme l'un des endommagements les plus critiques, le délaminage est piloté par un paramètre matériau appelé le taux de restitution d'énergie G. L'estimation de G reste encore aujourd'hui un sujet de débat. Ce taux de restitution d'énergie est généralement étudié à l'aide d'essais Double Cantiliver Beam (DCB). Une campagne d'essais DCB à différentes vitesses de sollicitation et différentes températures permettent d'étudier les effets du chargement thermocinétique sur le comportement à rupture du composite stratifié étudié. La pertinence des essais DCB à hautes vitesses de sollicitation est ensuite questionnée dans cette thèse. Des résultats de la littérature mettent en avant une dépendance du paramètre « matériau » étudié à la géométrie de l'éprouvette testée. Un phénomène de multi-délaminage dans le composite stratifié est mis en avant et complexifie l'estimation de la surface de rupture créée. Cela complexifie d'avantage l'estimation du taux de restitution d'énergie critique.

Mots clés : Thermoplastique, Composite stratifié, DCB, Impact, Indentation, Température

---

Title : Thermo-kinetic loading effects on the mechanical behavior of a thermoplastic composite laminate.

Abstract :
This thesis presents the effects of thermo-mechanical loadings on the mechanical response of a new thermoplastic based composite laminate material. Indentation/low velocity impact tests lead at different velocities and temperatures allow to study the mechanical response of the composite structure. These loadings are representative of the different loadings a composite laminate structure might encounter during its service life (impacts during transport or maintenance like a dropped tool). The mechanical answer of the composite structure is studied (maximum load, stiffness, absorbed energy, dissipated energy...). The induced damage mechanisms are studied from the microscale to the macroscale with the help of a scanning electron microscope and an more regular optical microscope. The effects of thermo-mechanical loadings on the damage mechanisms in the laminate are observed and discussed.

Indentation and impact loading conditions are known to induce a particular damage mechanism : interlaminar fracture also known as delamination. Considered to be one of the most critical damage mechanism for composite laminates, delamination is governed by a material parameter called the energy release rate. The estimation of this parameter is still subject to debate nowadays. This energy release rate is generally studied with double cantilever beam (DCB) tests. An experimental DCB campaign was lead with tests done at different opening speeds and temperatures to study the thermo-mechanical loading effects on the rupture behavior of the laminate. The relevance of the DCB tests at higher opening rates is questioned in this thesis. Results from the literature show that the studied «material » parameter is dependent to the sample geometry for DCB tests. A multi-delamination phenomenon in the laminate rendering is highlighted and complexifies the estimation of created fracture surface. This makes the estimation of the energy release rate very difficult.

Keywords : Thermoplastic, Composite Laminate, DCB, Impact, Indentation, Temperature

---

Institut de Mécanique et d'Ingénierie de Bordeaux

[I2M, UMR 5295 I2M, et Esplanade des Arts et Metiers Bordeaux]

Remerciements

Une page se tourne, un livre se ferme et une telle aventure laisse des souvenirs. Je garderai en tête des bons souvenirs de ces années de thèse toute ma vie. Mais cette thèse aurait été impossible sans l'aide précieuse de plusieurs personnes que je tiens à remercier ici.

Je tiens à exprimer tout d'abord mes remerciements aux membres du jury qui ont accepté d'évaluer mes travaux de thèse.

Je tiens à remercier ma directrice de thèse Catherine FROUSTEY et mon encadrant Jean-Benoit KOPP pour avoir retenu ma candidature et de m'avoir fait découvrir le monde de la recherche dans leur laboratoire.

J'en profite pour remercier tous mes collègues et ami(e)s thésard(e)s. La liste serait trop longue et pour ne pas en oublier, je ne citerai aucun nom : ils se reconnaîtrons dans ces quelques lignes !

Je remercie l'École Doctorale SPI et l'Université de Bordeaux grâce à qui j'ai pu effectuer deux missions d'enseignement. Je remercie également tous les élèves que j'ai pu encadrer durant ces missions.

Je remercie aussi toute l'équipe composite d'ARKEMA Pau pour leur accueil et générosité lors de mes passages.

Je remercie Valentin GINTZBURGER pour ses travaux bibliographiques effectués dans le cadre de son master recherche à l'Enseirb-Matméca (Bordeaux INP). Je remercie aussi Jean-Baptiste MARIN-CUDRAZ, Kamal OUMIDOU, Thomas TRELLU, Antoine LALISE et Dylan SAINT-JORE pour leur travaux effectués dans le cadre de leur PJE aux Arts et Métiers.

Un grand merci à mes parents, mes grands-parents, mon frère, ma sœur et mon parrain qui m'ont toujours encouragé durant cette thèse. Malgré la distance qui nous sépare, j'ai toujours su que je pouvais compter sur eux.

Pour finir je souhaite remercier du fond du cœur Emilie DESHARBES qui a eu le courage de me supporter pendant cette aventure. Merci pour ton soutien, ta patience et ton amour qui ont, sans l'ombre d'un doute, participé au bon déroulement de cette thèse.

Pour ceux que j'aurais oubliés ici, sachez que je vous remercie aussi.

Table des matières

Table des matières **iii**

Introduction **1**

1 Généralités sur les composites à matrice polymère, leur comportement mécanique et leur mode d'endommagement. **4**
1.1 Polymères thermodurcissables et thermoplastiques 4
1.2 Comportement mécanique des matériaux composites 4
1.2.1 Effets de la vitesse de sollicitation sur le comportement mécanique du composite 4
1.2.2 Effets de la température sur le comportement mécanique du composite . . 5
1.3 Mécanismes d'endommagements des matériaux composites 5
1.3.1 Délaminage 6
1.3.2 Bilan des essais mécaniques permettant l'étude du délaminage en mode I. 7

2 Effets de chargements thermocinétiques sur le comportement d'une structure composite. **14**
2.1 Informations générales 14
2.1.1 Matériau composite étudié 14
2.1.2 Les dispositifs expérimentaux 14
2.1.3 Analyse Mécanique Dynamique (DMA) 15
2.1.4 Effets des conditions de chargement 16
2.2 Article 1 17
2.2.1 Compléments Article 1. 43
2.2.1.1 Essais d'indentation quasi-statiques 43
2.2.1.2 Essais d'indentation dynamiques 43
2.2.1.3 Paramétrage des essais d'indentation 43
2.3 Article 2 45
2.3.1 Compléments Article 2 66
2.3.1.1 Influence de la température sur le comportement mécanique de la structure sous indentation QS. 66
2.3.1.2 Interface fibre matrice / température de transition subvitreuse ou température de transition β. 66
2.4 Conclusions 66

3 Effets de chargements thermocinétiques sur le comportement à rupture d'une éprouvette DCB **68**
3.1 Informations générales 68

3.1.1 Fabrication des échantillons 68
3.2 Article 3 71
3.3 Compléments Article 3 90
3.3.1 Compléments d'analyse des résultats de la campagne d'essais DCB. . . . 90
3.4 Proposition d'un essai de propagation rapide dans un composite stratifié 92
3.4.1 L'essai DCB : structure vs matériau ? 92
3.4.1.1 Compléments bibliographiques. 92
3.4.1.2 La vitesse des ondes de flexion dans une poutre 93
3.4.1.3 Estimation de la quantité de surface de rupture 95
3.4.1.4 Remarques 95
3.4.2 Proposition d'une géométrie d'éprouvette adaptée pour estimer un paramètre matériau 97
3.4.2.1 Système de chargement 97
3.4.2.2 Validation sur éprouvettes en bande 98
3.4.2.3 Essais préliminaires sur éprouvette composite. 98
3.5 Conclusions 101

Conclusions et Perspectives **102**

Bibliographie **105**

Table des figures **110**

Liste des tableaux **111**

Introduction

Contexte de l'étude

Les matériaux composites stratifiés sont, à ce jour, très largement utilisés dans les domaines de l'ingénierie comme ceux du sport, de l'automobile, de l'énergie, de l'aéronautique, de l'armement ou de l'aérospatial. Grâce à leurs propriétés mécaniques spécifiques, ils peuvent être utilisés comme éléments structuraux dans certains ouvrages en substitution des matériaux métalliques généralement plus denses. La réduction de la consommation énergétique et des émissions de gaz à effet de serre sont des enjeux sociétaux. Par exemple, une réduction d'une tonne sur la masse d'un avion économiserait 6000 tonnes de carburant sur sa durée de vie.

L'utilisation des matériaux composites à résine polymère n'est pas récente. Pour des raisons économiques et techniques, la plupart des pièces structurantes en service sont à base de résine thermodurcissable (TD). L'utilisation des résines thermoplastiques (TP) est encore marginale dans les domaines de l'ingénierie. Elle se limite généralement à des pièces fortement contraintes en température (200-250°C) pour lesquelles les résines TP à haute performance sont efficientes [1]. La prise en compte du cycle de vie d'une pièce est aujourd'hui indispensable. La difficulté de recycler un matériau composite à base de résine TD rend son utilisation peu pérenne. Les résines TP dites techniques (en majorité acrylique [2, 3, 4] et polyamide [5, 6]) se développent de plus en plus. Différents gros projets comme Compofast (21 M€), mené par Arkema, montrent la volonté de développement des composites à matrice thermoplastique. Elles proposent une alternative pertinente aux résines TD. Elles sont d'ores et déjà utilisées dans certains domaines de l'ingénierie (énergétique [7] et automobile [8]). De part sa microstructure « moins » complexe, ce type de résine est beaucoup plus sensible à son environnement extérieur (chargement, température, etc). Il est très largement connu que les propriétés mécaniques des résines TP sont sensiblement modifiées en fonction de la température et de la vitesse de sollicitation.

Les mécanismes d'endommagements et de rupture présents au sein de composites stratifiés sont très largement étudiés pour les résine TD et moins pour les résines TP. Ils apparaissent à différentes échelles : à l'échelle des composants (rupture matricielle, rupture de fibres) et à l'échelle du pli (ruptures intra- et inter-laminaire). Du point de vue industriel, il est courant de voir apparaître ces mécanismes durant la fabrication et la manutention d'une pièce. La criticité de ces mécanismes est principalement contrôlée par des méthodes non-destructives (ultrasonores notamment). D'un point de vue scientifique, il est encore complexe d'expliquer l'apparition de certains mécanismes et ce qu'ils peuvent générer en service lorsqu'ils sont exposés à des variations de températures importantes ou à des sollicitations sévères (choc ou sollicitation longue de type fatigue).

Démarche scientifique

Ce travail de thèse s'inscrit dans une démarche principalement expérimentale afin de décrire et comprendre les mécanismes d'endommagement et de rupture pouvant apparaître à différentes échelles au sein d'un matériau composite stratifié à résine acrylique (TP) renforcé de fibres continues de verre. Les effets de chargements thermocinétiques sont également étudiés. Une attention particulière sera portée sur l'étude du mécanisme de fissuration inter-laminaire (i.e. le délaminage) en mode I. Pour accéder aux différents mécanismes d'endommagements et rupture pouvant apparaître au sein du composite, des analyses microscopiques (optique et électronique) et post-mortem sont effectuées. Les deux axes principaux de ce travail de thèse sont :

— L'étude de l'effet de chargements thermocinétiques sur les propriétés mécaniques d'un matériau composite stratifié à résine acrylique (TP) renforcé de fibres continues de verre. Des essais d'indentation et d'impact faible vitesse ont été réalisés sur des échantillons de type plaque. Les effets de la vitesse de sollicitation sur le comportement de la « structure » composite ont donc été étudiés pour des vitesses allant de $1\,mm/min$ à environ $2\,m/s$. Des essais d'indentation ont également été réalisés à différentes températures allant de $-20°C$ à $150°C$. Des analyses post-mortem des zones indentées/impactées ont été effectuées à l'aide de microscopies optique et électronique. Cela a permis d'effectuer une analyse multi-échelle des différents mécanismes d'endommagements qui sont générés par ces sollicitations ainsi que leur dépendance à la vitesse de sollicitation et à la température. Le principe d'équivalence temps température est finalement discuté sur les paramètres mécaniques et les mécanismes d'endommagements.

— L'étude de l'effet de la vitesse de sollicitation et de la température sur le comportement à rupture (délaminage) en mode I d'un matériau composite stratifié à résine acrylique (TP) renforcé de fibres continues de verre. Des essais double cantilever beam (DCB) ont été réalisés à différentes vitesses de sollicitation (de $0,05\,mm/min$ à $0,5\,m/s$) et températures ($-10°C$, $20°C$ et $60°C$). La réponse de la structure composite (force-déplacement) a été utilisée pour décrire la cinétique de propagation de la fissure et tenter d'estimer un paramètre matériau : le taux de restitution d'énergie G. La dépendance de G à la vitesse de sollicitation et à la température a été discutée et comparée aux résultats existants. Des analyses post-mortem des faciès de rupture ont été effectuées à l'aide de microscopie électronique. Cela a notamment permis d'expliquer les variations de G avec la température.

Structure du manuscrit

La première partie présente des généralités sur les composites à matrice polymère, leur comportement mécanique et leur mode d'endommagement et rupture. Cette étude bibliographique est détaillée et complétée, notamment les effets de la vitesse de sollicitation et de la température, dans chacun des chapitres suivants.

La deuxième partie concerne l'étude du comportement mécanique de plaques composites stratifiées sous sollicitations d'indentation et d'impact. Deux articles présentent et détaillent deux axes :

— l'effet de la vitesse de chargement sur le comportement mécanique et les mécanismes d'endommagements. Pour cela des essais d'indentation et d'impact à faible vitesse sont réalisés sur machine de traction compression universelle et sur tour de chute.

— l'effet de la température sur le comportement mécanique et les mécanismes d'endommagements. Pour cela une campagne d'essais d'indentation à différentes températures est

effectuée.
Ces effets sur la réponse mécanique sont étudiés à l'échelle macroscopique. Les mécanismes d'endommagements sont quant à eux étudiés à différentes échelles allant de l'échelle micro à l'échelle macroscopique.

La troisième partie concerne l'étude de l'effet du chargement thermocinétique sur le comportement à rupture du composite. Une campagne d'essais de délaminage est réalisée à différentes vitesses de sollicitations et températures (du quasi-statique au dynamique).

La dernière partie présente les conclusions de ces travaux en résumant les résultats obtenus et propose quelques perspectives à ces travaux.

Chapitre 1

Généralités sur les composites à matrice polymère, leur comportement mécanique et leur mode d'endommagement.

1.1 Polymères thermodurcissables et thermoplastiques

Les polymères thermodurcissables et thermoplastiques sont deux familles distinctes de polymères. Les polymères thermoplastiques sont un ensemble de macromolécules pouvant changer de l'état solide à l'état liquide sous l'action de la température ou bien du cisaillement et ce de façon réversible. Les polymères thermodurcissables sont constitués d'une « unique » macromolécule. Celle-ci est représentée par un réseau tridimensionnel infusible dont la densité du réseau est proportionnelle à sa rigidité.

Ces différences chimiques entre les polymères thermodurcissables et thermoplastiques induisent un comportement mécanique différent. De plus, la dépendance de chaque polymère au temps et à la température lui sera propre.

1.2 Comportement mécanique des matériaux composites

Les matériaux composites sont un assemblage d'une matrice et d'un renfort et d'additifs pouvant favoriser le « lien » entre les deux phases principales. Chaque composant possède ses propres caractéristiques mécaniques. La combinaison de ces deux composants forme un matériau composite possédant ses propres caractéristiques mécaniques différentes de celles de ses composants.

1.2.1 Effets de la vitesse de sollicitation sur le comportement mécanique du composite

Dans le cas des composites à matrice polymère les propriétés mécaniques du composite ont tendance à augmenter avec la vitesse de sollicitation ou de déformation. Jacob et al. [9] ont montré que la vitesse de sollicitation ou de déformation ont des effets sur les paramètres matériaux de différents matériaux composites. Les effets de la vitesse de sollicitation ou de déformation sur les paramètres matériaux ne se corroborent pas tous. Cela montre qu'il n'est pas possible de généraliser les effets de la vitesse de chargement ou de déformation sur les paramètres d'un matériau composite aux autres matériaux composites, encore moins aux composites stratifiés. Une résine époxy renforcée de fibres de verre par exemple voit ses propriétés en traction augmenter avec la vitesse de sollicitation. Rotem et Lifshitz [10] ont étudié l'effet de la vitesse de déformation sur les

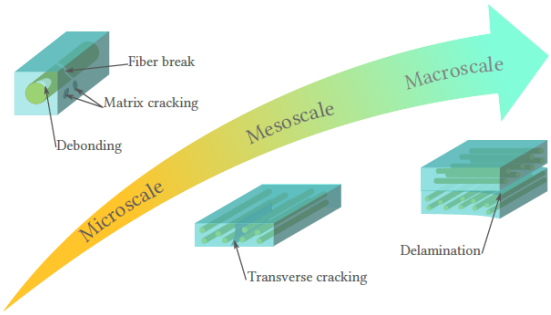


FIGURE 1.3.1 – Illustration des principaux mécanismes d'endommagements dans les matériaux composites stratifiés.[16]

propriétés en traction de composites unidirectionnels fibres de verre / époxy et ont mesuré une résistance à la traction dynamique trois fois supérieure à celle mesurée en quasi-statique. Pour Okoli et Smith le coefficient de Poisson semble insensible à la vitesse de déformation [11, 12]. De plus ils ont observé les mêmes dépendances des propriétés mécaniques de composites fibres de verre / époxy que Rotem et Lifshitz [13, 14]. Plus de détails sont fournis dans l'article 1, voir 2.2 page 17.

1.2.2 Effets de la température sur le comportement mécanique du composite

La température a un effet non négligeable sur le comportement mécanique d'un composite à matrice polymère. Lorsque la température augmente, le polymère devient plus ductile et plus souple, ses propriétés mécaniques diminuent fortement. Dans le cas d'un polymère thermoplastique, il existe une température de transition vitreuse au-delà de laquelle le polymère change d'état : il passe d'un état vitreux à un état caoutchoutique. Lorsque la température diminue, le polymère devient plus raide et plus fragile [15]. Plus de détails sont fournis dans l'article 2, voir 2.3 page 45.

1.3 Mécanismes d'endommagements des matériaux composites

Il existe différents mécanismes d'endommagements dans les structures composites amorçant principalement sur les défauts de ces structures (porosité, ...). La cinétique de fissuration d'un composite est assez complexe car elle implique des mécanismes d'endommagements intralaminaire, comme la fissuration matricielle ou de la rupture de fibre, ainsi que des mécanismes inter-laminaires, le délaminage. Ces mécanismes d'endommagements sont multi-échelles et se produisent de l'échelle micro (composants), méso (plis) ou à l'échelle macro (stratifié).

Évolution des mécanismes d'endommagements mésoscopiques

Sous chargement quasi-statique, la criticité de chaque mécanisme varie de pli en pli en fonction de la direction du chargement ou de l'empilement des plis. Pour un chargement de traction dans le plan, le premier mécanisme d'endommagement à apparaître est la rupture matricielle dans les zones de contrainte élevée. Lors d'un chargement transverse (90°), la rupture transverse peut s'amorcer [17]. Pour les plis à 0°, la matrice se cisaille entre les fibres. Plus l'endommagement

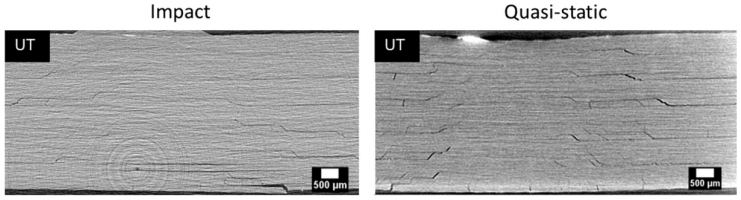


FIGURE 1.3.2 – Endommagements dans un échantillon $[45/0/-45/90]_{3S}$ de carbone/époxy sous sollicitations d'impact et d'indentation.[21]

se développe, plus le chargement se transfère aux plis dont l'orientation des fibres est proche de l'orientation du chargement [18]. Les interfaces fibre/matrice sont rompues dans ces plis, ce qui est suivi par la rupture des fibres. Dans le cas d'un chargement hors-plan, le délaminage qui se produit est défini par la séparation de deux plis adjacents [19, 20]. Ceci est illustré Fig. 1.3.2.

1.3.1 Délaminage

La ruine par délaminage d'un stratifié est relativement courante. Une étude bibliographique de ce mécanisme de fissuration et des différents modes de propagation seront présentés.

Délaminage dans les composites Ce mécanisme d'endommagement est considéré comme le plus critique dans les matériaux composites stratifiés dû à leurs faibles propriétés mécanique inter-laminaire (résistance, taux de restitution d'énergie). Le délaminage peut s'amorcer à tout moment dans la vie d'un composite stratifié [22] :

- Lors du procédé de fabrication, en raison de la rétractation de la résine lors du refroidissement ou en raison de la présence de zones à haut volume de résine liées à un mauvais empilement des plis [23, 24].
- Pendant la vie en service : des endommagements internes au niveau des interfaces entre deux plis peuvent s'amorcer dans différents cas comme un impact à faible énergie provoqué par la chute d'un outil lors d'une maintenance, d'un choc lors du transport, durant son service (fatigue ou impact comme un choc d'oiseau ou de la grêle).

Le délaminage peut aussi être induit par des contraintes résiduelles liées aux rétractations différentielles de la résine lors de la polymérisation [25]. Ces rétractations différentielles sont générées par la différence de coefficient thermique entre la matrice et le renfort. La présence de délaminage, amorcé par de la fissuration matricielle transverse se propageant jusqu'à l'interface, mène à une redistribution de la contrainte dans les plis adjacents. Cela résulte souvent en une perte significative en raideur. Le délaminage peut aussi s'amorcer lors de tractions dans le plan, sans être détecté, car dans cette situation il n'influence pas la résistance à la traction du composite stratifié. Cependant la résistance à la compression se voit grandement diminuée. De ce fait, le délaminage peut être insidieux.

Sachant que l'utilisation croissante des composites stratifiés est avérée, il est primordial de correctement identifier et étudier le délaminage. De plus en plus d'études investiguent différents aspects du délaminage afin de tenter de mieux comprendre son amorçage et sa propagation. Cet aspect est critique dans le développement de matériaux composites car il n'est pas aisé de le détecter lors d'inspections des pièces. Une adhésion trop faible ou insuffisante aux interfaces, souvent fragiles, empêche souvent les pièces ou structures de supporter les chargements prévus.

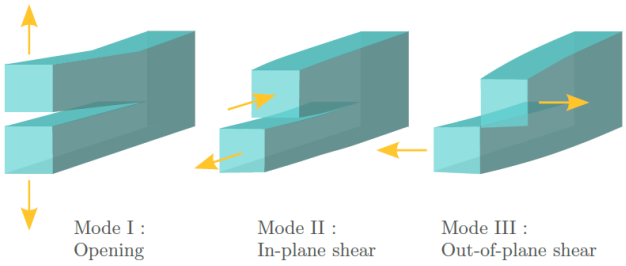


FIGURE 1.3.3 – Illustration des différents modes d'ouverture [16].

Modes de fissurations

Il existe trois modes purs de propagation d'une fissure ou d'un délaminage. La propagation peut se développer dans n'importe quel mode pur ou une combinaison de plusieurs modes purs. Ces modes sont le mode (I), mode d'ouverture, le mode (II), mode de cisaillement plan et le mode (III), mode de cisaillement hors-plan comme représentés Fig. 1.3.3.

- Mode d'ouverture (I) : les côtés s'ouvrent en s'écartant l'un de l'autre sans glissement.
- Mode de cisaillement plan (II) : les deux côtés glissent l'un sur l'autre dans la direction normale à la face pré-entaillée.
- Mode de cisaillement hors-plan (III) : les deux côtés glissent l'un sur l'autre dans la direction parallèle à la face pré-entaillée.

Lorsqu'on parle d'une combinaison de modes purs, il est question de mode mixte. Chaque mode de fissuration est piloté par un paramètre intrinsèque au matériau appelé le taux de restitution d'énergie critique G_c.

G_c est une mesure d'énergie nécessaire à l'amorçage de la fissure. Il existe respectivement trois valeurs de G_c : G_{Ic}, G_{IIc} et G_{IIIc} pour respectivement le mode (I), le mode (II) et le mode (III). L'amorçage de la fissure peut donc apparaître et se propager si l'énergie disponible à la création de surface est supérieure au taux de restitution d'énergie critique ($G \geq G_c$). Afin d'étudier le délaminage, il est important de correctement évaluer les valeurs de G_c. Il existe différentes méthodes permettant d'étudier la résilience de l'interface d'un matériau composite stratifié. Généralement le délaminage est étudié en mode pur (I ou II) ou en mode mixte (I/II) ([26]). La contribution du mode III est souvent négligée lors de l'étude du délaminage ([27, 28]) car la résilience associée à ce mode est supérieure aux autres modes ([29]). Par la suite, ces travaux seront limités au mode (I) car le taux de restitution d'énergie critique est plus faible que celui du mode (II).

Deux types de sollicitations, que l'on va détailler par la suite, permettent d'étudier la propagation de fissure en mode (I) : les sollicitations quasi-statiques (mm/min) et les chargements rapides (m/s).

1.3.2 Bilan des essais mécaniques permettant l'étude du délaminage en mode I.

Il existe différents essais permettant d'étudier la résilience à l'interface entre les plis des matériaux composites stratifiés. L'objectif de ces tests est d'estimer un paramètre matériau : le taux de restitution d'énergie critique. Certains essais ont été normalisés par des organismes

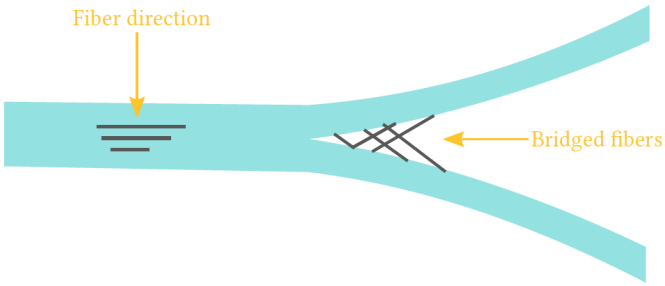


FIGURE 1.3.4 – Illustration de pontage de fibres.[16]

majeurs comme l'American Society for Testing Materials (ASTM), la European Structural Integrity Society (ESIS) et le groupe Japanese Industrial Standards (JIS). Le principal attribut des échantillons utilisés pour ces essais de caractérisation est qu'ils sont pré-entaillés.

Malgré toutes les normes existantes et disponibles, obtenir une caractérisation convenable de la résilience n'est pas chose aisée. Différents problèmes techniques, structurels (liés à la géométrie d'éprouvette) ou matériaux rendent l'étude et l'analyse des résultats compliquées. Par exemple, identifier correctement la taille de fissure lors d'un essai n'est pas simple. Après l'amorçage de la fissure dans des matériaux composites stratifiés à renforts unidirectionnels, un phénomène de pontage de fibres peut apparaître : des fibres sont arrachées de la matrice sans être rompues lors de la propagation de la fissure comme illustré Fig. 1.3.4. Ces pontages de fibres peuvent former des paquets, ralentir l'avancée de la fissure et absorber une grande quantité d'énergie de fissuration (liée à la rupture de ces fibres) ([30, 31]). Ce phénomène cause une surestimation de la résilience du matériau ([32]) et est le principal facteur de résistance au délaminage ([33]).

Dans cette section, l'essai Double Cantilever Beam (DCB), qui est l'essai le plus utilisé pour étudier G_{Ic} en quasi-statique, sera présenté. Ensuite des essais adaptés du DCB quasi-statique, utilisés pour étudier G_{Ic} sous sollicitation rapide, seront détaillés.

Chargement quasi-statique : DCB en mode I

Les essais DCB sont les essais les plus utilisés pour étudier le délaminage en mode I et estimer les propriétés mécaniques qui pilotent la fissuration en mode (I) ([34, 35, 36]) pour les composites et les adhésifs. Une pré-fissure initiale (a_0) est créée dans le plan médian de l'échantillon ([37]), généralement par un insert en téflon lors de la fabrication de l'échantillon. Ce délaminage initial est forcé à se propager via l'application de deux forces opposées (P) ou déplacements (δ) appliqués aux parties inférieure et supérieure du côté pré-entaillé de l'échantillon. Les différentes méthodes de chargement en DCB ont fait l'objet de nombreuses études ([38, 39, 40, 41]). Une illustration de l'essai DCB, en conditions non chargé et chargé, est donnée Fig. 1.3.5.

Pour chaque longueur de fissure une réponse force-déplacement est mesurée lors de l'essai. Le taux de restitution d'énergie G_I est exprimé en fonction de la force, du déplacement, de la longueur de fissure et de certains autres paramètres matériaux ou structurels (de géométrie) de l'échantillon. En utilisant la théorie des poutres, la valeur de G_I peut être calculée en utilisant les données mesurées expérimentalement. La solution analytique se base sur la complaisance (C) ([42]) et sur la mécanique de la rupture ce qui donne :

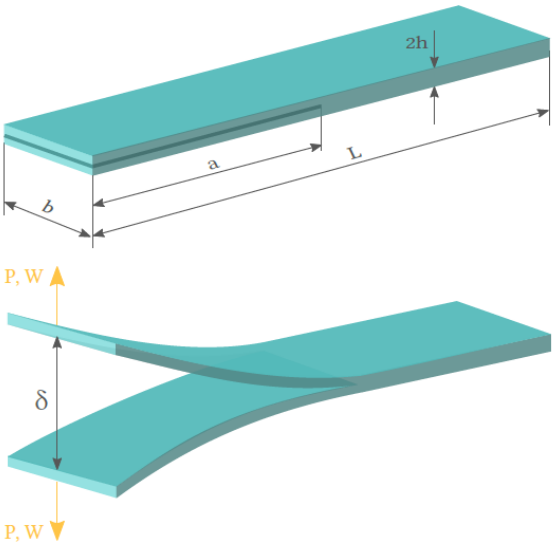


FIGURE 1.3.5 – Illustration échantillon DCB [16].

$$C = \frac{\delta}{P} = \frac{8a^3}{bE_x h^3} \Longrightarrow G_I = \frac{1}{2b} \times P^2 \times \frac{dC}{da} = 12\frac{P^2 a^2}{b^2 E_x h^3}$$

avec E_x le module longitudinal du matériau, h la demi épaisseur, b la largeur, a la longueur de fissure instantanée et P la force.

La norme de l'essai DCB est relative à des essais quasi-statiques. Les faibles vitesses ne suffisent cependant pas pour une application aux domaines aéronautique ou automobile par exemple.

Chargement rapide

La norme DCB sous chargement quasi-statique date de 2001 et n'est pas à ce jour étendue au régime dynamique de sollicitation. Plusieurs groupes de recherche ont expérimenté différentes techniques de chargement (machine servo-hydraulique, barre d'Hopkinson, tour de chute, impact Charpy...) et différents types d'éprouvettes, tout ceci est en partie répertorié par May ([43]).

Éprouvette DCB classique Comme évolution logique des essais quasi-statiques, les premières études ont été menées sur des éprouvettes DCB classiques.

Un exemple sont les travaux effectués par Colin de Verdiere et al. basés sur l'étude de la fissuration en mode (I) d'un matériau composite renforcé dans l'épaisseur [44]. L'éprouvette DCB est sollicitée à l'aide d'un montage tour de chute présenté sur la Fig. 1.3.6. Le principe de ce montage est qu'une masse chute d'une certaine altitude puis vient impacter la goupille inférieure et ainsi solliciter le bras inférieur de l'éprouvette. L'intérêt de cette méthode est qu'elle est relativement simple à mettre en œuvre et que le coût de production des échantillons est raisonnable. De plus, selon l'auteur, pour ce type de montage la vitesse de sollicitation et de propagation de fissure sont constantes car l'énergie cinétique est infiniment supérieure à l'énergie

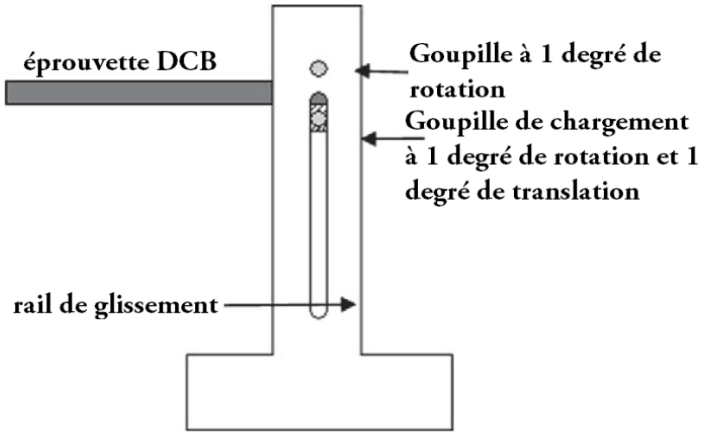


FIGURE 1.3.6 – Montage DCB adapté à la tour de chute ([44])

de délaminage. Cela facilite la calibration du système. Le problème de l'essai en tour de chute avec l'éprouvette classique est qu'à haute vitesse l'échantillon est ouvert asymétriquement car seul le bras inférieur est sollicité. Par conséquent, l'état de contrainte en fond de fissure passe de l'ouverture du mode (I) pur à un mode mixte (I/II). Les données produites ne peuvent donc pas être utilisées pour décrire le comportement en mode I sous sollicitation rapide. De plus le signal enregistré par le capteur de charge dépend fortement de la masse du système ($7kg$) et présente de fortes oscillations. Le calcul de G_{Ic} est alors effectué en utilisant une relation entre la complaisance (δ/P) et le module de flexion éliminant ainsi la mesure de force.

Des méthodes d'impact en coin entre les deux bras de l'échantillon sont parmi les seuls à induire une ouverture symétrique de l'éprouvette [45]. Cependant ces montages ajoutent des coefficients de frottements entre les bras et le matériau composite qui pourraient être mesurés, séparément, en quasi-statique puis pris en compte dans le modèle. Ils restent cependant difficiles à quantifier à hautes vitesses avec les montages actuels.

Différentes géométries d'éprouvettes sont testées afin d'optimiser le couple précision des résultats / difficulté de mise en œuvre des éprouvettes.

Éprouvette DCB renforcée Marzi et al. ([46]) ont réalisé des essais mécaniques de délaminage sur éprouvettes composite renforcées (RDCB).

La différence principale entre l'éprouvette DCB classique et l'éprouvette RDCB consiste en renforts métalliques (aluminium ou acier) collés sur les bras inférieur et supérieur comme illustré Fig. 1.3.7. La rigidité totale de l'échantillon est augmentée grâce aux renforts éliminant en partie l'influence de l'épaisseur du composite sur les résultats expérimentaux. Cela permet d'obtenir une meilleure répétabilité dans les résultats RDCB car l'épaisseur d'un matériau composite stratifié est difficile à maintenir uniforme en fonction du procédé de fabrication.

Ces renforts permettent aussi de suivre la rotation des points d'application, soit à l'aide de capteurs fixés sur l'extrémité des renforts soit par suivi de cible. Cette mesure suffit pour déterminer le taux de restitution d'énergie critique G_{Ic} calculé à l'aide de l'intégrale J dont l'expression est donnée équation 1.3.1, ainsi cette méthode peut s'affranchir des contraintes d'analyse des mesures couramment utilisées.

$$J = \frac{2F\sin(\theta)}{\omega} \tag{1.3.1}$$

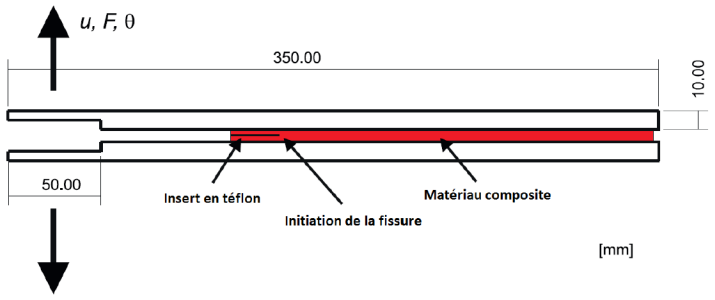


FIGURE 1.3.7 – Illustration de l'éprouvette DCB renforcée[46].

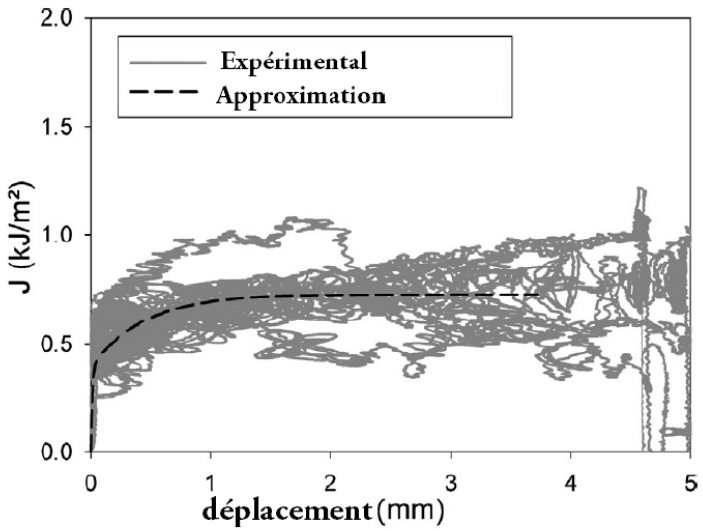


FIGURE 1.3.8 – Intégrale J en fonction du déplacement vertical en initiation de fissure (δ sur Fig. 1.3.5) pour une sollicitation dynamique ($100\,mms^{-1}$).

avec ω la largueur de l'éprouvette, F la charge et θ l'angle de rotation.

Un capteur de déplacement supplémentaire peut être mis en place pour mesurer l'ouverture de la fissure. Il s'avère que pour des essais d'impact rapide une mesure optique serait préférable au capteur électromécanique utilisé par Marzi et al. Cette méthode ne nécessite pas non plus de connaître les propriétés élastiques du composite car la flexion des bras est contrôlée par le comportement purement élastique des renforts.

Cependant cette condition exige des renforts épais pour éviter toute déformation plastique et une surface d'adhésion suffisante avec le composite. Cela complexifie grandement la préparation des échantillons et ajoute une masse non négligeable à l'ensemble du système, chose déconseillée pour des essais à vitesse de sollicitation importante. La géométrie des renforts peut entraîner une variation dans le calcul de J ce qui nécessite une rectification numérique.

Cette éprouvette a été sollicitée sous deux régimes de sollicitation différents : en quasi-statique ($0.005\,mm.s^{-1}$) et en dynamique ($100\,mm.s^{-1}$).

A hautes vitesses, les résultats expérimentaux obtenus sont fortement bruités dûs aux effets

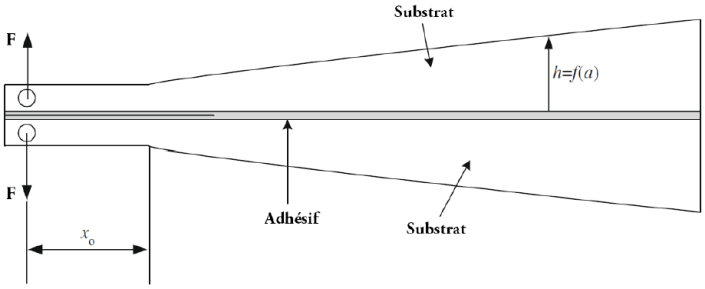


FIGURE 1.3.9 – Éprouvette HTDCB [47].

dynamiques comme présenté Fig. 1.3.8. On y voit que les oscillations sont plus importantes en début d'essai. La valeur de J est donc moyennée et la valeur que semble atteindre asymptotiquement J correspond au taux de restitution d'énergie critique G_{Ic}. L'équation 1.3.2 donne la fonction non linéaire utilisée pour approximer la courbe J dont les paramètres g_1, g_2, α_1 et α_2 sont identifiés de manière empirique. Cela permet un calcul simplifié de G_{Ic} donné équation 1.3.3.

$$J(a) = \sum_{i=1}^{2} g_i(1 - \exp(-\alpha_i a)) \tag{1.3.2}$$

$$G_{Ic} = g_1 + g_2 \tag{1.3.3}$$

Dans les travaux de Marzi et al. [46] les résultats indiquent que le taux de restitution d'énergie critique G_{Ic} est supérieur pour une sollicitation quasi-statique à $0.5\,mm.s^{-1}$ ($G_{Ic} = 1.43\,kJ.m^{-2}$) que pour une sollicitation dynamique à $100\,mm.s^{-1}$($G_{Ic} = 0.81\,kJ.m^{-2}$). Il est donc important de différencier le taux de restitution d'énergie critique quasi-statique (G_{IC}) et le taux de restitution d'énergie critique dynamique (G_{IDC}).

Éprouvette DCB à épaisseur variable. L'éprouvette DCB à épaisseur variable, ou Height Tapered Double Cantilever Beam (HTDCB) en anglais, est étudiée par Blackman et al. [47] et comparée à l'éprouvette classique DCB. L'éprouvette est présentée Fig. 1.3.9. Blackman et al. étudient dans cet article des adhésifs structurels. La caractérisation d'un adhésif se fait de façon similaire aux composites sauf que, pour ces derniers, le composite remplace à la fois l'adhésif et les substrats.

Généralement, afin de calculer le taux de restitution d'énergie critique,dans l'équation d'Irwin-Kies est utilisée :

$$G_{Ic} = \frac{F^2}{2b}\frac{\delta C}{\delta a}$$

L'analyse peut être grandement simplifiée si le rapport $\delta C/\delta a$ est constant. Dans ce cas, le taux de restitution d'énergie peut être obtenu à l'aide des mesures de force, F, uniquement, éliminant le suivi de position de la pointe de fissure, l'une des mesures les plus difficiles à obtenir lors d'essais de fissuration et encore plus en régime dynamique. C'est Brussat et al. [48], en 1978, qui suggérèrent l'utilisation des éprouvettes TDCB afin de simplifier l'équation d'Irwin-Kies. En faisant varier l'épaisseur [49, 50, 51] ou la largeur [48, 52, 53], les éprouvettes peuvent être fabriquées de sorte que le ratio $\delta C/\delta a$ reste constant. Un avantage des éprouvettes HTDCB est que leur rigidité permet de limiter les effets de torsion et de perte de symétrie dans les bras. En revanche cette géométrie est plus complexe à fabriquer que les géométries classiques DCB.

De manière générale le renforcement des bras de l'éprouvette DCB permet de viser un régime quasi permanent de propagation.

Chapitre 2

Effets de chargements thermocinétiques sur le comportement d'une structure composite.

L'objectif de ce chapitre consiste à mettre en évidence les effets de chargements thermocinétiques sur le comportement mécanique d'une plaque composite stratifié à résine acrylique (TP) renforcé de fibres continues de verre. Des informations générales sont données dans une première partie. Un article accepté dans la revue Composite Structures présentant les effets cinétiques sur le comportement mécanique d'une plaque composite à base thermoplastique est donné dans une deuxième partie. Des compléments de l'article détaillent ensuite les systèmes expérimentaux et les différentes analyses complémentaires entreprises. Un deuxième article soumis à la revue Journal of Composite Materials est dédié aux effets de la température sur le comportement mécanique et les mécanismes d'endommagements d'une structure composite. Les aspects techniques expérimentaux, les résultats et les analyses des résultats liés à cette partie y seront présentés. La conclusion de ce chapitre récapitule les différents résultats obtenus.

2.1 Informations générales

Des résultats et informations communs aux deux articles sont présentés dans cette partie.

2.1.1 Matériau composite étudié

Le composite stratifié étudié dans cette partie est une résine Elium 150 renforcée de fibres de verre continues tissées 0/90°. La contrainte à rupture de la résine est de $76\,MPa$, avec un module de Young $E = 3\,300\,MPa$ et une déformation à rupture $\varepsilon = 6\%$. Les échantillons ont une géométrie carré ($100 \times 100\,mm^2$) et sont prélevés dans des plaques infusées à température ambiante et à pression atmosphérique. Quatre plis de fibres de verre tissées sont empilées ce qui donne une épaisseur de $2\,mm$ aux échantillons.

2.1.2 Les dispositifs expérimentaux

Les essais d'indentation QS et DYN sont réalisés respectivement sur une machine de traction compression universelle Zwick et sur une tour de chute. Un système de mors, indépendant des machines, est utilisé pour assurer les mêmes conditions aux limites lors des essais d'indentation QS et DYN. Deux plaques d'acier, possédant une ouverture circulaire de $85\,mm$ de diamètre

en leur centre, viennent encastrer l'échantillon à l'aide de vis fixées sur un bâti. Le centre de l'éprouvette est ensuite indenté par un indenteur cylindrique à tête hémisphérique en acier. Le ratio diamètre indenteur / ouverture circulaire respecte la norme ASTM-D5628-96 [54].

2.1.3 Analyse Mécanique Dynamique (DMA)

Les essais DMA ont pour objectif de caractériser le comportement visco-élastique d'un matériau ([55]).

Pour une traction pure par exemple, une contrainte sinusoïdale σ est appliquée au matériau et la déformation ε qui en résulte est mesurée permettant d'accéder à l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation. Pour un matériau purement élastique, la contrainte et la déformation sont en phase et pour un matériau purement visqueux il y a déphasage de 90°. Le comportement d'un matériau visco-élastique est une combinaison d'un matériau purement élastique et purement visqueux. Dans le cas où la contrainte est appliquée :

$$\sigma = \sigma_0 sin(\omega t)$$

$$\varepsilon = \varepsilon_0 sin(\omega t + \delta)$$

avec ω la pulsation d'oscillation, t le temps et δ le déphasage entre la contrainte et la déformation. De ces deux équations on obtient deux modules :

$$E' = (\frac{\sigma_0}{\varepsilon_0})cos(\delta)$$

et

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

avec E' le module de conservation et E'' le module de perte. Ces deux modules sont la partie réelle et la partie imaginaire du module de Young E :

$$E = E' + iE''$$

De la même manière, il est possible d'obtenir les modules de torsion $G = G' + iG''$ à l'aide d'essais de torsion.

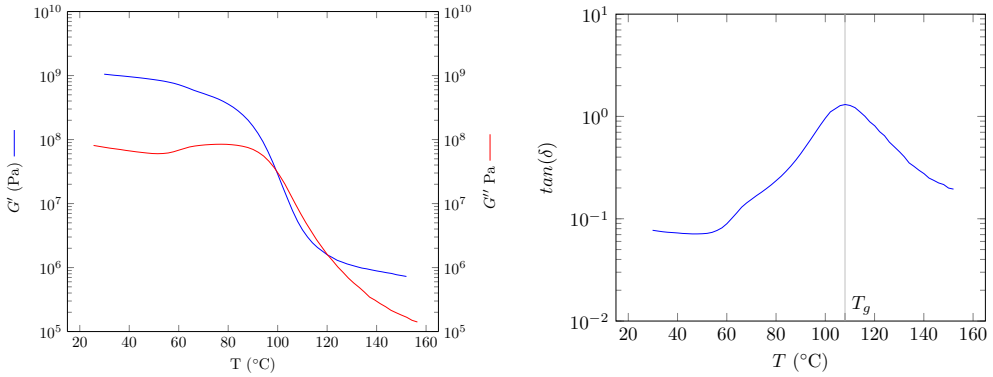
Le module de conservation est une mesure d'énergie stockée : la partie élastique. Le module de perte est une mesure d'énergie dissipée par échauffement : la partie visqueuse.

Le facteur de perte peut être défini à l'aide de ces deux modules :

$$tan(\delta) = \frac{énergie\,dissipée}{énergie\,stockée} = \frac{G''}{G'} = \frac{E''}{E'}$$

Dans notre cas, une éprouvette à section rectangulaire a été testée en torsion pour une gamme de température comprise entre l'ambiante et 160 °C à une fréquence de $1\,Hz$ avec une amplitude de $1\,rad$. Seule la résine pure est étudiée.

Il est observable Fig. 2.1.1a que le module de conservation de la résine diminue lorsque la température augmente. En effet, entre 30 °C et 180 °C, le module G' diminue de 1.10^9 Pa à environ 5.10^5 Pa. Une forte chute de G' est mesurée entre 80 et 120 °C ce qui correspond aux températures avoisinant la température de transition vitreuse T_g du polymère. D'après l'étude du facteur de perte, ou d'amortissement, $tan(\delta) = G''/G'$ tracé Fig. 2.1.1b, la résine présente une T_g d'environ 115 °C. A cette température T_g le polymère passe de la phase vitreuse à la phase caoutchoutique.



(a) Evolution du module de conservation G' et du module de perte G'', en fonction de la température.

(b) Détermination de la température de transition vitreuse à l'aide de l'évolution $tan(\delta)$ en fonction de la température.

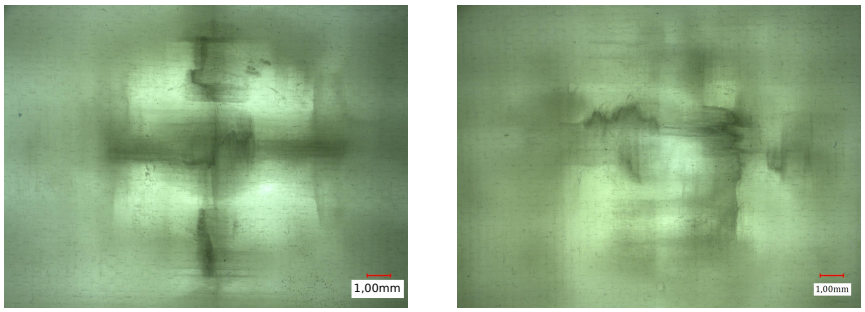
FIGURE 2.1.1 – Données DMA.

Dans notre cas, l'équivalence temps température permet de dire que diminuer la température d'essai revient à augmenter la vitesse d'essai. Il est difficile d'augmenter la vitesse de sollicitation de la plupart des essais mécaniques sans augmenter les effets inertiels qui perturbent l'acquisition des mesures. Il est donc intéressant de pouvoir diminuer la température plutôt qu'augmenter la vitesse de sollicitation afin d'étudier l'effet de la vitesse de sollicitation sur le comportement mécanique d'un échantillon.

2.1.4 Effets des conditions de chargement

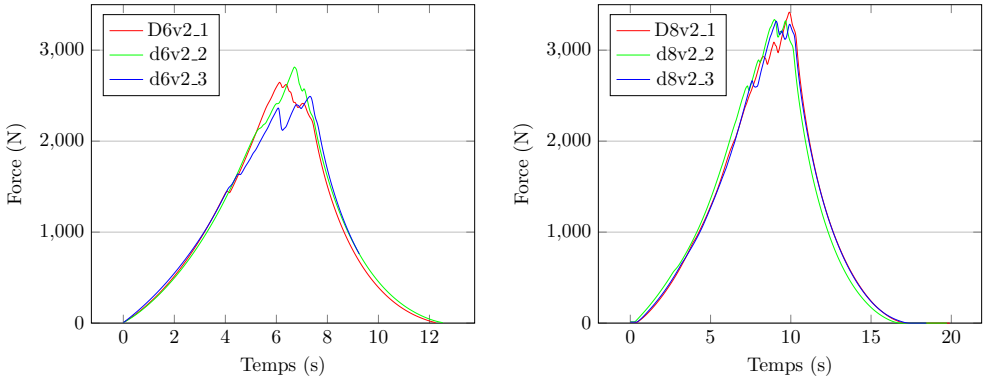
Dans une campagne réalisée à température ambiante et en QS deux indenteurs de diamètre 16 mm (d_{16}) et 25 mm (d_{25}) ont été utilisés. L'utilisation de l'indenteur d_{16} met en évidence une bonne répétabilité des mesures (Fig. 2.1.3) et une certaine variabilité au niveau des profils d'endommagement. En effet comme montré Fig. 2.1.2 deux profils sont identifiés : un profil en croix et un profil diffus. Cette différence est induite par la position de l'indenteur sur l'échantillon. Avec un indenteur d_{16} le point de contact peut se situer sur une fibre / un croisement de fibres ou sur une zone riche en résine. Dans le cas de l'indenteur d_{25} une bonne répétabilité sur les mesures (Fig. 2.1.3) ainsi que sur le profil d'endommagement est obtenue. Un seul profil est identifié et présenté Fig. 2.1.4.

Le profil en croix observé est caractéristique des composites stratifiés avec des plis orientés à $\pm 0/90°$ [56]. Le profil diffus n'est pas un profil classiquement observé et est sûrement lié au ratio diamètre de l'indenteur / taille de la maille. L'indenteur d_{25} est donc conservé pour la réalisation des essais de cette étude.



(a) Profil en croix. (b) Profil diffus.

FIGURE 2.1.2 – Zones endommagées suite à une indentation de 8 mm avec un indenteur de 16 mm de diamètre. Deux profils ressortent : profil en croix (a) ou profil diffus (b).



(a) Diamètre d'indenteur de 16mm. (b) Diamètre d'indenteur de 25mm.

FIGURE 2.1.3 – Répétabilité des essais d'indentation avec des indenteurs de 16mm et 25mm de diamètre.

2.2 Article 1

Strain rate effect on the mechanical properties of a glass fibre reinforced acrylic matrix laminate. An experimental approach.

L. Cadieu[a,*], J.B. Kopp[b], J. Jumel[a], J.Bega[b], C. Froustey[a]

[a] *Université de Bordeaux, I2M, UMR CNRS 5295 F-33405, Talence, France*
[b] *Arts et Métiers ParisTech, I2M, UMR CNRS 5295 F-33405, Talence, France*

Abstract

The aim of this study is to evaluate the effect of the loading rate on the mechanical properties and damage mechanisms of a Glass/Elium150 laminate composite. Quasi-static indentation (QS) and low energy dynamic impact (DYN) tests which simulate lifetime structural loadings (dropped tool, gravel impacts, ...) are lead. A specific experimental approach is developed to compare results of both experiments. The effect of the loading rate on the structural response (stiffness, dissipated energy) of the composite is highlighted. The numerous damage mechanisms involved in the collapse of the material are observed at a microscopic scale using both optical and scanning electron microscopy (SEM). Finally an intra-laminar crack propagation mechanism is described based on post-mortem observations at ply scale to explain the formation of interlaminar cracks.

Keywords: Indentation, Impact, strain rate, Composite, Laminate, Thermoplastic.

1. Introduction

A new composite material composed of an acrylic thermoplastic matrix (Elium150) is developed as an alternative to non-recyclable thermosetting composites. Low velocity impact on composite laminates appear in the 1980s and it was observed that the main governor parameter is the impact energy [1]. Since then composite materials have been widely studied under impact loadings thanks experimental approaches [2] or numericaly [3, 4]. These polymer materials exhibit strong sensitivity of their mechanical properties to temperature and strain rate [5, 6, 7, 8, 9, 10]. As expected with a polymeric matrix, the bigger the strain rate, the bigger the elastic modulus and the tensile strength, and the lower the maximum strain [5]. Most of the results published on the

*lucien.cadieu@u-bordeaux.fr

strain rate effect on composite materials behaviour are comparable to the bulk polymer behaviour. Some of the observations and results on composites materials are nevertheless contradictory [11] : Armenakas and Sciamarella [12] highlight for example that the ultimate tensile strain and stress of a Glass/Epoxy composite decreased with the loading rate whereas Staab [13] showed that they increased with increasing loading rate. The structural response of the composites is highly dependent on the micro-structure of the material and the interface between both components [14]. The manufacturing and the curing processes as well as the handling often induce intrinsic defects (porosity, micro-cracks, delamination) [15, 16, 17] which could affect the structural response of the composites. As suggested by Jacob et al. [11] it is needed to investigate and characterize in detail the strain rate effects on the tensile, compressive, shear, and other mechanical properties of composite materials and a multiscale analysis of damage and fracture mechanisms is necessary to precisely describe the composite behaviour. On the one hand it is known that specific damages such as fibre failure and delamination lead to the collapse of composite structures. On the other hand damage and fracture kinetics is not well known since a precise spatial and temporal damage mechanisms description is necessary. Indeed matrix cracks appear fastly and often at micro-scale. In acrylic matrix for example it is known that crack propagates at several hundred meters per second [18, 19]. Generally post-mortem analysis are lead to identify damage mechanisms during dynamic loadings [20, 21, 22]. In-situ observations are current to measure strain fields during mechanical loadings but infrequent to describe damage and fracture mechanisms since it depends strongly on technical equipments. Dynamic effects induced by the structural loadings and cracks propagation are limiting. The aim of this paper is to study the load rate effect on mechanical properties of a Glass/Elium150 laminated composite. Indentations and impact tests are lead to compare the quasi-static (QS) and dynamic (DYN) test, test conditions are selected to cover the service impact loading conditions that the laminate may encounter (hail, dropped tool, stone or gravel impacts). At first the tested material is introduced and the experimental methodology is detailed. Then typical responses of the composite to QS and DYN indentations are presented and the differences are highlighted. Subsequently the effect of the loading rate on the indentation stiffness, the maximum load and the indentation depth of the composite is described. Finally post-mortem observations with optical and scanning electron microscope are lead to describe the damage and fracture mechanisms at microscopic scale and explain the differences between QS and DYN behaviour.

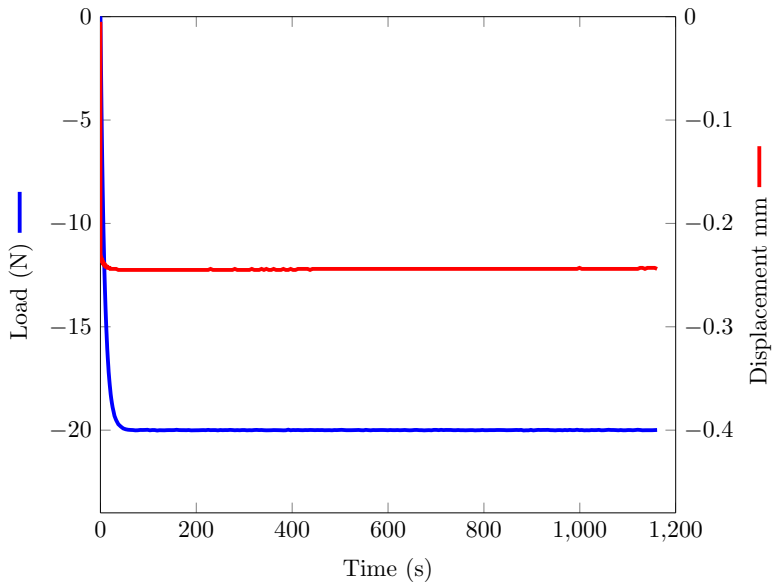


Figure 1: Verification that the sample relaxation is negligible during the applied loadings.

2. Experimental Setup and Methods

2.1. Material

The tested material are laminate samples manufactured by ARKEMA. They are composed of a polymethylmethacrylate (PMMA-ELIUM 150) resin reinforced with long woven glass fibres (Chomarat G-wave 600P/A). The matrix has a tensile strength of 76 MPa, a tensile modulus of $E = 3,300$ MPa and a tensile strain $\varepsilon_m = 6$ %. Samples are infused under room temperature conditions and at atmospheric pressure (500 mbar) and are provided as $100 \times 100\text{mm}^2$ plate specimens. Four plies of woven glass fibres are stacked and result in a thickness of 2 mm. Knowing that the laminate matrix is a thermoplastic polymer which is strain rate dependant by nature, the visco-elastic behaviour of the material must be evaluated. Three point bending creep tests are performed on a Dynamic Mechanical Analysis (DMA) machine under room temperature condition (23 °C). Creep tests show that deformation is less than 1% for a 20 minute test (Fig. 1Verification that the sample relaxation is negligible during the applied loadingsfigure.1). Since the longest indentation test lasts 10 minutes the visco-elastic deformation can be neglected.

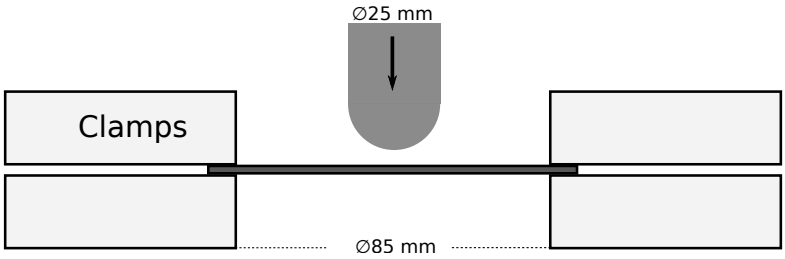


Figure 2: Clamping system for the experiments.

2.2. Experimental Setup

2.2.1. Loading and Boundary Conditions

During both QS and DYN tests the square samples are constrained between two steel clamps that have a circular hole of 85 mm in their center (see in Fig. 2Clamping system for the experimentsfigure.2). The steel tip used has a 25 mm diameter hemispherical head. These parameters are selected in order to respect the tip diameter to circular hole diameter ratio of 0.3 recommended in the ASTM D5628-96 test method [23].

2.2.2. Quasi-static tests

The QS tests have been conducted on a universal electromechanical tensile/compression testing machine (Zwick Roell Z250). The cross head displacement and the load are measured during the tests via the crosshead travel encoder (maximal error of ± 0.05% on the displacement and ± 0.08% on the crosshead velocity) of the testing machine and a piezoelectric Kistler load sensor of 10 kN ± 0.25%. The data are recorded at a sampling rate of 100 Hz.

2.2.3. Dynamic Tests

DYN tests are conducted on a vertical drop tower [24, 25]. A mass coupled with a 60 kN piezoelectric Kistler load sensor with a sampling rate of 60 kHz is dropped from a specific height giving a theoretical impact velocity ranging from 2 to a maximum of 7 $\mathrm{m\,s^{-1}}$. The impact energies depend on the mass and the velocity of the impactor. The impactor has a minimum mass of 1.4 kg and the lowest possible velocity is linked to the minimum drop height. The impact energy can be theoretically calculated with the consideration that there is no friction between the drop tower guides and dropped chariot using the relation - $E = 1/2\,mv^2$. The displacement of the impactor

can be measured using a target tracking technique with a high velocity camera (Photron SA5 at a sampling rate of 60 kHz) leading to the experimental impact velocity.

2.3. Strategy

2.3.1. QS and DYN link

In order to evaluate the load rate effects firstly in QS and secondly between QS and DYN tests, specific experimental parameters (indentation depth and loading velocity) have been fixed. In the QS campaign each test has its specific depth-load rate couple and during all the tests the same data are measured : the load during the indentation and the displacement of the impactor. The load-displacement curve is integrated to access to the indentation energies: E_{max} the maximum applied energy, $E_{ela.}$ the elastic energy released by the sample and $E_{dis} = E_{max} - E_{ela.}$ the dissipated energy. E_{max} in QS is calculated using the load-displacement measurements. Fig. 3Determination of the elastic energy and the dissipated energy on both load-displacement and energy displacement curves. The elastic energy is defined by $E_{diss} = E_{max} - E_{ela}$figure.3 explains how the different energies, the stiffness K (defined as the slope of the load-displacement curve after the foot slope and before the onset of the first material damages and is given in $\mathrm{N\,mm^{-1}}$), the maximum indentation depth δ_{max} and the maximum load F_{max} are measured. In the DYN campaign each test will have a specific impact energy and loading velocity. The measured data are the tip displacement and the load meaning that the impact energy can be calculated as in the QS campaign. As expected (see in Fig. 4Comparing the measured energy using $\int_0^\delta F da$ and calculated energies $E = \frac{1}{2}mv^2$ of the DYN testsfigure.4) the theoretically applied energy ($1/2\,mv^2$) is approximatively equal to the measured applied impact energy.

The QS indentation energy is calculated for each QS test and is then applied in the DYN campaign. Therefore the samples are tested at different velocities but with an identical loading energy. This is a key point in order to compare QS and DYN tests. If the applied energy is the same but at different velocities then some results (the measured load, the maximum tip displacement and the damage mechanisms) might show strain rate effects. The parameters are mapped out in table 1Experimental parameters (applied and measured) during QS and DYN experimentstable.1.

2.3.2. Quasi-static tests

As reported in [26], one can identify three kinds of step loading : rebound, penetration and perforation. For a rebound step loading, a part of the indentation energy is released elastically

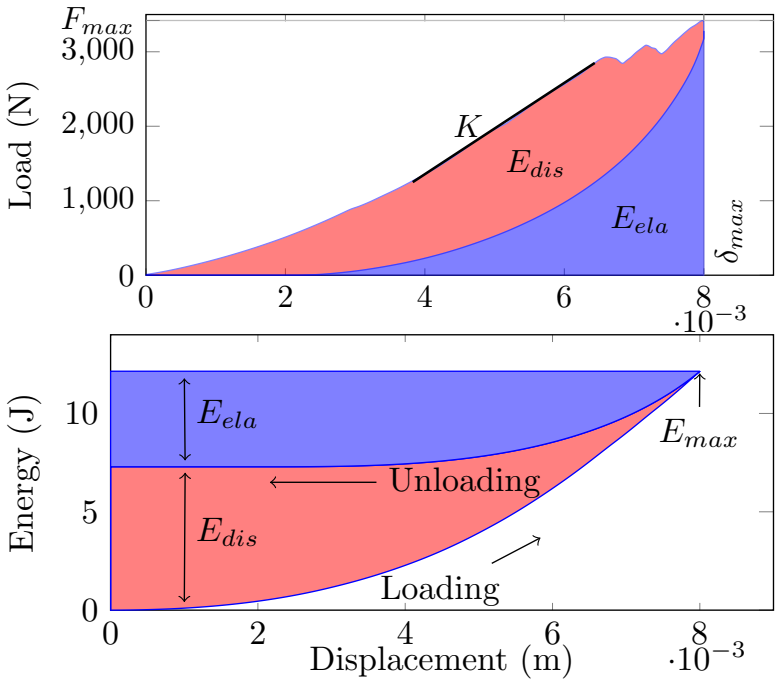


Figure 3: Determination of the elastic energy and the dissipated energy on both load-displacement and energy displacement curves. The elastic energy is defined by $E_{diss} = E_{max} - E_{ela}$.

Table 1: Experimental parameters (applied and measured) during QS and DYN experiments.

QS		DYN	
Applied Parameters	Measured data	Applied Parameters	Measured data
$v\,(\mathrm{m\,s^{-1}})$	$F\,(\mathrm{N})$	$E\,(\mathrm{J})$	$F\,(\mathrm{N})$
$\delta\,(\mathrm{m})$			$\delta\,(\mathrm{m})$

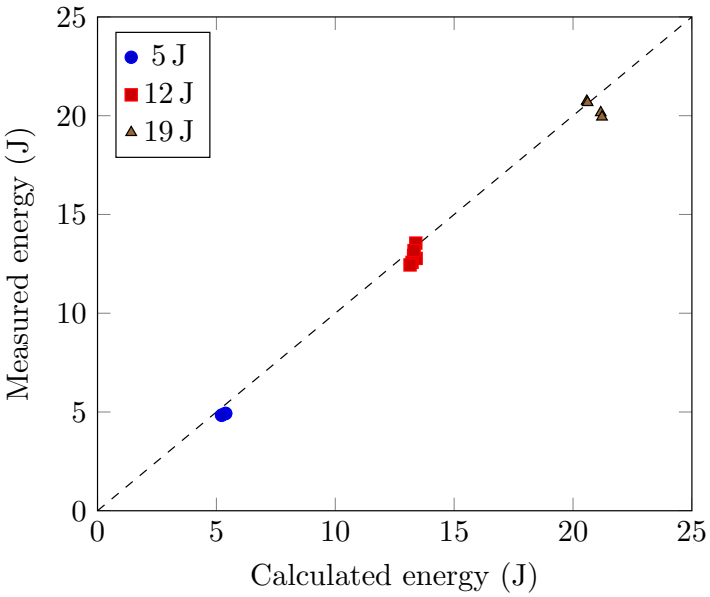


Figure 4: Comparing the measured energy using $\int_0^\delta F da$ and calculated energies $E = \frac{1}{2}mv^2$ of the DYN tests.

by the sample after unloading. When the indention energy equals the dissipated energy, a step penetration loading is reached. A perforation step loading is considered once the indenter breaks through the sample. In this study only rebound and penetration tests are lead in order to study the damage. Indeed if the indenter perforates the sample it must be pulled out which can further damage the samples. After calibration tests, the minimum and maximum indentation depths have been set at 6 and 10 mm. The first damage can be "heard" at 6 mm and the sample is penetrated at 10 mm. Fibre breaking can be heard when the sample is penetrated past the minimum penetration depth which induced the first load drop on the load-displacement curves. The minimum and maximum indenter velocities are selected in order to range over two decades (table 2Definition of the measured indentation and impact velocities ($\mathrm{m\,s^{-1}}$). $v1$ to $v3$ are the QS velocities and $v4$ is the DYN velocity used in the experimental campaignstable.2). An experimental design of experiments (Doelhert [25, 27, 28]) is defined to optimize the testing parameters in order to obtain response surfaces with a minimum number of experiments. The response surfaces are modelled with a second order polynomial (eq.1Quasi-static testsequation.2.1) where X_1 and X_2 are coded variables. The experimental design is plotted and the coded variables are given in Fig. 5Doelhert matrix for two

Table 2: Definition of the measured indentation and impact velocities ($\mathrm{m\,s^{-1}}$). $v1$ to $v3$ are the QS velocities and $v4$ is the DYN velocity used in the experimental campaigns.

	$v1$	$v2$	$v3$	$v4$
QS	1.6×10^{-5}	8.4×10^{-4}	1.6×10^{-3}	
DYN				2.50

N	X_1	X_2	X_3
1	0.000	0.000	0.000
2	1.000	0.000	0.000
3	-1.000	0.000	0.000
4	0.500	0.866	0.000
5	-0.500	-0.866	0.000
6	0.500	-0.866	0.000
7	-0.500	0.866	0.000
8	0.500	0.289	0.816
9	-0.500	-0.289	-0.816
10	0.500	-0.289	-0.816
11	0.000	0.577	-0.816
12	-0.500	0.289	0.816
13	0.000	-0.577	0.816

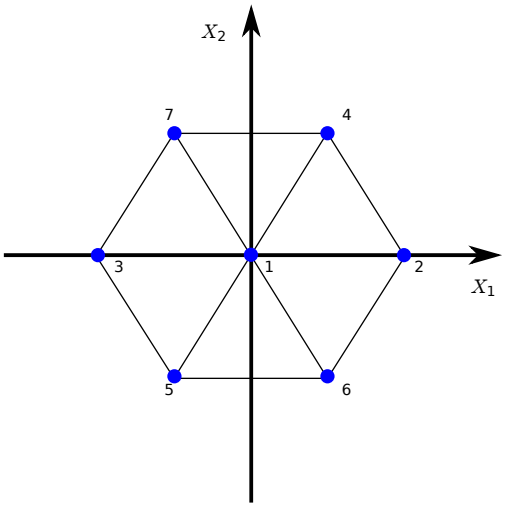


Figure 5: Doelhert matrix for two and three variables. Two variable experimental design. N is the number of the experiment, X_1 and X_2 are the coded variables.

and three variables. Two variable experimental design. N is the number of the experiment, X_1 and X_2 are the coded variablesfigure.5 with X_1 the depth and X_2 the velocity.

$$y = a_0 + a_1 X_1 + a_2 X_2 + a_{11} X_1^2 + a_{22} X_2^2 + a_{12} X_1 X_2 \tag{1}$$

The QS response surfaces will plot the maximum load withstood by the sample and the damages area (DA) against the indentation depth and velocity.

2.3.3. Drop tower tests.

In order to apply the energy determined in the QS loadings the velocities are limited to $2 - 3\ \mathrm{m\,s^{-1}}$ so an average speed of $2.5\ \mathrm{m\,s^{-1}}$ is selected. No mass influence can be observed for low energy impacts [29]. Therefore the mass will vary in order to apply the necessary energies for

DYN indentation tests. Only one decade of $\dot{\delta}$ is reachable during the drop tower campaign. An experimental design is therefore not necessary.

2.4. Damage observation

The damaged area (DA) is estimated using the transparency of the samples by placing a light beneath the samples [30]. This technique is possible since the samples are translucent. The damages deviate and stop the light from going through the sample which makes the damaged area darker when looking from above. The damaged area is directly estimated and measured with the help of a Keyence vhx-1000 optical microscope. These observation only give a projected damaged area since it is known that the damage occurs through out the thickness and can have different profiles [31, 32]

A scanning electron microscope using backscatter electrons (SEM-BSE) is also used to observe damage mechanisms that occur at different scales. The sample (i.e. the plate) is first sawed on the outskirts of the damaged area. It is then coated with a PMMA resin to avoid further damaging the material when accessing the center of the DA (see in Fig. 6Observed slice of the sample under SEM-BSE before metallisation. The bottom image shows the observed slice trapped in polymer (area with bubbles) before metallizationfigure.6). Indeed the sample is cut using a vertical cut-off saw close to the center of indentation area perpendicularly to the indented surface. The samples are then polished using sand papers ranging from a P800 to P4000. The observed surface is finally coated with a thin layer of gold (few nm) making it a conducting surface and observable with the SEM.

Sample Identification

The QS and DYN velocities are given in Tab. 2Definition of the measured indentation and impact velocities ($\mathrm{m\,s^{-1}}$). $v1$ to $v3$ are the QS velocities and $v4$ is the DYN velocity used in the experimental campaignstable.2. The samples are referenced by the depth (D) in QS or energy (E) in DYN and the loading velocity (v). For example in the QS experiments, a laminate indented by 8 mm at a velocity of 1.6×10^{-5} $\mathrm{m\,s^{-1}}$ will be named D8v1. A sample named E12_v4_2 is a DYN sample tested at an impact energy of 12 J, at a velocity identified of $2.5\,\mathrm{m\,s^{-1}}$ and is the second test in these conditions.

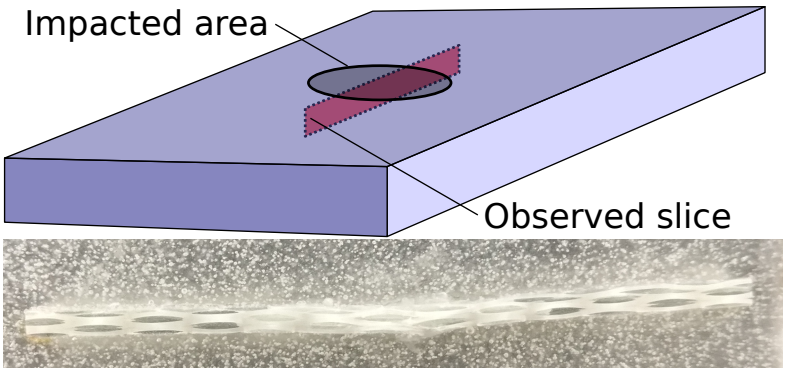


Figure 6: Observed slice of the sample under SEM-BSE before metallisation. The bottom image shows the observed slice trapped in polymer (area with bubbles) before metallization.

3. Results

The contact force, the elastic energy returned and the dissipated energy were determined for each experiment in both QS and DYN tests. The QS and DYN experimental parameters and results are respectively given in Tables 3Experimental parameters and results for QS tests. The measurement uncertainty is linked to the instruments used. These uncertainties are propagated to the calculated datatable.3 and 4Experimental parameters and results for DYN teststable.4 for each specimen. Additionally, to compare QS and DYN for a given maximum energy, the mean value of all the data are reported in Table 5Averaged summarised data of QS and DYN teststable.5.

Table 3: Experimental parameters and results for QS tests. The measurement uncertainty is linked to the instruments used. These uncertainties are propagated to the calculated data.

Sample ID	δ_{maxQS} [mm] ± 0.05%	F_{maxQS} [N] ± 0.25%	K [N mm^{-1}] ± 2.7%	E_{maxQS} [J] ± 0.7%	E_{elaQS} [J] ± 0.7%	E_{dissQS} [J] ± 0.7%	DA [mm^2]
$D6v2$	6	2480	498	5.9	3.48	2.42	47
$D7v1$	7	2410	422	7.3	3.34	3.96	68
$D7v3$	7	3100	500	8.9	4.6	4.3	48
$D8v2_1$	8	3420	503	12.2	4.86	7.34	132
$D8v2_2$	8	3340	530	12.5	4.54	7.96	115
$D8v2_3$	8	3320	485	12.2	4.99	7.21	106
$D9v1$	9	2650	414	12.1	3.08	9.02	175
$D9v3$	9	3760	491	15.5	4.07	11.43	171
$D10v2$	10	3830	480	17.7	4.07	13.63	275

Table 4: Experimental parameters and results for DYN tests.

Sample ID	E_{maxDYN} [J]	δ_{maxDYN} [mm]	F_{maxDYN} [N]	K [N mm^{-1}]	E_{elaDYN} [J]	$E_{dissDYN}$ [J]	DA [mm^2]
E5_v4_1	4.93	5.07	2498	835	3.62	1.31	44
E5_v4_2	4.92	4.95	2520	804	3.43	1.49	51
E5_v4_3	4.83	4.89	2410	767	3.36	1.47	47
E5_v4_4	4.85	4.70	2599	845	3.37	1.48	43
E12_v4_1	12.93	7.69	4430	891	7.73	5.20	142
E12_v4_2	12.77	7.08	4606	854	7.68	5.09	134
E12_v4_3	12.58	7.23	4582	916	7.46	5.12	95
E12_v4_4	12.44	7.23	4407	917	6.26	6.18	106
E12_v4_5	13.55	7.59	4726	828	8.94	4.61	114
E12_v4_6	13.17	7.17	4530	893	6.98	6.19	109
E19_v4_1	20.16	8.30	5815	932	9.18	10.98	159
E19_v4_2	19.94	8.31	5891	937	7.90	12.04	150
E19_v4_3	20.74	8.51	6233	926	10.1	10.64	117
E19_v4_4	20.67	8.65	6210	834	10.2	10.47	121

Table 5: Averaged summarised data of QS and DYN tests.

E_{max} (J)	K (N mm^{-1})		F_{max} (N)		δ (mm)		E_{ela} (J)		E_{diss} (J)		DA (mm^2)	
	QS	DYN	QS	DYN	QS	DYN	QS	DYN	QS	DYN	QS	DYN
$5-6$	498	813	2480	2510	6	5	3.5	3.5	2.5	1	47	46
12	506	883	3360	4546	8	7.3	4.8	7.5	7.5	5.4	118	117
$18-20$	480	907	3830	6037	10	8.4	4.07	9.3	13.63	11	275	137

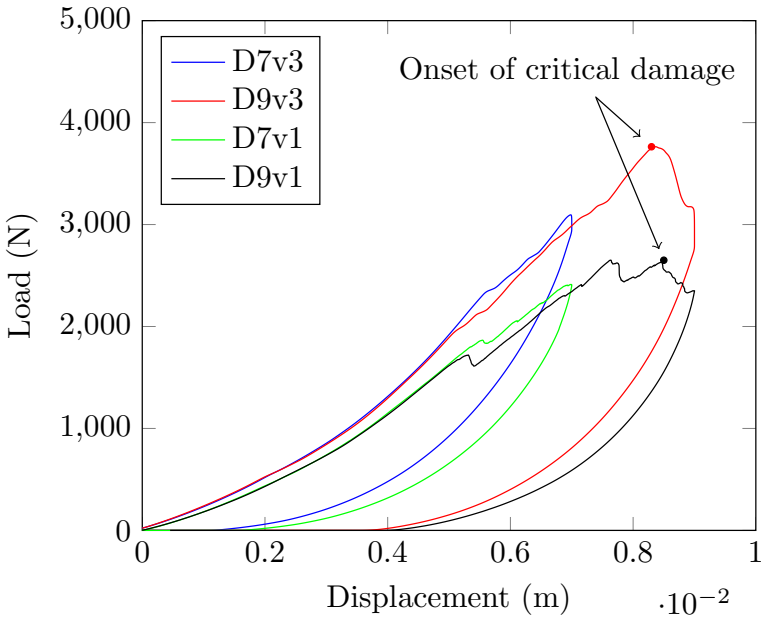


Figure 7: $F(\delta)$ curves for speeds of $1.6 \times 10^{-5}\,\mathrm{m\,s^{-1}}$ and $1.6 \times 10^{-3}\,\mathrm{m\,s^{-1}}$.

3.1. Load - displacement

The load vs time evolution was recorded for each test. It can be seen in tables 3Experimental parameters and results for QS tests. The measurement uncertainty is linked to the instruments used. These uncertainties are propagated to the calculated datatable.3 and 4Experimental parameters and results for DYN teststable.4 that the experiments are reproducible. Indeed, under the same experimental conditions, less than 5% dispersion is achieved on F_{max}.

Influence of the loading rate is evident in the QS tests results presented in fig. 7$F(\delta)$ curves for speeds of $1.6 \times 10^{-5}\,\mathrm{m\,s^{-1}}$ and $1.6 \times 10^{-3}\,\mathrm{m\,s^{-1}}$figure.7. The load vs displacements curves have been plotted for 7 and 9 mm indentation values and $v1$ and $v3$ indentation rate values. The first damage is observed for indentation depth values between 8 and 9 mm.

Indeed past this critical indentation depth (δ_c) the sample visible cannot sustain higher load. The load is sufficient to onset internal material damage such as fibre or ply failure or delamination [33]. The maximum load measured for a 7 mm indentation at $v1$ is 2410 N and rises to 3100 N for $v3$ showing a 28% increase. For a 9 mm indentation depth the maximum load increase reaches 40%. This is directly linked to the increase of the sample stiffness when the load rate increases. During

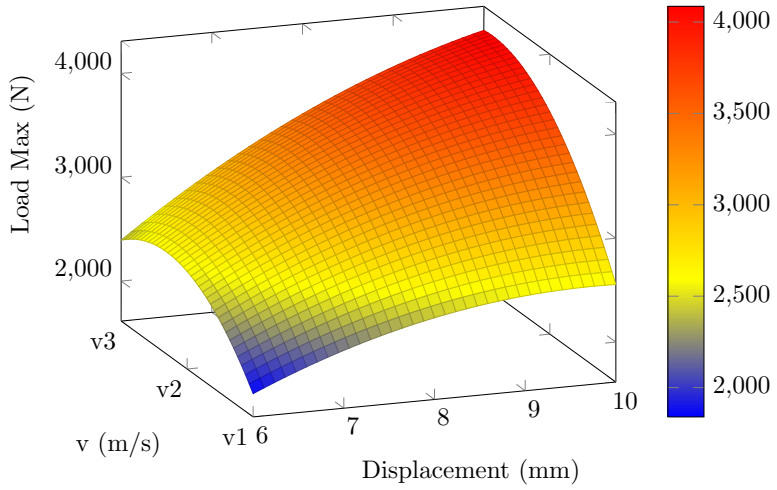


Figure 8: $F(\delta, v)$ answer surface linked to the experimental design of Doelhert for the QS campaign.

the QS tests the stiffness increases by 20 % when the velocity increases from $v1$ to $v3$. It can also be seen when plotting the response surfaces linked to the experimental design in Fig. $8 F(\delta, v)$ answer surface linked to the experimental design of Doelhert for the QS campaignfigure.8, $9 K(\delta, v)$ answer surface linked to the experimental design of Doelhert for the QS campaignfigure.9 and $10 E(\delta, v)$ answer surface linked to the experimental design of Doelhert for the QS campaignfigure.10.

DYN and QS results are then compared for the same 12 J applied energy (see Fig. $11 F(\delta)$ curves for QS and DYN curves. The applied energy is 12 J. It is visible that the maximum load is higher for a DYN loading than a QS loading. δ_{DYN} is lower than δ_{QS} since the tests are lead at iso-energyfigure.11). The maximum load clearly increases while the maximum displacement decreases when the load rate increases. The maximum load increases by 35 %. When comparing QS and DYN tests the stiffness continues to increase with the loading velocity. Indeed for a 12 J QS indentation the sample stiffness is of $506\,\mathrm{N\,mm^{-1}}$ and for a 12 J DYN indentation the stiffness is of $883\,\mathrm{N\,mm^{-1}}$. In average the stiffness increases by 75% (Table 5Averaged summarised data of QS and DYN teststable.5). Furthermore the indentation depth seems to lower as the load rate increases as can be seen in Fig. $11 F(\delta)$ curves for QS and DYN curves. The applied energy is 12 J. It is visible that the maximum load is higher for a DYN loading than a QS loading. δ_{DYN} is lower than δ_{QS} since the tests are lead at iso-energyfigure.11.

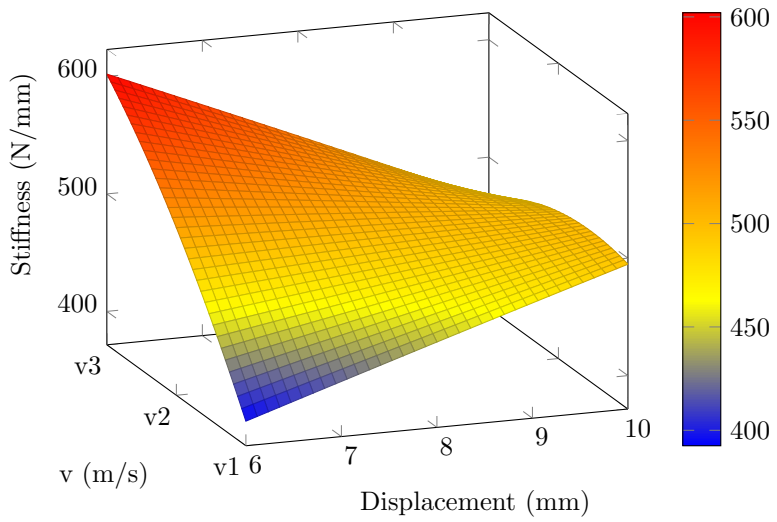


Figure 9: $K(\delta, v)$ answer surface linked to the experimental design of Doelhert for the QS campaign.

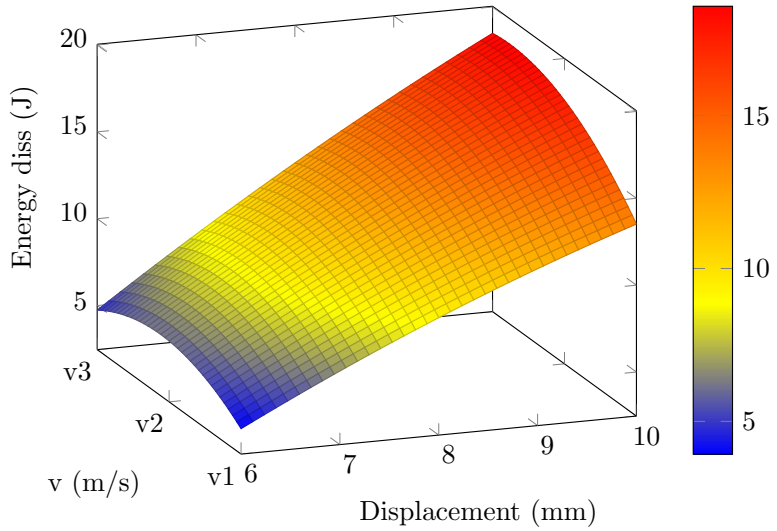


Figure 10: $E(\delta, v)$ answer surface linked to the experimental design of Doelhert for the QS campaign.

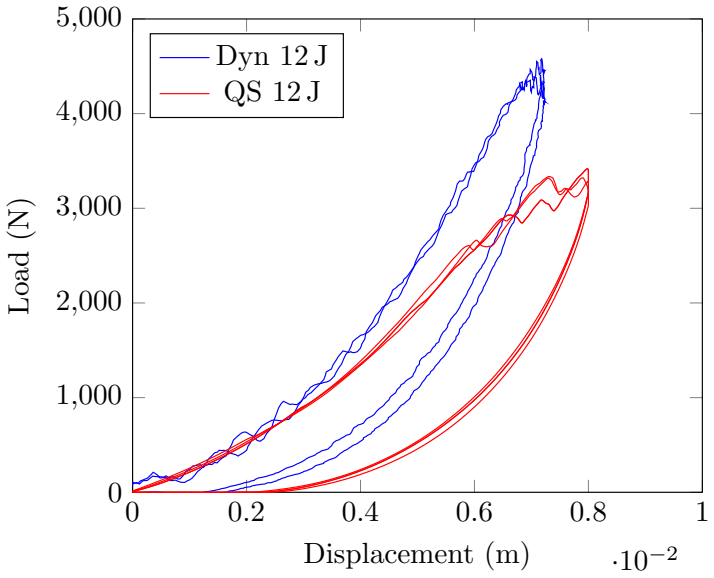


Figure 11: $F(\delta)$ curves for QS and DYN curves. The applied energy is 12 J. It is visible that the maximum load is higher for a DYN loading than a QS loading. δ_{DYN} is lower than δ_{QS} since the tests are lead at iso-energy.

3.2. Elastic and dissipated energies

The elastic energy under DYN loadings is higher than under QS loadings as can be seen in Fig. 12Elastic energy versus the applied energy for both QS and DYN tests. The QS elastic energy seems to be insensitive to the applied energy whereas the DYN elastic energy seems to be sensitive to the applied energyfigure.12. The elastic energy stored in the specimen under QS loading seems to be insensitive to the applied energy. For DYN loadings the elastic energy increases with the applied energy.

When observing E_{elaQS} in table 5Averaged summarised data of QS and DYN teststable.5 it seems that this parameter is independent on the loading depth and velocity. It has an approximately constant value of 4.1 ± 0.7 J for all the experiments. As the applied energy increases only the dissipated energy increases. Different results are observed under DYN loading. As long as the impactor rebounds off the sample E_{elaDYN} seems dependent to the applied energy. Indeed under DYN loading it seems the bigger the applied energy the bigger the value of E_{elaDYN}. When 5 J impact energy was applied E_{elaDYN} is 3.45 ± 0.12 J, for 12 J E_{elaDYN} is 7.76 ± 0.72 J and for 19 J E_{elaDYN} is 9.35 ± 1.07 J. Unlike the QS experiments were E_{elaQS} is roughly the same for all

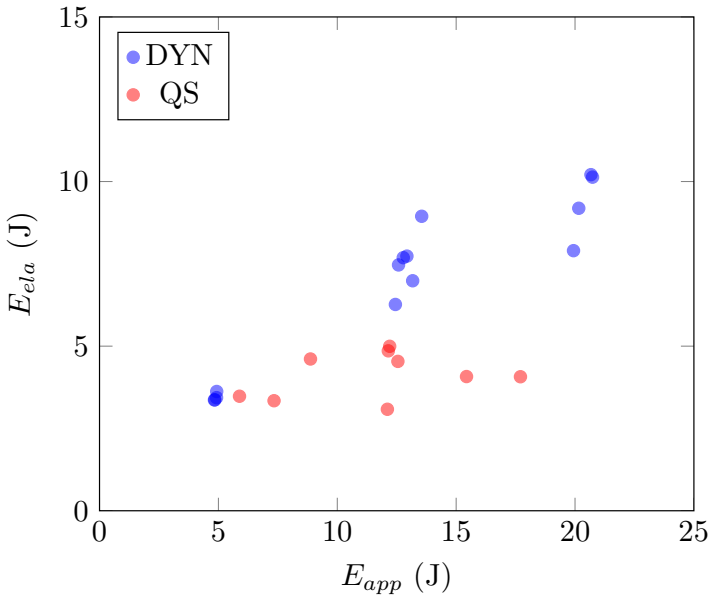


Figure 12: Elastic energy versus the applied energy for both QS and DYN tests. The QS elastic energy seems to be insensitive to the applied energy whereas the DYN elastic energy seems to be sensitive to the applied energy.

applied energies E_{elaDYN} is clearly linked to the applied energy.

3.3. Damaged area (DA)

It has been shown that as E_{max} increases E_{dis} increases in both QS and DYN tests. One can expect to observe larger damaged zones in the specimen as E_{dis} increases or a higher density of cracks, voids under the impact zone. So for the same applied energy in QS and DYN tests E_{disQS} is higher than E_{disDYN}. As a consequence the damage under QS and DYN loadings should be different in nature and quantitatively.

It can be seen in table 5Averaged summarised data of QS and DYN teststable.5 that the DA increases with increasing E_{dis} and δ. The DA seems to be more sensitive to δ than to E_{dis}. Indeed past δ_c ($8 \leqslant \delta_c \leqslant 9$ mm) the DA seems to skyrocket. For all applied energies the measured E_{dis} in QS and DYN experiments are roughly the same yet for 19 J the QS DA is nearly twice as big as the DYN DA. It can possibly be explained by the 19 J indentation depth : $\delta_{DYN} < \delta_c < \delta_{QS}$. The damaged area is more driven by the penetration depth than the impact enegy. Before the critical indentation depth, DA are quite identical between QS and DYN sollicitations. It shall be

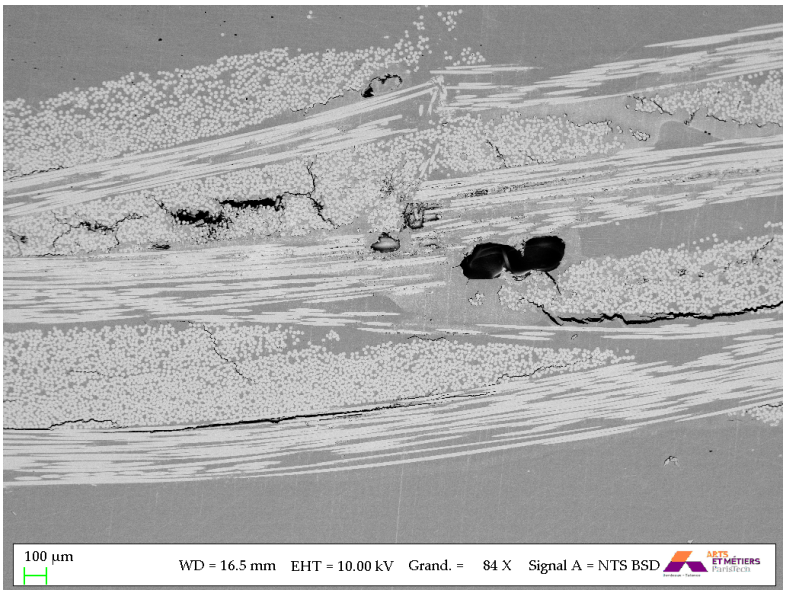


Figure 13: SEM-BSE observation of damages in sample $d7v1$. Strands are clearly visible and have a white color, the matrix is visible and has a grey coclor, an initial defect and the damages are black.

assumed that the difference in impact energy can be neglected comparatively to a penetration depth difference.

3.4. SEM Observations and Damage mechanisms

Damage mechanisms are investigated using an electron microscope observations. Classical damages such as matrix cracking, fibre/matrix de-cohesion, fibre failure, strand failure and ply failure can be clearly identified. All tested samples have been observed. At macro-scale (i.e. the laminate scale) the primary damage mechanisms that have been identified right below the impactor are : ply failure, strand failure, matrix fracture and delamination (see in Fig. 13SEM-BSE observation of damages in sample $d7v1$. Strands are clearly visible and have a white color, the matrix is visible and has a grey coclor, an initial defect and the damages are blackfigure.13). Note that a defect (porosity) has also been identified in Fig. 13SEM-BSE observation of damages in sample $d7v1$. Strands are clearly visible and have a white color, the matrix is visible and has a grey coclor, an initial defect and the damages are blackfigure.13. As expected the area right bellow the impactor is more damaged. The major visible damages outside the impacted area are matrix fracture, fibre-matrix de-cohesion

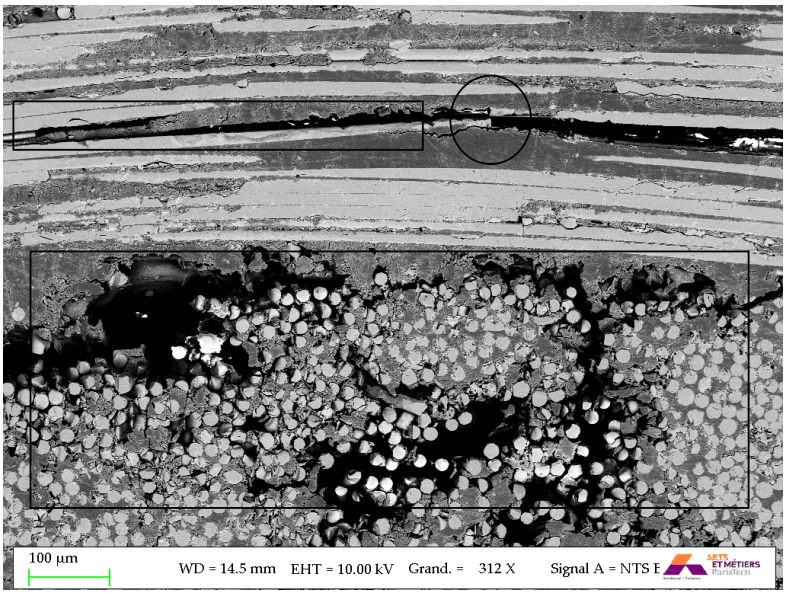


Figure 14: Two visible damages identified in sample $d9v1$. Fibre-matrix de-cohesion can be seen in the square areas for both fibre orientations. Fibre failure can be seen in the circle area.

and delamination. At meso-scale (i.e. the ply scale) the primary damage mechanisms are strand failure, fibre failure and matrix fracture as seen in figure 14Two visible damages identified in sample $d9v1$. Fibre-matrix de-cohesion can be seen in the square areas for both fibre orientations. Fibre failure can be seen in the circle areafigure.14. One can also see two micro-damage mechanisms in figure 14Two visible damages identified in sample $d9v1$. Fibre-matrix de-cohesion can be seen in the square areas for both fibre orientations. Fibre failure can be seen in the circle areafigure.14 : in the circle areas broken fibres are shown, in the square areas fibre-matrix de-cohesion can be seen for both 0 and 90° orientations. The fibres in the bottom square have no matrix on their surface. This shows that the fibre-matrix interface is more brittle than the matrix itself. This result is supported by the crack propagation path seen in the samples and observed in figure 15Crack propagation path in a strand of sample $d8v6$. It can be seen that the micro-cracks (2) favors the fibre-matrix interface to propagate (1). When two fibres are in contact the crack will break the second fibre (3)figure.15. The crack propagates mainly in the fibre-matrix interface. Nevertheless it seems that when the crack is confined between two fibres the second fibre on the crack path breaks. This mechanism has been observed for all applied energies and velocities. Post-mortem SEM analyses do not reveal

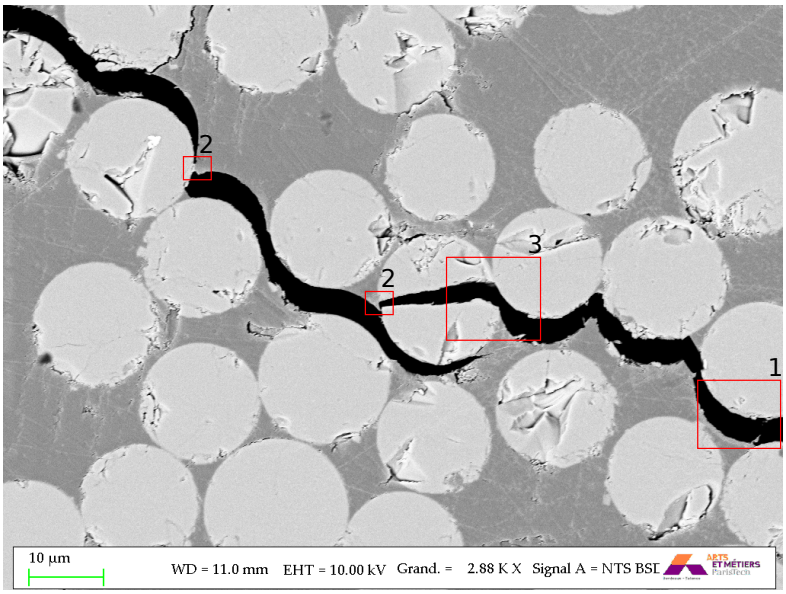


Figure 15: Crack propagation path in a strand of sample $d8v6$. It can be seen that the micro-cracks (2) favors the fibre-matrix interface to propagate (1). When two fibres are in contact the crack will break the second fibre (3).

a load rate effect on damage mechanisms. Indeed they are all observable whatever the loading rate (QS or DYN).

4. Discussion and conclusion

This study aims to evaluate the mechanical response of thermoplastic composite plates under various indentation rate conditions. As expected for polymeric materials rate dependence is observed at macroscopic scale. As generally observed, the higher the loading rate, the larger the Young's modulus value, the higher the maximum stress and the lower the failure strain. Two types of mechanical tests have been performed to vary the loading rate condition and the loading intensity corresponding to quasi-static indentation (10^{-5} to 10^{-3} ms^{-1}) and low energy impact (2.5 ms^{-1}). It has been observed that the bigger the loading rate (i.e. the indentation/impact velocity), the bigger the stiffness K, the bigger the maximum load F_{max} and the lower the penetration depth δ_{max}. This confirms at this scale the loading rate dependence on the mechanical response of this composite laminate. Elastic and dissipated energies have been estimated by integration of the load-displacement curve. As expected it has been observed that these energies are significantly

dependent on the applied energy and therefore the penetration depth. The bigger the loading rate, the lower the penetration depth, the lower the dissipated energy and the bigger the elastic energy. The damaged area (DA) which gives a 2D information on the extent of damage is measured by visual inspection. Before a critical depth δ_c it seems that the DA is approximately identical in both QS and DYN and is limited to the region bellow the indenter. After this critical value, the DA skyrockets. In QS between 8 and 10 mm penetration depth values, the DA more than doubles in size (117 ± 14 mm^2 to 275 mm^2). Damaged mechanisms have been also investigated post-mortem with SEM observations. Whatever the loading rate all "classical" damages observed in a thermoplastic composite plate have been identified. Delamination, matrix fracture and fibre failure are predominant. Micro-cracks are observed at component scale. This kind of mechanism is known to be loading rate sensitive. It is indeed known that for acrylic resins (an amorphous polymer), the higher the energy input, the faster and the longer the cracks propagate. The use of a SEM to perform post-mortem analyses limits the finding of differences if they exist.

Whatever the 2D analysis method, with the damaged area and damage mechanisms observed respectively at the surface and in the width of the sample with the SEM, the loading rate seems to be a second order parameter. These mechanisms seem to be finally more driven by the penetration depth than the loading rate. Post-mortem 2D analyses can not give information on the damaged volume nor on the damage kinetic. In-situ micro-tomography analyses should be relevant in order to capture these informations and highlight if it exists a loading rate effect on the damage mechanisms appearance. The effect of rapid loading and faster energy delivery could probably have an influence on the kinetics of occurrence of damage and potentially the propagation of cracks.

Finally one can conclude that:

- The loading rate has a significant influence on the macroscopic parameters (F_{max}, K, δ) of the behaviour of the sample.
- The loading rate seems to be a second order parameter on damage mechanisms which have been observed post-mortem with SEM analyses.
- In-situ analyses are necessary to access to the kinetic of damage mechanics appearance which are probably different as a function of the loading rate.

5. Bibliography

References

[1] G. Caprino, I. Crivelli Visconti, A. Di Ilio, Composite Materials Response Under Low-Velocity Impact, Composite Structures 2 (1984) 261–271.

[2] C. Atas, O. Sayman, An overall view on impact response of woven fabric composite plates, Composite Structures 82 (3) (2008) 336 – 345.

[3] G. Kinvi-Dossou, R. Matadi Boumbimba, N. Bonfoh, Y. Koutsawa, D. Eccli, P. Gerard, A numerical homogenization of E-glass / acrylic woven composite laminates : Application to low velocity impact, Composite Structures 200 (2018) 540–554.

[4] Z. Boufaida, J. Boisse, S. André, L. Farge, Mesoscopic strain field analysis in a woven composite using a spectral solver and 3D-DIC measurements, Composite Structures 160 (2017) 604–612.

[5] L. M. J.L. Halary, F. Laupretre, Mécanique des matériaux polymères, Belin, 2008.

[6] J. Richeton, S. Ahzi, K. Vecchio, F. Jiang, R. Adharapurapu, Influence of temperature and strain rate on the mechanical behavior of three amorphous polymers: Characterization and modeling of the compressive yield stress, International Journal of Solids and Structures 43 (7-8) (2006) 2318–2335.

[7] B. Vieille, J. Aucher, L. Taleb, Influence of temperature on the behavior of carbon fiber fabrics reinforced PPS laminates, Materials Science and Engineering: A 517 (1-2) (2009) 51–60.

[8] B. Vieille, L. Taleb, About the influence of temperature and matrix ductility on the behavior of carbon woven-ply PPS or epoxy laminates: Notched and unnotched laminates, Composites Science and Technology 71 (7) (2011) 998–1007.

[9] A. Hassan, B. Haworth, Impact properties of acrylate rubber-modified PVC: Influence of temperature, Journal of Materials Processing Technology 172 (3) (2006) 341–345.

[10] H. Zabala, L. Aretxabaleta, G. Castillo, J. Aurrekoetxea, Loading rate dependency on mode I interlaminar fracture toughness of unidirectional and woven carbon fibre epoxy composites, Composite Structures 121 (2015) 75–82.

[11] G. Jacob, J. Starbuck, J. Fellers, S. Simunovic, R. Boeman, Strain rate effects on the mechanical properties of polymer composite materials, Journal of Applied Polymer Science 94 (1) (2004) 296–301.

[12] C. A. A. Sciammarella, A.E, Response of Glass-fiber-reinforced Epoxy Specimens to High Rates of Tensile Loading, Experimental Mechanics (1973) 433–440.

[13] G. Staab, A. Gilat, High strain rate response of angle-ply glass/epoxy laminates, Journal of Composite Materials 29 (10) (1995) 1308–13.

[14] Z. Boufaida, L. Farge, S. André, Y. Meshaka, Influence of the fiber / matrix strength on the mechanical properties of a glass fiber / thermoplastic-matrix plain weave fabric composite, Composites Part A: Applied Science and Manufacturing. 75 (2015) 28–38.

[15] V. Bolotin, Delaminations in composite structures: its origin, buckling, growth and stability, Composites Part B 27B (95) (1996) 129–145.

[16] V. Bolotin, Mechanics of delamination in laminate composite structures., Mechanics of Composite Materials 37 (2001) 367–380.

[17] T. Tay, F. Shen, Analysis of Delamination Growth in Laminated Composites with Consideration for Residual Thermal Stress Effects, Journal of Composite Materials 36 (11) (2002) 1299–1320.

[18] J. B. Kopp, J. Schmittbuhl, O. Noel, J. Lin, C. Fond, Fluctuations of the dynamic fracture energy values related to the amount of created fracture surface, Engineering Fracture Mechanics 126 (2014) 178–189.

[19] J. B. Kopp, J. Schmittbuhl, O. Noel, C. Fond, A self-affine geometrical model of dynamic RT-PMMA fractures: implications for fracture energy measurements, International Journal of Fracture 193 (2) (2015) 141–152.

[20] M. T. Dehkordi, H. Nosraty, M. M. Shokrieh, G. Minak, D. Ghelli, Low velocity impact properties of intra-ply hybrid composites based on basalt and nylon woven fabrics, Materials and Design 31 (8) (2010) 3835–3844.

[21] A. K. Bandaru, S. Patel, S. Ahmad, N. Bhatnagar, An experimental and numerical investigation on the low velocity impact response of thermoplastic hybrid composites, Journal of Composite Materials 0(0) (2017) 1–13.

[22] R. Matadi Boumbimba, M. Coulibaly, A. Khabouchi, G. Kinvi-Dossou, N. Bonfoh, P. Gerard, Glass fibres reinforced acrylic thermoplastic resin-based tri-block copolymers composites : Low velocity impact response at various temperatures, Composite Structures 160 (November 2016) (2018) 939–951.

[23] ASTM D 5628-96. Stand Test Method for Impact Resistance of Flat Rigid Plastic Specimens by Means of a Falling Dart (Tup or Falling Mass).

[24] L. Ballère, P. Viot, L. Guillaumat, S. Cloutet, Damage tolerance of impacted curved panels L., International Journal of Impact Engineering 36 (2009) 243–253.

[25] L. Guillaumat, F. Baudou, A. M. G. De Azevedo, J. L. Lataillade, Contribution of the experimental designs for a probabilistic dimensioning of impacted composites, International Journal of Impact Engineering 31 (6) (2005) 629–641.

[26] M. Akta, C. Atas, B. Iten, R. Karakuzu, An experimental investigation of the impact response of composite laminates, Composite Structures 87 (4) (2009) 307–313.

[27] D. Doelhert, Uniform shell designs., Applied Statistics 19(3) (1970) 231–239.

[28] D. Doelhert, V. Klee, Experimental designs through level reduction of the d-dimensional cuboctahedron., Discrete Math 2 (1972) 309–334.

[29] D. Varas, J. Artero-Guerrero, J. Pernas-Snchez, J. Lpez-Puente, Experimental study of the impactor mass effect on the low velocity impact of carbon/epoxy woven laminates, Composite Structures 133 (2015) 774–781.

[30] B. M. Icten, Low temperature effect on single and repeated impact behavior of woven glass-epoxy composite plates, Journal of Composite Materials 0(0) (2014) 1–8.

[31] G. Caprino, L. Carrino, M. Durante, A. Langella, V. Lopresto, Low impact behaviour of hemp fibre reinforced epoxy composites, Composite Structures 133 (2015) 892–901.

[32] T.-W. Shyr, Y.-H. Pan, Impact resistance and damage characteristics of composite laminates, Composite Structures 62 (2) (2003) 193–203.

[33] G. Belingardi, R. Vadori, Low velocity impact tests of laminate glass-fiber-epoxy matrix composite material plates, International Journal of Impact Engineering 27 (2) (2002) 213–229.

2.2.1 Compléments Article 1.

Cette partie présente les différents points techniques et divers résultats non présentés dans l'article 1.

2.2.1.1 Essais d'indentation quasi-statiques

Les essais d'indentation QS sont réalisés sur une machine de traction compression universelle ZWICK Roell Z250. Cette machine est équipée d'un capteur de force piézoélectrique Kistler de $10\,kN \pm 0.25\%$ et d'un encodeur de déplacement qui conduit à une erreur maximale de $\pm 0.05\%$ sur le déplacement et de $\pm 0.08\%$ sur la vitesse. Les signaux de force et de déplacement sont enregistrés à une fréquence d'échantillonnage de $100\,Hz$.

2.2.1.2 Essais d'indentation dynamiques

Les essais d'indentation DYN sont réalisés sur une tour de chute ([57]). Un chariot transportant une masse variable (de 1 à $20\,kg$) est lâché d'une hauteur comprise entre $0,3$ et 3 mètres. Deux axes guident le chariot afin d'assurer une chute verticale. Le chariot est en contact avec les guides par l'intermédiaire de patins en téflon PTFE (polytétrafluoroéthylène) qui permettent de limiter les frottements, il est ainsi supposé en chute libre. L'énergie potentielle de pesanteur induite par le couple masse/hauteur est transformée, en quasi-totalité, en énergie cinétique (i.e. énergie d'indentation DYN ou énergie d'impact). La tour de chute permet d'imposer des énergies d'impact comprises entre 3 et 1600 joules.

La force d'impact est mesurée à l'aide d'un capteur piezoéléctrique Kistler de $60\,kN$ embarqué sur le chariot. Le signal de force est échantillonné à $60\,kHz$. Le déplacement vertical de l'indenteur (δ) est mesuré par suivi de cible à l'aide d'une caméra rapide (Photron SA5 à 60000 images / secondes). La vitesse v est calculée à partir du déplacement : $v = d(\delta)/dt$.

Fig. 2.2.1a représente l'évolution de l'énergie cinétique ($E_{app} = 1/2mv^2$) en fonction de l'énergie potentielle de pesanteur ($Epp = mgh$) et montre que le couple masse/hauteur de chute permet d'imposer l'énergie d'impact souhaitée. De plus Fig. 2.2.1b valide que la hauteur de chute est suffisante pour atteindre une accélération nulle au moment du contact entre l'indenteur et la plaque. Dans le cas où l'accélération ne serait pas nulle, la vitesse de l'indenteur au moment de l'impact ne serait pas égale à la vitesse souhaitée.

2.2.1.3 Paramétrage des essais d'indentation

Plans d'expériences

Un plan d'expériences a été utilisé pour définir les paramètres d'essais d'indentation quasi-statique. Les paramètres d'entrée et de sortie sont appelés respectivement les facteurs et réponses. Un plan d'expériences permet d'évaluer l'influence d'un ou plusieurs facteurs sur une réponse. L'intérêt principal d'un plan d'expériences est de minimiser le nombre d'expériences tout en conservant un maximum d'information. Ayant un nombre limité d'échantillons, l'utilisation d'un plan d'expériences est nécessaire. Lors des essais d'indentation, les réponses (force de contact, raideur, énergie dissipée, aire endommagée...) sont étudiées en fonction de deux facteurs (vitesse d'indentation et profondeur d'indentation). Ces deux facteurs sont les paramètres d'essai imposables expérimentalement.

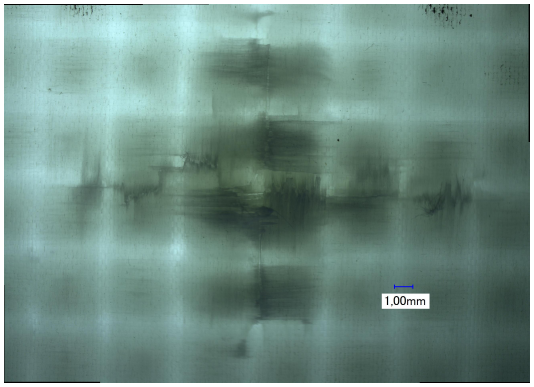
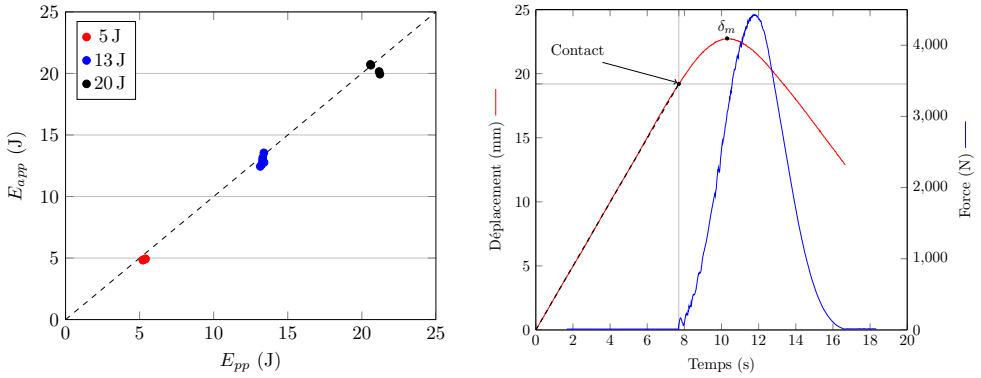


FIGURE 2.1.4 – Zone endommagée suite à une indentation de 8 mm avec un indenteur de 25 mm de diamètre. Seul profil observé : profil en croix.



(a) Validation de la conservation de l'énergie potentielle de pesanteur en énergie d'impact appliquée.

(b) Validation de l'hypothèse d'une accélération nulle au contact indenteur/plaque.

FIGURE 2.2.1 – Validation des essais de tour de chute.

Plans d'expériences optimisés

Un plan d'expériences optimisé permet de déterminer les paramètres optimaux d'essais. Ces plans d'expériences garantissent différentes propriétés :

— l'isovariance par rotation : le résultat n'est pas dépendant du rang des facteurs.

— une précision uniforme : le domaine interpolé présente une incertitude uniforme.

— l'orthogonalité : deux facteurs sont orthogonaux si à chaque niveau de l'un des facteurs correspondent tous les niveaux de l'autre.

Les plans d'expériences optimisés les plus courants sont les plans de Doehlert, Taguchi, Hadamard ou Box-Behnken [58, 59, 60, 61, 62]. Les résultats obtenus à l'aide de ces plans sont approchés par une surface de réponse d'ordre 2 dépendante des facteurs ($X1$, $X2$), équation (2.2.1).

$$y = a_0 + a_1 X_1 + a_2 X_2 + a_{11} X_1^2 + a_{22} X_2^2 + a_{12} X_1 X_2 \tag{2.2.1}$$

TABLE 2.2.1 – Vitesses d'indendation quasi-statiques et dynamique (ms^{-1}). Les vitesses $v1$ jusqu'à $v3$ correspondent aux vitesses d'indentation quasi-statiques et la vitesse $v4$ correspond à la vitesse d'indentation dynamique.

	v1	v2	v3	v4
QS	$1,6.10^{-5}$	$8,4.10^{-4}$	$1,6.10^{-3}$	
DYN				$2,5$

Plan de Doehlert

Les plans de Doelhert sont choisis dans cette étude pour les avantages suivants :

— Distribution uniforme des points expérimentaux permettant une interpolation des résultats avec une qualité constante grâce à un maillage uniforme du domaine étudié.

— Possibilité d'étendre la matrice dans le domaine expérimental en ajoutant un minimum d'essais.

— Possibilité d'ajouter des facteurs en cours d'étude.

Paramètres sélectionnés

Afin de balayer plusieurs décades de vitesses de chargement sur la machine de traction compression Zwick et de respecter une distribution uniforme des paramètres d'essais, les vitesses sélectionnées sont données dans le tableau (2.2.1).

Les profondeurs d'indentation sont choisies afin de ne pas perforer l'échantillon avec l'indenteur. Lorsque il y a perforation, l'indenteur se retrouve "encastré" dans l'échantillon. En effet le retour élastique de la structure vient appliquer un effort de serrage sur l'indenteur. Retirer ensuite l'indenteur endommage l'échantillon et ces endommagements ne seront pas différentiables de ceux induits par l'indentation. Afin d'éviter de perforer l'échantillon, une campagne d'indentation QS a été menée pour déterminer les différentes profondeurs d'indentation (6, 7, 8, 9 et 10 mm) à imposer lors de la campagne d'essais. A 6 mm d'indentation QS les premiers endommagements sont audibles et un blanchiment de la surface indentée est visible. A 10 mm d'indentation la plaque est perforée.

2.3 Article 2

Cette partie présente la campagne expérimentale d'essais d'indentation QS à différentes températures et l'effet de la température sur les caractéristiques mécaniques (force maximale supportée, raideur, énergie élastique, etc) de la plaque composite.

Temperature effect on the mechanical properties and damage mechanisms of a glass/thermoplastic laminate.

L.Cadieu[1], *J.B Kopp*[2],*J. Jumel*[1], *J. Bega*[2], *C. Froustey*[1]

[1]Université de Bordeaux, I2M, UMR CNRS 5295 F-33405, Talence France

[2]Arts et Métiers PartisTech, I2M, UMR CNRS 5295 F-33405, Talence France

Abstract

The aim of this study is to evaluate the temperature effect on the mechanical properties and the damage mechanisms of a Glass/Elium 150 laminate composite. Quasi-static indentation tests are lead at different temperatures to highlight the temperature dependency of different parameters of the samples (stiffness, maximum load, stored elastic energy, applied energy). The different damage mechanisms involved in the collapse of the composite are observed at a the macro-, meso- and microscopic scales using optical and scanning electron microscopy (SEM). The influence of the temperature on those damage mechanisms is discussed based on post-mortem observations. It has been highlighted that the kind and the severity of damages depends strongly on the temperature. Before $20\,^{\circ}C$ fiber breakage, strand failure, intra- and inter-laminar crack propagation are identified. At $60\,^{\circ}C$, plastic flow of the polymer matrix is observed. This modifies the micro-crack propagation at the fiber/matrix interface. Above $90\,^{\circ}C$ only intra-laminar micro-cracking occurs. Based on all these observations a kinetic of damage appearance is finally discussed.

Keywords: Indentation, Temperature, Fractography, Composite, Laminate, Thermoplastic.

1 Introduction

Technical thermoplastic polymers are more and more developed as an alternative to non-recyclable thermosetting polymers. They are used as a matrix for composite materials mainly in the automobile [1, 2, 3] and energy [4] fields. Due to loading conditions such as dropped tools during assembly and maintenance, low velocity impact (LVI) or indentation are one of the major solicitations encountered by the composite throughout their service life. This kind of solicitation is known to induce severe damages in composites such as matrix cracking, fiber/matrix debonding, delamination, inter-laminar failure and fiber breakage [5, 6, 7, 8]. These are known to be the most common damage mechanisms which could be responsible of the collapse of composite structures. The severity of the damages induced by this solicitation is directly linked to the impact energy as

explained in [9]. Indeed as the impact energy increases the damaged area widens and the damage mechanisms become more critical for the structure [10].

Composite materials based on polymeric matrix are known to have mechanical properties strongly dependent of the temperature and the strain rate [11, 12, 13, 14, 10]. Most studies have dealt with the temperature effect on the mechanical properties of the polymer matrix (ref) or the composite under uniaxial quasi-static solicitations [15, 16], cyclic loadings [17, 18], indentation / LVI [19] and for fracture tests [20]. The mechanical behavior of composite materials have been widely studied under LVI loadings thanks to experimental approaches [12, 21, 22, 23, 24] or numerical investigations [25, 26]. These studies have mainly been lead on thermosetting polymers [27, 28, 29, 30, 31, 32, 33, 34] and few on thermoplastics. Studies of the influence of the temperature on the mechanical properties of thermoplastic polymer based composites under indentation / LVI are mainly lead on high performance polymers such as PEEK (polyether ether ketone), PEN (poly(ethylene 2,6-naphthalate)) or PPS (polyphenylene sulfide) [35, 36, 37]. Fewer have studied less costly thermoplastic polymer based composites like PP (Polypropylene) or PMMA (Poly(methyl methacrylate)) [38, 39]. For thermosetting polymer based composites the influence of the temperature on their mechanical properties under indentation / LVI is generally studied at either low [29, 31, 34] or high temperatures [27, 30] but generally lower than the glass transition temperature T_g. As expected for polymeric materials, it has been highlighted that the macroscopic structural parameters of the composite (maximum load, stiffness, absorbed energy...) are significantly dependent on the temperature.

Throughout these studies on the temperature effects, the damaged area is commonly evaluated as a 2D projection on either the top or bottom surface of the sample. Through the thickness damage is mostly observed using optical microscopy to identify damage mechanisms at the macro-scale. Ibekwe et al. have shown that the damage in the sample increases with decreasing temperature [31] for thermosetting epoxy based composites. This has also been observed by Karasek et al. who concluded that the energy required to initiate damage under LVI decreases with temperature [40].

This paper aims to study the temperature effect on mechanical properties of a Glass/Elium150 laminated composite and its damage mechanisms. Indentation tests at different temperatures ranging from $-20\,°C$ to $150\,°C$ are lead. The effect of the temperature on macroscopic structural parameters (the maximum load, stiffness and the applied and returned elastic energies) of the composite is described. Multi-scale post-mortem observations of the sectioned composite are made with an optical and scanning electron microscope to access damage and fracture mechanisms as a function of the temperatures. The appearance and severity of damage is finally discussed as a function of the temperature.

2 Experimental setup and Methods

2.1 Material

The studied material are laminate samples manufactured by ARKEMA. They are composed of a polymethylmethacrylate (PMMA-ELIUM 150) resin reinforced with long woven bidirectional glass fibers (Chomarat G-wave $600 g.m^{-2}$). The glass fibers are coated with a SE474023B coating creating covalent bonds between the matrix and the fibers. The load transfer between the matrix and the reinforcement is therefore optimized and deteriorates for temperatures of $350°C$ and above. The matrix has a tensile strength of $76\,MPa$, a tensile modulus of $E = 3,300\,MPa$ and a tensile strain $\varepsilon_m = 6\,\%$. Samples are infused under room temperature conditions and at atmospheric pressure

($500\,mbar$) and are provided as $100 \times 100\,mm^2$ plate specimens. The samples were manufactured in order to achieve a fiber volume ratio of 55 %. Four plies of woven glass fibers are stacked and result in a thickness of $2\,mm$. All experiments have been lead on the same batch of samples. With this matrix and the short test time (less than 20 seconds) no creep behavior is considered.

2.2 Experimental set-up

Indentation tests have been conducted on a universal electromechanical tensile / compression testing machine (Zwick Roell Z250). The cross head displacement and the load are measured during the tests via the crosshead travel encoder (maximal error of $\pm 0.05\,\%$ on the displacement and $\pm 0.08\,\%$ on the crosshead velocity) of the testing machine and a piezoelectric Kistler load sensor of $10\,kN \pm 0.25\,\%$. The data are recorded at a sampling rate of $100\,Hz$.

The square samples are constrained between two steel clamps that have a circular hole of $85\,mm$ in their center. The steel tip used has a $25\,mm$ diameter hemispherical head. These parameters are selected in order to respect the tip diameter to circular hole diameter ratio of 0.3 recommended in the ASTM D5628-96 test method [41].

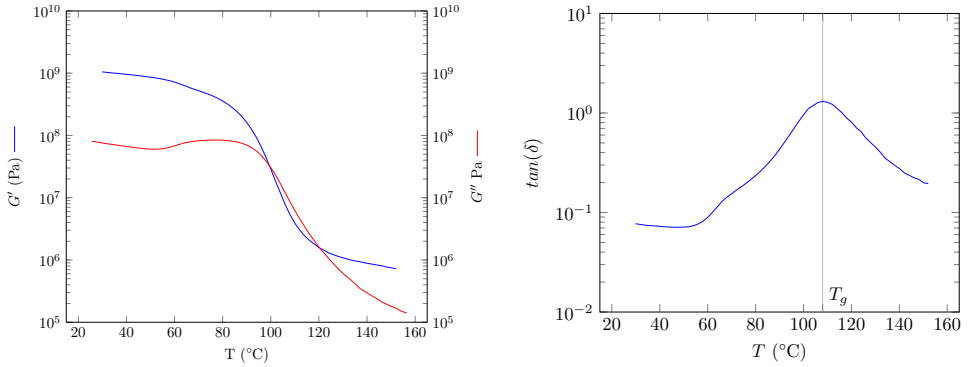
2.3 Damage Observations

The damaged area (DA) is the 2D projection of the internal damages on the top face. It is estimated using the transparency of the samples by placing a light beneath the samples [42]. The damages deviate and stop the light from going through the sample which makes the damaged area darker when looking from above. The damaged area is directly estimated and measured with the help of a Keyence vhx-1000 optical microscope. These observation only give a projected damaged area since it is known that the damage occurs through out the thickness and can have different profiles [28, 43].

A scanning electron microscope using back-scatter electrons (SEM-BSE) is also used to observe damage mechanisms that occur at different scales. The sample (i.e. the plate) is coated with a PMMA to avoid further damaging the material when accessing the center of the DA ([10]). The coating is not degassed leading to coating bubbles and will be identified in the different observations. The coated sample is then cut using a vertical cut-off saw close to the center of the indentation area perpendicularly to the indented surface. The samples are then polished using sand papers ranging from a P800 to P4000. The observed surface is finally coated with a thin layer of gold (few nm) making it a conducting surface and observable with the SEM.

2.4 DMA

The evolution of the conservative and loss modulus of the material as well as the glass transition temperature of the samples are studied through dynamical mechanical analysis tests (D.M.A.). Torsion tests were lead on rectangular samples of bulk polymer. The experiments are lead between room temperature ($20\,^\circ C$) and $160\,^\circ C$ at a frequency of $1 Hz$ and oscillation amplitude of 0.1 radian. The conservation modulus (G'), the loss modulus (G'') and the loss factor $\tan(\delta) = G''/G'$ as a function of temperature are plotted in Fig. 1. Both modulus drop significantly as the temperature increases (see Fig. 1a) as one could expect for such material. The main loss occurs at temperatures between 80 and $120\,^\circ C$. This is due to the glass transition temperature (T_g) being approximately $115\,^\circ C$ as can be seen in Fig. 1b.



(a) Evolution of the conservative modulus G' and the loss modulus G'' as a function of temperature.

(b) Glass transition temperature observed using the tan(δ) as a function of temperature.

Fig. 1: Results of the DMA tests.

2.5 Testing parameters

Preliminary tests are lead, at room temperature, to determine the indentation depth of the campaign. fiber breakage can be heard when the sample is indented past an indentation depth of $4\,mm$ which induced the first load drop on the load-displacement curves. The sample is penetrated at a depth of $10\,mm$. For this study an indentation depth of $8\,mm$ is therefore selected. The quasi-static indentation loading speed is set at $8.4 \times 10^{-4}\,m.s^{-1}$. This loading speed was selected because it was shown to have no influence on the damage mechanisms below $0.5\,ms^{-1}$[10].

The different temperatures at which the samples are tested are -20, 0, 20, 40, 60, 90, 120 and $150\,°C$. With this range of temperatures the material is studied between his glassy state (approximately between -20 and $60\,°C$) and his rubbery state (above $120\,°C$) including the transition regime (between 60 and $120\,°C$). Liquid nitrogen was used to cool the samples and the experiment enclosure or the -20 and $0\,°C$ tests. To reach the testing set temperature the samples were left in the enclosure for 30 minutes before the beginning of the experiment.

3 Results and discussions

The maximum contact force (F_{max}), the stiffness (K), the damaged area (DA), the applied energy (or maximum energy) (E_{app}), the elastic energy (E_{ela}), the dissipated energy (E_{diss}) and the damage initiation depth (D_{ini}) were estimated for each sample. The stiffness is calculated between the end of the foot-slope and the first load drop. The elastic energy is the stored energy in the sample that is returned to the indenter during the unloading as explained in [10].

The tests have a good reproducibility as can be seen in Fig. 2. The results of the room temperature indentations, seen in Fig. 2a, have a standard deviation of 6 % on F_{max}, 5 % on K, 6 % on E_{app}, 4 % on E_{ela}, 6% on the DA and 6% on D_{ini}. At $40\,°C$ these standard deviations are about 6 %, 3 %, 5 %, 9 %, 10% and 10% respectively. Authors assume that these standard deviations are acceptable. Therefore each test condition has been replicated three or four times and the data are

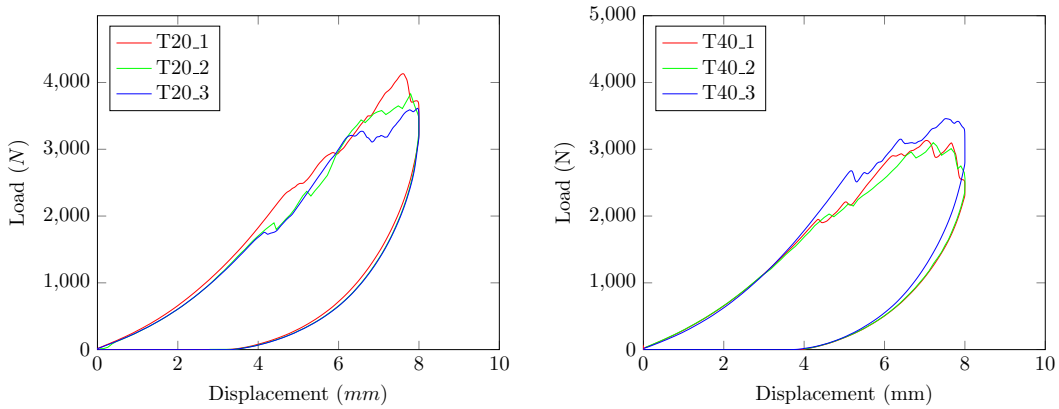
given Tab. 1. The samples are identified by the temperature at which they were indented. For example T-20_1 is the first sample tested at $-20\,°C$. The mean values for each test condition with standard deviation are given in Tab. 2. The damage mechanisms are observed post-mortem in some samples and the influence of the temperature on appearance and severity of the damage mechanisms will be discussed at different analysis scales (macro-, meso- and micro-scales).

Sample ID	$F_{max}(N)$	$K(N.mm^{-1})$	$E_{app}(J)$	$E_{ela}(J)$	DA(mm^2)	D_{ini}	E_{ela}/E_{app}
T-20_1	4576	787	17.9	4.71	246	4.65	0.26
T-20_2	3991	737	16.2	3.71	228	4.6	0.23
T-20_3	4261	766	16.3	3.60	234	4.6	0.22
T-20_4	4311	783	17.8	4.64	252	4.7	0.26
T0_1	4322	667	16.4	4.84	218	4.65	0.29
T0_2	4440	683	16.6	4.52	192	4.6	0.27
T0_3	4032	640	16.2	4.50	258	4.75	0.28
T20_1	4131	619	15.5	3.81	152	4.65	0.25
T20_2	3830	584	15	3.79	147	4.75	0.25
T20_3	3613	569	13.8	3.61	156	4.55	0.26
T20_4	3721	557	14.3	3.52	135	4.65	0.24
T40_1	3132	565	13.2	2.67	97	4.35	0.21
T40_2	3087	559	14	2.73	111	4.2	0.19
T40_3	3458	537	14.5	3.22	103	4.45	0.22
T40_4	3466	545	13.4	3.10	121	4.35	0.23
T60_1	3429	476	12.7	2.81	85	6.35	0.22
T60_2	3133	461	13	2.49	64	6.3	0.19
T60_3	3099	449	12.8	2.23	81	6.45	0.17
T60_4	2987	455	13.2	2.01	76	6.35	0.15
T90_1	1881	224	6.5	2.02	19.8	/	0.31
T90_2	1888	212	6.1	1.89	18.6	/	0.31
T90_3	1973	201	6.3	1.98	16.3	/	0.32
T90_4	1803	204	6	1.80	17.8	/	0.30
T120_1	974	102	3.1	0.71	4.2	/	0.23
T120_2	800	95	2.9	0.45	4.8	/	0.16
T120_3	743	79	2.8	0.62	6	/	0.22
T120_4	658	67	2.2	0.42	5.6	/	0.18
T150_1	403	42	1.3	0.20	0	/	0.15
T150_2	396	34.9	1	0.28	0	/	0.28
T150_3	301	28.5	1.1	0.25	0	/	0.23

Tab. 1: Data measured for each sample.

$T°C$	$F_{max}(N)$	$K(N.mm^{-1})$	$E_{app}(J)$	$E_{ela}(J)$	DA(mm^2)	D_{ini}	E_{ela}/E_{app}
-20	4285 ± 239	768 ± 23	17 ± 1	4.17 ± 0.59	240 ± 11	4.64 ± 0.05	0.24 ± 0.02
0	4264 ± 209	663 ± 21	16.4 ± 0.2	4.62 ± 0.19	222 ± 33	4.67 ± 0.07	0.28 ± 0.01
20	3823 ± 223	582 ± 27	14.7 ± 0.8	3.69 ± 0.15	148 ± 10	4.66 ± 0.06	0.25 ± 0.01
40	3285 ± 204	551 ± 13	13.8 ± 0.6	2.93 ± 0.27	108 ± 11	4.34 ± 0.10	0.21 ± 0.02
60	3162 ± 188	460 ± 12	12.9 ± 0.2	2.39 ± 0.34	76 ± 10	6.36 ± 0.06	0.18 ± 0.03
90	1886 ± 69	210 ± 10	6.2 ± 0.2	1.92 ± 0.10	18.1 ± 1.5	/	0.31 ± 0.01
120	793 ± 133	85.7 ± 15.5	2.8 ± 0.4	0.55 ± 0.14	5.1 ± 0.8	/	0.20 ± 0.03
150	366 ± 57	35.1 ± 6.8	1.1 ± 0.2	0.24 ± 0.04	0	/	0.22 ± 0.06

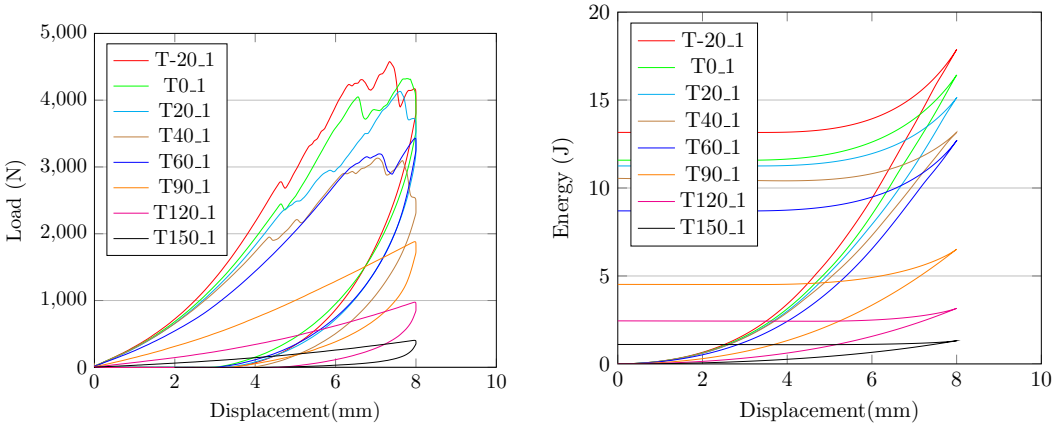
Tab. 2: Mean values of the indentation tests at different temperatures.



(a) Reproducibility of the indentation tests at room temperature.

(b) Reproducibility of the indentation tests at $40°C$

Fig. 2: Validation of the reproducibility of the results at both room temperature and $40°C$.



(a) Load-displacement curves.

(b) Energy-displacement curves.

Fig. 3: Load-displacement and energy-displacement curves for each temperature.

3.1 Effect of temperature on the mechanical properties of the sample.

The load-displacement and energy-displacement curves are plotted in Fig. 3. The energy-displacement curves are obtained by integrating the load-displacement curves. For clarity only one curve per temperature has been plotted since the experiments have been considered reproducible. It is well known that load drops are linked to damage mechanisms such as fiber breakage and delamination that usually initiate on inherent defects. As expected for these materials, F_{max} and E_{app} decrease with temperature (see Fig. 3a and 3b). E_{app} slightly decreases regularly between -20 and $60\,°C$ then decreases rapidly for temperatures above $60°C$. The damage initiation depth was plotted as a function of temperature in Fig. 4. D_{ini} is measured at $4.65\,mm$ between -20 and $20\,°C$, $4.35\,mm$ at $40°C$ and at $60\,°C$ D_{ini} increases to $6.35\,mm$. For temperatures higher than $90\,°C$ no load drops have been measured (see in Fig. 3a). The sharp decrease in E_{app} between $60°C$ and $90°C$ with the increase in D_{ini} at $60°C$ seem to show a transition from brittle to ductile behavior of the material at $60°C$.

F_{max} and K are inversely proportional to the temperature as seen in Fig.5. When taking the room temperature of $20\,°C$ data values as reference, F_{max} increases by $11\,\%$ at $-20\,°C$ and drops by $91\,\%$ at $150\,°C$ as shown in Fig. 5a. This result is directly linked to the stiffness K of the sample. Indeed as the temperature increases the polymer becomes softer and its stiffness decreases as illustrated in Fig. 5b. K increases by $32\,\%$ at $-20\,°C$ and drops by $94\,\%$ at $150\,°C$. At lower temperature the matrix is known to be more brittle. The crack initiation and propagation are therefore more sensitive to the intrinsic and extrinsic defects. That is why the standard deviation is higher at lower temperatures.

The applied energy E_{app} decreases as the temperature increases (see in Fig. 6a). At $20°C$ E_{app} is measured at $14.7 \pm 0.8\,J$. At $-20°C$ this value increases by 16% to $17.1 \pm 1\,J$. At $150\,°C$ E_{app} has a value of $1.1 \pm 0.2\,J$ which is $93\,\%$ less than at room temperature. A first linear decrease can be seen between -20 and $60\,°C$ with a slope of $-0.05\,J/°C$ obtained using the mean square method. Between 60 and $120\,°C$ the slope decreases significantly ($-0.17\,J/°C$). These different

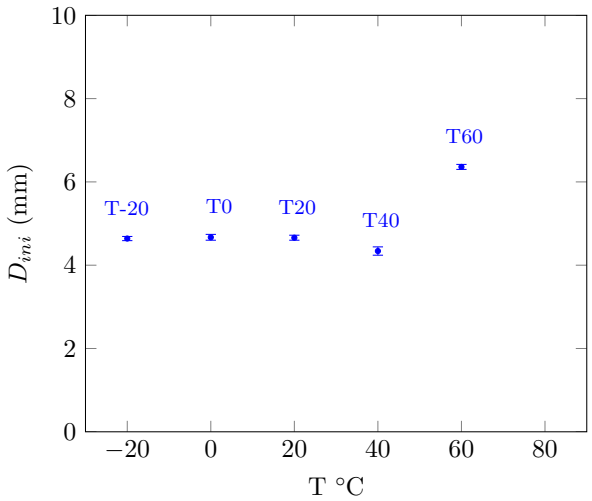
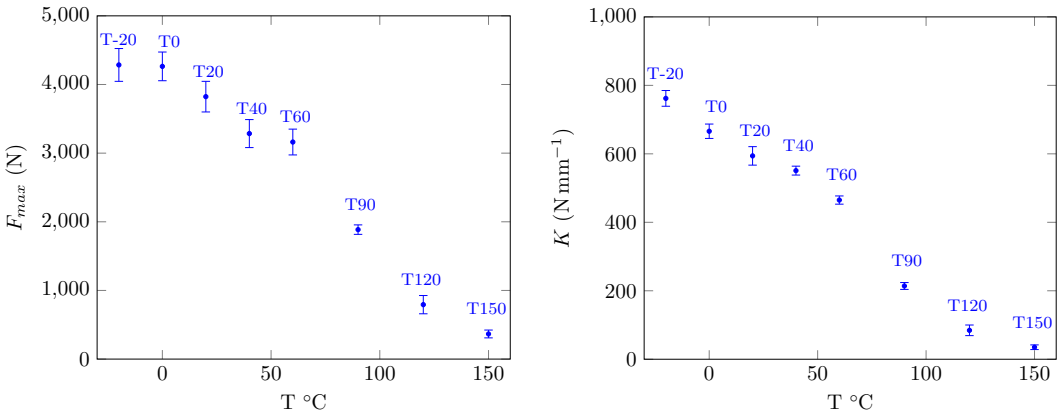


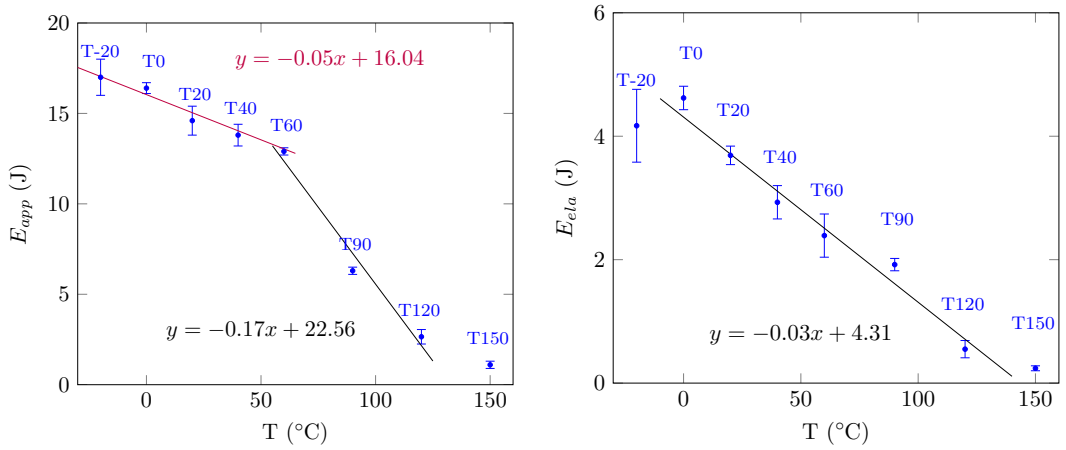
Fig. 4: Damage initiation depth as a function of temperature.



(a) Mean maximum load F_{max} vs temperature.

(b) Mean stiffness K vs temperature.

Fig. 5: Evolution of the mean maximum load F_{max} and stiffness K as a function of the temperature.



(a) Mean applied energy E_{app} vs temperature.

(b) Mean returned elastic energy E_{ela} vs temperature.

Fig. 6: Evolution of the mean applied and elastic energies as a function of the temperature.

regimes seem to be correlated to the evolution of the conservation modulus of the polymer (see in Fig. 1a). This also correlates with the brittle to ductile behavior of the material at $60°C$.

The evolution of E_{ela} as a function of the temperature is plotted in Fig. 6b. As expected the bigger the temperature the lower the elastic energy. At room temperature the sample returns $3.68 \pm 0.15\,J$ whereas at $150\,°C$ the returned elastic energy is of $0.24 \pm 0,04\,J$. It is a decrease of 93 % comparatively to room temperature. The decrease seems to be quasi linear between 0 and $150\,°C$ ($-0.03\,J/°C$). The measured value of E_{ela} at $-20°C$ is lower than at $0°C$ because broken fibers seem to impair the elastic return of the structure (see in in Fig. 8a).

3.2 Multi-scale analyses of the temperature effect on the damage mechanisms

The studied DA is observed under an optical microscope and the damage mechanisms are observed under a SEM using backscatter electrons. Macroscopic, mesoscopic and microscopic views of a slice of samples at each temperature are studied. The studied samples are T-20_1, T20_1, T60_1, T90_1 and T150_1.

3.2.1 2D macroscopic optical analyses

The DA measured is inversely proportional to the temperature (see Fig. 7). The DA measured at $20\,°C$ is equal to $148 \pm 10\,mm^2$ whereas it is only $240 \pm 11\,mm^2$at $-20°C$ which is a 63 % increase. The measured DA at $120\,°C$ decreases by 96 % to a value of $5.15 \pm 0.80\,mm^2$. At $150\,°C$ no DA can be measured at this scale using the transparency method. The evolution of the DA as a function of the temperature is quasi linear. A first regime (R1) can be seen between -20 and $60\,°C$ with a slope of $-2.21\,mm^2/°C$ and a second regime (R2) between 90 and $150\,°C$ with a slope of $0.30\,mm^2/°C$. The transition between R1 and R2 also correlates with the brittle to ductile

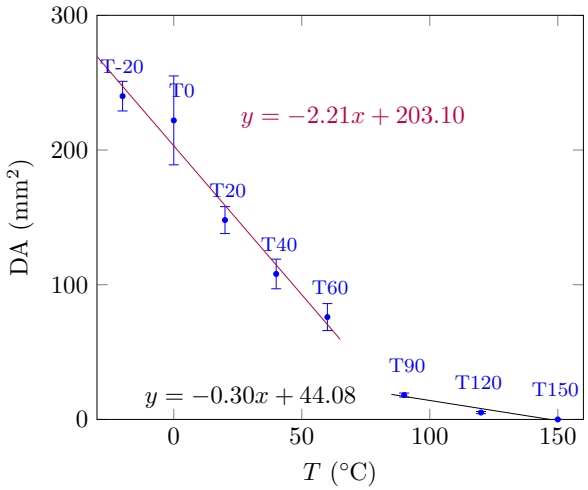


Fig. 7: Mean DA vs temperature.

transition of the material. The absolute value of the measured slope below T_g is 7 times bigger than the measured slope above T_g. Moreover the standard deviation seems to be bigger in R1 than in R2. These observations are directly linked with the damage mechanisms observed with the SEM.

3.2.2 Scanning electron microscopy analyses

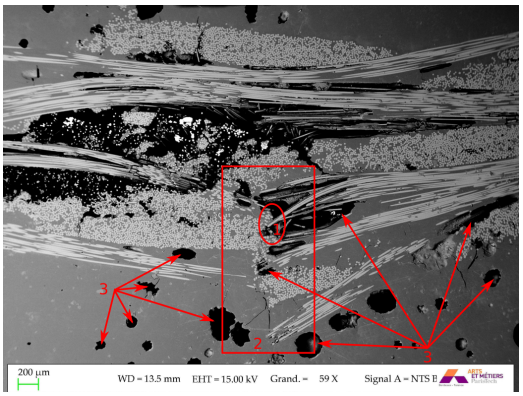
Post-mortem SEM observations are done on a slice of the sample under the indentation point. At the macroscopic scale the indenter is placed directly in the center at the top of the figure. All 4 bi-directional plies of the composite can be seen at this scale. The coating PMMA is responsible of several air bubbles which can be observed at the top and bottom of the macroscale images. These air bubbles are identified by the item number 3 as can be seen in Fig. 8a and 9. Authors assume that the coating PMMA does not alter the damage mechanisms induced by the indentation.

At $-20°C$ damage mechanisms are numerous (see in Fig. 8a). Ply and strand failure (rectangle area 2 in Fig. 8a), fiber breakage, inter- and intra-laminar crack propagation, fiber / matrix debonding are principally observed. One can observe fiber / matrix debonding at the mesoscale (see in Fig. 8b). The debonding seems to follow the fiber / matrix interface. Post-mortem fiber imprints in the matrix shows that the plastic strain of the matrix is limited at this temperature.

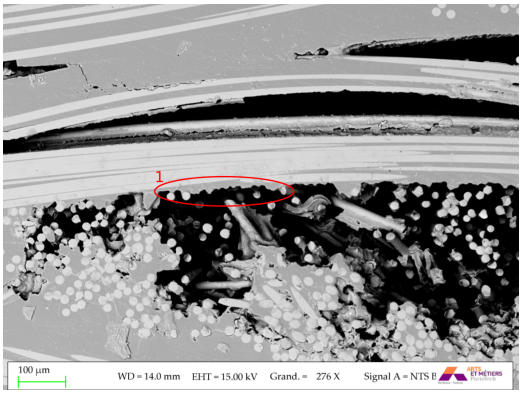
Damage mechanisms observed at $20\,°C$ in Fig. 9 seem to be comparable to those described at $-20\,°C$. Ply and strand failure can be seen and intra-laminar crack propagation is highlighted in the top left zoomed area. fiber / matrix debonding is oberved in the top right zoomed area.

At $60\,°C$ some damage mechanisms identified at lower temperatures are not observed such as ply and strand failure (see Fig. 10). However an important plastic strain of the matrix at the mesoscale is highlighted in the top left corner. It is well known that an increase of the temperature induces an increase of the visco-plastic behavior of the matrix which is responsible of that residual plastic strain. This increase in ductility explains why D_{ini} is higher at $60°C$.

At $90\,°C$ ply and strand failure, fiber breakage and delamination are not observed (see in Fig. 11a). Only a single porosity can be identified at the macroscale (see in zoomed area at the top



(a) Macro-scale SEM-BSE observation of the damage mechanisms at $-20\,°C$.



(b) Mesoscale SEM-BSE observation of the damage mechanisms at $-20\,°C$.

Fig. 8: Macro- meso- scale SEM-BSE observation of the damage mechanisms at $-20\,°C$.

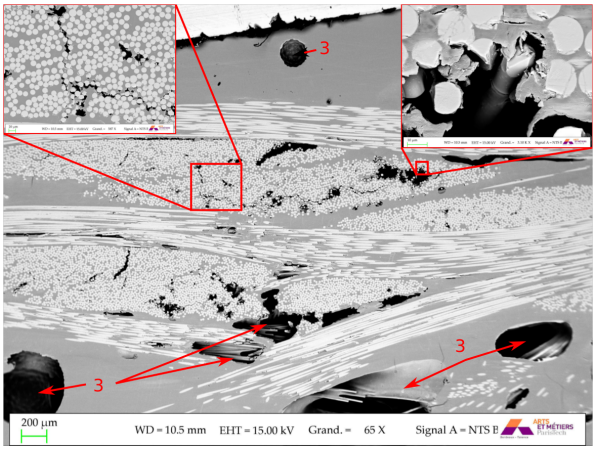


Fig. 9: Macro-meso SEM observations at $20\,°C$.

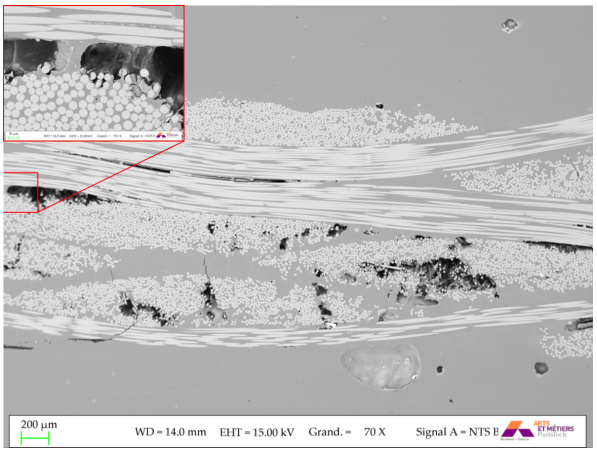


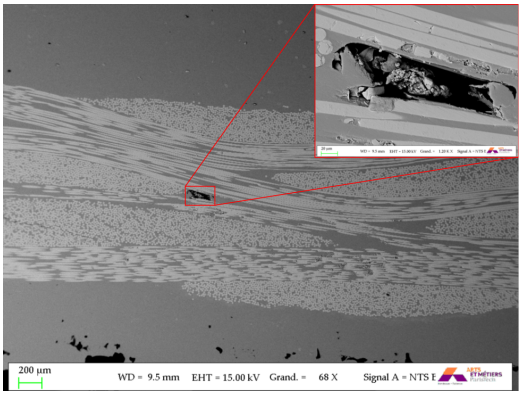
Fig. 10: Macro-meso SEM-BSE observations at $60\,°C$.

right corner in Fig. 11a). At the mesoscale between two strands oriented in the same direction an intra-laminar crack propagation can be observed (see in Fig. 11b).

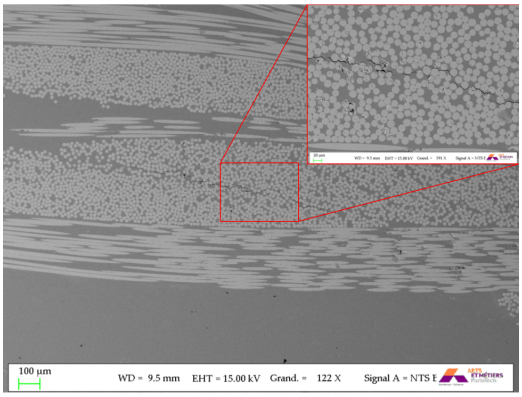
At $150\,°C$ a single damage mechanism can be observed at macro- and meso- scales between two strands oriented in the same direction (see in Fig. 12a). Identically to $90\,°C$ ply and strand failure, fiber breakage and delamination are not observed. At micro scale a "chaotic" damaged area is highlighted inside a ply. Transversal fiber breakage and matrix multi- cracking induce a thick intra-laminar "damage" path of approximately $20\,\mu m$ (see in Fig. 12b). It seems that at this temperature the polymer is highly viscous. Its large deformation under indentation solicitation induces fiber contacts. The sample is sheared causing oriented micro-cracks at $\pm 45°$ in a matrix rich area as can be seen in Fig. 13. Purslow et al. [44], and other authors [45, 46], explain that if a band of material is subjected to shear stress then failure will initiate as a series of micro-tensile fractures in the shear band. With increasing shear stress the number of tensile cracks increase and will individually propagate until they reach the limits of the shear band. These cracks curve over as they reach the limit of the shear band. This is very similar as to what can be observed in the top right corner of Fig. 13. The fibers being in contact with each other coupled with the shear and the matrix not playing its role most likely causes the fibers to rub together. This seems to be the reason behind this chaotic "damage" path.

Micro cracking inside a ply has been observed whatever the studied temperature. It seems that the fiber / matrix debonding is predominant along the micro-crack path. But as a function of the temperature the fracture mechanisms are quite different. At $-20\,°C$ the interface seems to be brittle. A cohesive fracture behavior is highlighted in Fig. 14a. At $60\,°C$ the polymer is more ductile than at $-20\,°C$. The crack seems to propagate favorably in the matrix. After crack propagation fibers can be seen to be coated with matrix (see in Fig. 14b). This could be explained by the ductile-to-brittle transition studied in [47]. When exposing the thermoplastic to higher temperatures the motions of the chains are not restricted anymore. This results in a sudden increase in ductility.

As the temperature rises, the necessary energy to indent the sample at a depth of $8\,mm$ decreases. Therefore less energy is available in the sample thus limiting either the initiation or the propagation of damage mechanisms. This is confirmed by the decreasing values of the DA as the

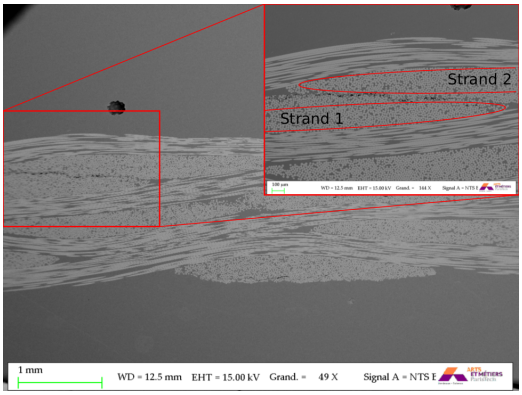


(a) Macro-meso scale observations.

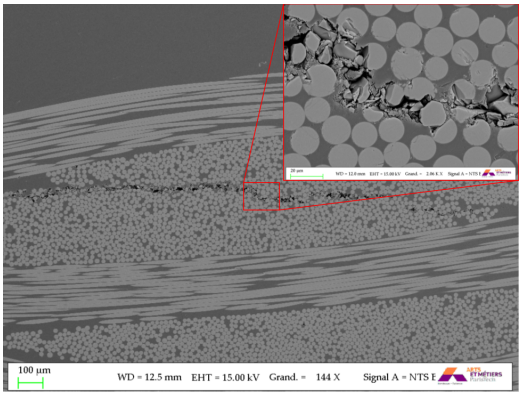


(b) Meso-micro SEM observations at $90\,°C$ of the micro-crack between two strands oriented in the same direction.

Fig. 11: Macro-meso and meso-micro SEM-BSE observations at $90\,°C$.



(a) Macro-meso SEM observations at $150\,°C$.



(b) Meso-micro SEM observation of the damage between two strands oriented in the same direction.

Fig. 12: Macro-meso and meso-micro SEM-BSE observations at $150\,°C$.

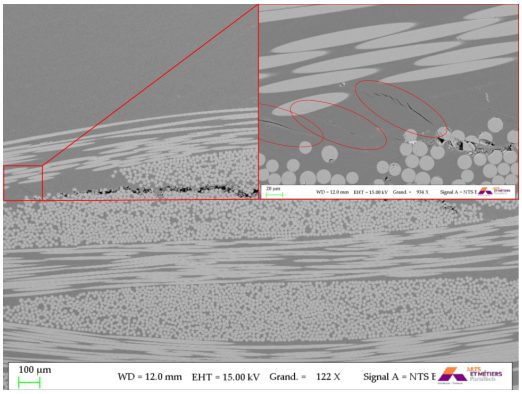
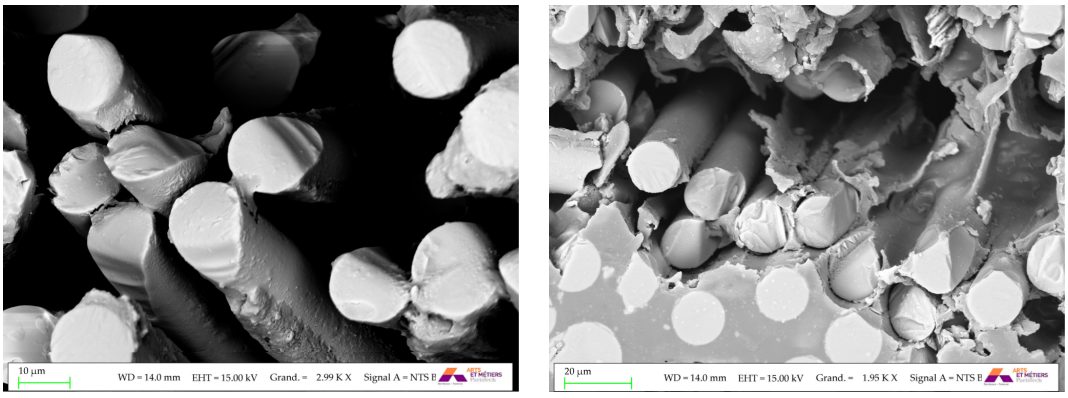


Fig. 13: Meso-micro SEM observation of the shear induced damages at $150\,°C$.



(a) Fiber matrix interface at $-20\,°C$.

(b) Fiber matrix interface at $60\,°C$.

Fig. 14: SEM-BSE observations of the fiber / matrix interface at both $-20\,°C$ and $60\,°C$.

temperature increases and the different SEM observations. As the applied energy decreases the damage mechanisms change. The ones that consume the most energy stop occurring first as the temperature rises. At $60\,°C$ strand failure stops occurring and the applied energy is of $12.9 \pm 0.2\,J$. At $90\,°C$ the applied energy is of $6.2 \pm 0.2\,J$ and neither stand failure nor fiber breakage occurs. Only intra-laminar cracking has been observed at temperatures of $90\,°C$ and above. This can be explained by the low energy consumption of the creation of small fracture surfaces. One could think that micro-cracking of the matrix around the fiber / matrix interface is the first damage to occur under indentation loadings. It is the only damage mechanism observed at all temperatures and all applied energy levels. As the applied energy increases intra-laminar cracking can be seen before fiber breakage and ultimately delamination, strand failure and ply failure.

One can notice that at $90\,°C$ and $150\,°C$ the measured DA and the SEM observations do not seem to correlate. The transparency method is not adapted to evaluate microscale damage mechanisms since the micro-cracks and transverse fiber failure at $150\,°C$ were not seen. It confirms that 3D analyses (as C-scan inspection and RX analyses) are necessary to estimate a damaged volume and in situ analyses to possibly describe the appearance order of the damage mechanisms [10].

4 Conclusion

This study aims to evaluate the mechanical response of thermoplastic composite plates under different temperature indentation. As expected for polymeric materials the dependency of their parameters is observed at the macroscopic scale. As generally observed, the higher the temperature, the lower the structural parameters such as F_{max}, K, E_{app} and E_{ela}. A transition from brittle to ductile behavior of the material seems to occur at $60°C$. The maximum sustained load dropped by 91 % when the temperature increase from 20 to $150\,°C$. The necessary energy, or applied energy, to indent the sample decreased from $17.1 \pm 1\,J$ to $1.1 \pm 0.2\,J$ from 20 to $150\,°C$. It has been highlighted that the temperature also influences the damage mechanisms. The DA decreases with increasing temperature. It was noticed that micro-scale damages can be missed using the transparency method. SEM observations captured damages in the sample indented at $150\,°C$ when no DA was measured under optical microscopy. Damage mechanisms can be observed at a much lower scale using SEM but not their extent. For that 3D analyses are recommended.

One can conclude that :

1. The macroscopic parameters of the structure are strongly temperature dependent. As the temperature rises, F_{max}, K, E_{app}, E_{ela} and the DA decrease.

2. As the temperature increases the damage mechanisms occurring in the samples are modified. The most energy consuming damage mechanisms stop occurring first. Only intra-laminar micro-cracking occurs for temperatures of $90\,°C$ and above. At $150\,°C$ areas between two strands oriented in the same direction have multiple fiber to fiber contacts. A chaotic thick damaged zone with transverse fiber breakage and multi-micro crack propagation is observed. It looks like a shear band. This could probably explain the transverse fiber breakage in these areas.

3. At room temperature and below the kind of damage mechanisms are observed to be similar. The difference seems to lie in the severity of those damage mechanisms. If one considers the time-temperature equivalence in polymer, indenting at low temperatures is close to indenting at a higher speed. Same results were observed when applying bigger strain rates to identical structure at room temperature [10].

4. As expected the visco-elasto-plastic behavior of the polymer matrix depends strongly on the temperature. At $60\,°C$, plastic flow of the polymer matrix is observed due to an increase of the matrix ductility. This modifies the micro-crack propagation at the fiber/matrix interface. At temperatures lower than $60\,°C$ a cohesive fracture of the fiber / matrix interface is identified. Smooth fracture surfaces are observed. For temperatures higher than $60\,°C$ the crack seems to initiate in the matrix after it was plastically deformed by the loading.

As a perspective of this work it would be interesting to study the effect of the temperature on the mechanical behavior of composites with various fiber architectures and fiber volume ratios. The implementation of experimental data in a numerical model could finally help to improve the design of the structure. Moreover micromechanics based models could probably help to explain the failure in composites and especially the damage kinetics which is difficult to experimentally capture.

5 Acknowledgement

The authors gratefully acknowledge ARKEMA for providing the samples and especially P. Gerard for the meaningful scientific discussions.

6 Bibliography

References

[1] H. Rolland, N. Saintier, and G. Robert. Damage mechanisms in short glass fibre reinforced thermoplastic during in situ microtomography tensile tests. *Composites Part B: Engineering*, 90:365–377, 2016.

[2] H. Rolland, N. Saintier, P. Wilson, J. Merzeau, and G. Robert. In situ x-ray tomography investigation on damage mechanisms in short glass fibre reinforced thermoplastics: Effects of fibre orientation and relative humidity. *Composites Part B: Engineering*, 109:170 – 186, 2017.

[3] I. Raphael, N. Saintier, H. Rolland, G. Robert, and L. Laiarinandrasana. A mixed strain rate and energy based fatigue criterion for short fiber reinforced thermoplastics. 127:131–143, 2019.

[4] Eileen Boissin. *Etude de l'endommagement et de la tenue en fatigue d'un matériau composite à matrice acrylique et fibres de verre*. PhD thesis, 2019.

[5] Elias Abi Abdallah, Christophe Bouvet, Samuel Rivallant, Bernhard Broll, and Jean-jacques Barrau. Experimental analysis of damage creation and permanent indentation on highly oriented plates. *Composites Science and Technology*, 69(7-8):1238–1245, 2009.

[6] N Hongkarnjanakul, C Bouvet, and S Rivallant. Validation of low velocity impact modelling on different stacking sequences of CFRP laminates and influence of fibre failure. *Composite Structures*, 106:549–559, 2013.

[7] Mehmet Bulut, Ahmet Erklig, and Eyup Yeter. Hybridization effects on quasi-static penetration resistance in fiber reinforced hybrid composite laminates. *Composites Part B*, 2016.

[8] L Sorrentino, F Sarasini, J Tirillò, F Touchard, D Mellier, and P Russo. Damage tolerance assessment of the interface strength gradation in thermoplastic composites. *Composites Part B*, 2017.

[9] G. Caprino, I. Crivelli Visconti, and A. Di Ilio. Composite Materials Response Under Low-Velocity Impact. *Composite Structures*, 2:261–271, 1984.

[10] L. Cadieu, J.B. Kopp, J. Jumel, J. Bega, and C. Froustey. Strain rate effect on the mechanical properties of a glass fibre reinforced acrylic matrix laminate. an experimental approach. *Composite Structures*, 223:110952, 2019.

[11] L. Monnerie J.L. Halary, F. Laupretre. *Mécanique des matériaux polymères*. Belin, 2008.

[12] G.C. Jacob, J.M. Starbuck, J.F. Fellers, S. Simunovic, and R.G. Boeman. Strain rate effects on the mechanical properties of polymer composite materials. *Journal of Applied Polymer Science*, 94(1):296–301, 2004.

[13] Azman Hassan and Barry Haworth. Impact properties of acrylate rubber-modified PVC: Influence of temperature. *Journal of Materials Processing Technology*, 172(3):341–345, 2006.

[14] H. Zabala, L. Aretxabaleta, G. Castillo, and J. Aurrekoetxea. Loading rate dependency on mode I interlaminar fracture toughness of unidirectional and woven carbon fibre epoxy composites. *Composite Structures*, 121:75–82, 2015.

[15] J. Richeton, S. Ahzi, K.S. Vecchio, F.C. Jiang, and R.R. Adharapurapu. Influence of temperature and strain rate on the mechanical behavior of three amorphous polymers: Characterization and modeling of the compressive yield stress. *International Journal of Solids and Structures*, 43(7-8):2318–2335, 2006.

[16] William Albouy, B. Vieille, and L Taleb. Composites : Part A Experimental and numerical investigations on the time-dependent behavior of woven-ply PPS thermoplastic laminates at temperatures higher than glass transition temperature. *Composites Part A*, 49:165–178, 2013.

[17] B. Vieille, Jérémie Aucher, and Lakhdar Taleb. Influence of temperature on the behavior of carbon fiber fabrics reinforced PPS laminates. *Materials Science and Engineering: A*, 517(1-2):51–60, 2009.

[18] B. Vieille and L. Taleb. About the influence of temperature and matrix ductility on the behavior of carbon woven-ply PPS or epoxy laminates: Notched and unnotched laminates. *Composites Science and Technology*, 71(7):998–1007, 2011.

[19] J. Weng, W. Wen, and H. Zhang. Study on low-velocity impact and residual strength at high temperatures of composite laminates. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part G: Journal of Aerospace Engineering*, 223(3):1071–1088, 2019.

[20] Wenming Zhao. Mode I Delamination Fracture Characterization of Polymeric Composites under Elevated Temperature. *Mechanical And Aerospace Engineering - Dissertations*, Paper 59:228, 2011.

[21] B.P. Jang, C.T. Huang, C.Y. Hsieh, Kowbel W., and B.Z. Jang. Repeated impact failure of continuous fiber reinforced thermoplastic and thermoset composite. *Journal of Composite Materials*, 25:1171–1203, 1991.

[22] G. A. Bibo and P. J. Hogg. The role of reinforcement architecture on impact damage mechanisms and post-impact compression behaviour. *Journal of Materials Science*, 31(5):1115–1137, 1996.

[23] C. Atas and O. Sayman. An overall view on impact response of woven fabric composite plates. *Composite Structures*, 82(3):336 – 345, 2008.

[24] B Vieille, V M Casado, and C Bouvet. About the impact behavior of woven-ply carbon fiber-reinforced thermoplastic- and thermosetting-composites : A comparative study. *Composite Structures*, 101:9–21, 2013.

[25] G Kinvi-Dossou, R Matadi Boumbimba, N Bonfoh, Y Koutsawa, D Eccli, and P Gerard. A numerical homogenization of E-glass / acrylic woven composite laminates : Application to low velocity impact. *Composite Structures*, 200:540–554, 2018.

[26] Zakariya Boufaida, Julien Boisse, Stéphane André, and Laurent Farge. Mesoscopic strain field analysis in a woven composite using a spectral solver and 3D-DIC measurements. *Composite Structures*, 160:604–612, 2017.

[27] Yasunobu Hirai, Hiroyuki Hamada, and Jang-Kyo Kim. Impact response of woven glass-fabric composites-II. Effect of Temperature. *Composites Science and Technology*, 58(1):119–128, 1998.

[28] Tien-Wei Shyr and Yu-Hao Pan. Impact resistance and damage characteristics of composite laminates. *Composite Structures*, 62(2):193–203, 2003.

[29] T. Gómez-del Río, R. Zaera, E. Barbero, and C. Navarro. Damage in CFRPs due to low velocity impact at low temperature. *Composites Part B: Engineering*, 36(1):41–50, 2005.

[30] Amin Salehi-Khojin, Reza Bashirzadeh, Mohammad Mahinfalah, and Reza Nakhaei-Jazar. The role of temperature on impact properties of Kevlar/fiberglass composite laminates. *Composites Part B: Engineering*, 37:593–602, 2006.

[31] Samuel I. Ibekwe, Patrick F. Mensah, Guoqiang Li, Su Seng Pang, and Michael A. Stubblefield. Impact and post impact response of laminated beams at low temperatures. *Composite Structures*, 79(1):12–17, 2007.

[32] Mehmet Aktas, Ramazan Karakuzu, and Bulent Murat Icten. Impact Behavior of Glass/Epoxy Laminated Composite Plates at High Temperatures. *Journal of Composite Materials*, 44(19):2289–2300, 2010.

[33] R Boominathan, V Arumugam, C Santulli, A Adhithya Plato Sidharth, R Anand Sankar, and B T N Sridhar. Acoustic emission characterization of the temperature effect on falling weight impact damage in carbon/epoxy laminates. *Composites Part B*, 56:591–598, 2014.

[34] Bulent Murat Icten. Low temperature effect on single and repeated impact behavior of woven glass-epoxy composite plates. *Journal of Composite Materials*, 49(10):1171–1178, 2014.

[35] D. Garcia-Gonzales, M. Rodriguez-Milan, A. Rusinek, and A. Arias. Low temperature effect on impact energy absorption capability of PEEK composites. *Composite Structures*, 134:440–449, 2015.

[36] L. Sorrentino, D. de Vasconcellos, M. D'Auria, F. Sarasini, and J. Tirillò. Effect of temperature on static and low velocity impact properties of thermoplastic composites. *Composites Part B: Engineering*, 113:100–110, 2017.

[37] Yue Wang, Jipeng Zhang, Guodong Fang, Jiazhen Zhang, Zhengong Zhou, and Shiyu Wang. Influence of temperature on the impact behavior of woven-ply carbon fiber reinforced thermoplastic composites. *Composite Structures*, 185(October 2017):435–445, 2018.

[38] B Alcock, N O Cabrera, Z Wang, and T Peijs. The effect of temperature and strain rate on the impact performance of recyclable all-polypropylene composites. *Composite Part B: engineering*, 39:537–547, 2008.

[39] R Matadi Boumbimba, M Coulibaly, A Khabouchi, N Bonfoh, and P Gerard. Glass fibres reinforced acrylic thermoplastic resin-based tri-block copolymers composites: Low velocity impact response at various temperatures. *Composite Structures*, 2016.

[40] M. Karasek, L. Strait, M. Amateau, and J. Runt. Effect of temperature and moisture on the impact behavior of graphite/epoxy composites: Part ii-impact damage. *Journal of Composites, Technology and Research*, 17(1):11–16, 1995.

[41] *ASTM D 5628-96. Stand Test Method for Impact Resistance of Flat Rigid Plastic Specimens by Means of a Falling Dart (Tup or Falling Mass).*

[42] J. N. Baucom and M. A. Zikry. Evolution of failure mechanisms in 2d and 3d woven composite systems under quasi-static perforation. *Journal of Composite Materials*, 37(18):1651–1674, 2003.

[43] G. Caprino, L. Carrino, M. Durante, A. Langella, and V. Lopresto. Low impact behaviour of hemp fibre reinforced epoxy composites. *Composite Structures*, 133:892–901, 2015.

[44] D. Purslow. Matrix fractography of fibre-reinforced epoxy composites. *Composites*, 17(4):289–303, 1986.

[45] C.C Chau and J.C.M Li. Fracture of shear bands in static polystyrene. *Journal of Material Science*, 16:1858, 1981.

[46] Emile S. Greenhalgh, Charlotte Rogers, and Paul Robinson. Fractographic observations on delamination growth and the subsequent migration through the laminate. *Composites Science and Technology*, 69(14):2345–2351, 2009.

[47] R.J. Gaymans, M.J.J. Hamberg, and J.P.F. Inberg. The Brittle-Ductile Transition Temperature of Polycarbonate as a Function of Test Speed. *Polymer Engineering and Science*, 40(1):256–262, 2000.

2.3.1 Compléments Article 2

2.3.1.1 Influence de la température sur le comportement mécanique de la structure sous indentation QS.

Une enceinte climatique a été associée à la machine de traction. Les températures d'essais varient de -20 à 150 °C. Pour les basses températures, un refroidissement par azote liquide est effectué permettant de conditionner les échantillons avant et pendant l'essai.

Les essais sont réalisés à la vitesse $v2$ ($v2 = 8.4e^{-4}\, m.s^{-1}$) .

2.3.1.2 Interface fibre matrice / température de transition subvitreuse ou température de transition β.

En étudiant les fissures qui se sont propagées dans la structure, il est observé que cette propagation se fait à l'interface fibre/matrice lorsque la température est inférieure ou égale à la température ambiante (environ 20°C) et ce, quelle que soit la vitesse de sollicitation QS testée [63]. A température ambiante, les fibres n'ont pas de résidu de matrice accroché sur leur surface après avoir été séparées de la résine. Ces fibres sont lisses et leurs empreintes restent identifiables dans la résine. Lorsque la température atteint 60°C, ces fibres arrachées sont partiellement ou encore enrobées de résine. Une illustration d'une fibre, de son interface et de la résine environnante, est donnée Fig. 2.3.1. A température ambiante ou plus faible, une rupture de l'interface fibre/matrice, ou de type A, se produit. Dans le cas d'une température plus élevée, une rupture de la matrice proche de l'interface, ou de type B, se produit. L'étude de la rupture de l'interface fibre/matrice ou de la matrice proche de l'interface fait encore l'objet de nombreuses études numériques [64, 65]. Récemment une étude numérique a montré qu'une compétition des ruptures A et B permettrait d'obtenir une meilleure résilience au niveau du composite [64].

2.4 Conclusions

Ce premier chapitre met en évidence les effets du chargement thermocinétique sur le comportement mécanique d'une structure composite à base de résine Elium 150 renforcée de fibres de verre. Des essais d'indentation de faible énergie ($< 20\ J$) quasi-statiques à différentes températures et dynamiques à température ambiante ont été réalisés. Rappel des principaux constats : la force maximale supportée par une plaque composite ainsi que sa rigidité augmentent avec la vitesse de sollicitation. La profondeur d'indentation diminue lorsque la vitesse augmente ce qui est en lien avec l'augmentation de la rigidité de la structure. En régime QS l'énergie élastique restituée est constante quelle que soit l'énergie appliquée à la structure. En régime d'indentation DYN, cette énergie élastique devient dépendante à l'énergie apportée au système. Malgré une différence d'énergie dissipée entre les régimes QS et DYN, aucun effet de la vitesse de sollicitation n'est observable sur les mécanismes d'endommagements. Il semblerait que l'effet de la profondeur d'indentation soit du premier ordre et l'effet de la vitesse de sollicitation du second ordre dans les gammes de vitesses étudiées. Pour une profondeur d'indentation inférieure à une profondeur d'indentation critique δ_c comprise entre 8 et 9 mm et à iso-énergie appliquée, la taille de la zone endommagée est identique pour une indentation QS et DYN. A iso-énergie appliquée, passé δ_c, la taille de la zone endommagée augmente de manière significative. La zone endommagée moyenne pour une indentation DYN de $8,4\ mm$ de profondeur mesure $137\ mm^2$ tandis qu'elle mesure $275\ mm^2$ pour une indentation QS de $10\ mm$ de profondeur.

La température influe sur le comportement mécanique de la plaque et aussi sur les mécanismes d'endommagements. En effet, lorsque la température augmente, le polymère qui compose la matrice du composite voit ses propriétés mécaniques fortement affaiblies. Cette diminution

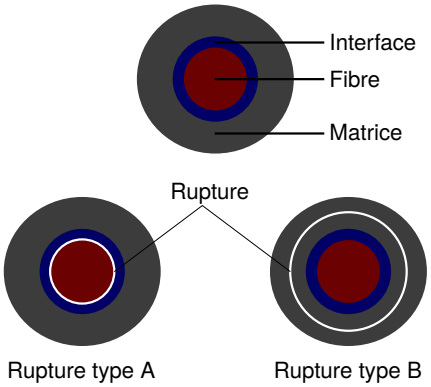


FIGURE 2.3.1 – Illustration d'une fibre, de son interface fibre matrice et de la matrice environnante.

est observable à l'échelle du composite avec une diminution de la force maximale supportée F_{max} et de la rigidité K de la plaque. L'énergie nécessaire E_{app} pour atteindre une profondeur d'indentation donnée diminue avec la température. Le polymère devenant moins rigide avec l'augmentation de la température, nécessite moins d'effort pour être déformé. L'augmentation de la température modifie les mécanismes d'endommagements observables. Les mécanismes les plus énergivores (rupture du pli / toron et ruptures de fibre) cessent en premier. Seule la rupture matricielle intra-laminaire est observable à des températures supérieures à $90\,°C$. Une zone de cisaillement génère de la rupture transverse de fibre à $150\,°C$. Comme attendu pour des polymères thermoplastiques, le comportement visco-élasto-plastique semble fortement dépendant à la température. La propagation des micro-fissures à l'interface fibre/matrice semble être cohésive lorsque la température d'essai est basse et adhésive lorsque la température d'essai est élevée. D'après des études numériques, il semblerait que la résilience du composite soit plus importante lorsqu'il existe une compétition entre la rupture cohésive et adhésive de l'interface fibre/matrice.

En résumé les principaux résultats de ce chapitre sont :
- Une dépendance significative des paramètres F_{max}, K et du déplacement maximal δ à la vitesse de chargement.
- L'effet de la vitesse de chargement semble de second ordre sur les mécanismes d'endommagements tandis que le déplacement maximal semble être du premier ordre.
- La température influe directement sur les paramètres F_{max}, K, E_{app}, E_{ela} et la zone endommagée.
- Lorsque la température augmente les mécanismes d'endommagements évoluent.
- D'après l'équivalence temps température, les résultats obtenus à faible température devraient être comparables à ceux obtenus en augmentant la vitesse de sollicitation. C'est le cas puisque les mécanismes d'endommagements identifiés sont similaires et seule la criticité de ces mécanismes évolue lorsque la température diminue ou lorsque la vitesse de sollicitation augmente.
- Pour des températures faibles la rupture est cohésive tandis qu'à températures élevées la rupture est adhésive.

Chapitre 3

Effets de chargements thermocinétiques sur le comportement à rupture d'une éprouvette DCB

L'objectif de ce chapitre consiste à mettre en évidence les effets de chargements thermocinétiques sur le comportement mécanique de l'interface d'un matériau composite stratifié à résine acrylique (TP) renforcé de fibres continues de verre. Des informations générales sont données dans une première partie. Un article qui va être soumis présente les effets de chargements thermocinétiques dans une seconde partie. Des compléments de l'article détaillent ensuite les systèmes expérimentaux et les différentes analyses complémentaires entreprises. Une quatrième partie discute de la pertinence de l'essai DCB pour l'étude de la propagation dynamique de fissure inter-laminaire au sein des matériaux composites. Une autre géométrie d'éprouvette ainsi qu'un protocole d'essai adapté à l'étude de la propagation rapide d'une fissure dans un stratifié sont présentés. La conclusion de ce chapitre récapitule les différents résultats obtenus.

3.1 Informations générales

3.1.1 Fabrication des échantillons

Les échantillons DCB utilisés au cours de cette thèse ont été fabriqués chez ARKEMA. Le procédé sélectionné est l'infusion à température ambiante et à pression atmosphérique pour sa rapidité de mise en œuvre ainsi que son faible coût. Pour cela tous les éléments qui, plus tard, doivent être retrouvés dans les échantillons, sont à préparer en amont de l'infusion. Une illustration de la plaque à préparer est donnée Fig. 3.1.1.

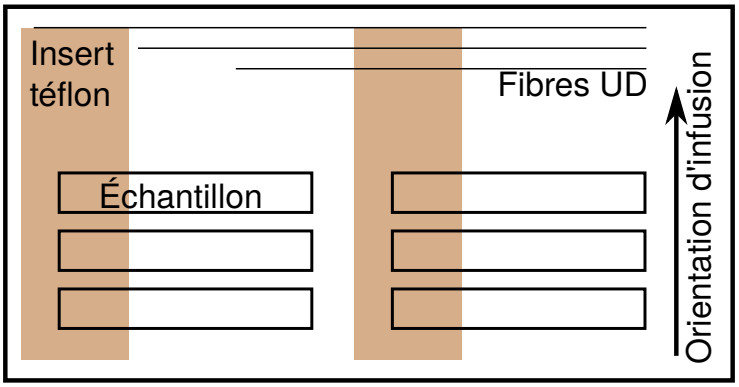


FIGURE 3.1.1 – Illustration de la plaque à infuser.

L'épaisseur d'un pli est déterminée par le grammage du tissu sec $Gr_s = 0.04\,g.mm^{-2}$, la densité du renfort $d_r = 0.254\,g.mm^{-3}$ et la relation

$$E_{pli\ sec} = \frac{Gr_s}{d_r} = 157\,\mu m$$

Considérant que le volume de matrice visé est de 50%, l'épaisseur finale d'un pli est donc d'environ $300\,\mu m$.

Afin d'obtenir l'épaisseur de $10\,mm$ nécessaire à nos échantillons DCB, un empilement de 34 couches de tissu sec de fibres de verre CHOMARAT G-Weave UT400P(50) est effectué. Deux bandes de téflon perforé permettant l'écoulement de la résine lors de l'infusion, d'une épaisseur de $13\,\mu m$ et d'une longueur de $100\,mm$, sont intégrées entre les couches 17 et 18 sur toute la largeur de la plaque afin de générer une pré-entaille contrôlée dans les échantillons.

Une fois que les 34 plis de tissu sec et les films téflonnés sont placés sur une surface lisse couverte d'un tissu d'arrachage, l'ensemble est préparé pour l'infusion. Un deuxième tissu d'arrachage recouvre l'empilement des plis afin de faciliter la récupération de la plaque finale après infusion. Un tissu drainant est ensuite placé sur le tissu d'arrachage pour aider l'avancée de la résine lors de l'infusion. Une bande d'écoulement est placée du côté de l'infusion afin de créer un front de résine quasi perpendiculaire à la direction d'infusion. Ce front de résine est observé toutes les minutes lors de l'injection pour vérifier son bon avancement. Le tout est ensuite mis sous bâche afin de faire le vide ($-500\,mbar$) pour infuser la plaque. Une photo du procédé d'injection est présentée Fig. 3.1.2.

La résine Elium 150 est mélangée à du Benzoyl peroxide diodo hexyl phthalate (CH50X), un durcisseur en poudre, activant la polymérisation de la résine. Il faut mélanger $2,6$ parts de CH50X pour 100 parts de composants Elium 150 pour obtenir le mélange à infuser. Une fois le mélange préparé et dégazé, il est injecté afin d'imprégner les fibres de verre et former le composite. Le dégazage évite d'incorporer des bulles d'air dans le composite et limite donc la formation de défauts intrinsèques.

L'injection de la résine est expliquée Fig. 3.1.3. Les dimensions des tissus secs et leur orientation imposent une direction d'infusion perpendiculaire aux fibres. Dans notre cas, la plaque est entièrement infusée avant que la résine ne polymérise. Lors de la polymérisation de la résine un pic exothermique, compris entre 125 et 130 °C, marque la prise de la résine.

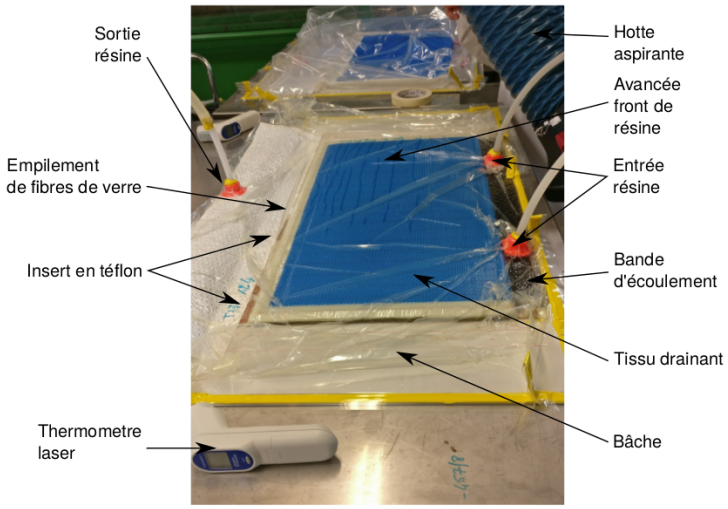


FIGURE 3.1.2 – Photo de l'injection de la plaque Elium 150 / fibres de verre.

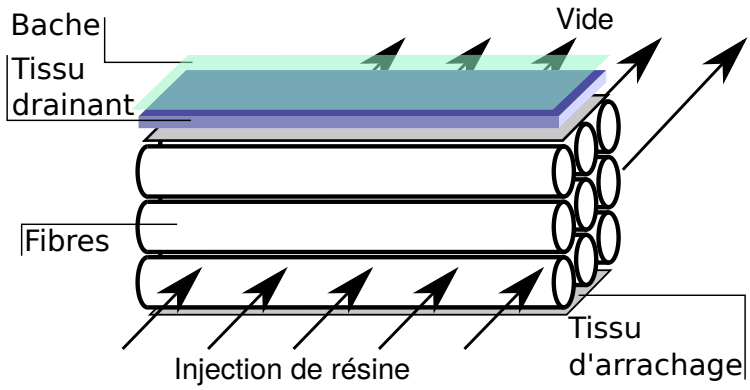


FIGURE 3.1.3 – Schéma de la technique d'injection effectuée pour infuser les plaques.

Prélèvement des échantillons

Lors de la découpe d'une plaque épaisse de composite stratifié plusieurs problèmes peuvent survenir. Le principal et le plus critique est le délaminage induit par la découpe. Afin d'éviter de générer du délaminage, la méthode de la découpe jet d'eau est choisie pour prélever les échantillons dans la plaque. En choisissant un point d'amorçage, c'est-à-dire le point de départ de la découpe, suffisamment loin des échantillons ainsi qu'une faible vitesse d'avance et une haute pression, la découpe se fait sans générer de délaminage. Si la vitesse de découpe est trop élevée, l'échantillon est endommagé (délaminage, bords rugueux ou plis inférieurs arrachés) comme illustré Fig. 3.1.4. Les traces des échantillons dans la plaque infusée, indicées de 1 à 3 par vitesse d'avance croissante, montrent que la vitesse la plus faible induit le moins d'endommagements. Lorsque la vitesse d'avance augmente, les bords des échantillons deviennent plus rugueux, ce qui peut influencer la propagation du délaminage, et des fibres de la face inférieure ne sont pas découpées mais arrachées ce qui ruine l'échantillon. Plus la vitesse d'avance augmente, plus ces endommagements sont importants. La vitesse 1 est choisie pour la découpe jet d'eau puisqu'elle

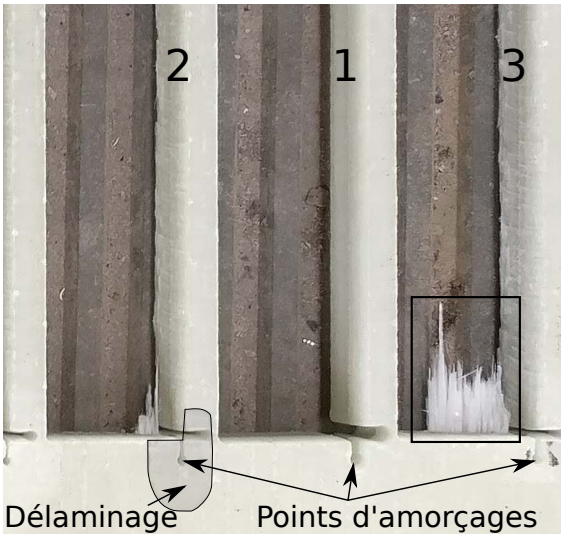


FIGURE 3.1.4 – Trois traces d'échantillons découpés au jet d'eau dans la plaque infusée. Pour une vitesse d'avance 1 aucun endommagement n'est observé et les bords de l'échantillon sont lisses. Pour une vitesse d'avance 2 les bords de l'échantillon sont plus rugueux et quelques fibres de la face inférieure ne sont pas coupées mais arrachées (zone encadrée). Une zone de délaminage autour du point d'amorçage endommage l'échantillon. Pour une vitesse d'avance 3 les mêmes endommagements que pour une vitesse d'avance 2 sont observables mais plus critiques.

n'induit pas d'endommagements. La plaque n'étant pas transparente, il est nécessaire de prévoir une longueur de découpe plus importante que la longueur de l'échantillon. Une découpe de finition est nécessaire pour assurer une longueur de pré-entaille identique dans tous les échantillons.

3.2 Article 3

A fracture behaviour evaluation of Glass/Elium150 thermoplastic laminate with the DCB test: influence of loading rate and temperature.

L.Cadieu[1], J.B Kopp[2], J. Jumel[1], J. Bega[2], C. Froustey[1]

[1] *Université de Bordeaux, I2M, UMR CNRS 5295 F-33405, Talence France*

[2] *Arts et Métiers PartisTech, I2M, UMR CNRS 5295 F-33405, Talence France*

Abstract

The influence of loading rate and temperature on the delamination resistance of a Glass/Elium 150 laminate is studied. Double cantilever beam (DCB) tests are performed under various opening rate conditions ranging from $8.3 \times 10^{-7}\, m.s^{-1}$ to $0.5\, m.s^{-1}$ under isothermal condition so as at fixed opening rate condition but different temperatures ranging from $-10\,°C$ to $60\,°C$. The influence of loading rate and temperature is highlighted through the evolution of the specimen stiffness, peak load, and critical strain energy release rate. Subsequently, the fracture surface is observed with scanning electron microscope (SEM) to observe the damage mechanisms for each regime. More ductile matrix failure is observed at $60°C$ which may be responsible of the specimen toughening.

Keywords: DCB, Fractography, Strain rate, Temperature, Stitching thread, Thermoplastic.

1. Introduction

Composite laminates are now common structural materials used in a large variety of applications from energy production, sport to transportation. Indeed, they generally exhibit higher specific performances compared to traditional materials. Most composite materials were made with thermoset resin such as acrylic, epoxy as a matrix which make them difficult to recycle or reuse. So new generation of composite materials uses thermoplastic composites which necessitates the development and allows new manufacturing processes. Also, these thermoplastic matrix exhibit different properties from the thermosetting. The main differences being a different sensitivity to temperature with an additional melting transition. Also thermoplastic may flow at evelated temperature while crosslinks would prevent from such irreversible creep behaviour. Such temperature [1, 2, 3] and strain rate sensitivity [4, 5, 6, 7, 8] have been evidenced in previous contribution.

One detrimental failure observed on laminates are delamination [9, 10] which corresponds to complete seperation between plies. Such delamination could be observed produced by shock, impact but also fatigue damage and overload in overlapping or edge regions. This delamination can also occur during the manufacturing or curing process [11, 12, 13] or during the service life induced by an external load (dropped tool, hail etc) [14]. Controlling the initiation and propagation conditions is important to assess the reliability of composite materials and structures. Indeed, delamination can strongly reduce the composite strength when subjected to compressive or bending loading conditions. The delamination resistance is controlled by matrix performances since the crack is propagating between plies and the polymer toughness is generally lower than the one of

the fiber bundles. However, supplementary mechanisms are often observed such as fiber bridging or crack branching / jump which render the analysis of laminate delamination complex. Standard delamination tests have been established for unidirectional laminates only [15, 16], but the same protocol has been also applied for fabric stacking sequences [17, 18]. The classical standard tests to study crack initiation and propagation and quantify the critical strain energy release rate (G_{Ic}) governing the crack initiation and propagation under mode I loading condition is the double cantilever beam test. Such test protocol can be used to evaluate the effect of the loading rate condition providing the response of the two arms of the specimen and can be considered quasi-static. No standard experimental protocol have been developped for dynamic G_I estimate in laminates. Multiple researchers have experimented dynamic DCB loadings summarized by May [19]. For evaluating the critical strain energy release rate, the Irwin-Kies equation is generally used :

$$G_I = \frac{F^2}{2b}\frac{\delta C}{\delta a} \tag{1}$$

with F the load, b the width of the sample, C the specimen compliance and a the crack length.

This relation is based on a global energy balance and considers global elastic response of the specimen whatever the complexity of the mechanisms and material behaviour involved in the crack nucleation and propagation (fiber bridging, visco-elasto-plastic effects). Also application of relation 1 may be difficult since the crack propagation distance δa must be evaluated precisely despite the crack "tip" not being precisely defined and localized [20]. Then G_{Ic}, often not reduced to a simple material / interface characteristic but a specimen parameter since any dissipative phenomenon not involved in the delamination process is in fact included in the energy release rate analysis. That is why the studied parameters should only be considered as structural parameters for fracture tests in composites. In the case of amorphous polymeric resin it is well known that dynamic fracture appears [21, 22, 23, 24]. Laminate composites based on this kind of matrix are therefore subject to dynamic delamination. It has been observed that for the same material the crack velocity changes as a function of the sample geometry (DCB vs Tapered DCB) [20]. This result highlights that the dynamic crack propagation of the material is limited by structural effects. fiber bridging is often observed for unidirectional laminate composite loaded in mode I condition [25, 26]. This bridging mechanism causes a pronounced R-curve, non-linear behaviour and generally tends to increase the delamination resistance by increasing the total fractured surface and producing a large damage process zone which reduces the cohesive stresses gradient. Most authors consider it in the estimate of G_I which therefore increases with this mechanism [27, 28]. The reinforcement of polymeric resin could generate non trivial fracture surfaces [21, 23, 24] which are difficult to analyze and even more so in laminates. While it is difficult to estimate the created fracture surface area which depends on the observation scale its examination at least allows to deduce failure mechanisms that occurred and how they grew [29, 30]. Mode I, mode II and mixed moded I/II crack propagation have been studied to induce particular damage mechanisms and patterns on the created crack surfaces. Mode I crack delamination growth is known to induce river patterns [31, 32, 33].

Thermoplastic polymer based composites are known to be temperature dependent. To the authors knowledge the influence of temperatures above room temperature on the fracture toughness in composites is not usually studied [34, 35, 36, 37, 38, 39]. For the existing ones the results are often divergent because they are strongly material dependent. These studies are lead on either thermosetting polymers or high performance thermoplastic based composites. Hashemi et al. and Hine et al. have studied carbon fiber reinforced poly-ether-ether ketone (PEEK) in which the energy release rate G_I increases with temperature [34, 35]. They have calculated that for carbon/PEEK

the energy release rate is multiplied by 2 at temperatures between 100 and 120 $^{\circ}C$. Frassine et al. [36] and Kim et al.[37] have studied carbon fiber and glass fiber reinforced Polyetherimide (PEI) and have found the opposite : G_I decreases with temperature. Kim et al. have noticed that depending on the experimental analysis method used the result differed. G_I determined using the deviation from linearity and the visual inspection of the initiation show similar results while using the 5 % offset load in the initial compliance and the maximum load method showed the reverse trend. It was determined that the later two methods overestimate G_I because delamination had already propagated. Czabaj et al. [38] have studied graphite reinforced polyimide, which is a thermosetting polymer, at room temperature and elevated temperature (300° C). They have shown that G_I in this material increases with temperature. No standard DCB tests method at elevated temperatures for polymer based composite is used within these studies. Czabaj et al. have based their experimental procedure on the method developed for high-temperature fracture toughness testing on ceramic matrix composites [40]. Kar et al. [39] have studied the fracture toughness in fiber reinforced polymer composites made by rubber pressure molding technique. They show that G_I increases with temperature until approximately 40° C and then decreases. The increase or decrease of G_I with increasing temperature is linked respectively to the increase or decrease of the ductility of the polymer creating a large plastic zone near the crack tip [41]. The temperature sensitivity of the toughness of the laminate seems to be dependent on the nature of the matrix, the type of reinforcement and the bonding between both. The study of the temperature effects on the mechanical properties of each new combination of matrix and reinforcement seems therefore necessary.

The aim of this paper is to study the effect of the test rate and the temperature on the interlaminar fracture toughness in a Elium150 based composite laminate. The different test rates range from $8.3e^{-7}\,m.s^{-1}$ to $0.5\,m.s^{-1}$. A quasi-static test rate is lead at three temperatures which are -10, 20 and 60 $^{\circ}C$. The load displacement curves are analyzed and the energy release rate is calculated using an analytical approach. The fracture surface is observed at different scales using a scanning electron microscope (SEM). Damage mechanisms and patterns on the created fracture surface are described as a function of the test rate and the temperature.

2. Experimental setup and Methods

2.1. Material

The DCB specimens cut from plates made with 34 unidirectional glass fiber plies ($400g.m^{-2}$) infused with PMMA based resing (Elium 150). The glass fibers are coated with a SE474023B coating creating covalent bonds between the matrix and the fibers. The load transfer between the matrix and the reinforcement is therefore optimized and deteriorates for temperatures of 350$^{\circ}C$ and above. The specimens are 10 mm thick, 15 mm wide and 150 to 200 mm long depending on the experimental setup used. A 13 μm thick and 50mm long nonadhesive teflon film insert is introduced in the mid-plane of the laminate during layup to produce an artificial delamination and localize the crack initiation. The laminate structure is $[0^{\circ}{}_{17}/\text{insert}/0^{\circ}{}_{17}]$ with an approximate fiber volume of 50%.

The tensile strength of the polymer and the laminate are given in Tab. 1. The composite tensile modulus is estimated following Eq. 2. The glass transition temperature of the polymer has been estimated with the help of dynamic mechanical analyses (DMA) and is approximately equal to 110 $^{\circ}C$ [42].

$$E_{laminate} = C_{polymer}E_{polymer} + C_{fibre}E_{fibre} \tag{2}$$

Table 1: Tensile modulus of the matrix and the laminate at the different imposed temperatures.

Temperature	$E_{polymer}$	$E_{laminate}$
-10 and $20°C$	$3.3\,GPa$	$47\,GPa$
$60°C$	$0.8\,GPa$	$14.7\,GPa$

Table 2: Load rates and sampling rates.

	$v1$	$v2$	$v3$	$v4$
$v\,(m.s^{-1}) \pm 0.08\%$	$8.3e^{-7}$	$8.3e^{-5}$	$8.3e^{-3}$	0.5
Sample rate (Hz)	1/15	10	50	10e3

E is the tensile modulus of either the laminate, polymer or fiber and C is the fraction volume of either the polymer or the fiber.

2.2. Testing Parameters

The DCB tests are lead at four different test rates (8.3×10^{-7}, 8.3×10^{-5}, 8.3×10^{-3} and $0.5\,m.s^{-1}$) and three different temperatures (-10, 20, $60\,°C$). The sampling rate depends on the testing parameters and is given in Tab. 2. This allows to study the test rate dependence of the mechanical behaviour of the material under DCB loadings over 7 decades. Temperature tests are lead at a test rate of $8.3 \times 10^{-5}\,m.s^{-1}$. In order to cool the samples and the chamber to -10°C liquid nitrogen was used. The testing parameters are given in Tab. 3.

2.3. Experimental set-up

The DCB tests are lead on different set-ups depending on the temperature and loading rate conditions. Temperature controlled and quasi-static test rate experiments are perfomed on a universal electromechanical tensile / compression machine. The cross head displacement and the load are measured during the tests via the crosshead travel encoder (maximal error of $\pm 0.05\,\%$ on the displacement and $\pm 0.08\,\%$ on the crosshead velocity) of the machine and a piezoelectric Kistler load sensor of $10\,kN \pm 0.25\,\%$.

"Dynamic" DCB tests were performed on a dual electromechanical actuator system. Each arm of the specimen is attached to one actuator whose maximum displacement rate is $0.25\,m.s^{-1}$ resulting in a total opening displacement rate of $0.5\,m.s^{-1}$. This test set-up allows a symmetrical opening of the sample as can be seen in Fig. 1a. However, the loading rate is not strictly constant since an acceleration period is clearly observed. The inertia of each jack can be neglected while evaluating the load applied to the specimen. The inertial load measured separately by applying the same displacement without any specimen leads to a measured force less than $1\,N$ as can be seen in Fig. 1b. This means no artifact on the load-displacement curves are linked to the dynamic movement of the jacks. The total acceleration distance needed for the jacks in order to reach a velocity of $0.5m.s^{-1}$ is of $0.3\,mm$ as can be seen in Fig. 1c. This means that the test velocity can be considered constant during the experiment since the loss of linearity for the dynamic tests occurs at an opening $\delta \simeq 1.5\,mm$. Therefore the acceleration phase is limited to the early loading sequence prior any interlaminar crack initiation occurs.

DCB specimens were prepared to carry out mode I fracture tests. To attach the specimen to the test machine and limit the peak load to the load cell capacity the specimen width is reduced

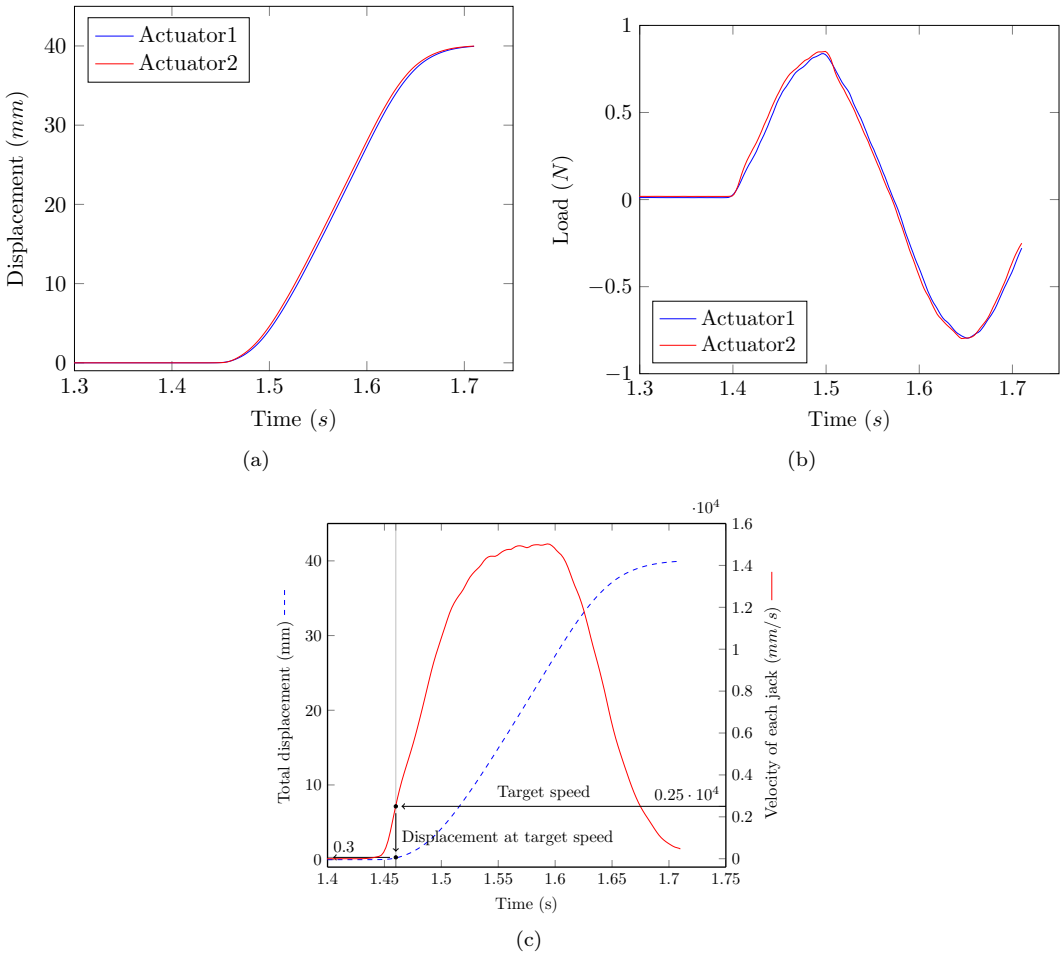


Figure 1: a) Evolution of the individual displacement of each jack as a function of time. b) Evolution of the load as a function of time for each jack without a sample. c) Evolution of the total displacement and jack velocity as a function of time.

to $15\,mm$. End blocks are bonded to the end of the specimen on top and bottom of the pre-delaminated side using Araldite 2011 two parts epoxy adhesive. A pin is used to link the blocks to the experimental set-ups allowing a symmetrical opening of the sample. The opening load, or reaction force, (P) versus the opening displacement (Δ) are recorded. The stiffness (K) of the samples is calculated using the $P(\Delta)$ curve: it is the slope calculated for $0.3 < \delta < 1.5\,mm$. This is to avoid taking into account the acceleration phase linked to the experimental set-up and the first crack propagation.

2.4. Energy release rate estimate

The energy release rate in mode I (G_I) is estimated using the classical Irwin-Kies relation and using the effective crack length approach (see equation 1):

$$G_I = \frac{12P^2a_{eff}^2}{b^2Eh^3} \tag{3}$$

a_{eff} being the instantaneous effective crack length and b the specimen width. The effective crack length is determined from the measured specimen compliance :

$$a_{eff} = \sqrt[3]{\frac{3EI}{2}\frac{\Delta}{P}} \tag{4}$$

2.5. Fractographic observations

A SEM is used to observe the fracture surface and identify different damage mechanisms and patterns at both the mesoscopic and microscopic scales. The created surfaces are observed in the middle of the sample, far from both the crack initiation site and the end of the propagation path which are not representative of stable and constant rate propagation regions. Prio SEM observation, the specimen surface is coated with a thin layer of gold (few nm) making it a conducting surface and observable with the SEM.

3. Results

The maximum load (P_{max}), the stiffness (K) and the energy release rate G_I for each test condition are given in Tab. 3. A summarized tables gives the mean values for a set of experiment parameters with the standard deviation (see in Tab. 4a and 4b). The samples are identified with the nomenclature v1T20_1 meaning the test velocity is v1, the ambiant temperature $20\,°C$ and the specimen is the first tested under these conditions.

The experiments are reproducible (see in Fig. 2). Therefore three to four samples were considered enough to grasp the effect of test rate and temperature on the mechanical properties of the samples.

For clarity only one curve is plotted for the quasi-static (QS) regime tests (v1, v2, v3), one for the dynamic (DYN) regime (v4), one for T-10 and one for T60. The macroscopic response ($P(\delta)$) of the DCB samples as a function of the test rate and the temperature is presented in Fig. 3.

Table 3: Measured and estimated data for all samples.

Sample ID	Test rate	Temperature	P_{max}	K	G_I
		$(°C)$	(N)	$(N.mm^{-1})$	$(kJ.m^{-2})$
v1T20_1	v1	20	286	128	3.14
v1T20_2	v1	20	284	127	2.80
v1T20_3	v1	20	289	124	2.94
v2T20_1	v2	20	241	125	2.22
v2T20_2	v2	20	253	100	2.44
v2T20_3	v2	20	241	105	2.53
v3T20_1	v3	20	263	105	2.57
v3T20_2	v3	20	285	130	2.65
v3T20_3	v3	20	282	117	2.97
v4T20_1	v4	20	218	82	2.32
v4T20_2	v4	20	258	76	2.90
v4T20_3	v4	20	260	82	2.72
v4T20_4	v4	20	251	81	2.58
v2T-10_1	v2	-10	232	90	2.34
v2T-10_2	v2	-10	266	120	3.14
v2T-10_3	v2	-10	246	79	2.41
v2T-10_4	v2	-10	261	111	3.13
v2T20_1	v2	20	241	125	2.22
v2T20_2	v2	20	253	100	2.44
v2T20_3	v2	20	241	105	2.53
v2T60_1	v2	60	278	99	5.43
v2T60_2	v2	60	316	92	5.8
v2T60_3	v2	60	324	104	6.15

Table 4: Mean values of DCB sample parameters with standard deviation for a) quasi-static and dynamic tests and b) temperature tests.

(a)

Opening rate	$v1$	$v2$	$v3$	$v4$
$P_{max}(N)$	286 ± 3	245 ± 7	277 ± 12	247 ± 19
$K\ (Nmm^{-1})$	126 ± 2	110 ± 13	117 ± 13	80 ± 3
$G_I(kJm^{-2})$	2.96 ± 0.17	2.40 ± 0.16	2.73 ± 0.21	2.63 ± 0.25

(b)

T(°C)	-10	20	60
$P_{max}(N)$	251 ± 15	245 ± 7	306 ± 24
$K\ (Nmm^{-1})$	100 ± 19	110 ± 13	98 ± 6
$G_I(kJm^{-2})$	2.75 ± 0.44	2.40 ± 0.16	5.79 ± 0.36

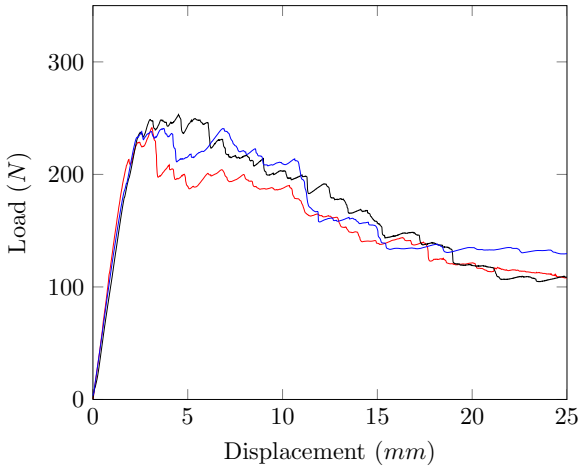


Figure 2: Evolution of the load P as a function of the displacement δ for three samples tested at a test rate v2 and room temperature.

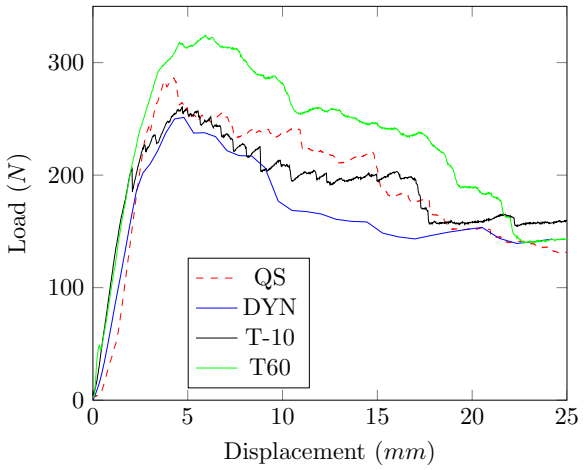
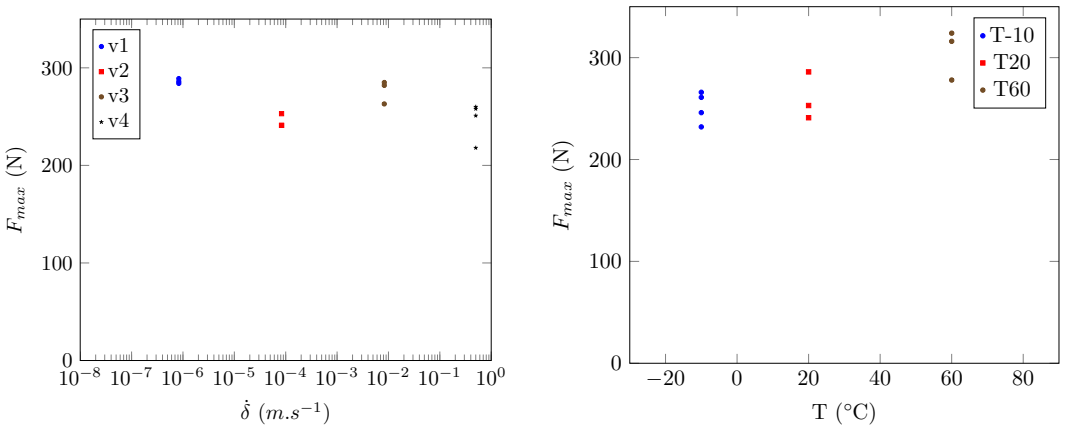


Figure 3: Evolution of the load P as a function of the displacement δ for different test rate (QS - DYN) and temperature (-10,20[QS],60°C).



(a) P_{max} vs test rate at $20°C$.

(b) P_{max} vs temperature for an opening rate v2.

Figure 4: Evolution of the maximum load P_{max} as a function of the test rate and temperature.

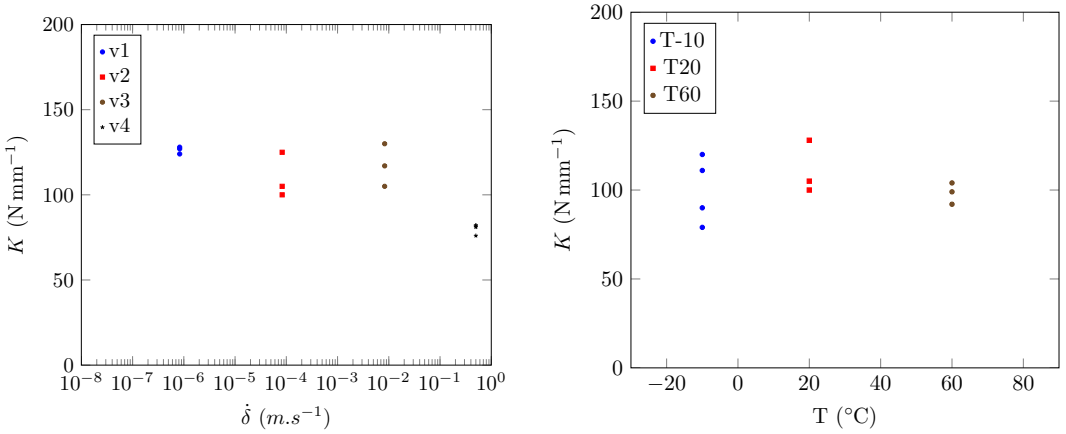
3.1. Influence of the test rate and temperature on the mechanical properties of the sample.

As it can be seen in Fig. 3 the macroscopic response of the DCB sample seems quasi-equivalent for QS, DYN and low temperature ($-10°C$).The experiment lead at $60\,°C$ induces a higher maximum load.

The influence of the test rate and the temperature on the maximum load P_{max} is plotted in Fig. 4. It seems that in this range of test rates P_{max} is insensitive of the test rate and has a mean value of $262N$ (see in Fig. 4a). A slight increase of P_{max} with the increase of temperature can be seen in Fig. 4b. At $60\,°C$ the mean maximum load is $306N$ which is an increase of $18\,\%$ compared to room temperature.

The influence of the test rate and the temperature on the structural stiffness K is plotted in Fig. 5. In Fig. 5a one can see that the stiffness seems insensitive to the test rate under quasi-static regimes (v1 to v3) and has a mean value of $117 \pm 12 N mm^{-1}$. For a dynamic DCB test (v4) the estimated stiffness K drops by $27\,\%$ to $80 \pm 3 N mm^{-1}$ compared to the quasi-static stiffness. Authors assume that this is most likely induced by the different stiffness of the experimental set-up. Indeed two different setups have been used between QS and DYN regimes. Had it been a material effect one could expect for polymeric materials an increase in stiffness with test rate. The stiffness of the DCB sample seems insensitive to temperature in the range of the imposed temperatures (see in Fig. 5b). As the glass transition temperature of the matrix is of $110°C$ the tested material is in a glassy state at $60°C$ and below. A plateau value was therefore expected in this range of temperatures.

The evolution of G_I (structural parameter) as a function of the test rate and the temperature is plotted in Fig. 6. One can see that at room temperature condition, no significant variation of G_I is observed with the specimen opening rate (see Fig. 6a). A mean value of $2.68 \pm 0.27 kJm^{-2}$ is found. On the contrary a strong G_I variation when the temperature increases from $20°C$ to $60°C$ while non significant G_I variation is observed from minus 10 to 20°C. With the well known time-temperature equivalence for polymeric materials a strain rate increase is considered similar to



(a) K vs test rate at $20°C$.

(b) K vs temperature for an opening rate v2.

Figure 5: Evolution of the stiffness K as a function of the test rate and temperature.

a decrease in temperature. At $60°C$ a significant increase of G_I is observed (from $2.68 \pm 0.27 kJm^{-2}$ to $5.79 \pm 0.36 kJm^{-2}$ see in Fig. 6b). At this temperature the polymer is more ductile allowing the polymer to deform plastically before rupture as seen in [42]. This induces a delayed crack initiation compared to room temperature leading to a bigger maximum load. Therefore the toughness of the DCB sample is improved at $60°C$.

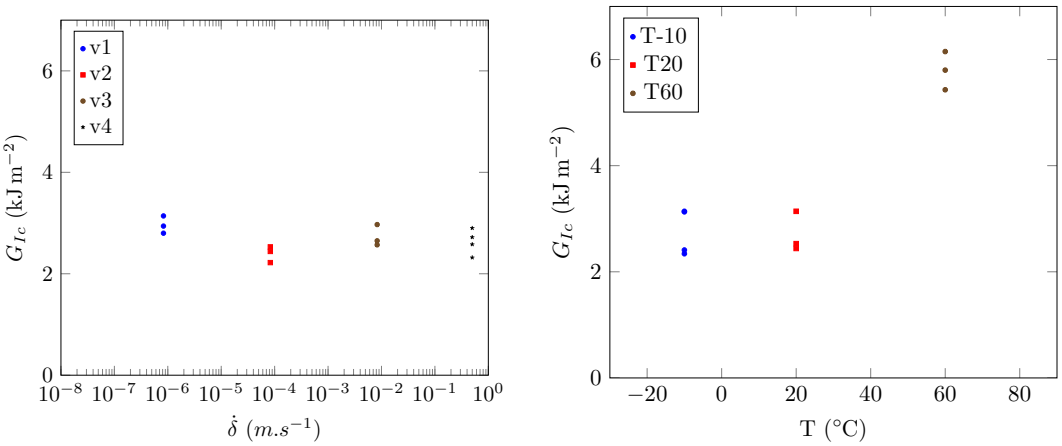
The macroscopic behaviour of the DCB sample ($P(\delta)$) at -10 and $60°C$ is plotted in Fig. 7. A zoomed zone of the Fig. 3 is presented to highlight the temperature effect on the load drops induced by the crack initiation and propagation. The first observable load drop is at 2 and $4.5mm$ respectively for -10 and $60°C$. During the crack "propagation" 19 load drops in the $P(\delta)$ curves at $-10\,°C$ while only 5 at $60\,°C$ can be counted. Moreover at $-10°C$ the load drops are more brutal than at $60°C$. These observations highlight that at $-10\,°C$ the crack propagates through numerous small and probably fast cracks (looking like a stick/slip mechanism). On the contrary at $60°C$ the load drops are "smoother". That is why one can say that the fracture behaviour is less brittle at $60\,°C$.

3.2. Fractography

The created fracture surface induced by crack initiation and propagation is observed with the help of SEM fractographies. The crack propagates from top to bottom in all the different observations presented in this study. All observed area are located in the middle of the sample (see in Fig. 8). The created fracture surface is studied for each test rate and temperature.

Macroscopic observations in samples v1T20, v4T20, v2T-10 and v2T60 are observed in Fig. 9. Porosities (see item 1 in Fig. 9b) caused by the manufacturing process can be seen. The stitching thread (2a) or its imprint (2b) are visible (see in Fig. 9a). Characteristic mode I damage mechanisms such as fiber pull-out or fiber bridging (see item 3) are observed in all the samples (see in Fig. 9a, 9c and 9d). No evident test rate or temperature influence can be identified at this scale.

Micro-scale observations have also been made in samples v1T20, v4T20, v2T-10 and v2T60 (see in Fig. 10). The fiber tracks and river pattern described in [31, 32, 33] are visible at room



(a) G_I vs test rate at $20°C$.

(b) G_I vs temperature for an opening rate v2.

Figure 6: Evolution of the energy release rate G_I as a function of the test rate and temperature.

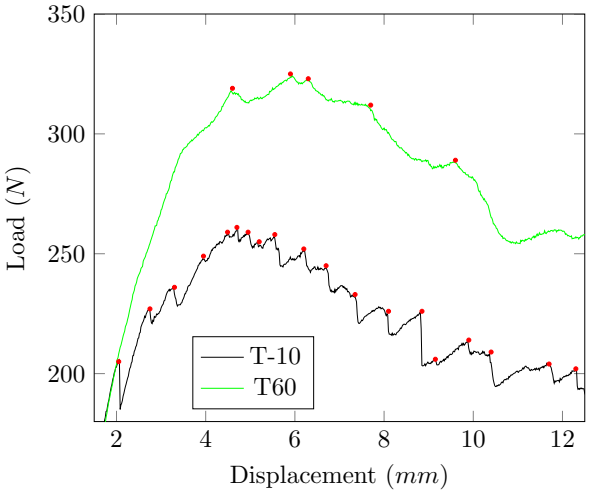


Figure 7: Evolution of the load P as a function of the displacement (δ) and the temperature during crack initiation and propagation. The red dots indicate the load drops induced by a crack propagation.

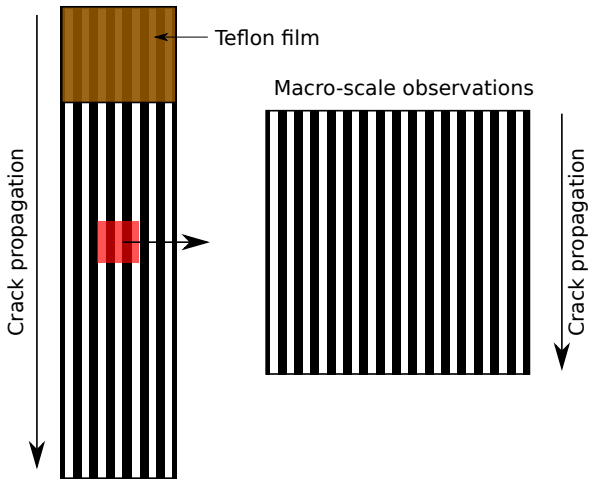


Figure 8: Observed area at the macro-scale on the created surface.

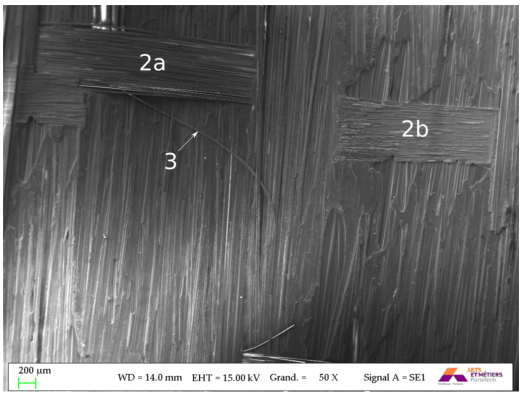
temperature for all test rates and for lower temperatures (see area 1 in Fig. 10b). At $60\,°C$ the river pattern is replaced by a more chaotic pattern (see zoomed in area) and the fiber tracks are less noticeable (see in Fig. 10d). It looks like the matrix stretched more at $60°C$ than at room temperature (see area 2 in Fig. 10d). At this temperature the matrix is more ductile allowing a larger residual plastic strain of the matrix before rupture.

Comparable post-mortem analyses were described in [8, 42]. Multi-scale SEM analyses were lead on plates of glass/elium150 that were indented at different strain rates and temperature. For similar test rates no time effect on the damage mechanisms could be observed at the same observation scales [8]. Damage mechanisms also seemed dependent to temperature under indentation tests were matrix residual plastic strain could be observed post-mortem [42]. For two different solicitations (indentation and crack propagation tests) the same strain rate and temperature effects on the damage mechanisms could finally be observed.

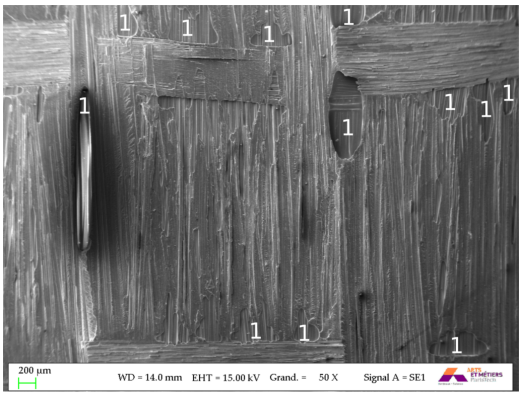
4. Conclusions

This study aims to evaluate the mechanical response of a glass/Elium150 DCB samples under different test rates and temperatures. There seems to be no time effect on the apparent sample stiffness, maximum load or critical energy release rate at the tested test rates ($8.3e^{-7}ms^{-1}$ to $0.5ms^{-1}$). When the temperature drops from $20\,°C$ to $-10\,°C$ these parameters also seem unaffected. This is coherent with the time-temperature equivalence saying that increasing the strain rate or lowering the temperature induces the same results. On top of that the matrix is always in a glassy state at $60°C$ and lower meaning a plateau value was to be expected.

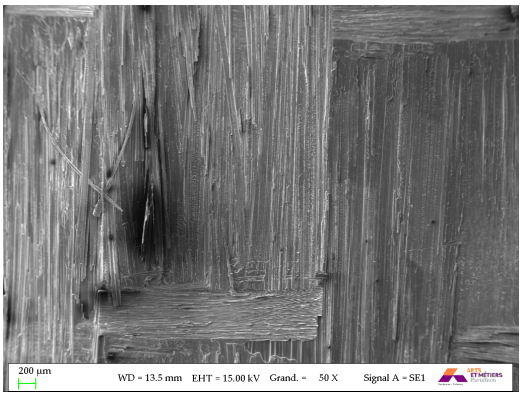
On the one hand when the temperature increases from $20°C$ to $60°C$ the stiffness seems insensitive to increasing temperatures. On the other the maximum load P_{max} increases by 18 % and the critical energy release rate increases by 116%. The increase of temperature increases the ductility of the matrix allowing a plastic strain before rupture. This has two consequences : delayed crack initiation ($2mm$ and $4.5mm$ respectively at $-10°C$ and $60°C$) causing the increase of maximum load and limits the stick/slip mechanism leading to the increase in G_I.



(a) Macroscopic SEM observations of the created surfaces at v1. Item 2a represents the stitching thread, item 2b the stitching thread imprint and item 3 shows a fiber pull-out.



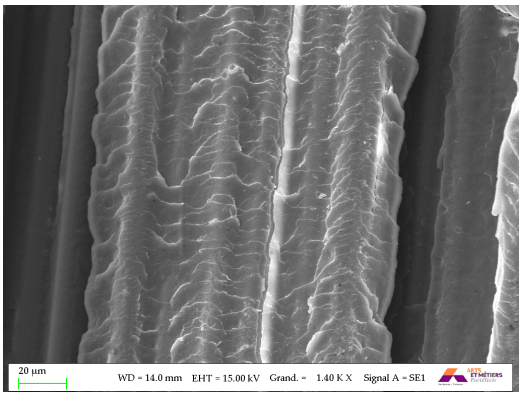
(b) Macroscopic SEM observations of the created surfaces at v4. Item 1 shows porosities generated by the manufacturing process.



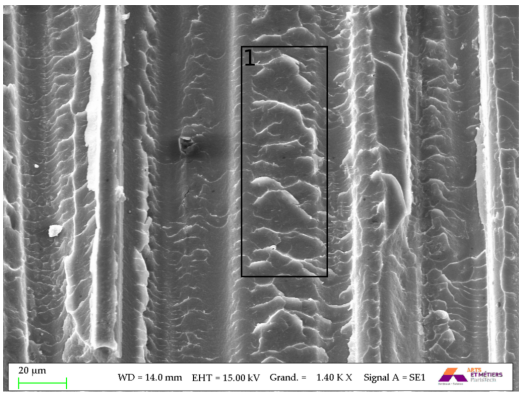
(c) Macroscopic SEM observations of the created surfaces at $-10\,°C$. Items 3 shows fiber pull-outs.

(d) Macroscopic SEM observations of the created surfaces at $60\,°C$. Items 3 shows fiber pull-outs.

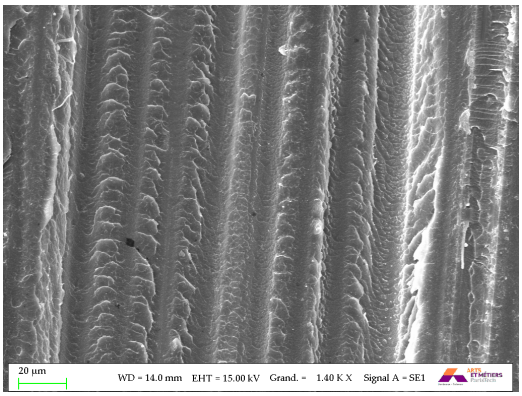
Figure 9: Macroscopic SEM observations of the created surfaces at v1, v4, $-10\,°C$ and $60\,°C$. At this scale no test rate or temperature influence can be seen. The darkened areas are caused by an electron overload on poorly metalized area. With fiber pull-outs and surface roughness the metalization can be difficult.



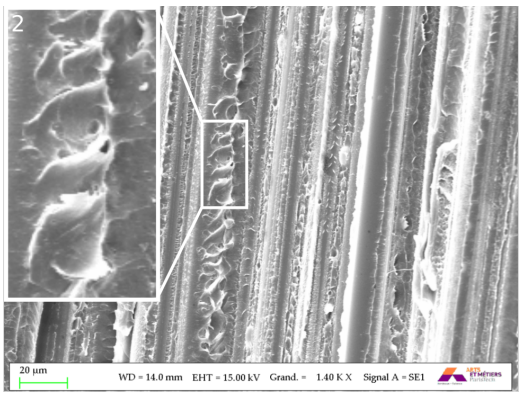
(a) Microscopic SEM observations of the created surfaces at v1.



(b) Microscopic SEM observations of the created surfaces at v4. The darkened area is caused by an electron overload due to a difficult metalization. The river pattern is identified in area 1.



(c) Microscopic SEM observations of the created surfaces at $-10\,^{\circ}C$.



(d) Microscopic SEM observations of the created surfaces at $60\,^{\circ}C$. Matrix stretching can be seen in area 2.

Figure 10: Microscopic SEM observations of the created surfaces at v1, v4, $-10\,^{\circ}C$ and $60\,^{\circ}C$. fiber tracks and the river pattern are visible at $-10\,^{\circ}C$, v1 and v4. At $60\,^{\circ}C$ a more chaotic pattern can be seen.

The fractography results are very dependent of the observation scale. When studying the created fracture surfaces at the macroscale no time or temperature effect could be identified. Porosities caused by the manufacturing process can be seen as well as the stitching threads and its imprint. fiber pull-outs which are characteristic mode I damage mechanisms can be observed at this scale. At the microscale a temperature effect could be seen when the temperature increased. The river pattern that could be seen at room temperature was replaced at $60°C$ by a more chaotic pattern due to the increase of ductility of the matrix. It seems that the chaotic pattern is linked to matrix deformation before cracking.

In the range of the tested temperatures (-10 to $60°C$) the stiffness of the DCB samples does not seem altered. In a temperature and test rate ranges that concern multiple engineering fields (for example in automotive or windmills) this kind of composite material has constant or improved structural parameters (K, P_{max} and G_I).

Finally one can conclude that :

1. The structural parameters of the sample seem insensitive to test rate in the studied test rate ranging from $8.3e^{-7}ms^{-1}$ to $0.5ms^{-1}$.
2. The structural parameters of the sample seem insensitive to a decrease in temperature below room temperature. This is in agreement with the time-temperature equivalence.
3. When increasing the temperature from room temperature to $60°C$ the stiffness remains unchanged but the maximum load P_{max} increases by 18% and energy release rate G_I increases by 116%. This seems to be caused by the increase in ductility of the matrix.
4. Fracture surface analyses at micro-scale with the help of SEM allows to access micro-damage mechanisms (such as matrix stretching and fracture patterns) that help understand how the composite toughened at $60°C$.

5. Acknowledgements

The authors gratefully acknowledge ARKEMA for providing the samples and especially P. Gerard for the meaningful scientific discussions.

6. References

[1] B. Vieille, J. Aucher, L. Taleb, Influence of temperature on the behavior of carbon fiber fabrics reinforced PPS laminates, Materials Science and Engineering: A 517 (1-2) (2009) 51–60.

[2] B. Vieille, L. Taleb, About the influence of temperature and matrix ductility on the behavior of carbon woven-ply PPS or epoxy laminates: Notched and unnotched laminates, Composites Science and Technology 71 (7) (2011) 998–1007.

[3] W. Albouy, B. Vieille, L. Taleb, Composites : Part A Experimental and numerical investigations on the time-dependent behavior of woven-ply PPS thermoplastic laminates at temperatures higher than glass transition temperature, Composites Part A 49 (2013) 165–178.

[4] S.-L. Bai, K. Cao, J.-K. Chen, Z.-D. Liu, Tensile properties of rigid glass bead/hdpe composites, Polymers and Polymer Composites 8 (6) (2000) 413–418.

[5] B. Powers, J. Vinson, I. Hall, R. Hubbard, High strain rate mechanical properties of cycom 5920/1583, in: 36th Structures, Structural Dynamics and Materials Conference.

[6] B. Powers, J. Vinson, M. Wardle, B. Scott, High strain rate effects on two graphite fiber k3b polyimide matrix composites, in: 37th Structure, Structural Dynamics and Materials Conference.

[7] A. Vashchenko, I. Spiridonova, E. Sukhovaya, Deformation and fracture of structural materials under high-rate strain, Metalurgija 39 (2) (2000) 89–92.

[8] L. Cadieu, J. Kopp, J. Jumel, J. Bega, C. Froustey, Strain rate effect on the mechanical properties of a glass fibre reinforced acrylic matrix laminate. an experimental approach, Composite Structures 223 (2019) 110952.

[9] P. Davies, A. Brunner, Standard Test Methods for Delamination Resistance of Composite Materials : Current Status, Applied Composite Materials 5 (6) (1998) 345–364.

[10] A. Brunner, B. Blackman, P. Davies, A status report on delamination resistance testing of polymer-matrix composites, Engineering Fracture Mechanics 75 (9) (2008) 2779–2794.

[11] V. Bolotin, Delaminations in composite structures: its origin, buckling, growth and stability, Composites Part B 27B (95) (1996) 129–145.

[12] V. Bolotin, Mechanics of delamination in laminate composite structures., Mechanics of Composite Materials 37 (2001) 367–380.

[13] T. Tay, F. Shen, Analysis of Delamination Growth in Laminated Composites with Consideration for Residual Thermal Stress Effects, Journal of Composite Materials 36 (11) (2002) 1299–1320.

[14] N. Pagano, G. Schoeppner, Delamination of polymer matrix composites: Problems and assessment, in: Comprehensive Composite Materials, Vol. 2, 2000, pp. 433–528.

[15] Astm-d5528-94 (1997), In Annual Book of ASTM Standards 15.03.

[16] Astm-d5528-01 (2003), In Annual Book of ASTM Standards 15.03.

[17] M. Y. Shiino, R. C. Alderliesten, M. V. Donadon, H. J. C. Voorwald, M. O. H. Cioffi, Applicability of standard delamination tests (double cantilever beam and end notch flexure) for 5hs fabric-reinforced composites in weft-dominated surface, Journal of Composite Materials 49 (21) (2015) 2557–2565.

[18] D. Fanteria, L. Lazzeri, E. Panettieri, U. Mariani, M. Rigamonti, Experimental characterization of the interlaminar fracture toughness of a woven and a unidirectional carbon/epoxy composite, Composites Science and Technology 142 (2017) 20 – 29.

[19] M. May, Measuring the rate-dependent mode I fracture toughness of composites - A review, Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 81 (2016) 1–12.

[20] B. Blackman, A. Kinloch, F. R. Sanchez, W. Teo, J. Williams, The fracture behaviour of structural adhesives under high rates of testing, Engineering Fracture Mechanics 76 (18) (2009) 2868–2889.

[21] C. Fond, R. Schirrer, Dynamic fracture surface energy values and branching instabilities during rapid crack propagation in rubber toughened PMMA, Comptes Rendus de l'Academie des Sciences - Series IIB-Mechanics 329 (3) (2001) 195–200.

[22] D. Dalmas, C. Guerra, J. Scheibert, D. Bonamy, Damage mechanisms in the dynamic fracture of nominally brittle polymers, International Journal of Fracture 184 (1-2) (2013) 93–111.

[23] J. Kopp, J. Schmittbuhl, O. Noel, J. Lin, C. Fond, Fluctuations of the dynamic fracture energy values related to the amount of created fracture surface, Engineering Fracture Mechanics 126 (2014) 178–189.

[24] J. Kopp, J. Schmittbuhl, O. Noel, C. Fond, A self-affine geometrical model of dynamic RT-PMMA fractures: implications for fracture energy measurements, International Journal of Fracture 193 (2) (2015) 141–152.

[25] S. Spearing, A. Evans, The role of fiber bridging in the delamination resistance of fiber-reinforced composites, Acta Metallurgica et Materialia 40 (9) (1992) 2191 – 2199.

[26] M. K. Budzik, H. M. Jensen, J. Jumel, Fracture in the single cantilever beam test with large scale bridging, in: Advances in Fracture and Damage Mechanics XIII, Vol. 627 of Key Engineering Materials, Trans Tech Publications Ltd, 2015, pp. 221–224.

[27] L. Ye, Evaluation of mode-i interlaminar fracture toughness for fiber-reinforced composite materials, Composites Science and Technology 43 (1) (1992) 49 – 54.

[28] S. M. Spearing, A. G. Evans, The role of fiber bridging in the delamination resistance of fiber-reinforced composites, Acta Metallurgica Et Materialia 40 (9) (1992) 2191–2199.

[29] M. Gilchrist, N. Svensson, A Fractographic analysis of delamination within Multidirectional Carbon/Epoxy Laminates, Composites Science and Technology 55 (2) (1995) 195–207.

[30] M. Kenane, S. Benmedakhene, Z. Azari, Fracture and fatigue study of unidirectional glass/epoxy laminate under different mode of loading, Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures 33 (5) (2010) 284–293.

[31] M. A. A. Mohsin, L. Iannucci, E. S. Greenhalgh, Mode I Interlaminar Fracture Toughness Characterisation of Carbon Fibre Reinforced Thermoplastic Composites, American Society for Composites (ASC) 32nd Annual Technical Conference (September 2018).

[32] J. Vina, I. Vina, J. Bonhomme, A. Arguelles, Fractography and failure mechanisms in static mode I and mode II delamination testing of unidirectional carbon reinforced composites, Polymer Testing 28 (2009) 612–617.

[33] E. S. Greenhalgh, C. Rogers, P. Robinson, Fractographic observations on delamination growth and the subsequent migration through the laminate, Composites Science and Technology 69 (14) (2009) 2345–2351.

[34] S. Hashemi, A. Kinloch, J. Williams, The Effects of Geometry, Rate and Temperature on the Mode I, Mode II and Mixed-Mode I/II Interlaminar Fracture of Carbon-Fibre/Poly(ether-ether ketone) Composites, Journal of Composite Materials 24 (1990) 918–956.

[35] P. J. Hine, B. Brew, R. A. Duckett, I. M. Ward, Failure mechanisms in carbon fibre reinforced poly(ether ether ketone). II: Material variables, Composites Science and Technology 40 (1) (1991) 47–67.

[36] R. Frassine, A. Pavan, Viscoelastic effects on the interlaminar fracture behaviour of themoplastic matrix composites: I. rate and temperature dependence in unidirectional PEI/Carbon-fibre laminates, Composites Science and Technology 54 (1995) 193–200.

[37] K. Y. Kim, L. Ye, K. M. Phoa, Interlaminar fracture toughness of CF/PEI and GF/PEI composites at elevated temperatures, Applied Composite Materials 11 (3) (2004) 173–190.

[38] M. W. Czabaj, B. D. Davidson, Determination of the mode I, mode II, and mixed-mode I-II delamination toughness of a graphite/polyimide composite at room and elevated temperatures, Journal of Composite Materials 50 (16) (2016) 2235–2253.

[39] K. K. Kar, S. D. Sharma, P. Kumar, Effects of temperature on interlaminar fracture toughness of fibre reinforced plastic composites made by newly proposed rubber pressure moulding technique, Plastics, Rubber and Composites 36 (6) (2007) 274–280.

[40] J. Polaha, B. Davidson, Test procedures for determining the delamination toughness of ceramic matrix composites as a function of mode ratio, temperature, and layup, 1392nd Edition, American Society for Testing and Materials, 2001, pp. 31–47.

[41] B. D. Davidson, M. Kumar, M. A. Soffa, Influence of mode ratio and hygrothermal condition on the delamination toughness of a thermoplastic particulate interlayered carbon/epoxy composite, Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 40 (1) (2009) 67–79.

[42] L. Cadieu, J.-B. Kopp, J. Jumel, J. Bega, C. Froustey, Temperature effect on the mechanical properties and damage mechanisms of a glass fibre reinforced acrylic matrix laminate, Submitted in Journal of Reinforced Plastics and Composites.

3.3 Compléments Article 3

3.3.1 Compléments d'analyse des résultats de la campagne d'essais DCB.

Deux méthodes pour estimer G sont présentées : une méthode locale (pour accéder à l'intégrale de contour J) et une méthode globale (pour estimer le taux de restitution d'énergie G). Dans le cadre du formalisme de la mécanique élastique linéaire de la rupture (M.E.L.R.) et lorsque la zone de progrès de la fissure est confinée, l'intégrale de contour J est égale au taux de restitution d'énergie G. Lors des essais DCB QS et DYN les valeurs de force et de déplacement sont mesurées. La fréquence d'acquisition est choisie en fonction du temps d'essai pour obtenir au minimum 100 points de mesures. Ces données sont nécessaires pour remonter à la valeur de G calculé d'après le potentiel statique d'une poutre en flexion. Parallèlement une caméra rapide est utilisée pour mesurer localement la rotation des bras, nécessaire au calcul de G via l'intégrale J, à l'aide de suivi de cible. Ces deux méthodes de calcul seront expliquées et comparées.

Estimation du taux de restitution d'énergie G.

Potentiel statique d'une poutre en flexion.

Le potentiel statique $\Psi(P, a, b, h, E)$ est défini par :

$$\Psi(P, a, b, h, E) = W^{élastique}(Structure) - \Omega(P, \delta)$$

avec P l'effort appliqué, a la longueur, b la largeur, h la hauteur, E le module de Young de la poutre et $\Omega(P, \delta)$ le travail des forces imposées. Cette expression permet de calculer le déplacement δ du point d'application de la force P nécessaire à l'évaluation du travail des efforts imposés :

$$\delta = \frac{\partial W^{élastique}}{\partial P} = \frac{\partial}{\partial P}(\frac{P^2 l^3}{6EI}) = \frac{Pl^3}{3EI}$$

$$\Longrightarrow \Omega(P, \delta) = \delta \times P = \frac{P^2 l^3}{3EI}$$

avec l la longueur de la poutre, E le module de Young de la poutre, $I = \frac{bh^3}{12}$ le moment quadratique d'une poutre à section rectangulaire en flexion.

L'énergie potentielle de la structure est la somme des énergies potentielles des deux poutres de longueur a équivalent à la longueur de la fissure.

$$\Psi_{DCB} = 2(\frac{P^2 a^3}{6EI} - \frac{P^2 a^3}{3EI}) = -\frac{P^2 a^3}{3EI}$$

Le taux de restitution d'énergie G est donc :

$$\Longrightarrow G_{DCB} = -\frac{\partial}{\partial ab}(-\frac{P^2 a^3}{3EI}) = \frac{P^2 a^2}{EbI}$$

$$\Longrightarrow G_{DCB} = \frac{12 P^2 a^2}{E b^2 h^3} \tag{3.3.1}$$

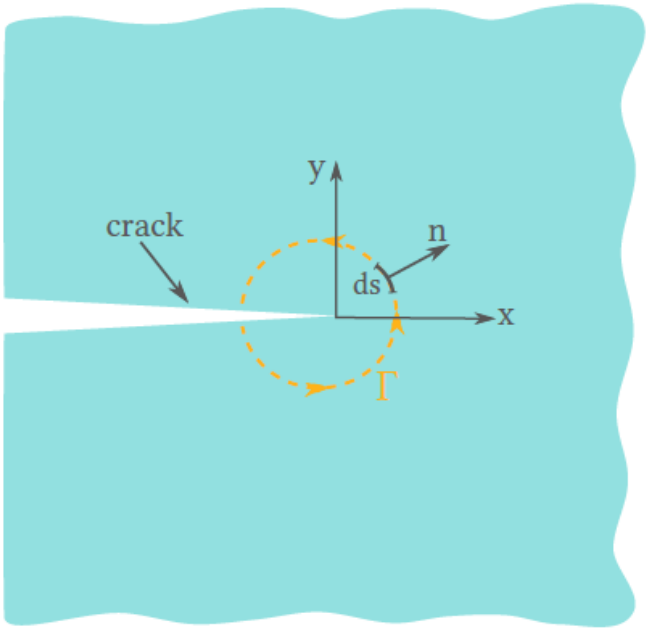


FIGURE 3.3.1 – Illustration de la définition du contour de l'intégrale J [16]

Intégrale J

L'intégrale J est proposée par Rice comme méthode permettant de calculer le taux de restitution d'énergie dans un matériau élastique non linéaire fissuré [66]. C'est une intégrale indépendante du chemin d'intégration qui peut être fixé autour de la pointe de fissure. Dans le cas d'un matériau élastique, l'intégrale J est égale au taux de restitution d'énergie d'une fissure plane [67]. En référence à la Fig. 3.3.1, l'intégrale J ($J.m^{-2}$) peut s'écrire sous cette forme :

$$J = \int_{\Gamma} (Y dy - T_i \frac{\partial U_i}{\partial x} ds)$$

avec Y la densité d'énergie de déformation, $T_i = \sigma_{ij} n_j$ les composantes du vecteur contrainte, U_i le vecteur déplacement et ds l'incrément de longueur du contour Γ.

L'intégrale J peut être déterminée expérimentalement à l'aide de mesures optiques. La rotation des poutres en flexion est mesurée par traitement d'images. Cela permet de remonter à l'intégrale J et ainsi estimer G. La formule permettant de calculer J à l'aide des rotations des poutres est la suivante :

$$J_\theta = \frac{2Psin(\theta)}{b}$$

avec θ la rotation de la poutre.

Comparaison des méthodes de calcul de G.

Les deux méthodes de calcul du taux de restitution d'énergie sont portées Fig. 3.3.2 pour un essai DCB QS à une vitesse d'ouverture de $5\,mm/min$ et comparent des mesures locales (force / caméra rapide) à des mesures globales (force / déplacement). On remarque que les deux méthodes

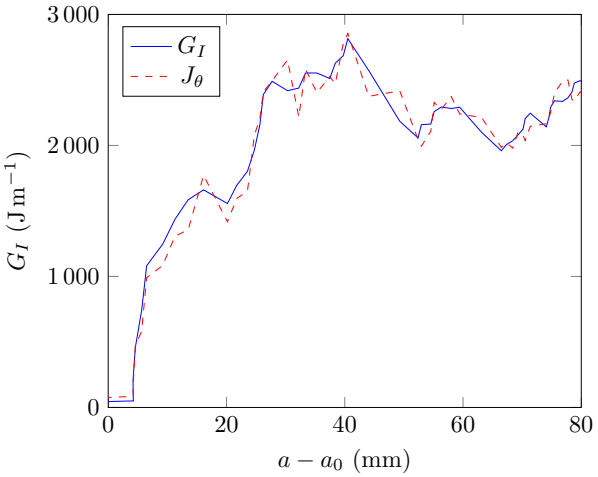


FIGURE 3.3.2 – Comparaison des méthodes de calcul de G. Les deux méthodes donnent des résultats identiques.

de calcul donnent des résultats quasi identiques. La méthode optique possède moins de points de mesures car la fréquence d'acquisition est limitée par la vitesse d'obturation de l'appareil photo.

La méthode optique n'a été utilisée que pour les essais à température ambiante. Les essais à -10 et $60\,°C$ étant réalisés dans une enceinte thermique fermée, il était donc impossible de suivre la rotation des poutres des échantillons DCB. Les calculs analytiques de G basés sur l'équation 3.3.1 du potentiel statique ne permettent pas de prendre en compte les non-linéarités du matériau (déformation plastique ou fluage par exemple). A température ambiante ces non-linéarités sont négligeables puisque G_{po} (lié au potentiel statique) et J_Θ sont quasi-identiques.

3.4 Proposition d'un essai de propagation rapide dans un composite stratifié

3.4.1 L'essai DCB : structure vs matériau ?

3.4.1.1 Compléments bibliographiques.

Blackman et al. [47] ont étudié l'effet de la vitesse de sollicitation sur le comportement à rupture d'un adhésif de type Betamate XD4600 (adhésif TD) pour des géométries d'éprouvettes DCB et HTDCB. Les vitesses de sollicitation étudiées sont situées dans une plage comprise entre $10^{-5}\,m.s^{-1}$ et $15\,m.s^{-1}$. Ils utilisent une machine servo-hydraulique associée à un système de perte de charge (Lost Motion Device) permettant d'obtenir une vitesse de déplacement du vérin plus importante et constante. Leur étude confirme la dépendance du taux de restitution d'énergie critique G_{Ic} à la vitesse de sollicitation (voir Fig. 3.4.1), avec une transition d'un comportement « stable » de propagation en quasi-statique (Type 1 : lente et stable) vers un comportement « instable » pour des sollicitations dynamiques (Types 2 : lente et instable - 3 rapide et instable) puis un retour en état stable pour des très hautes vitesses (Type 4 : rapide et stable). Du point de vue des auteurs, la propagation instable est une succession d'amorçage, de propagation et d'arrêt de fissure connu sous le nom de stick-slip.

De plus il est aussi démontré que le comportement de la fissure, en particulier sa vitesse de propagation, est dépendante de la vitesse de sollicitation et de la géométrie des éprouvettes. Il est

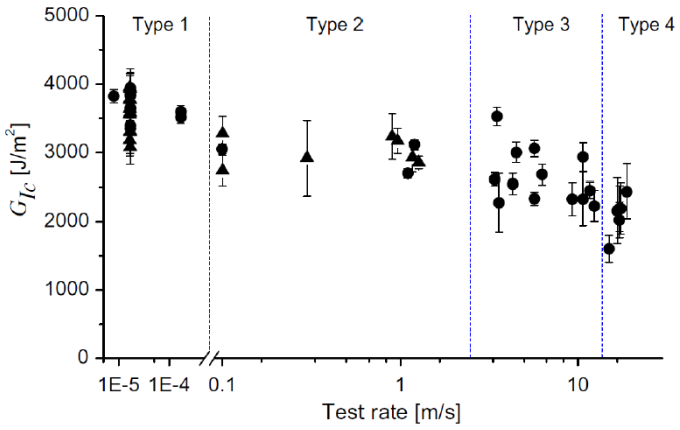


FIGURE 3.4.1 – Influence de la vitesse de sollicitation sur G_{Ic} et le type de propagation de fissure [47]

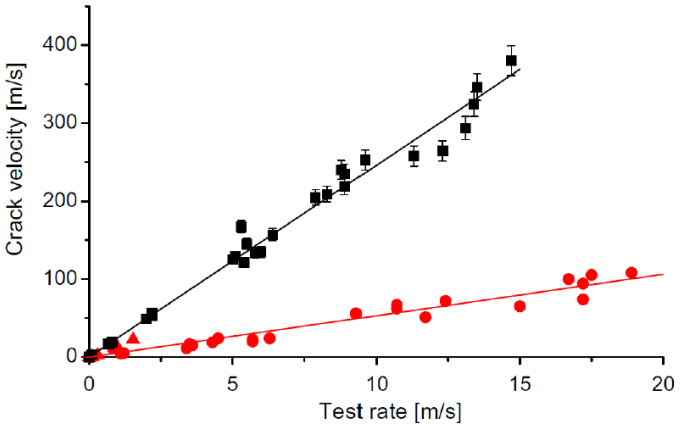


FIGURE 3.4.2 – Évolution de la vitesse de fissuration en fonction de la vitesse de sollicitation pour différentes géométries (Carrés noirs : HTDCB, ronds rouges : DCB).[47]

observé sur Fig. 3.4.2 que plus la vitesse de sollicitation est grande plus la vitesse de fissuration est grande. On remarque également qu'à vitesse de sollicitation identique, la fissure se propage plus rapidement pour l'éprouvette HTDCB que pour l'éprouvette DCB (voir Fig. 3.4.2). Pour finir, il est mis en évidence que G_{Ic} diminue sensiblement avec la vitesse de fissuration quelle que soit la géométrie d'éprouvette (DCB ou HTDCB).

3.4.1.2 La vitesse des ondes de flexion dans une poutre

La flexion des poutres de l'échantillon DCB génère des ondes mécaniques de flexion qui vont piloter l'ouverture de la fissure. Il existe différents modes propres de vibration d'une poutre encastrée de section rectangulaire dont les fréquences propres sont définies par la relation 3.4.1 où E est le module de Young de la poutre, ρ sa masse volumique, L sa longueur, h sa hauteur

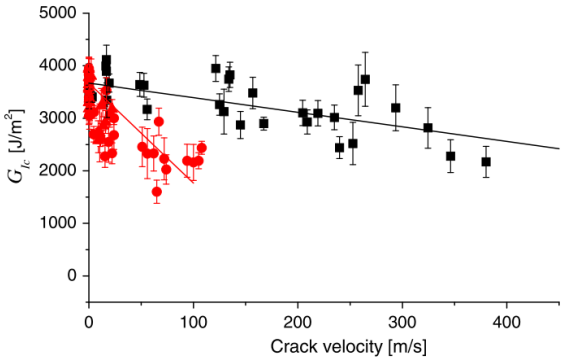


FIGURE 3.4.3 – Évolution de G_{Ic} en fonction de la vitesse de fissuration pour différentes géométries (Carrés noirs : HTDCB, ronds rouges : DCB)[47].

et α_i la racine du mode propre i.

$$v_i = \frac{1}{2\pi\sqrt{12}}\alpha_i^2\sqrt{\frac{E}{\rho}}\frac{h}{L^2} \tag{3.4.1}$$

On se place dans le cas du mode fondamental de vibration d'une poutre encastrée dont la racine $\alpha_0 = 1.875$. Ces ondes de flexion ont une fréquence qui est donc inversement proportionnelle à la longueur de la poutre. La célérité des ondes de flexion dans une poutre est définie par la relation suivante :

$$c_B = \sqrt{\omega}\sqrt[4]{\frac{EI}{\rho A}}$$

avec A la section, $I = \frac{bh^3}{12}$ le moment quadratique, b la largeur de la poutre et ω la pulsation de l'onde. La célérité de l'onde de flexion est donc dépendante de la pulsation de l'onde $\omega = 2\pi v$ qui elle-même dépend de la fréquence v. La célérité de l'onde est donc dépendante de la longueur de la poutre et est inversement proportionnelle à celle-ci.

Cela permet d'expliquer en partie les résultats obtenus par Blackman et al. [47]. En effet plus la vitesse de sollicitation est grande, plus la vitesse des ondes de flexion est grande et plus la fissure se propage vite. De la même manière, plus le couple $E - I$, qui est lié à la raideur et à la géométrie de l'éprouvette, est grand plus la vitesse des ondes de flexion est grande et plus la fissure se propage vite.

c_R est connu pour être la vitesse théorique de fissuration maximale que peut atteindre la fissure en mode I. En réalité il a été observé expérimentalement que la vitesse de fissuration limite pour un matériau tend vers $0,6\,c_R$, une vitesse à partir de laquelle la fissure principale branche pour raisons inertielles [68]. La célérité des ondes de Rayleigh est déterminée par la relation suivante :

$$c_r = (0.874032 + 0.200396\nu - 0.0756704\nu^2)c_t$$

avec c_t la vitesse des ondes transverses et $c_t = \sqrt{\frac{E}{2\rho(1+\nu)}}$.

Lorsqu'on compare la vitesse des ondes de flexion d'une poutre de l'échantillon DCB, qui pilote l'ouverture de la fissure, à la vitesse des ondes de Rayleigh (c_R) dans le matériau, on remarque qu'il y a au moins $2-3$ décades d'écart (voir Fig. 3.4.4).

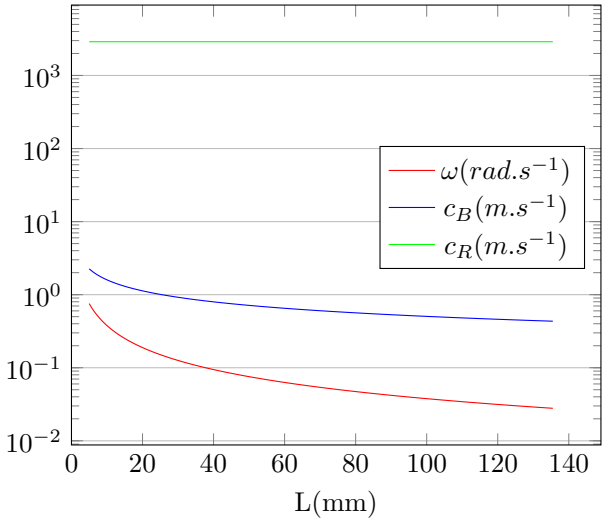


FIGURE 3.4.4 – Evolution de la pulsation ω, des vitesses des ondes de flexion c_B, de Rayleigh c_R et $0,6c_R$ en fonction de la longueur de fissuration L. Les valeurs des paramètres matériaux sont : $E = 47.10^9\, Pa$, $\rho = 1745\, kg.m^{-3}$, $h = 4,5.10^{-3}\, m$, $b = 15.10^{-3}\, m$.

3.4.1.3 Estimation de la quantité de surface de rupture

Il est classiquement admis que la quantité de surface créée A par une fissure se calcule par le produit de deux fois la longueur par la largeur de la fissure ($2b\delta a$). Pour de nombreux matériaux dont les polymères amorphes en-dessous d'une vitesse de propagation critique la surface créée est lisse ([69, 70, 71]). Dans ces cas-là $A \approx 2b\delta a$. Pour des résines polymères renforcées (composites) ([72]) il a été mis en évidence que cette approximation n'est plus valable. Dans le cas des composites stratifiés et à fibres continues, l'estimation de A semble encore plus complexe d'autant plus que cette surface dépend de l'échelle d'analyse (et donc des composants). Pour les composites stratifiés il est considéré que la fissure se propage sur une seule interface et que $A = 2b\delta a$.

Or dans ses travaux de modélisation numérique de l'essai DCB S. Metoui [16] a mis en évidence une zone de compression en amont du front de fissure (voir Fig. 3.4.5) qui est responsable du mécanisme de multi-délaminage qui peut être observé Fig. 3.4.6. Ce mécanisme infirme l'hypothèse initiale.

Sachant que le taux de restitution d'énergie est inversement proportionnel à la quantité de surface créée, une sous-estimation de cette quantité de surface de rupture créée mène à une sur-estimation du taux de restitution d'énergie.

3.4.1.4 Remarques

L'essai DCB présente plusieurs défauts pour l'estimation de G dans un composite stratifié. La réponse calculée (vitesse de fissuration et G) est fonction de la géométrie et donc ne peut donner accès à un paramètre « matériau ». Cet essai présente un intérêt potentiel pour étudier la résistance à l'amorçage d'une fissure appelée également propagation lente. Cela nécessite néanmoins de bien maîtriser les conditions limites lors de l'expérience . Lorsque la fissure souhaite se propager en régime dynamique, ce qui est le cas pour les résines acryliques (matériau supposé fragile), une limite structurelle est imposée par la géométrie de l'éprouvette. L'étude de la propagation rapide de fissures avec ce type de géométrie semble donc hasardeuse.

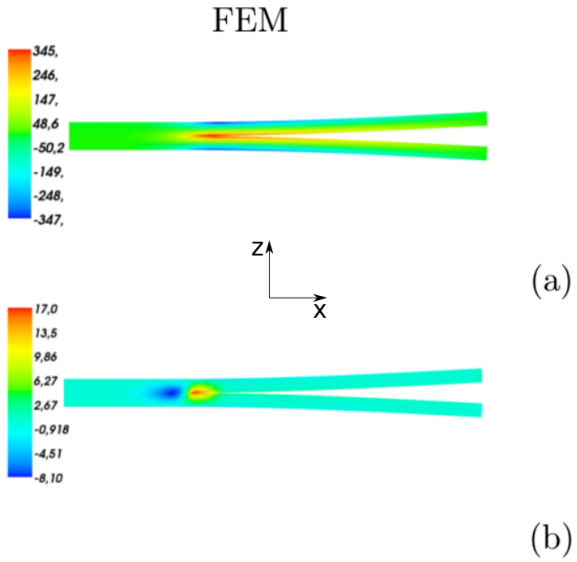


FIGURE 3.4.5 – Distribution des contraintes normales a) σ_{xx} et b) σ_{zz} dans un échantillon DCB.[16]

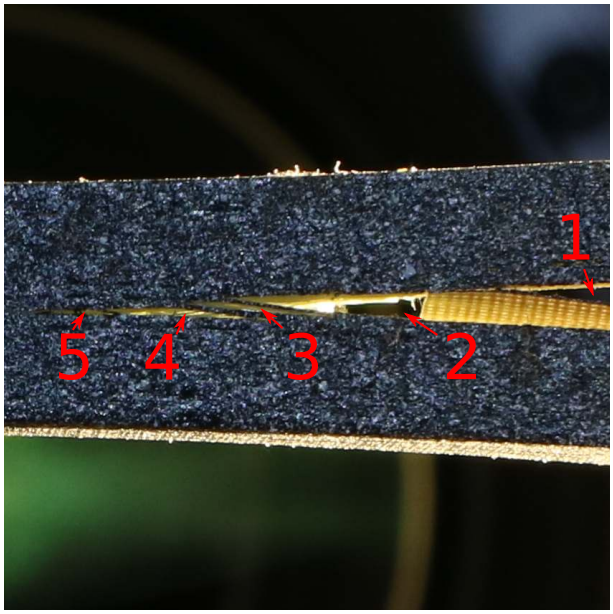
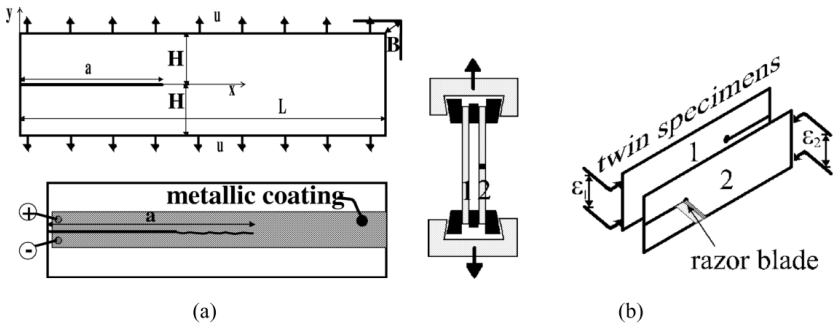


FIGURE 3.4.6 – Multi délaminage lors d'un essai DCB sur échantillons fibre de verre / elium150. L'interface médiane sur laquelle est positionnée la pré-entaille fissure sur toute la longueur de l'échantillon. Durant sa propagation, les interfaces proches de l'interface médiane peuvent localement délaminer en amont de la fissure principale. Cinq délaminages locaux sont identifiés ici.



(a) (b)

FIGURE 3.4.7 – (a) Schémas de l'éprouvette en bande chargée uniformément et du dépôt métallique utilisé pour connaître la position du sommet de fissure pendant la propagation. (b) Dispositif expérimental assurant un chargement symétrique.[74]

3.4.2 Proposition d'une géométrie d'éprouvette adaptée pour estimer un paramètre matériau

Pour accéder à une information « matériau » décrivant la résistance à la propagation rapide de fissure il est conseillé de (1) maîtriser les conditions limites de chargement en cours de propagation [73] et (2) s'affranchir de l'amorçage de la fissure. La géométrie de l'éprouvette en bande (Strip Band Specimen - SBS) a été utilisée à cet effet pour étudier la propagation rapide de fissure dans des échantillons de résine pure [72, 74]. La géométrie de l'éprouvette ainsi que le principe de mise en charge et d'amorçage sont présentés Fig. 3.4.7. La fissure est amorcée artificiellement via un impact extérieur sur une lame de rasoir en contact avec le fond d'entaille. Le chargement extérieur de l'éprouvette permet de viser un régime quasi-permanent de propagation rapide ($G_{ID}(a) \simeq Cste$ avec a la longueur de fissure) sur quelques dizaines de cm. Par ailleurs, cette géométrie est connue pour générer très peu d'effets inertiels à hautes vitesses de propagation. Quelques documents décrivent [74] précisément le protocole expérimental d'essai pour générer des fissures en régime dynamique et l'analyse permettant d'estimer G en prenant en compte les effets inertiels induits par la propagation rapide.

3.4.2.1 Système de chargement

Un système de mors permettant de pré-contraindre des éprouvettes a été conçu. Ces mors peuvent être montés sur une machine de traction-compression équipée d'une enceinte climatique ($-10°C - 180°C$). Le montage est présenté Fig. 3.4.8. Deux échantillons sont placés tête-bêche dans un système de mors. La propagation de fissure se fait sur un seul échantillon. L'autre échantillon permet de conserver la symétrie du chargement et de limiter la variation du travail des forces extérieures durant la propagation. Les échantillons sont précontraints en traction afin de les déformer élastiquement permettant de stocker de l'énergie élastique dans les échantillons sans amorcer la fissuration. À l'aide d'une lame de rasoir qui impacte le fond de la pré-entaille, l'amorçage se fait de manière artificielle. Suite à l'amorçage le matériau est libre d'utiliser l'énergie disponible dans l'échantillon pour entretenir la propagation de la fissure.

Un système de raidisseur permettant de limiter au maximum le déplacement des mors en cours d'essai est illustré Fig. 3.4.9.

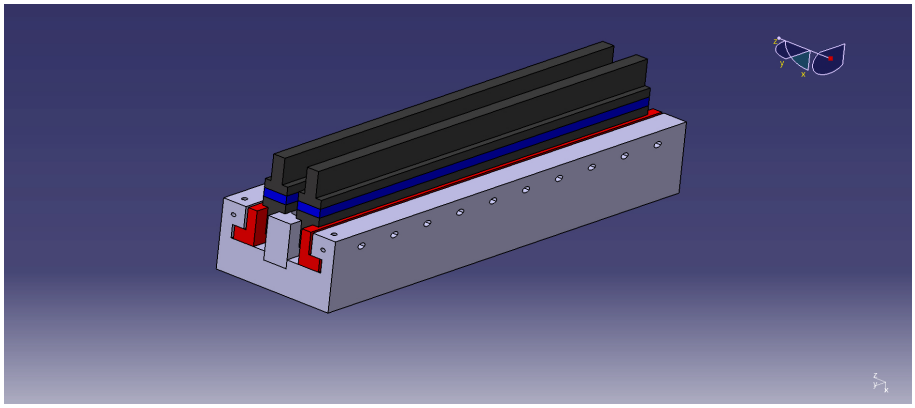


FIGURE 3.4.8 – Conception assistée par ordinateur du montage SBS pour composite stratifié. Montage de deux échantillons en position tête-bêche. Le système de masse tombante n'est pas illustré pour ne pas surcharger la représentation.

3.4.2.2 Validation sur éprouvettes en bande

Des plaques de résine Elium150 pure ont été testées afin de valider le montage expérimental (voir Fig. 3.4.10). L'essai préliminaire a permis de propager une fissure dans la plaque PMMA impactée en fond d'entaille. La seconde plaque ainsi que le système de raidisseurs ont permis de limiter le déplacement des mors en cours d'essai. Une caméra rapide permet de suivre l'avancée de la fissure au cours du temps afin d'extraire la donnée spatio-temporelle du sommet de fissure $a(t)$. Cette donnée sert ensuite de critère dans un modèle numérique qui permet d'estimer le taux de restitution d'énergie en régime dynamique G_{Id}. Il est observé sur Fig. 3.4.10 que la fissure se propage linéairement (éprouvette au premier plan). Ce chemin de propagation confirme les bonnes conditions de chargement en mode I du système.

3.4.2.3 Essais préliminaires sur éprouvette composite.

Afin de stocker le maximum d'énergie élastique dans les échantillons composites stratifiés, il est nécessaire de les déformer élastiquement le plus possible. Les efforts nécessaires à cette déformation sont importants et nécessitent de venir serrer fortement l'échantillon. Sur un échantillon en composite stratifié, cet effort de serrage dans la direction transverse des fibres viendrait l'endommager. Il est donc nécessaire de coller des talons sur l'échantillon afin de pouvoir le précontraindre. Une géométrie de talon en T (voir Fig. 3.4.11) est sélectionnée permettant toujours de fixer un ou deux échantillons. Cette géométrie permet d'appliquer un effort de serrage sur une grande surface et donc d'empêcher le talon de glisser dans les mors.

Afin d'appliquer la précontrainte nécessaire pour déformer l'échantillon, il faut soumettre l'éprouvette à un effort de traction important (de l'ordre de $200\,kN$). Dans le cas des essais préliminaires réalisés dans cette thèse, cet effort n'a pu être atteint avant de rompre l'interface éprouvette / talon. Différentes colles ont été testées mais aucune n'a permis d'atteindre la précontrainte souhaitée.

Pour faire face à ce problème, il est envisagé de fabriquer des éprouvettes avec le talon intégré. Cela nécessite donc de réaliser des plaques très épaisses à usiner pour fabriquer l'éprouvette souhaitée. De plus, pour ne pas casser l'éprouvette avec l'effort de serrage, les parties supérieures et inférieures doivent avoir des fibres orientées perpendiculairement à l'effort de serrage et dans l'axe de la traction de précontrainte.

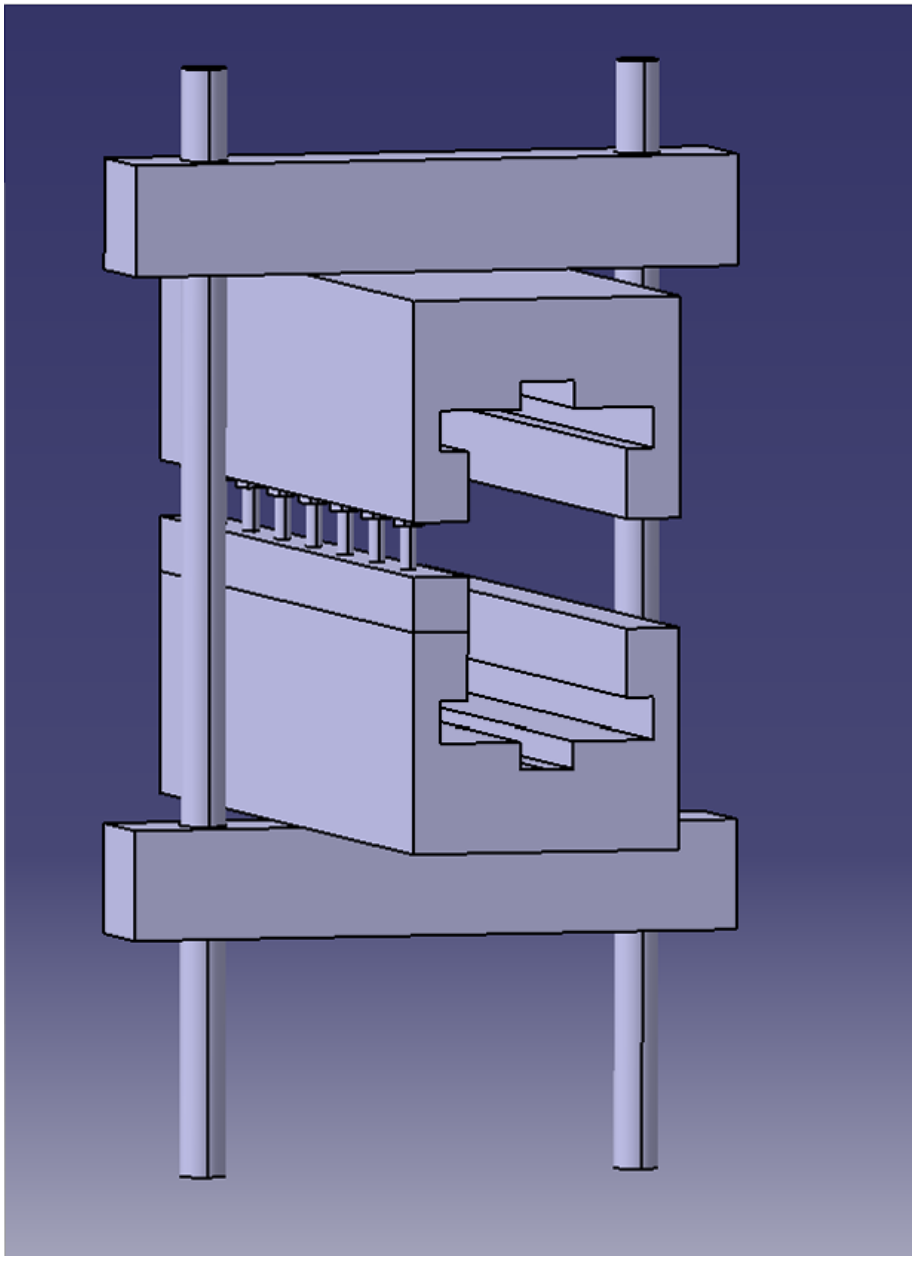


FIGURE 3.4.9 – Système de raidisseurs bloquant l'ouverture ou la fermeture des bâtis inférieur et supérieur.

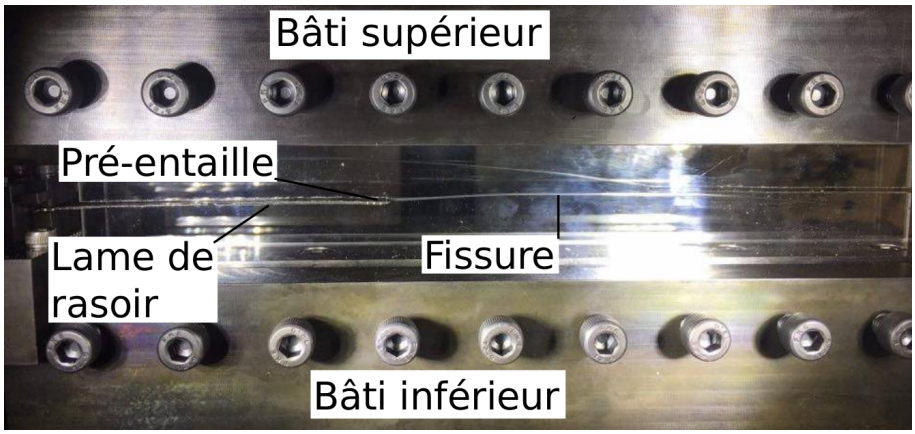


FIGURE 3.4.10 – Propagation de fissure en régime quasi-permanent de propagation dynamique dans une plaque de PMMA.

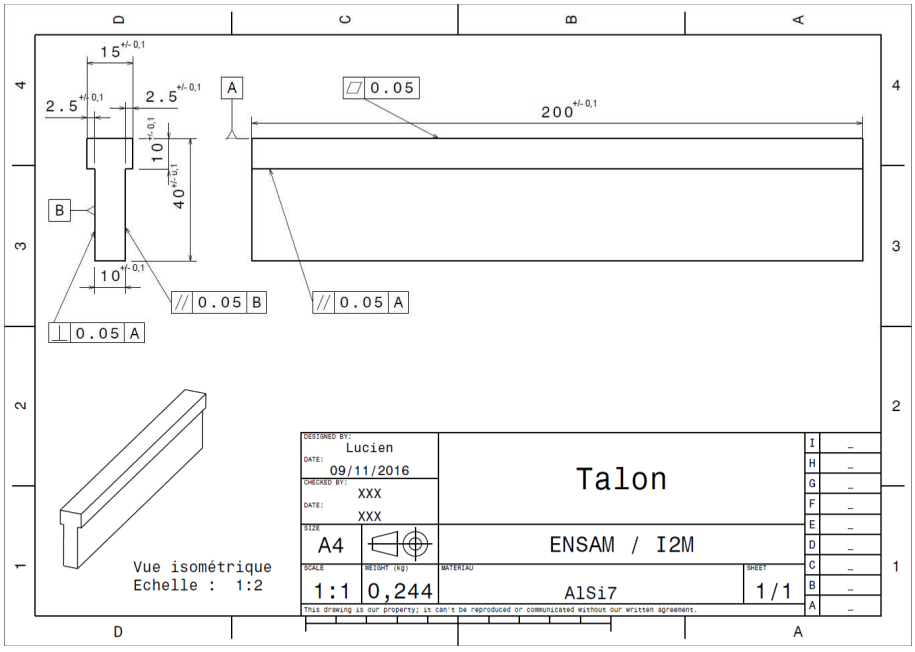


FIGURE 3.4.11 – Géométrie des talons pour échantillons composites.

3.5 Conclusions

Ce chapitre illustre l'influence des effets de chargements thermocinétiques sur le comportement à rupture d'éprouvettes DCB en composite à matrice thermoplastique renforcée de fibres de verre. Dans la plage de vitesses d'ouverture testées, il ne semble pas y avoir d'effet de la vitesse de sollicitation sur la raideur de l'échantillon, sur l'effort maximal atteint ou sur le taux de restitution d'énergie critique. De même, il est observé que lorsque la température diminue de $20°C$ à $-10°C$ ces paramètres restent inchangés. Lorsque la température augmente à $60°C$ la raideur reste inchangée, l'effort maximal atteint par l'échantillon augmente et le taux de restitution critique double. Les échantillons semblent avoir le même comportement mécanique quelle que soit la vitesse d'ouverture imposée dans la plage sollicitée pour des températures allant de l'ambiante à $-10°C$. Les échantillons semblent avoir une meilleure résistance à la rupture lorsque la température augmente de $20°C$ à $60°C$. L'augmentation de la ductilité de la résine avec la température permet à celle ci de se déformer avant de rompre.

La vitesse d'ouverture ainsi que la diminution de la température ne semblent pas modifier les surfaces de rupture dans la plage testée. Un « river pattern » est observable dans toutes ces configurations d'essais et est caractéristique d'une propagation en mode I. Une décohésion fibre/matrice est observable à l'échelle microscopique qui laisse les fibres à nu ce qui signifie que l'interface est moins résiliente que la matrice. A $60°C$ ce « river pattern » est remplacé par un motif plus chaotique qui semble être causé par une déformation de la matrice avant rupture. A l'échelle microscopique, la matrice semble s'être déformée plastiquement et les fibres sont enrobées d'une fine couche de résine. A cette température l'interface fibre/matrice semble donc plus résiliente que la matrice pure.

L'essai DCB est couramment utilisé pour caractériser le comportement à rupture des interfaces en mode I. Cependant il semblerait qu'il soit inadapté pour étudier la propagation de fissure en régime dynamique. Il a été mis en évidence que la vitesse de fissuration ainsi que le taux de restitution d'énergie dépendent de la vitesse d'ouverture, de la géométrie des éprouvettes testées et intrinsèquement de la vitesse des ondes de flexion dans les poutres de l'éprouvette DCB.

Le mode de chargement de l'essai SBS présente un intérêt majeur pour étudier la propagation rapide d'une fissure dans un matériau. Un régime quasi permanent de propagation rapide peut en effet être atteint sur quelques dizaines de centimètres. Une géométrie d'éprouvette composite (stratifié) a été conçue sur cette base. Des essais sur résine pure ont permis de valider le système de chargement. Certaines limitations techniques liées au collage des talons sur les éprouvettes composite n'ont malheureusement pas permis de réaliser un essai concluant de rupture dynamique.

Conclusions et perspectives

Conclusions

Dans le cadre de ce travail de thèse, différentes expériences ont été menées afin de décrire et comprendre les mécanismes d'endommagements et de rupture pouvant apparaître à différentes échelles au sein d'un matériau composite stratifié à résine acrylique (TP) renforcé de fibres continues de verre. Deux types d'essais mécaniques ont été réalisés : des essais d'indentation/impact basse vitesse et des essais de rupture en mode I. Les premiers types d'essais ont principalement permis d'étudier les différents mécanismes d'endommagements et de rupture qui peuvent apparaître au sein d'un composite stratifié. Les essais de rupture ont été effectués afin d'isoler et d'étudier le mécanisme de délaminage considéré comme étant le plus critique pour la structure composite. Les différents essais ont été réalisés sous conditions sévères : à différentes températures et vitesses de sollicitation. Pour décrire les différents mécanismes d'endommagements et rupture pouvant apparaître au sein du composite, des analyses microscopiques (optique et électronique) et post-mortem ont été effectuées.

Dans la première partie de ce manuscrit, les effets du chargement thermocinétique sur la réponse mécanique d'une plaque composite stratifié à résine acrylique (TP) renforcée de fibres continues de verre sous sollicitation d'indentation/d'impact ont été décrits. Il a été montré que la force maximale supportée par la plaque et sa rigidité augmentent avec la vitesse de sollicitation. La profondeur d'indentation diminue avec la vitesse de sollicitation ce qui semble cohérent puisque la rigidité de la plaque augmente. L'énergie élastique stockée dans la plaque reste constante pour des sollicitations quasi-statiques et ce, quelle que soit l'énergie apportée au système. Pour des sollicitations en régime dynamique à faible énergie, cette énergie élastique stockée devient dépendante de l'énergie apportée au système. Dans la plage de vitesses de sollicitations imposées aucune différence n'a été observée sur les mécanismes d'endommagements. Il a été observé qu'en-dessous d'une profondeur d'indentation critique δ_c, la taille de la zone endommagée est identique pour des sollicitations quasi-statiques et dynamiques. Au-delà de δ_c la zone endommagée augmente significativement.

Lorsque la température augmente, la force maximale supportée par la plaque, sa rigidité, l'énergie appliquée pour indenter à une profondeur donnée ainsi que la taille de la zone endommagée diminuent. La décohésion fibre-matrice semble varier entre une rupture cohésive à faible température et une rupture adhésive à température proche de la température de transition vitreuse de la matrice polymère. Les effets de la vitesse de sollicitation et de la température sont en accord avec l'équivalence temps-température puisque augmenter la vitesse de sollicitation induit les mêmes effets qu'une diminution de la température.

La seconde partie de cette thèse a été dédiée à l'étude des effets thermocinétiques sur le comportement à rupture d'une éprouvette DCB. Il a été observé qu'aucun effet de la vitesse

de sollicitation sur le comportement mécanique du composite n'est observable dans la plage de vitesse d'ouverture imposée (de $8.3e^{-7}\,m.s^{-1}$ à $0.5\,m.s^{-1}$) à température ambiante. De la même manière aucun effet de la température n'est observable en régime quasi-statique pour des températures inférieures à la température ambiante (jusqu'à $-10°C$). Les différentes éprouvettes testées à l'ambiante ou à froid présentent des faciès de rupture semblables. Le motif de type « river pattern » est identifiable à l'échelle mésoscopique et de la décohésion fibre/matrice à l'échelle microscopique. Cette décohésion fibre/matrice laisse des fibres nues ce qui signifie que l'interface entre la fibre et la matrice est moins résiliente que la matrice pure. La valeur moyenne de G_{Ic} est de $3\,kJm^{-2}$ quelle que soit la vitesse de sollicitation pour des températures inférieures ou égales à l'ambiante.

Lorsque la température d'essai augmente et se rapproche de la température de transition vitreuse de la résine, la force maximale atteinte ainsi que le taux de restitution d'énergie critique augmentent jusqu'à environ $6\,kJm^{-2}$ à $60°C$. Le motif de type « river pattern » laisse place à un motif plus chaotique. L'interface fibre/matrice ne semble pas être affectée par la température au contraire de la résine. Les observations microscopiques révèlent que la matrice se déforme plastiquement avant de rompre. Pour des températures supérieures à $60°C$, les grandes déformations générées par la sollicitation et la ductilité de la résine induisent une localisation de l'amorçage de la fissure au sein de la résine.

L'essai DCB est couramment utilisé pour caractériser le comportement à rupture des interfaces en mode I. Cependant, il semblerait qu'il soit inadapté pour étudier la propagation de fissure en régime dynamique. Il a été mis en évidence que la vitesse de fissuration ainsi que le taux de restitution d'énergie dépendent de la vitesse d'ouverture, de la géométrie des éprouvettes testées et intrinsèquement de la vitesse des ondes de flexion dans les poutres de l'éprouvette DCB.

Le mode de chargement de l'essai SBS présente un intérêt majeur pour étudier la propagation rapide d'une fissure dans un matériau. Un régime quasi permanent de propagation rapide peut en effet être atteint sur quelques dizaines de centimètres. Une géométrie d'éprouvette composite (stratifié) a été conçue sur cette base. Des essais sur résine pure ont permis de valider le système de chargement. Certaines limitations techniques liées au collage des talons sur les éprouvettes composite n'ont malheureusement pas permis de réaliser un essai concluant de rupture dynamique.

Perspectives

L'ensemble des résultats expérimentaux (réponse de la structure, paramètres matériaux et description multi-échelle des mécanismes d'endommagements et de rupture) peuvent être utilisés pour enrichir des modèles numériques de comportement. Cela permettra par exemple d'extrapoler le protocole expérimental à d'autres sollicitations mécaniques. Les essais d'indentation/impact à différentes vitesses de sollicitation et températures ont généré des mécanismes d'endommagements et de rupture qui ont été observés post-mortem par microscopies optique et électronique. Ces analyses sont insuffisantes pour accéder précisément à la cinétique d'endommagement et de rupture. Plusieurs stratégies pourraient être envisagées : des essais in-situ (MEB ou RX) ou des essais interrompus. Pour étudier le délaminage en régime dynamique, un montage qui a été conçu a été validé sur éprouvettes de résine pure. La finalisation des essais de propagation de fissure en régime dynamique sur composites stratifiés permettrait sans doute d'estimer finement l'énergie de rupture du matériau (i.e. le taux de restitution d'énergie critique en régime dynamique G_{IDc}). Cette valeur pourrait être utilisée dans un code de calcul pour dimensionner au mieux les structures. Pour finir, l'ensemble de la démarche expérimentale pourrait être réutilisée et transposée pour évaluer l'influence d'un chargement thermocinétique sur le comportement mécanique d'un

composite stratifié avec par exemple différentes stratégies de stratification, orientations de fibres, types de résine ou enzymages.

Bibliographie

[1] J.E. Spruiell and C.J. Janke. A review of the measurement and development of crystallinity and its relation to properties in neat poly(phenylene sulfide) and its fiber reinforced composites. 01 2005.

[2] R Matadi Boumbimba, M Coulibaly, A Khabouchi, N Bonfoh, and P Gerard. Glass fibres reinforced acrylic thermoplastic resin-based tri-block copolymers composites : Low velocity impact response at various temperatures. *Composite Structures*, 2016.

[3] R Matadi Boumbimba, M Coulibaly, A Khabouchi, G Kinvi-Dossou, N Bonfoh, and P Gerard. Glass fibres reinforced acrylic thermoplastic resin-based tri-block copolymers composites : Low velocity impact response at various temperatures Glass fibres reinforced acrylic thermoplastic resin-based tri-block copolymers composites : Low velocity impact response at various temperatures. *Composite Structures*, 160(November 2016) :939–951, 2018.

[4] G Kinvi-Dossou, R Matadi Boumbimba, N Bonfoh, Y Koutsawa, D Eccli, and P Gerard. A numerical homogenization of E-glass / acrylic woven composite laminates : Application to low velocity impact. *Composite Structures*, 200 :540–554, 2018.

[5] I. Raphael, N. Saintier, G. Robert, J. BÃ©ga, and L. Laiarinandrasana. On the role of the spherulitic microstructure in fatigue damage of pure polymer and glass-fiber reinforced semi-crystalline polyamide 6.6. 126 :44–54, 2019.

[6] I. Raphael, N. Saintier, H. Rolland, G. Robert, and L. Laiarinandrasana. A mixed strain rate and energy based fatigue criterion for short fiber reinforced thermoplastics. 127 :131–143, 2019.

[7] Eileen Boissin. *Etude de l'endommagement et de la tenue en fatigue d'un matériau composite à matrice acrylique et fibres de verre.* PhD thesis, 2019.

[8] H. Rolland, N. Saintier, P. Wilson, J. Merzeau, and G. Robert. In situ x-ray tomography investigation on damage mechanisms in short glass fibre reinforced thermoplastics : Effects of fibre orientation and relative humidity. *Composites Part B : Engineering*, 109 :170 – 186, 2017.

[9] G.C. Jacob, J.M. Starbuck, J.F. Fellers, S. Simunovic, and R.G. Boeman. Strain rate effects on the mechanical properties of polymer composite materials. *Journal of Applied Polymer Science*, 94(1) :296–301, 2004.

[10] A. Rotem and J. M. Lifshitz. Section 10-g. In *Proceedings of the 26th Annual Tech. Conference, Society for Plastics Industry, Reinforced Plas- tics/Composites Division Washington, DC*, pages 1–10, 1971.

[11] O.I. Okoli and G.F. Smith. In *Proceedings of Society of Plastics Engineers Annual Technical Conference (ANTEC), Advanced Polymer Composites Division*, volume 2, pages 2998–3002, 1995.

[12] O.I. Okoli and G.F. Smith. The effect of strain rate and fibre content on the poisson's ratio of glass/epoxy composites. *Composite Structures*, 48(1) :157 – 161, 2000.

[13] O.I. Okoli and G.F. Smith. Aspects of the tensile response of random continuous glass/epoxy composites. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 18(7) :606–613, 1999.

[14] Okenwa I Okoli. The effects of strain rate and failure modes on the failure energy of fibre reinforced composites. *Composite Structures*, 54(2) :299 – 303, 2001. Third International Conference on Composite Science and Technology.

[15] D. Gay. *Matériaux composites (5° éd.)*. Lavoisier, 2005.

[16] S. Metoui. *Separated representations for the multiscale simulation of the mechanical behavior and damages of composite materials.* PhD thesis, 2016.

[17] L.N. McCartney. Predicting tansverse crack formation in cross-ply laminates. *Composites Science and Technology*, 58(3) :1069–1081, 1998.

[18] L. Zubillaga, A. Turon, J. Renart, J. Costa, and P. Linde. An experimental study on matrix crack induced delamination in composite laminates. *Composite Structure*, 127 :10–17, 2015.

[19] T. Lorriot, G. Marion, R. Harry, and H. Wargnier. Onset of free-edge delamination in composite laminates under tensile loading. 34 :459–471, 2003.

[20] L. Lagunegrand, T. Lorriot, R. Harry, H. Wargnier, and J. M. Quenisset. Initiation of free-edge delamination in composite laminates. *Composites Science and Technology*, 66 :1315–1327, 2006.

[21] D.J. Bull, S.M. Spearing, and I. Sinclair. Investigation of the response to low velocity impact and quasi-static indentation loading of particle-toughened carbon-fibre composite materials. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 74 :38–46, 2015.

[22] N.J. Pagano and G.A. Schoeppner. Delamination of polymer matrix composites : Problems and assessment. In *Comprehensive Composite Materials*, volume 2, pages 433–528. 12 2000.

[23] V.V. Bolotin. Delaminations in composite structures : its origin, buckling, growth and stability. *Composites Part B*, 27B(95) :129–145, 1996.

[24] V.V. Bolotin. Mechanics of delamination in laminate composite structures. *Mechanics of Composite Materials*, 37 :367–380, 2001.

[25] T.E. Tay and F. Shen. Analysis of Delamination Growth in Laminated Composites with Consideration for Residual Thermal Stress Effects. *Journal of Composite Materials*, 36(11) :1299–1320, 2002.

[26] W. Ding. *Delamination Analysis of Composite Laminates.* PhD thesis, 1999.

[27] H.M. Jensen and I. Sheinman. Straight-sided , buckling-driven delamination of thin films at high. *International Journal of Fracture*, (1995) :371–385, 2001.

[28] E.H. Glaessgen, I.S. Raju, and C.C Poe. Analytical and Experimental Studies of the Debonding of Stitched and Unstitched Composite Joints. *Journal of Composite Materials*, 36(22) :2599–2624, 2002.

[29] P. Glaessgen and J.M Hodgkinson. Interlaminar fracture toughness. *Mechanical Testing of Advanced Fibre Composites*, 27 :170–210, 2000.

[30] V. Tamuzs, S. Tarasovs, and U. Vilks. Progressive delamination and fiber bridging modeling in double cantilever beam composite specimens Energy release rate in double cantilever beam specimens. *Engineering Fracture Mechanics*, 68(5) :513–525, 2001.

[31] L. Ye. Evaluation of mode-i interlaminar fracture toughness for fiber-reinforced composite materials. *Composites Science and Technology*, 43(1) :49 – 54, 1992.

[32] X.N. Huang and D. Hull. Effects of Fibre Bridging on G lc of a Unidirectional Glass / Epoxy Composite. *Composites Science and Technology*, 35 :283–299, 1989.

[33] A. Airoldi and C.G. Dávila. Identification of material parameters for modelling delamination in the presence of fibre bridging. *Composite Structures*, 94(11) :3240–3249, 2012.

[34] Astm-d5528-94 (1997). *In Annual Book of ASTM Standards*, 15.03, 2003.

[35] Astm-d5528-01 (2003). *In Annual Book of ASTM Standards*, 15.03, 2003.

[36] P. Davies. Protocols for interlaminar fracture testing of composites. *European Structural Integrity Society (ESIS)*, 1993.

[37] P. Davies and A.J. Brunner. Standard Test Methods for Delamination Resistance of Composite Materials : Current Status. *Applied Composite Materials*, 5(6) :345–364, 1998.

[38] W.D. Bascom, J.L. Bitner, R.J. Moul Ton, and A.R. Siebert. The interlaminar fracture of organic-matrix, woven reinforcement composites. *Composites*, 11(1) :9–18, 1980.

[39] D.F. Devitt, R.A. Schapery, and W.L. Bradley. A Method for Determining the Mode I Delamination Fracture Toughness of Elastic and Viscoelastic Composite Materials. *Journal of COmposite Materials*, 14 :270–285, 1980.

[40] J. M. Whitney, C. E. Browning, and W. Hoogstedan. A Double Cantilever Beam Test for Mode I Delamination of Composite Materials. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 1 :297–313, 1982.

[41] H. Chai. The characterization of M o d e I delamination failure in non- woven , multidirectional laminates. *Composites*, 15(4) :277–290, 1984.

[42] N. Valoroso, S. Sessa, M. Lepore, and G. Cricrì. Identification of mode-I cohesive parameters for bonded interfaces based on DCB test. *Engineering Fracture Mechanics*, 104 :56–79, 2013.

[43] M. May. Measuring the rate-dependent mode I fracture toughness of composites - A review. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 81 :1–12, 2016.

[44] M. Colin de Verdiere, A.A. Skordos, A.C. Walton, and M. May. Influence of loading rate on the delamination response of untufted and tufted carbon epoxy non-crimp fabric composites/mode ii. *Engineering Fracture Mechanics*, 96 :1–10, 2012.

[45] T. Kusaka, M. Hojo, Y.-W. Mai, T. Kurokawa, T. Nojima, and S. Ochiai. Rate dependence of mode i fracture behaviour in carbon-fibre/epoxy composite laminates. *Composites Science and Technology*, 58(3) :591 – 602, 1998.

[46] S. Marzi, A. Rauh, and R.M. Hinterhölzl. Fracture mechanical investigations and cohesive zone failure modelling on automotive composites. *Composite Structures*, 111 :324–331, 2014.

[47] B.R.K. Blackman, A.J. Kinloch, F.S. Rodriguez Sanchez, W.S. Teo, and J.G. Williams. The fracture behaviour of structural adhesives under high rates of testing. *Engineering Fracture Mechanics*, 76(18) :2868–2889, 2009.

[48] T. Brussat, S. Chin, and S. Mostovoy. Fracture Mechanics for Structural Adhesive Bonds. *AFML-TR-77-163*, Dayton(OH), 1978.

[49] D.C. Phillips. The fracture mechanics of carbon fibre laminates. *Journal of Composite Materials*, 8(2) :130–141, 1974.

[50] D. Gamby and V. Delauménie. Measurement and modelling of crack propagation velocity in a viscoelastic matrix composite. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 28(9) :875 – 881, 1997.

[51] E. Brown. Use of the tapered double-cantilever beam geometry for fracture toughness measurements and its application to the quantification of self-healing. *The Journal of Strain Analysis for Engineering Design*, 46 :167–186, 04 2011.

[52] I. M. Daniel, G. Yaniv, and J. W. Auser. *Rate Effects on Delamination Fracture Toughness of Graphite/Epoxy Composites*, pages 258–272. Springer Netherlands, 1987.

[53] D.S. Cairns. Nasa-cr-196613, static and dynamic strain energy release rates in toughened thermosetting composite laminates. *Nasa Techdocs*, pages 1529–1538, 1992.

[54] *ASTM D 5628-96. Stand Test Method for Impact Resistance of Flat Rigid Plastic Specimens by Means of a Falling Dart (Tup or Falling Mass).*

[55] F.A. Myers. Stress-state effects on the viscoelastic response of polyphenylene sulfide (PPS) based thermoplastic composites. *ASTM special technical publication*, (1044) :154–182, 1989.

[56] G. Caprino, L. Carrino, M. Durante, A. Langella, and V. Lopresto. Low impact behaviour of hemp fibre reinforced epoxy composites. *Composite Structures*, 133 :892–901, 2015.

[57] L. Guillaumat, F. Baudou, A.M..G. De Azevedo, and J.L. Lataillade. Contribution of the experimental designs for a probabilistic dimensioning of impacted composites. *International Journal of Impact Engineering*, 31(6) :629–641, 2005.

[58] G. Box and N. Draper. *Empirical model-building and response surfaces.* Wiley series in probability and mathematical statistics : Applied probability and statistics. John Wiley & Sons, 1987.

[59] D.H. Doelhert. Experimental Designs through level reduction of the d-dimensional cuboctahedron. *Discrete Mathematics*, 2(4) :309–334, 1972.

[60] D. Benoist, Y. Tourbier, and S. Germain-Tourbier. *Plans d'expériences : construction et analyse.* Lavoisier - Tec & Doc, 1994.

[61] J. Droesbeke, G. Saporta, J. Fine, and S. de statistique de France. *Plans d'expériences : application à l'entreprise*. Technip, 1997.

[62] M. Pillet. *Les plans d'expériences par méthode Taguchi*. Edition d'Organisation, 1997.

[63] L. Cadieu, J.B. Kopp, J. Jumel, J. Bega, and C. Froustey. Strain rate effect on the mechanical properties of a glass fibre reinforced acrylic matrix laminate. an experimental approach. *Composite Structures*, 223 :110952, 2019.

[64] S. Sehr, S. Amidi, and M.R. Begley. Interface delamination vs. bulk cracking along wavy interfaces. *Engineering Fracture Mechanics*, (October), 2018.

[65] C. Zhang, J. Zhao, and T. Rabczuk. The interface strength and delamination of fiber-reinforced composites using a continuum modeling approach. *Composites Part B : Engineering*, 137 :225–234, 2018.

[66] J.R. Rice. A path independent integral and the approximate analysis of strain concentration by notches and cracks. *Journal of applied mechanics*, 35 :379–386, 1968.

[67] C.P. Cherepanov. Crack propagation in continous media. *Journal of Applied Mathematics and Mechanics*, 31 :476–488, 1967.

[68] E.H. Yoffe. The moving griffith crack. *Philosophical Magazine*, 42(7) :739–750, 1951.

[69] J. Fineberg, S.P. Gross, M. Marder, and H.L Swinney. Instability in the propagation of fast cracks. *Physical review B*, 45(10) :5146–5154, 1992.

[70] J. Fineberg and E. Sharon. Confrming the continuum theory of dynamic brittle fracture for fast cracks. *Nature*, 397 :333–335, 1999.

[71] D. Dalmas, C. Guerra, J. Scheibert, and D. Bonamy. Damage mechanisms in the dynamic fracture of nominally brittle polymers. *International Journal of Fracture*, 184(1-2) :93–111, 2013.

[72] J.B. Kopp, J. Schmittbuhl, O. Noel, J. Lin, and C. Fond. Fluctuations of the dynamic fracture energy values related to the amount of created fracture surface. *Engineering Fracture Mechanics*, 126 :178–189, 2014.

[73] M. Bisoffi-Sauve, S. Morel, and F. Dubois. Modelling mixed mode fracture of mortar joints in masonry buildings. *Engineering Structures*, 182 :316 – 330, 2019.

[74] C. Fond and R. Schirrer. Dynamic fracture surface energy values and branching instabilities during rapid crack propagation in rubber toughened PMMA. *Comptes Rendus de l'Academie des Sciences - Series IIB-Mechanics*, 329(3) :195–200, 2001.

Table des figures

1.3.1 Illustration des principaux mécanismes d'endommagements dans les matériaux composites stratifiés.[16] 5
1.3.2 Endommagements dans un échantillon $[45/0/-45/90]_{3S}$ de carbone/époxy sous sollicitations d'impact et d'indentation.[21] 6
1.3.3 Illustration des différents modes d'ouverture [16]. 7
1.3.4 Illustration de pontage de fibres.[16] 8
1.3.5 Illustration échantillon DCB [16]. 9
1.3.6 Montage DCB adapté à la tour de chute ([44]) 10
1.3.7 Illustration de l'éprouvette DCB renforcée[46]. 11
1.3.8 Intégrale J en fonction du déplacement vertical en initiation de fissure (δ sur Fig. 1.3.5) pour une sollicitation dynamique ($100\,mms^{-1}$). 11
1.3.9 Éprouvette HTDCB [47]. 12

2.1.1 Données DMA. 16
2.1.2 Zones endommagées suite à une indentation de 8 mm avec un indenteur de 16 mm de diamètre. Deux profils ressortent : profil en croix (a) ou profil diffus (b). 17
2.1.3 Répétabilité des essais d'indentation avec des indenteurs de 16mm et 25mm de diamètre. 17
2.1.4 Zone endommagée suite à une indentation de 8 mm avec un indenteur de 25 mm de diamètre. Seul profil observé : profil en croix. 44
2.2.1 Validation des essais de tour de chute. 44
2.3.1 Illustration d'une fibre, de son interface fibre matrice et de la matrice environnante. 67

3.1.1 Illustration de la plaque à infuser. 69
3.1.2 Photo de l'injection de la plaque Elium 150 / fibres de verre. 70
3.1.3 Schéma de la technique d'injection effectuée pour infuser les plaques. 70
3.1.4 Trois traces d'échantillons découpés au jet d'eau dans la plaque infusée. Pour une vitesse d'avance 1 aucun endommagement n'est observé et les bords de l'échantillon sont lisses. Pour une vitesse d'avance 2 les bords de l'échantillon sont plus rugueux et quelques fibres de la face inférieure ne sont pas coupées mais arrachées (zone encadrée). Une zone de délaminage autour du point d'amorçage endommage l'échantillon. Pour une vitesse d'avance 3 les mêmes endommagements que pour une vitesse d'avance 2 sont observables mais plus critiques. 71
3.3.1 Illustration de la définition du contour de l'intégrale J [16] 91
3.3.2 Comparaison des méthodes de calcul de G. Les deux méthodes donnent des résultats identiques. 92
3.4.1 Influence de la vitesse de sollicitation sur G_{Ic} et le type de propagation de fissure [47] 93
3.4.2 Évolution de la vitesse de fissuration en fonction de la vitesse de sollicitation pour différentes géométries (Carrés noirs : HTDCB, ronds rouges : DCB).[47] 93

3.4.3 Évolution de G_{Ic} en fonction de la vitesse de fissuration pour différentes géométries (Carrés noirs : HTDCB, ronds rouges : DCB)[47]. 94
3.4.4 Evolution de la pulsation ω, des vitesses des ondes de flexion c_B, de Rayleigh c_R et $0,6c_R$ en fonction de la longueur de fissuration L. Les valeurs des paramètres matériaux sont : $E = 47.10^9\,Pa$, $\rho = 1745\,kg.m^{-3}$, $h = 4,5.10^{-3}\,m$, $b = 15.10^{-3}\,m$. . 95
3.4.5 Distribution des contraintes normales a) σ_{xx} et b) σ_{zz} dans un échantillon DCB.[16] 96
3.4.6 Multi délaminage lors d'un essai DCB sur échantillons fibre de verre / elium150. L'interface médiane sur laquelle est positionnée la pré-entaille fissure sur toute la longueur de l'échantillon. Durant sa propagation, les interfaces proches de l'interface médiane peuvent localement délaminer en amont de la fissure principale. Cinq délaminages locaux sont identifiés ici. 96
3.4.7 (a) Schémas de l'éprouvette en bande chargée uniformément et du dépôt métallique utilisé pour connaître la position du sommet de fissure pendant la propagation. (b) Dispositif expérimental assurant un chargement symétrique.[74] 97
3.4.8 Conception assistée par ordinateur du montage SBS pour composite stratifié. Montage de deux échantillons en position tête-bêche. Le système de masse tombante n'est pas illustré pour ne pas surcharger la représentation. 98
3.4.9 Système de raidisseurs bloquant l'ouverture ou la fermeture des bâtis inférieur et supérieur. 99
3.4.10 Propagation de fissure en régime quasi-permanent de propagation dynamique dans une plaque de PMMA. 100
3.4.11 Géométrie des talons pour échantillons composites. 100

Liste des tableaux

2.2.1 Vitesses d'indendation quasi-statiques et dynamique (ms^{-1}). Les vitesses $v1$ jusqu'à $v3$ correspondent aux vitesses d'indentation quasi-statiques et la vitesse $v4$ correspond à la vitesse d'indentation dynamique. 45